

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİYLE ÜRETİLMİŞ VOLFRAM ESASLI
KOMPOZİTLERİN KARAKTERİZASYON ÇALIŞMALARI VE GAMA
RADYASYON DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

Ozan YILMAZ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Programı

MAYIS 2017

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİYLE ÜRETİLMİŞ VOLFRAM ESASLI
KOMPOZİTLERİN KARAKTERİZASYON ÇALIŞMALARI VE GAMA
RADYASYON DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ**

DOKTORA TEZİ

**Ozan YILMAZ
(506062109)**

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. M.Lütfi ÖVEÇOĞLU

MAYIS 2017

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün **506062109** numaralı Doktora Öğrencisi Ozan YILMAZ, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “Mekanik Alaşımlama Yöntemiyle Üretilmiş Volfram Esaslı Kompozitlerin Karakterizasyon Çalışmaları ve Gama Radyasyon Davranışlarının İncelenmesi” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

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

Jüri Üyeleri : **Doç.Dr.Burak Özkal**
İstanbul Teknik Üniversitesi

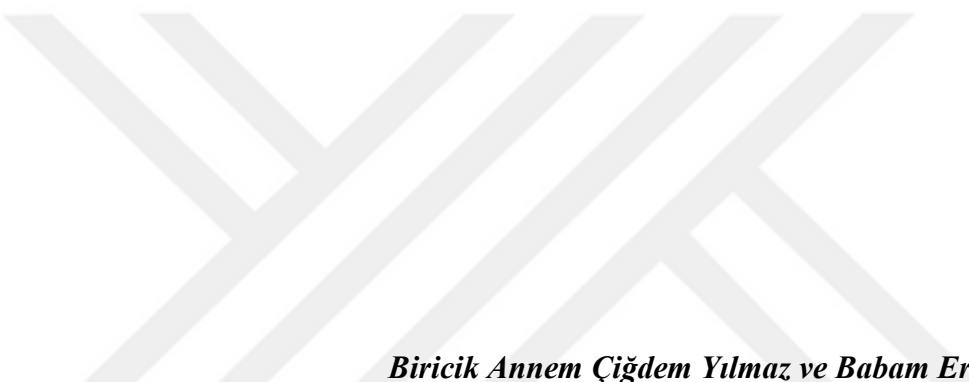
Prof. Dr.Adem Bakkaloğlu
Yıldız Teknik Üniversitesi

Prof. Dr.Ahmet Ekerim
Yıldız Teknik Üniversitesi

Prof.Dr. Hüseyin Çimenoglu
İstanbul Teknik Üniversitesi

Teslim Tarihi : **12.04.2017**
Savunma Tarihi : **10.05.2017**





Biricik Annem ıędem Yılmaz ve Babam Erol Yılmaz'a,



ÖNSÖZ

İnsanoğlu günün birinde kendisini çevreleyen sonsuz evrene mutlaka yayılacak ve bugün hayal bile edemediğimiz pek çok bilimsel aşama ile sonsuz bir yaşam döngüsü hiç durmaksızın ilerleyecektir. Öğrenme arzusu ile yola çıkmış pek çok bilim adamı sorgulayarak ve hayal ederek hep bir sonrayı oluşturmaya devam edecek. Burada bahsedilen araştırmalar, çoğu kez yorucu, uykusuz ve yalnızca bu yoldan yürüyen insanların başedebileceği sorunlarla doludur. İşte bu tez bu sonsuz uğraşın içerisinde yalnızca küçük bir toz tanesidir.

Bu tezin oluşumundaki en büyük ışık şüphesiz değerli hocam Prof.Dr.M.Lütfi Öveçoğlu'na aittir. Sahip olduğu eşsiz bilgi birikimini büyük bir adalet duygusu ile, inandığı ve beraber yürüdüğü yoldaki öğrencilerine hayatını adayarak paylaştan hocama tüm kalbimle teşekkür ederim.

Bizlere farklı perspektiflerden bakmayı aşıl原因 ve hep yanımda duran değerli hocam Doç.Dr. Burak Özkal'a ve toz metalurjisi ile tanışmamı sağlayan değerli hocam Prof.Dr. Adem Bakkaloğlu'na teşekkür ederim.

Bu tezin oluşumu esnasında bana değerli vakitlerini ayıran Yük. Müh. Sultan Sönmez'e, Yük. Müh.Emre Tekoğlu'na, Prof.Dr.A.Beril Tuğrul'a, Araş. Gör. Ertuğrul Demir'e, Dr. Bülent Büyük'e, Yük. Müh. Selçuk Yeşiltepe'ye, Dr. Nil Ünal Zerling'e, Dr. Burçak Ebin'e sonsuz teşekkür ederim. Çok değerli yıllar boyunca bana katmış olduğu sonsuz birikimi ve tecrübesi için değerli hocam Olcayto Önder'e teşekkür ederim. Akademik hayat konusunda beni destekleyen değerli hocam Murat Kaçar'a teşekkür ederim.

Hayatım boyunca beni cesaretlendirdikleri ve ihtiyaç duyduğum her an yanımda oldukları için babam Erol Yılmaz'a ve abim Levent Yılmaz'a teşekkür ederim.

Değerli eşim ve hayat arkadaşım Yük.Müh. H.Derya Yılmaz'a her an yanımda olduğu, sevgisini ve desteğini daima hissettirdiği için çok teşekkür ederim. Kızım Derin Yılmaz, varlığını bana vermiş en güzel hediye. İkinizi de tüm kalbimle seviyorum.

Mayıs 2017

Ozan Yılmaz
(Yüksek Mühendis)



İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ	vii
İÇİNDEKİLER	ix
KISALTMALAR	xi
SEMBOLLER	xiii
ÇİZELGE LİSTESİ	xv
ŞEKİL LİSTESİ	xvii
ÖZET	xxv
SUMMARY	xxvii
1. GİRİŞ	1
2. KONU İLE İLGİLİ YAPILMIŞ ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR	3
2.1. W Matrisli Kompozit Malzemeler	3
2.1.1. W-Karbür kompozitler	5
2.1.2. W-Oksit malzemeler	7
2.1.3. Füzyon uygulamalarında kullanılan malzemeler	8
2.2. Mekanik Alaşımlama Yöntemi	9
2.2.1. Mekanik alaşımlamanın gelişim süreci ve gerekliliği	10
2.2.2. Mekanik alaşımlamayı etkileyen faktörler	13
2.2.3. Mekanik alaşımlama ile üretilen nanokompozitler	15
2.3. Sinterleme	16
2.3.1. Katı hal sinterlemesi	16
2.3.2. Sıvı faz sinterlemesi	18
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	21
3.1. Başlangıç Tozlarının Özellikleri	22
3.2. Mekanik Alaşımlama Tekniği ile Tozların Üretimi	22
3.3. Mekanik Alaşımlanmış Tozların Karakterizasyonu	24
3.4. Mekanik Alaşımlanmış Tozların Preslenmesi ve Sinterlenmesi	26
3.5. Sinterlenmiş Numunelerin Karakterizasyon Çalışmaları	28
3.6. Gama Transmisyon Deneyleri	32
4. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMALAR	35
4.1. W-2ağ.%VC-1ağ.%C ve W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C Tozlarının Mekanik Alaşımlanması	35
4.2. W-2ağ.%VC-1ağ.%C ve W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C Tozlarının Karakterizasyonları	37
4.3. Mekanik alaşımlanmış W-2 ağ.%VC-1 ağ.%C ve W-2 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C Tozlarının Preslenmesi ve Sinterlenmesi	51
4.4. Mekanik Alaşımlanmış ve Sinterlenmiş W-2 ağ.%VC-1 ağ.%C ve W-2 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C Kompozitlerinin Karakterizasyon Çalışmaları	51
4.5. W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C Tozlarının Mekanik Alaşımlanması	62
4.6. W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C tozlarının karakterizasyon çalışmaları	62

4.7.	W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C Tozlarının Preslenmesi ve Sinterlenmesi	70
4.8.	W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C Kompozitlerinin Karakterizasyon Çalışmaları	70
4.9.	W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C Kompozitlerinin Gama Radyasyon Özellikleri.....	76
5.	SONUÇLAR	97
	KAYNAKLAR	103
	ÖZGEÇMİŞ	109



KISALTMALAR

MA	: Mekanik Alaşımlama
T/M	: Toz Metalurjisi
MPa	: Mega Paskal
6V	: 6 Saat Mekanik Alaşımlanmış W-2ağ.%VC-1ağ.%C Toz Karışımı
12V	: 12 Saat Mekanik Alaşımlanmış W-2ağ.%VC-1ağ.%C Toz Karışımı
24V	: 24 Saat Mekanik Alaşımlanmış W-2ağ.%VC-1ağ.%C Toz Karışımı
6VT	: 6 Saat Mekanik Alaşımlanmış W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C Toz Karışımı
12VT	: 12 Saat Mekanik Alaşımlanmış W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C Toz Karışımı
24VT	: 24 Saat Mekanik Alaşımlanmış W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C Toz Karışımı
PM	: Toz Metalurjisi
ODS	: Oksit Dispersiyon Sertleştirici
HP	: Hewlett Packard
XRD	: X Işını Difraksiyonu
TEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
EDS	: Enerji Dağılımı Spektroskopisi
YDK	: Yarı Dğer Kalınlığı
LM	: Işık Mikroskobu
keV	: Kiloelektrovolt
gr	: Gram
cm³	: Santimetre K�p
Gpa	: Giga Paskal
Tpa	: Tera Paskal
sa	: Saat
nm	: Nanometre



SEMBOLLER

$^{\circ}\text{C}$	: Santigrad Derece
ρ	: Yoğunluk
μ	: Lineer Zayıflatma Katsayısı
θ	: Difraksiyon Açısı
I_0	: Gelen Fotonun Şiddeti
μ_m	: Kütle Zayıflatma Katsayısı





ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1 : Son 60 yıldaki dispersiyon sertleştirmesinin ve mekanik alaşımlama prosesinin gelişiminin şematik zaman çizelgesi ile gösterimi.	12
Çizelge 2.2 : Mekanik Alaşımlama Prosesi ile Üretilmiş ODS Alaşımlarının Tipik Örnekleri ve Uygulama Alanları	13
Çizelge 2.3 : Farklı bilye öğütme ortamlarında kullanılan malzemeler ve özellikleri.	14
Çizelge 3.1 : Deneylerde Kullanılan Se-75 ve Sb-125 Radyoizotop Kaynaklarının Özellikleri.....	33
Çizelge 4.1 : Ağırlıkça W-VC-C ve W-VC-TiC-C yüzdeleri.....	36
Çizelge 4.2 : He Piknometresi ile elde edilen yoğunluk değerleri.....	51
Çizelge 4.3 : W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının kütlece yüzdeleri ve mekanik alaşımlama süreleri.....	62
Çizelge 4.4 : Mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinin sinter sonrası yoğunluk değerleri ve bağıl yoğunluk yüzdeleri.....	71
Çizelge 4.5 : W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin malzeme kalınlığı-bağıl sayım değerleri.	77
Çizelge 4.6 : W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinin Se-75 ve Sb-125 kaynakları karşısında lineer zayıflatma katsayıları.	78
Çizelge 4.7 : W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin Se-75 ve Sb-125 kaynakları karşısındaki kütle zayıflatma katsayıları.	82
Çizelge 4.8 : W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin Se-75 ve Sb-125 kaynakları karşısında yarı değer kalınlıkları.	96



ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : Farklı endüstrilerde kullanılan çeşitli ileri teknoloji malzemelerinin üretimlerinde kullanılan yöntemler.	4
Şekil 2.2 : (W,Ti,V)C tanesi tarafından çevrelenmiş WC tanesinin TEM görüntüsü. 6	
Şekil 2.3 : Hacimce %20 ZrC takviye edilmiş Volfram matriksli sinterlenmiş kompozitlerin mikroyapısal görüntüsü a) 2000°C ve b) 2200°C (Zhang T. ve diğ. 2009).	6
Şekil 2.4 : Sinterlemede parçacıklar arası bağ oluşumu ve temas noktaları için iki küre modeli.....	17
Şekil 2.5 : Sıvı faz sinterlemesi esnasında karşılaşılan çözünürlük faktörleri.....	18
Şekil 2.6 : Sıvı faz sinterleme mekanizmasının aşamaları.	19
Şekil 3.1 : Yapılan deneysel çalışmaların akım şeması.	21
Şekil 3.2 : Spex™ 8000D Dual Mixer-Mill Yüksek enerjili öğütücü.	23
Şekil 3.3 : Öğütücü kap ve bilyalar.	23
Şekil 3.4 : Plaslabs™ Kapalı ortam kutusu.	24
Şekil 3.5 : Malvern Instruments™ Mastersizer 2000 cihazı.	24
Şekil 3.6 : Nano-Flex™ partikül boyut ve Stabino™ zeta potansiyel cihazları.	25
Şekil 3.7 : Bandalin Sonorex™ Ultrasonik Banyo.	25
Şekil 3.8 : Bruker™ D8 Advance difraktometresi.	26
Şekil 3.9 : JEOL™-6000 Neoscope taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı. ...	26
Şekil 3.10 : Sinterleme öncesi sert metal tozların preslenmesinin şematik görünümü.	27
Şekil 3.11 : —MSTEC™ BM-0805 hidrolik pres MSE tek eksenli hidrolik el presi (10 ton).	27
Şekil 3.12 : 1700 Anter™ Gazaltı Dikey Dilatometresi.	28
Şekil 3.13 : Linn™ 1800 M Vac kontrollü atmosfer sinter fırını.	28
Şekil 3.14 : Struers™ Labopress-1 bakalite alma cihazı.	29
Şekil 3.15 : Struers™ Tegrapol-15 parlatma cihazı.	29
Şekil 3.16 : Zeiss Stereo mikroskobu.	30
Şekil 3.17 : SHIMADZU™ mikrosertlik test cihazı.	30
Şekil 3.18 : Arşimet yoğunluk ölçüm düzeneği olarak kullanılan Precisa™ hassas terazi.	31
Şekil 3.19 : Micromeritics™ AccuPyc II 1340 piknometre.	32
Şekil 3.20 : Gama Transmisyon Tekniğinin Genel Şeması.	33
Şekil 4.1 : 1 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.	37
Şekil 4.2 : 3 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.	37
Şekil 4.3 : 6 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.	37
Şekil 4.4 : 12 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.	38

Şekil 4.5 : 24 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.....	38
Şekil 4.6 : 1 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.	39
Şekil 4.7 : 3 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.	39
Şekil 4.8 : 6 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.	39
Şekil 4.9 : 12 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.	39
Şekil 4.10 : 24 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.	40
Şekil 4.11 : 1 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağ.%VC - 1 ağ.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.	41
Şekil 4.12 : 1 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağ.%VC – 2ağ.%TiC- 1 ağ.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.	41
Şekil 4.13 : 3 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağ.%VC - 1 ağ.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.	42
Şekil 4.14 : 3 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağ.%VC – 2ağ.%TiC- 1 ağ.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.	42
Şekil 4.15 : 6 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağ.%VC - 1 ağ.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.	43
Şekil 4.16 : 6 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağ.%VC – 2ağ.%TiC- 1 ağ.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.	43
Şekil 4.17 : 12 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağ.%VC - 1 ağ.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.	44
Şekil 4.18 : 12 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağ.%VC – 2ağ.%TiC- 1 ağ.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.	44
Şekil 4.19 : 24 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağ.%VC - 1 ağ.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.	45
Şekil 4.20 : 24 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağ.%VC – 2ağ.%TiC-1 ağ.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.	45
Şekil 4.21 : 1 Saat mekanik alaşımlanmış (a) W- 2 ağ.%VC – 2ağ.%TiC-1 ağ.%C ve (b) W- 2 ağ.%VC - 1 ağ.%C tozlarının XRD analizleri.	46
Şekil 4.22 : 3 saat mekanik alaşımlanmış (a) W- 2 ağ.%VC – 2ağ.%TiC-1 ağ.%C ve (b) W- 2 ağ.%VC - 1 ağ.%C tozlarının XRD analizleri.	46
Şekil 4.23 : 6 saat mekanik alaşımlanmış (a) W- 2 ağ.%VC – 2ağ.%TiC-1 ağ.%C ve (b) W- 2 ağ.%VC - 1 ağ.%C tozlarının XRD analizleri.	46
Şekil 4.24 : 12 saat mekanik alaşımlanmış (a) W- 2 ağ.%VC – 2ağ.%TiC-1 ağ.%C ve (b) W- 2 ağ.%VC - 1 ağ.%C tozlarının XRD analizleri.	47

Şekil 4.25 : 24 saat mekanik alaşımlanmış (a) W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC-1 ağı.%C , (b) W- 2 ağı.%VC - 1 ağı.%C tozlarının XRD analizleri.....	47
Şekil 4.26 : 1, 3, 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC-1 ağı.%C tozlarının karşılaştırmalı XRD grafikleri.....	48
Şekil 4.27 : 1, 3, 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağı.%VC - 1 ağı.%C tozlarının karşılaştırmalı XRD grafikleri.	48
Şekil 4.28 : 1, 3, 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağı.%VC –1 ağı.%C tozlarının artan mekanik alaşımlama süreleri ile şiddet değişim grafiği.	49
Şekil 4.29 : 1, 3, 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC-1 ağı.%C tozlarının artan mekanik alaşımlama süreleri ile şiddet değişim grafiği.	50
Şekil 4.30 : 1 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin 1000X ve 5000X SEM görüntüleri.....	52
Şekil 4.31 : 3 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin 1000X ve 5000X SEM görüntüleri.....	52
Şekil 4.32 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin 1000X ve 5000X SEM görüntüleri.....	52
Şekil 4.33 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin 1000X ve 5000X SEM görüntüleri.....	53
Şekil 4.34 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin 1000X ve 5000X SEM görüntüleri.....	53
Şekil 4.35 : 1 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC- 1ağı.%C kompozitlerinin (a) 1000X ve (b) 5000X SEM görüntüleri.....	54
Şekil 4.36 : 3 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC- 1ağı.%C kompozitlerinin (a) 1000X ve (b) 5000X SEM görüntüleri.....	54
Şekil 4.37 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC- 1ağı.%C kompozitlerinin (a) 1000X ve (b) 5000X SEM görüntüleri.....	54
Şekil 4.38 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC- 1ağı.%C kompozitlerinin (a) 1000X ve (b) 5000X SEM görüntüleri.....	55
Şekil 4.39 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC- 1ağı.%C kompozitlerinin (a) 1000X ve (b) 5000X SEM görüntüleri.....	55
Şekil 4.40 : 1 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında (a)W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC- 1ağı.%C ve (b)W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin XRD grafikleri... ..	56
Şekil 4.41 : 3 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş (a)W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C ve (b)W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin XRD grafikleri.	56
Şekil 4.42 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş (a)W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C ve (b)W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin XRD grafikleri.	56
Şekil 4.43 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş (a)W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C ve (b)W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin XRD grafikleri.	57
Şekil 4.44 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş (a)W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C ve (b)W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin XRD grafikleri.	57
Şekil 4.45 : (a)1, (b)3, (c)6, (d)12 ve (e)24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W- 2 ağı.%VC - 1 ağı.%C kompozitlerinin XRD paternleri.	58
Şekil 4.46 : (a)1, (b)3, (c)6, (d)12 ve (e)24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W- 2ağı.%VC – 2 ağı.%TiC - 1ağı.%C kompozitlerinin XRD paternleri.....	58

Şekil 4.47 : (a)1, (b)3, (c)6, (d)12 ve (e)24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W- 2 ağ.%VC –1 ağ.%C kompozitlerinin artan mekanik alaşımlama süreleri ile şiddet değişim grafiği.	59
Şekil 4.48 : (a)1, (b)3, (c)6, (d)12 ve (e)24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W- 2 ağ.%VC -2ağ.%TiC –1 ağ.%C kompozitlerinin artan mekanik alaşımlama süreleri ile şiddet değişim grafiği.	59
Şekil 4.49 : 1, 3, 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-2ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin artan mekanik alaşımlama süreleri ile bağıl yoğunluk ve sertlik değişim grafiği.	60
Şekil 4.50 : 1, 3, 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-2ağ.%VC – 2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin artan mekanik alaşımlama süreleri ile bağıl yoğunluk ve sertlik değişim grafiği.	61
Şekil 4.51 : W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C tozlarının nano tane boyutu analizi.	63
Şekil 4.52 : 6 saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C tozlarının (a)1000X ve (b)5000X büyütmelelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri.	63
Şekil 4.53 : 6 saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C tozlarının (a)1000X ve (b)5000X büyütmelelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri.	64
Şekil 4.54 : 12 saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C tozlarının (a)1000X ve (b)5000X büyütmelelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri.	64
Şekil 4.55 : 12 saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C tozlarının (a)1000X ve (b)5000X büyütmelelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri.	65
Şekil 4.56 : 24 saat mekanik alaşımlanmış W-6ağ.%VC-1ağ.%C tozlarının (a)1000X ve (b)5000X büyütmelelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri.	65
Şekil 4.57 : 24 saat mekanik alaşımlanmış W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının (a)1000X ve (b)5000X büyütmelelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri.	66
Şekil 4.58 : 6 saat mekanik alaşımlanmış (a) W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve (b)W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C toz kompozitlerinin XRD paternleri.	66
Şekil 4.59 : 12 saat mekanik alaşımlanmış (a) W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve (b)W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C toz kompozitlerinin XRD paternleri.	67
Şekil 4.60 : 24 saat mekanik alaşımlanmış (a) W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve (b)W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C toz kompozitlerinin XRD paternleri.	67
Şekil 4.61 : (a)6 saat, (b)12 saat, (c)24 saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C toz kompozitlerinin XRD paternleri.	68
Şekil 4.62 : (a)6 saat, (b)12 saat, (c)24 saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C toz kompozitlerinin XRD paternleri.	68
Şekil 4.63 : (a)6 saat, (b)12 saat, (c)24 saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C toz kompozitlerinin piklerinin şiddet değişimlerinin XRD paternleri.	69
Şekil 4.64 : (a)6 saat, (b)12 saat, (c)24 saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C toz kompozitlerinin piklerinin şiddet değişimlerinin XRD paternleri.	69
Şekil 4.65 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C kompozitlerinin 1500X büyütmedeki SEM mikroyapı görüntüsü.	71

Şekil 4.66 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinin 1500X büyütmedeki SEM mikroyapı görüntüsü.	72
Şekil 4.67 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C kompozitlerinin 1500X büyütmedeki SEM mikroyapı görüntüsü.	72
Şekil 4.68 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinin 1500X büyütmedeki SEM mikroyapı görüntüsü.	72
Şekil 4.69 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C kompozitlerinin 1500X büyütmedeki SEM mikroyapı görüntüsü.	73
Şekil 4.70 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinin 1500X büyütmedeki SEM mikroyapı görüntüsü.	73
Şekil 4.71 : Sinter sonrası farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C kompozitlerinin XRD paternleri.	74
Şekil 4.72 : Sinter sonrası farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinin XRD paternleri.	74
Şekil 4.73 : 6saat,12 saat ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C kompozitlerinin piklerindeki şiddet değişimlerinin XRD paternleri.	75
Şekil 4.74 : 6 saat,12 saat ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinin piklerindeki şiddet değişimlerinin XRD paternleri.	76
Şekil 4.75 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C kompozitlerinin karşılaştırmalı lineer zayıflatma katsayıları.	78
Şekil 4.76 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinin karşılaştırmalı lineer zayıflatma katsayıları.	79
Şekil 4.77 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.	80
Şekil 4.78 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.	80
Şekil 4.79 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.	80
Şekil 4.80 : 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.	81
Şekil 4.81 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin kütle zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.	83
Şekil 4.82 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.	83

Şekil 4.83 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.	84
Şekil 4.84 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.	85
Şekil 4.85 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.	85
Şekil 4.86 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.	85
Şekil 4.87 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.	86
Şekil 4.88 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin kütle zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.	87
Şekil 4.89 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin karşılaştırmalı lineer zayıflatma katsayıları.	88
Şekil 4.90 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin karşılaştırmalı lineer zayıflatma katsayıları.	89
Şekil 4.91 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.	90
Şekil 4.92 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.	90
Şekil 4.93 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.	91
Şekil 4.94 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.	91
Şekil 4.95 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin kütle zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.	92
Şekil 4.96 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin karşılaştırmalı lineer zayıflatma katsayıları.	92
Şekil 4.97 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin karşılaştırmalı lineer zayıflatma katsayıları.	93
Şekil 4.98 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.	94

Şekil 4.99 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.....	94
Şekil 4.100 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.....	94
Şekil 4.101 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.	95
Şekil 4.102 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin kütle zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.	96





MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİYLE ÜRETİLMİŞ VOLFRAM ESASLI KOMPOZİTLERİN KARAKTERİZASYON ÇALIŞMALARI VE GAMA RADYASYON DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ

ÖZET

İlerleyen teknolojik gelişmeler, bilim adamlarını yeni malzemeler üretmek konusunda zorlamaktadır. Malzemenin doğası gereği, birbirinden çok farklı ergime noktasına sahip malzemelerden kompozit üretimi geleneksel yöntemlerle imkansızdır. Bu noktada toz metalurjisinin son yüzyıllık süreçte ortaya koyduğu mekanik alaşımlama yöntemi devreye girmiştir. Mekanik alaşımlama, toz partikülerinin yüksek enerjili bir öğütücü vasıtasıyla birbirini tekrar eden çarpışma, parçalanma ve tekrar parçalanma aşamalarından geçerek çok küçük boyutlarda yeni bir toz bileşiminin katı faz toz üretme prosesi olarak özetlenebilir. Burada başlangıç malzemesinin boyutları, miktarı, kullanılan çarpışma alanı, parçalama işlemini gerçekleştirecek olan bilyenin miktarı, öğütme atmosferi, öğütme süresi gibi pek çok farklı parametre elde edeceğiniz yeni malzemenin özelliklerini etkilemektedir. Tozun eldesinin ardından karakterizasyonu ve sinterlenmesi kullanım alanının istediği özelliklerin elde edilmesi açısından önemli bir rol üstlenmektedir. Volfram ana matriksli kompozitlerin sahip oldukları yüksek yoğunluk (19.34 gr/cm^3) ve yüksek ergime noktası (3410°C) özellikleri kesici ve kaplamaya dayanıklı malzemeler olarak kullanılmalarını sağlamıştır. Volfram aynı zamanda kırıcı makineler, elektrik lambaları, otomotiv sektörü, uçak sanayi, radyasyon kalkanı gibi pek çok farklı alanda kendisine yer bulmuştur.

Çalışmalar esnasında Volfram-Vanadyum Karbür-Grafit ve Volfram-Vanadyum Karbür-Titanyum Karbür-Grafit tozları kompozit malzemeler üretilmiştir. W-2ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-1ağ.%C karışımlarına %2 TiC katılarak 1,3,6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmıştır. Alaşımlanmış tozlar önce preslenmiş, ardından sinterlenmişlerdir. Sinterleme işlemi kompozit malzeme üretimi esnasındaki en önemli adımdır. Nano partiküllerin sinterlenmesi hem bilimsel hem de teknolojik açıdan büyük önem taşımaktadır. Nano partikül sinterlenmesi esnasında hedef, maksimum yoğunluğa ulaşılırken tane boyutlarının nano boyutta kalmasını sağlamaktır. Bunun gerçekleşmesinin önündeki en önemli sorun yoğunlaştırmanın beraberinde tane büyümesi getirmesidir. Burada yer alan her iki mekanizma da aynı itici güç ve kütle taşıma mekanizmalarını kullanmaktadır. Çoğu durumda tane büyümesi bölgesel ara yüzeydeki enerjiyi dengesizleştirmektedir. Bu da beraberinde sürekli gözenek oluşumunu getirmektedir. Tane büyümesini etkileyen bir diğer faktör ise aglomerasyondur. Aglomerasyona uğramış olan gevşek partiküller artan sıcaklıkla topaklaşıp eş eksenli yapılar haline dönüşmektedir. Ardından da bir araya gelmiş olan topaklar daha düşük enerji duvarını aşmaları gerekeceği için kolayca sinterlenirler. Sinterlemenin ardından elde edilmiş olan numunelerin yoğunlukları ve sertlik değerleri ölçülmüştür. Karakterizasyon işlemlerinin ardından çeşitli kalınlıklarda preslenmiş ve sinterlenmiş malzemelerin Se-75 ve Sb-125 gama radyoizotopları vasıtasıyla radyasyon zırh özellikleri incelenmiştir. Vanadyum alaşımları füzyon reaktörlerinde birincil duvar malzemesi olarak kullanılmaktadır. Titanyum karbür ve

vanadyum karbür bileşikleri sahip oldukları yüksek sertlik, yüksek ergime noktası, yüksek sıcaklıkta sertlik ve iyi korozyon dirençleri ile volframın mekanik özelliklerini ciddi ölçüde iyileştirmektedirler. Ayrıca titanyum karbür (Ti,W)C katı çözeltisi oluşturabilmektedir. Bu çözelti titanyum karbürden daha da yüksek mekanik özelliklere sahiptir. Titanyum karbür de tıpkı vanadyum alaşımları gibi füzyon ekipmanlarında bileşenlerde kaplama malzemesi olarak kullanılmaktadır. Bu nedenle gama radyasyon zırh malzemesi olarak kullanımı ümit vermektedir. Yapılan çalışmalar üretilen malzemelerin titanyum karbür ilavesi ile yoğunluk değerlerinin azaldığını ortaya koymaktadır. Karbür fazlarının homojen olarak dağılabilmesi için minimum 6 saat mekanik alaşımlanma süresine ihtiyaç olduğu yapılan ön çalışmalarda ortaya çıkmıştır. Bu nedenle 12 ve 24 saat gibi uzun mekanik alaşımlama sürelerinde öğütme yapılmıştır. Yoğunluklar artan mekanik alaşımlama süresi ile artmıştır. Sertlik değerleri ise titanyum karbür ilavesi ile azalmıştır. Radyasyon kaynakları ile yapılan deneyler bu değerlerin paralelinde sonuçlar ortaya çıkarmış, Volfram-Vanadyum Karbür-Grafit bileşiminin zırh malzemesi olarak kullanımının daha doğru olacağı sonucuna varılmıştır. Yüksek yoğunluk ve sertlik gerektiren malzemelere alternatif olarak üretilmiş bu malzemelerin, ilerleyen dönemlerdeki çalışmalara bir ışık tutabileceği ve mekanik alaşımlama yöntemiyle radyasyon zırh malzemesi üretiminde ilk adımlardan biri olduğu unutulmamalıdır.

Bu doktora tezinde Volfram elementinin içerisine VC ve TiC tozları, farklı bileşimlerde konulmuş, mekanik alaşımlama yöntemiyle fiziksel özelliklerinde oluşacak değişimlerin gözlemlenmesi hedeflenmiştir. Bu üretilen malzemelerin radyasyon zırhlama özellikleri incelenmiş ve literatüre radyasyon zırh malzemesi olarak kullanılabilecek alternatif bir malzeme sunulmuştur. Yapılan çalışmalar kurşuna göre çok daha başarılı fiziksel özelliklerde bir malzeme üretildiğini desteklemektedir. AB insan sağlığına zarar veren maddelerin kullanımını RoHS uygulamaları ile kısıtlamıştır. Üretilmiş olan malzeme aynı zamanda toksik olmayan bir malzeme de olduğundan gelecek dönemlerde kullanımı bu uygulamalara da uygundur ve pek çok avantajı da beraberinde getirmektedir. Ama yapılan üretimlerin çok küçük ölçekte ve laboratuvar şartlarında gerçekleştirildiği unutulmamalıdır. Ticari ölçekte çok fazla üretim yapıldığında malzemenin fiziksel özelliklerinin eldesinin ayrı ve geniş bir çalışma gerektirecek olması kaçınılmazdır.

CHARACTERIZATION INVESTIGATIONS OF MECHANICALLY ALLOYED TUNGSTEN BASED COMPOSITES AND THEIR BEHAVIOURS VIA GAMMA RADIATION

SUMMARY

Advanced technological developments enforce scientists to produce new materials. Due to the nature of materials, it is impossible to produce composites which have very different melting points by using conventional methods. At this point, powder metallurgy (PM) has the solution for this main problem. As a new method mechanical alloying has been introduced by PM. Mechanical alloying is one the newest production methods of powders. The main idea of the mechanical alloying process is to obtain nano powders. Smaller particles have larger surface areas, which is very important for the sintering process.

Mechanical alloying can be summarized as solid-state powder processing technique involving repeated welding, fracturing and rewelding of powder particles in a high-energy ball mill. There are several parameters such as the size of initial powders, quantities, collision area, quantities of balls that realizes the fracturing, milling atmosphere, durations of milling effect the properties of the final composite product. Initial powders can be obtained by chemical reactions, electrolysis, atomization, mechanical milling and mechanical alloying. After obtaining the powders, characterization and sintering of them are very important for the optimum microstructural and mechanical properties of the composite materials.

Sintering has two major mechanisms; solid state sintering and liquid phase sintering. Solid state sintering process depends on diffusion processes that cause necks to form and grow at these contact points. On the other hand liquid phase sintering process can be summarized in three steps; rearrangement, solution-precipitation and final densification.

Sintering of the elements such as tungsten is very important comparing to conventional methods, due to its extremely high melting point (3410°C). Tungsten has high electrical and thermal conductivity and low vapor pressure at high temperatures. It is also considered as a good element for high vacuum technology, furnace construction, glass seals and dimensional stability. It has an ability to absorb radioactive radiation because of its high density (19.34 gr/cm³). Tungsten matrix composites can be also used as cutting tools and coating materials due to their high melting points and high densities. Tungsten has various application areas such as grinding materials, electric lamps, automotive industry, aircraft industry and radiation shielders. During the investigations different weight percentages of Tungsten-Vanadium Carbide-Graphite and Tungsten-Vanadium Carbide-Titanium Carbide-Graphite powders has been mechanically alloyed for 1,3,6,12 and 24 hours with and without adding TiC. MA'd powders has been pressed at different thickness' and has been sintered. Then microstructural and mechanical properties of these sintered samples have been investigated by using pycnometer, SEM and XRD. The effects of carbides were

compared with the previous investigations about mechanically alloyed and sintered tungsten matrix composites. Adding carbides such as Vanadium Carbide and Titanium Carbide brought very good mechanical results. Presence of Vanadium Carbide improved the radiation shielding properties.

Sintering is the most important part of the production of the composite materials. Sintering of the nano particles has a great importance for both scientific and technological developments. During the sintering of the nano particles, main target is keeping the particles at nano scales while reaching the maximum density. The biggest problem above it is the grain growth of particles during the sintering. Both densification and grain growth use the same driving force and mass transportation mechanisms. Grain growth usually unbalances the energy via partial interface area. This generates continuous porosities at the interface areas. Agglomeration is one of the major factors of the grain growth. Agglomerated loose particles become lumpy and coaxial particle with the effects of increasing temperature. Then lumps need to overcome a lower energy barrier and they can be easily sintered. After the sintering of the materials, their densities and micro hardness values have been investigated.

Sintered materials' radiation properties and gamma shielding properties have been investigated via Se-75 (264 keV and 401 keV) and Sb-125 (602 keV and 1692 keV) gamma radio isotopes. Linear attenuation, mass attenuation and half value thickness values of sintered composites were calculated. Vanadium alloys are used as first wall blankets at fusion reactors. Titanium carbide and vanadium carbide extremely increase the mechanical properties of tungsten thanks to their high hardness, high melting points, corrosion resistance and high temperature strength. (Ti,W)C phase can be obtained due to the amount of TiC via mechanical alloying. (Ti,W)C has better mechanical properties even than TiC. TiC can be used as coating material just as vanadium carbide. Therefore, both TiC and VC can be used as fusion equipments. Experimental results showed that adding TiC decreases the densities and the micro hardness of the composites. The radiation experiments have same results according to their densities.

Carbide phases need at least 6 hours of mechanical alloying duration to obtain homogenous distribution via tungsten matrix. Due to this, 12 and 24 hours mechanical alloying durations were used during the experiments. Densities increase proportional to the mechanical alloying duration. On the other hand, hardness values decrease due to addition of Titanium Carbide. Gamma radiation experiments have the parallel results that Tungsten-Vanadium Carbide-Graphite composite is the better alternate material for the gamma shieldings. Both Tungsten-Vanadium Carbide-Graphite and Tungsten-Vanadium Carbide-Titanium Carbide-Graphite Composites are alternate materials for the fusion reactors.

These investigations cast a new light on the mechanically alloyed and sintered powders as gamma shielding materials. These investigations are the very early steps of the usage of mechanically alloyed and sintered powders as radiation shielders.

The purpose of this doctoral dissertation is investigating the properties of different composite powders obtained by mechanical alloying process, sintering of these composites and obtaining tungsten matrix composites. Add different proportions of carbides such as Vanadium Carbide and Titanium Carbide into the Tungsten matrix and to investigate the change of their physical properties due to different mechanical alloying durations. Their shielding properties have been investigated and an alternating new radiation shielding material has been put forth to the literature. All of the

experimental results proved that a much more better shielding material than Pb has been obtained.

EU limited the usage of toxic materials due to the RoHS directives. This new material is completely non-toxic; therefore, it is compatible for the next generation productions and brings too much advantages. It shouldn't be forgotten that all the experiments handed in small scales and in laboratory conditions. Industrial production of this material can occur new problems and has to be investigated.

According to the previous investigations the attenuation results were promising. W-VC-C composites has better shielding properties against gamma sources. It should not be forgotten that these composites are the first steps as the usage of mechanically alloyed powders as radiation shielders and they are also alternating materials that seeks high density and high hardness.





1. GİRİŞ

Toz metalurjisi elementel veya alaşımlanmış tozların çeşitli bağlayıcılar yardımıyla harmanlanarak, kullanılan tozların özelliklerine uygun sıcaklıklarda sinterleme ve nihai malzemenin elde edilmesi yöntemidir (Upadhyaya G.S., 2000). Toz metalurjisinin üretim aşamalarını kısaca tozun elde edilmesi, şekillendirilmesi ve sinterlenmesi olmak üzere üç ana aşamada özetlemek mümkündür. Metal tozlarının üretiminde kullanılan temel yöntemler kimyasal tepkimelerle toz üretimi, elektroliz yöntemi, atomizasyon yöntemi, mekanik alaşımlama ve mekanik öğütme yöntemleridir.

Mekanik alaşımlama ve mekanik öğütme işlemleri özellikle olağanüstü mekanik özelliklere sahip ileri teknoloji malzemelerinin üretimleri konusunda ön plana çıkmış proseslerdir (J.S.Benjamin J.S. (1992). Mekanik alaşımlama, tozların sürekli kırılma, yeniden kaynama ve yeniden kırılma ve yeniden kaynama olarak özetleyebileceğimiz şekilde alaşım oluşturma işlemi olarak adlandırılır. Diğer taraftan tek bir çeşit tozun öğütülerek, malzeme transferine gerek kalmadan yapılan öğütme işlemine ise mekanik öğütme denmektedir. (El-Eskandarany M.S., 2015)

Mekanik alaşımlama sonucunda hedef yeterli öğütme süresi sonucunda homojen yapıda tozlar elde etmektir. Başlangıç tozlarının boyutları çoğunlukla 0-200µm arasında seçilmektedir. Nihai tozlar ise nano boyutlardadır (<100nm). Elde edilen bu nano boyuttaki tozlar şekillendirildikten sonra sinterlenerek malzeme üretimi tamamlanmış olur (Suryanarayana C., 2001).

Mekanik alaşımlama işlemleri sırasında volfram ana matriks elemanı olarak yaygın olarak kullanılmaktadır. Volfram yüksek yoğunluk(19,34gr/cm³) ve yüksek ergime sıcaklığı (3410°C) gibi eşsiz özelliklere sahiptir. Gerek oda sıcaklığındaki kırılgenliği önlemek gerekse sinterleme sıcaklığını düşürmek açısından içerisine Ni, Co veya Cu gibi geçiş elementleri eklenmektedir. Aynı şekilde içerisine oksit, karbür, nitrür ya da borür ekleyerek yüksek sıcaklıkta dahi sertliğini koruyabilen veya çeşitli zırh özelliklerine sahip malzemeler üretmek mümkün olmaktadır (Roll K.H., 1984).

Volframa vanadyum ve bileşiklerinin katılması nükleer uygulamalarda gama ışınlarının zırhlanmasına karşı etkili bir malzeme eldesini sağlamaktadır (Chen J.M. ve diğ. 2011). Gama radyasyon zırh malzemesi olarak kullanılan kurşun zehirli bir malzemedir ve çevre kirliliğine yol açar. Bununla ilgili olarak Zehirli Malzemelerin Yasaklanması(RoHS) ile ilgili olarak Avrupa Birliği'nin aldığı kararlar kurşunun yasaklanmasını içermektedir (Büyük B., 2013). Bu bağlamda volfram elementinin içerisine vanadyum karbür (VC) katarak alternatif bir malzeme üretilmesi fikri ortaya çıkmıştır. Burada kontrolsüz olarak büyüme ve sinterleme esnasında kümelenme ihtimali olan VC tozlarını kontrol altında tutabilmek için titanyum karbürün (TiC) ikinci bir karbür faz olarak eklenmesi fikri ortaya atılmıştır.

Bu aşamada kullanılan malzemelerin öğütme süresine ve preslemeye bağlı olarak sahip oldukları özelliklerin değişimi farklılıklar göstermektedir. Zamana bağlı olarak alaşımlanma sürelerinin artması zırh özelliklerini belirli bir süreden sonra negatif olarak etkilemektedir. Aynı durum TiC ilavesinde de gözlemlenmiştir. Ayrıca hesaplanmış olan Yarı-Değer Kalınlık değerleri kullanılan malzemelerin radyasyon ışınları karşısındaki yeterliliklerini de test etmektedir. Tüm çalışmalar volfram bazlı malzemelerin nükleer zırh malzemesi olarak kullanıma çok uygun olduğunu ortaya koymuştur (Tuğrul A. ve diğ, 2013, Directive, 2011).

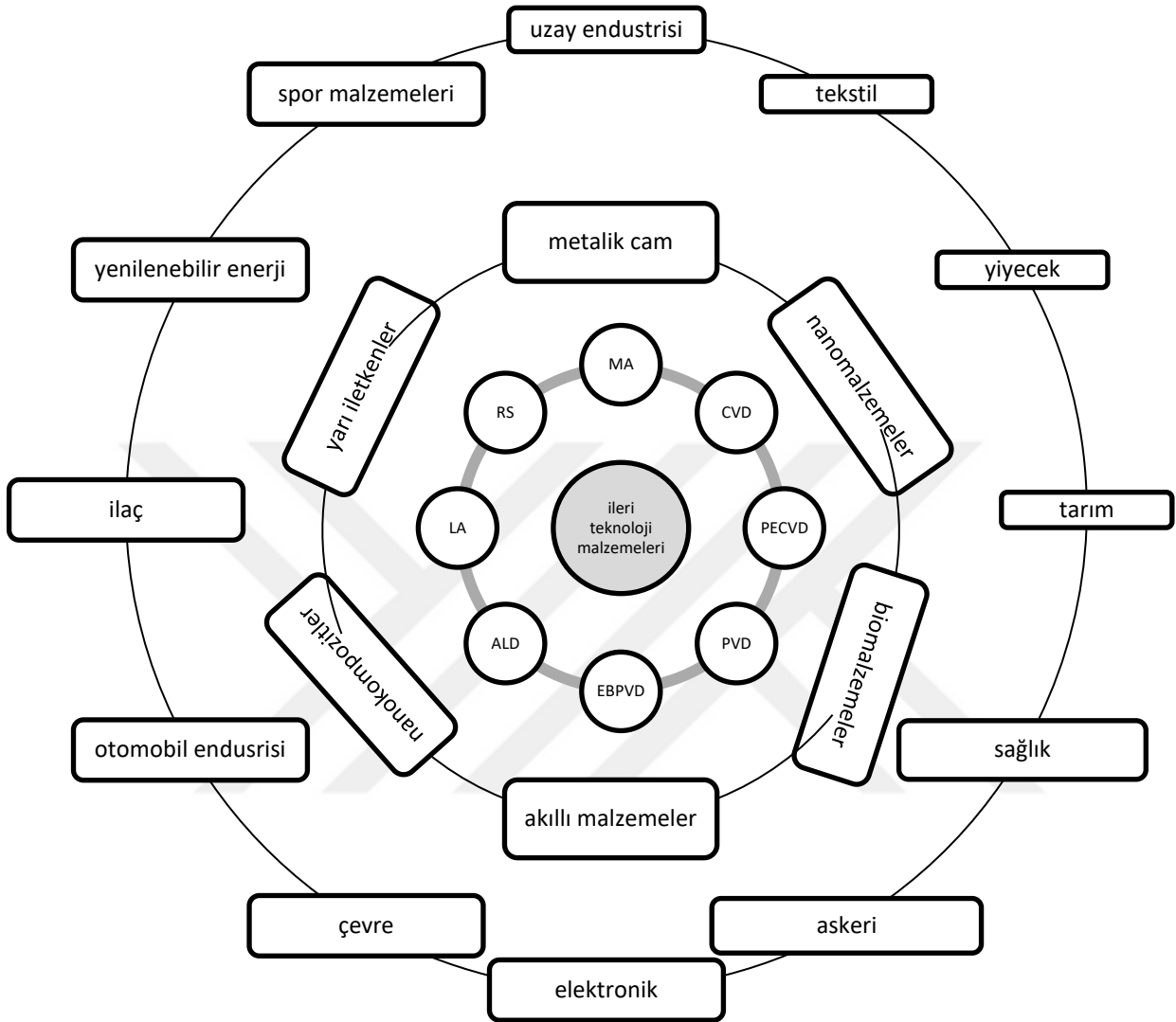
2. KONU İLE İLGİLİ YAPILMIŞ ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

2.1. W Matrisli Kompozit Malzemeler

Volfram ve volfram ana matriksli alaşımlar sahip oldukları, yüksek sıcaklık mekanik özellikler nedeniyle kompozit malzemeler arasında önemli bir yere sahiptir. Alaşımlanmamış volframı refrakter doğası nedeniyle konsolide etmek çok zordur (Özkal B. ve Öveçoğlu M.L., 1998). Bu nedenle volfram üretimünde yeni teknikler geliştirilmektedir. Bunlardan başlıcaları, mekanik alaşımlama (MA), lazerle ergitme (LA), hızlı katılaşma (RS), atomizasyon, kimyasal buhar biriktirme (CVD), geliştirilmiş plazma kimyasal buhar biriktirme (PECVD), fiziksel buhar biriktirme (PVD), elektron ışını ile fiziksel buhar biriktirme (EBPVD), atomal katman biriktirme (ALD) gibi yöntemlerdir (El-Eskandarany M.S. 2015). Ayrıca bu yöntemlerle, volfram dışında yarı iletken, metalik camlar, nano malzemeler, biyo malzemeler, akıllı malzemeler ve nanokompozitler üretilmektedir. Geleneksel malzemelerin üretimleri esnasında hidrometalurji, pirometalurji ve toz metalurjisi gibi pek çok yöntem kullanılabilir. İleri teknoloji malzemeleri bu yöntemlerle üretilmesi çok zor hatta imkânsız olan malzemelerdir. İleri teknoloji malzemelerinin üretilmesi esnasında atom altı yapıları kontrol edilerek önceden tahmin edilebilir malzemeler sentezlenir. Atom dizilimlerinin kontrol edilmesi ile malzemelerin bütün özellikleri kontrol altına alınabilmektedir. İleri teknoloji malzemelerinin üretilmesi esnasında bilyeli öğütme tekniği kullanılarak mekanik alaşımlama, mekanik düzensizleştirme, reaktif bilye öğütmesi, mekanik olarak zorlanmış katı faz redüksiyonu, mekanik olarak zorlanmış katı faz karıştırma, ısı destekli katı faz amorfizasyonu ve mekanokimya yöntemlerinin kullanılması, en sık kullanılan ileri teknoloji malzemesi üretim yöntemleridir (Bakker H. ve Di L.M. 1992).

İleri teknoloji malzemeleri içerisinde volfram matriksli malzemeler çok önemli bir yer tutmaktadır. Volfram matriksli malzemeler madencilik ve petrol sanayilerinde, matkaplarda, delici ekipmanlarda, kırıcı makinelerde, elektrik ve elektronik sanayinde,

sıcak ve radyasyon kalkanlarında, uçak sanayinde Şekil 2.1’de ayrıntılı olarak verildiği üzere sıklıkla kullanılırlar (El-Eskandarany M.S., 2015).



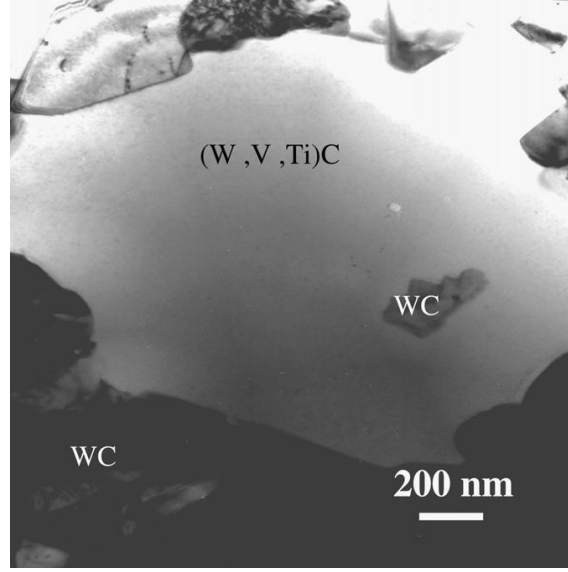
Şekil 2.1 : Farklı endüstrilerde kullanılan çeşitli ileri teknoloji malzemelerinin üretimlerinde kullanılan yöntemler.

Volfram vanadyum (V), krom (Cr), nikel (Ni), kobalt (Co), molibden (Mo) ile alaşımlandığında yüksek devirli kesme aletleri, valf, yay, buji üretiminde, metalik volfram ise galvanometre, teleskop, yay, jilet, piyano teli, metal aynası, ısıtma elemanı, termostat yapımında kullanılabilirler. Radyasyon kalkanı, ağırlık ve karşı ağırlıkların üretiminde, çelik aksamaların ve aşınmaya dayanıklı parça ve kaplama malzemelerinin yapımında da kullanılırlar (German R.M. (2007).

2.1.1. W-Karbür kompozitler

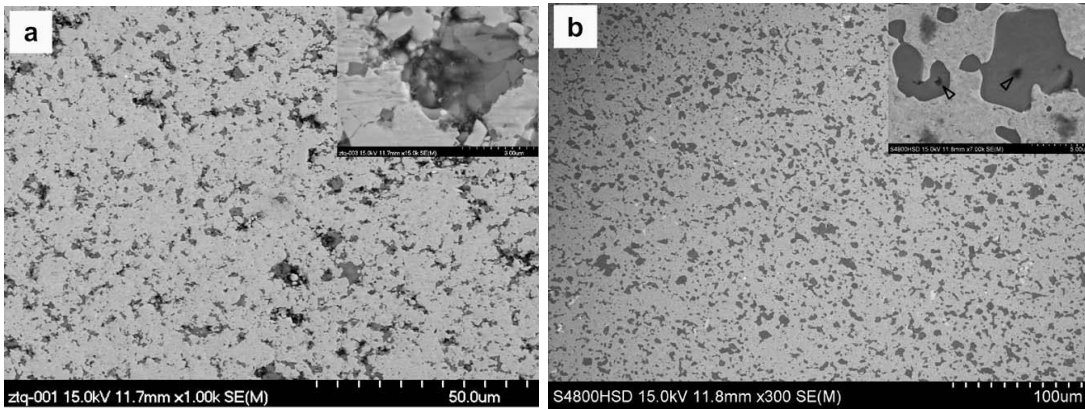
Volfram ve alaşımları sahip oldukları yüksek ergime noktası, yüksek ısıl şok mukavemeti, düşük ısıl iletkenlik katsayısı ve yüksek sıcaklıkta sertliğini koruma özellikleri sayesinde son yıllarda oldukça çekici malzemeler olarak ortaya çıkmışlardır. Volfram ana matriks ve/veya volfram alaşımlarının içerisinde güçlendirici/pekiştirici dispersoid fazlar olarak titanyumkarbür (TiC), zirkonyumkarbür (ZrC), hafniyumkarbür (HfC), vanadyumkarbür (VC), tantalumkarbür (TaC) gibi çeşitli karbür fazlar katılabilir. Genel olarak, seramik partiküllerin eklenmesi ile metalik kompozitlerin mekanik özellikleri gözle görülür biçimde artmaktadır. Öte taraftan partiküllerin kümelenmesi ile artan porozite ve düşük yapışma mukavemeti ekseriyetle metal matriks kompozitlerin sinterlenme kabiliyetlerini düşürmekte, bu durumda seramik partiküllerin etkilerini azaltmaktadır (Song, G.M.ve diğ. 2002).

Sementit karbürler metal kesmekte kullanılan sert malzemelerdir. WC matriste tanelerin büyümelerini kontrol etmek çok önemli bir yer teşkil etmektedir. Genellikle TiC, VC ve TaC gibi karbürlerin kullanım amacı budur. Düşük miktarlarda VC kullanılması çok yüksek sertlik değerlerine sahip WC-VC-Co kompozitlerinde sementit karbürlerin etkisini arttırmaktadır. Kütlece %1 in üzerinde VC kullanılması sonucunda çok büyük (W,V) Cx taneleri oluşmakta bu da fiziksel özelliklerde kötüleşmeye neden olmaktadır. Bunun engellenebilmesi ve tane büyümesinin kontrol altına alınabilmesi için Co'nun içerisinde çok daha düşük bir çözünürlüğe sahip olan TiC kullanılmıştır. Örneğin 80 saatlik öğütme sonucunda 1410°C sıcaklıkta kontrollü atmosferde 1 saat sinterlenmiş numunelere bakıldığında TiC ve VC tanelerinin izine rastlanmamaktadır. TiC ve VC tamamen çözünmüş olduklarından sadece W taneleri ile (W,Ti,V) C tanelerine rastlanmıştır. Şekil 2.2'de WC etrafını çevreleyen (W,Ti,V) C tanelerin görüntüsü verilmiştir. Bu da bize TiC eklenmesinin çekirdeğin etrafını çevreleyerek tane büyümesinin engellendiğini ispat etmektedir (Hashe N.G ve diğ, 2007).



Şekil 2.2 : (W,Ti,V)C tanesi tarafından çevrelenmiş WC tanesinin TEM görüntüsü.

Volfram matrikse daha farklı karbür fazlar eklenerek aynı kümelenmeler gözlemlendiğinde kütlece %20 ZrC katılarak 24 saat süresince mekanik alaşımlanmış tozlar 25Mpa (25×10^6 N/m²) basınç altında 2000°C ve 2200°C sıcaklıkta 1 saat süresince sıcak preslendiğinde mikroyapıda çok sayıda ZrC kümelerine rastlanmıştır. 2000°C sıcaklıkta çoğu gözenekli yapıda ZrC/W arayüzünde ZrC tanelerine rastlanırken sıcaklığın 2200°C'ye çıkması ile birlikte ortamda yalnızca çok geniş ZrC tanelerine rastlanmaktadır. Şekil 2.3'te %20 ZrC takviye yapılmış volfram matriksli sinterlenmiş kompozitlerin mikroyapısal görüntüsü verilmiştir (Zhang T. ve diğ, 2009).

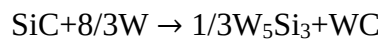
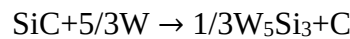


Şekil 2.3 : Hacimce %20 ZrC takviye edilmiş Volfram matriksli sinterlenmiş kompozitlerin mikroyapısal görüntüsü a) 2000°C ve b) 2200°C (Zhang T. ve diğ. 2009).

2200°C sıcaklıkta elde edilen kompozitlerin 2000°C sıcaklıkta elde edilen kompozitlere göre gerek elastiklik modülü gerekse göreceli yoğunluk değerleri daha yüksektir. Mekanik özelliklerdeki bu iyileşme gözeneklilik miktarının azalmasına bağlı olarak elastiklik modülü ve sertlik değerlerinde gözlemlenebilir. Gözenek miktarı %8'den %1,2'ye indiğinde elastiklik modülünün 375 Gpa'dan 416 Gpa'a arttığı görülmektedir. Sertlik değerleri ise 760 Mpa'dan 1210 Mpa değerine artmaktadır. Elastiklik modülü sıcaklık değişimi ile %10'luk bir artış gösterirken, sertlik değerleri %60 oranında artmaktadır. Bu durumun nedeni kırılğan yapıdaki ZrC partikülleridir. Artan sıcaklık ZrC tanelerinin tamamen çözünmesini sağlamış ve bu durumda sertlik değerlerini ciddi miktarda arttırmıştır (Zhang T. ve diğ, 2009).

2.1.2. W-Oksit malzemeler

Nadir toprak elementleri bazı özel kimyasal özelliklere sahiptir. Örneğin, nadir toprak elementleri düşük sıcaklık gevrekliğini pozitif yönde etkilerler. Molibden ve volframın sünek-gevrek geçiş sıcaklığını düşürürler. Aynı zamanda bu elementlere az miktarda oksit eklendiğinde mekanik özelliklerde gözle görülür ölçüde artış gözlemlenmektedir. W-ThO₂ ikili sisteminde %1-%2 arasında ThO₂ kullanımı bu duruma en temel örnek olarak verilebilir. Ancak ThO₂ yerine radyoaktif olmayan oksitlerin kullanılması üretim ve kullanım esnasında sorunlarla karşılaşmamak açısından önemlidir. W-La₂O₃ kompozitleri işte bu tarz kompozitlere en iyi örneklerden birisidir. Volfram elementine La₂O₃ eklendiğinde olağanüstü ark özellikleri ortaya çıkmaktadır (Mabuchi M. ve diğ. 1997). Aynı şekilde elementel volframa Y₂O₃ eklenmesi sertlik değerlerini farkedilir biçimde arttırmaktadır (Ryu H.J. ve Hong S.H. 2003). Y₂O₃ kütlesi arttıkça volframın tane boyutu küçülmektedir. Y₂O₃ eklendiğinde volfram tozlarının oda sıcaklığında yüksek sertliğe ulaştıklarını görülmüştür. Diğer bütün oksit dispersoidlerle kıyaslandığında W-Y₂O₃ kompozitlerinin ergimiş metallere karşı mükemmel korozyon dirençleri vardır (Itoh Y., Ishiwata Y., 1996). W-SiC kompozitlerine Y₂O₃ eklenmesi ile mekanik özelliklerinin değişimi ise Seng ve Barnes tarafından incelenmiştir (Seng W.F., Barnes P.A., 2000). Burada;



tepkimelerinin gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Mekanik alaşımlama sonucunda ortamda W₂C'nin kaldığı gözlemlenmiştir. %5 oranında Y₂O₃ kullanılması sertlik

değerlerini arttırmıştır (Coşkun S., Öveçoğlu, M.L., 2011). Bunun nedeni W_2C ve W_5Si_3 fazlarının artmasıdır. Sonuç olarak 24 saatlik öğütme sonucunda WC fazlarında artış gözlemlenmiştir. Ağırlıkça %1 lik Y_2O_3 katkısının yoğunlukta %3'lük kayıp oluşturduğu gözlemlenmiştir. Ağırlıkça %5'lik Y_2O_3 ilavesi hem yoğunluğu hem de sertlik değerlerini arttırmaktadır.

Yapılan deneylerden de görülebileceği gibi mekanik alaşımlama esnasında elde edilen karışımların mekanik özelliklerini kontrol altına alabilmek için ideal karışım oranı kullanılmalı ve ideal sürelerde öğütölme yapılmalıdır (Coşkun S., Öveçoğlu, M.L., 2011).

2.1.3. Füzyon uygulamalarında kullanılan malzemeler

Füzyon uygulamalarında kullanılacak malzemelerden beklenen temel özellikler; yüksek termal gerilim faktörü, yüksek sıcaklıklara dayanım, düşük sıcaklıklarda süneklik, radyasyon hasarına karşı dirençli olma ve düşük termal iletkenlik katsayısıdır (Zinkle S.J. ve diğ, 1998).

Vanadyum alaşımları güvenli ve çevreyle dost bir malzeme olarak füzyon uygulamalarında kullanılabilecek malzemelerdir ve füzyon uygulamaları için en önemli aday konumundadırlar. Kolay işlenebilirliği, sıvı metallerle iyi uyumu ve ışınların yarattığı zarara karşı dirençli olması vanadyumu öne çıkartan özelliklerdir (Smith D.L. ve diğ, 1995). Vanadyuma Cr ve Ti katılarak hazırlanan alaşımlar füzyon uygulamalarında en iyi sonucu veren adaylar olarak ön plana çıkmaktadırlar. Bu alaşımlarda ön plana çıkan en temel özellikler şunlardır : a) Rahat şekillendirilebilme ve kaynaklanabilme, b) Yüksek ısı iletkenlik, c) Düşük ısı iletimi, d) Yüksek sıcaklığa dayanım, e) Sürünme özelliklerinin yüksek sıcaklık işlemlerine izin vermesi, f) Sıvı metal korozyonuna dayanıklı olması, g) İçerisine katılan Ti ile birlikte uzun ömürlü ışıma engelleyici olması. (Zinkle S.J. ve diğ, 1998), (Smith D.L. ve diğ, 1995), (Smith D.L. ve diğ, 2000), (Chen J.M. ve diğ, 2011).

Volfram ve alaşımları füzyon uygulamalarında kullanılan bir diğer önemli malzeme olarak ön plana çıkmaktadır. Özellikle sahip olduğu yüksek yoğunluk ve yüksek sıcaklık mukavemeti volframın eşsiz bir malzeme olarak kullanılmasını sağlamaktadır. Volfram yüksek ısı akışı sağlayan, sıvı metallerle çalışmada sorun yaratmayan, yüksek ergime sıcaklığına sahip, düşük ısı iletkenlik katsayısı olan bir elementtir. Diğer taraftan düşük sıcaklık gevrekliği, yeniden kristallenme esnasındaki kırılğan yapısı ve

radasyon esnasında oluřan gevreklięi volframın ierisine alařım elementlerinin katılmasını zorunlu kılmaktadır. Vanadyum ve titanyum ile bu zelliklerinde iyileřme saęlandığında kuřkusuz mkemmele yakın bir fzyon adayıdır (Kurishita H. ve dię, 2007). Fransa, Cadarache’de bulunan Uluslar arası Termonkleer Deney Reaktrnde (ITER) volfram gelecek nesil fzyon reaktrlerinde plazma yzey elemanı olarak kullanılmaktadır (Wurster S. ve dię, 2010).

2.2. Mekanik Alařımlama Yntemi

Mekanik alařımlama genel olarak ticari olarak kullanıřlı ve yksek fiziksel zelliklere sahip malzemelerin retilmesi iin kullanılan yksek enerjili biye ętme srelerine sahip bir yntemdir. 1980’lerin bařlarından itibaren ętc bilye ile retim teknięi; ařırı doygun katı zeltirler, kristal ya da kristal yapıdaki fazlar veya eřitli kararlı ve yarı kararlı malzemelerin retiminde dnya genelinde kullanılmaya bařlanmıřtır (Benjamin J.S., 1992). Mekanik alařımlama yntemini n plana ıkaran zellikler ařaęıdaki gibi sıralanabilirler: a) Metalik tozların ętlmesi sırasında srekli olarak birbirini tekrar eden veya aynı anda oluřan paralanma ve birleřme olayları gerekleřmektedir. b) Yksek enerjili ętc bilyeler, ętme ve paralanma prosesinin hızını ok yksek lde artırmaktadır. c) Elementel olarak hazırlanan herhangi bir karıřımın mekanik alařımlama yntemiyle elde edilmesi atomizasyon yntemiyle alařım tozlarının hazırlanmasına gre ok daha dřk maliyet getirmektedir. d) Termodinamik aıdan aktif olan alminyum ve titanyum reaktif řekillendirici elementleri nikel gibi kendisinden daha az reaktif olan metallerle intermetalik bileřikler oluřtururlar.

Mekanik alařımlama srelerinde bařlangı tozlarının karıřım oranları ve bilye-toz oranı kritik bir rol stlenmektedir. Bu seilen karıřım kararlı bir faz elde edilene kadar eřitli srelerde ętlr. ętlen tozlar řekillendirip, ısııl iřleme tabi tutulurlar ve nihai para elde edilmiř olur (Benjamin J.S., 1992), (Zbiral L.ve dię, 1992).

Mekanik alařımlama prosesinde genel olarak 200µm boyutundan kk tane byklęne sahip tozlar kullanılır. Burada bařlangı toz boyutu ok belirleyici bir faktr olarak ortaya ıkmaz. nk ętme iřlemi esnasında tozlar nano boyuta kadar klmekte ve paralanma iřlemi parabolik olarak artmaktadır. Alařımlama sresince genellikle karbrler, oksitler ve nitrrler dispersoid olarak kullanılmaktadır (Benjamin J.S.,1970). Ana matriks olarak ise bunlara gre daha yumuřak veya kullanım alanına

göre farklı özelliklere sahip malzemeler tercih edilirler. Burada ana matriksin ihtiyacı olan sertlik ve dayanım genellikle öğütme sonucunda ortaya çıkan alaşımlarla elde edilmiş olur (Zbiral L.ve diğ, 1992), (Benjamin J.S.,1970).

Mekanik alaşımlamada kullanılan farklı öğütücüleri sınıflandırmak istersek, temel olarak iki sınıf altında toplamak doğru olacaktır. Bunlar sırasıyla yüksek enerjili bilyeli öğütücüler ve tek eksenli öğütücüler olarak adlandırılırlar.

Yüksek enerjili öğütücüler; a) Atritörler, b) SPEXTM (Çalkalayıcı Öğütücüler), c) Gezegen Tipi öğütücüler, d) RetschTM Karıştırıcı Öğütücüler, e) Süper Misuni öğütücüler ayrıca Alman malı 202TM atritör.

Tek eksenli öğütücüler; a) Düşük enerjili öğütücüler, b) Tumbler Bilyeli Öğütücü, c) Tumbler Rod Öğütücü olarak genellenebilirler (El-Eskandarany M.S., 2015).

Örnek vermek gerekirse, Al-Ta ikili sistemlerini incelediğinde, Al (661°C) ve Ta (3020°C) elementlerinin erime noktaları arasında çok büyük bir fark bulunmaktadır. Endüstriyel uygulamalarda kondansatör olarak kullanılan bu ileri teknoloji malzemesi mekanik alaşımlama tekniği sayesinde kolaylıkla üretilebilmektedir (Benjamin J.S., 1990). Sonuç olarak mekanik alaşımlama prosesi, geleneksel yöntemlerle elde edilmesi imkansız olan sayısız alaşımın elde edilmesini sağlayan bir yöntem olarak toz metalurjisi üretim yöntemleri arasında önemli bir yer tutmaktadır.

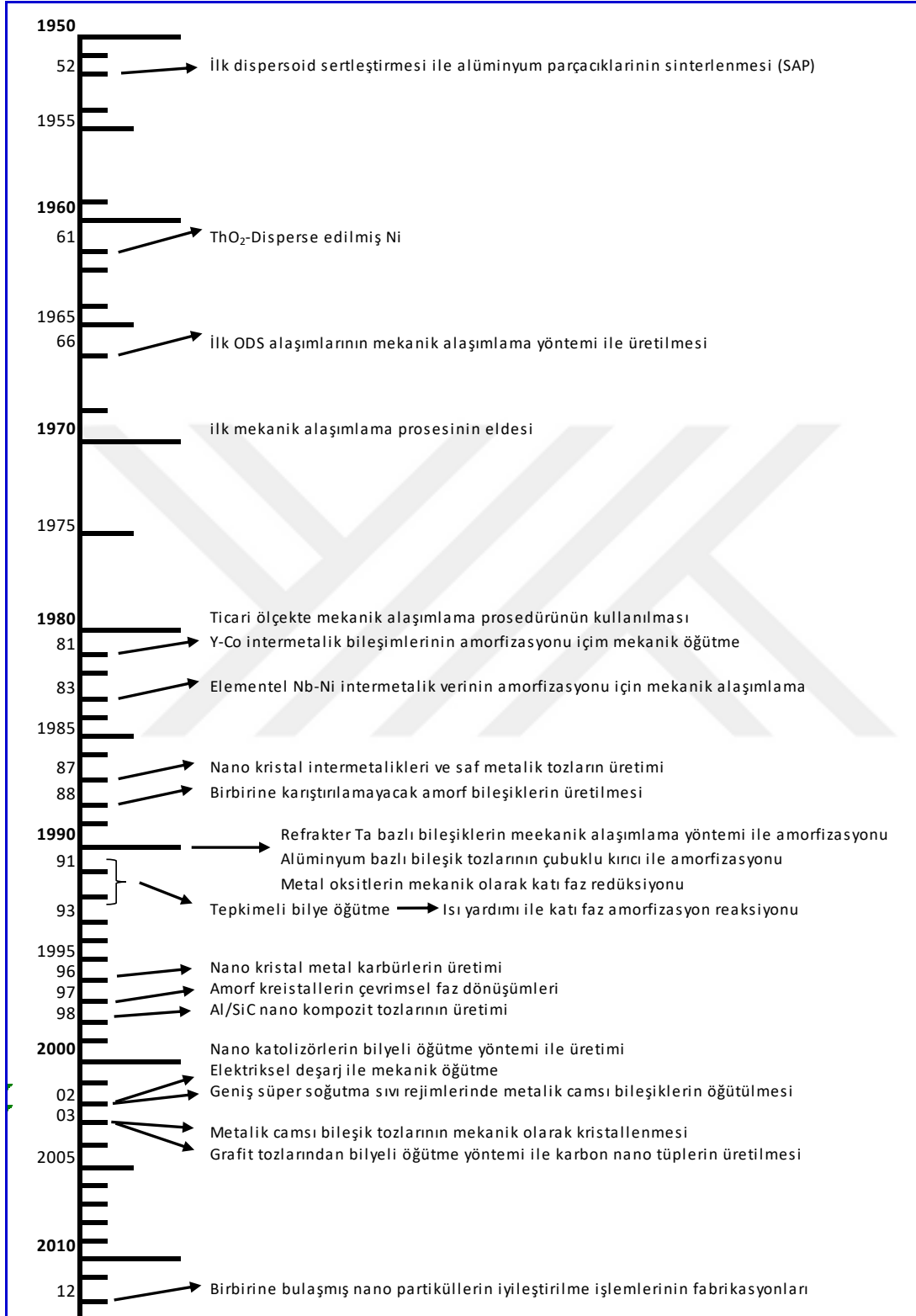
2.2.1. Mekanik alaşımlamanın gelişim süreci ve gerekliliği

Mekanik alaşımlama prosesi Benjamin tarafından 1960'lı yıllarda ortaya konulmuş eşsiz bir prostestir. Mekanik alaşımlamanın son 60 yıldaki gelişim süreci Çizelge 2.1'de verilmiştir. Uluslararası nikel firması olan INCO, malzemenin oksit çökelti sertleşmesi ile gaz türbin kanadı uygulamalarında nikel bazlı superalaşımların kullanılması ile literatürde yerini almaya başlamıştır. Diğer taraftan "Mekanik Alaşımlama" ilk olarak Amerikan Patenti olarak Ewan C.Mac Queen tarafından literatüre geçmiştir ve bu terimin patentine INCO firması sahiptir (Benjamin J.S.,1970). 1960'lı yılların başında INCO, nikel kaplı grafit partiküllerinin ergimiş banyoda argon serpilerek grafit alüminyum alaşımlarının üretimi için bir proses geliştirmiştir. Bu prosesin bir modifikasyonu olarak nikel bazlı alaşımların nikel kaplamalar ile disperse olarak refrakter malzemelerin üretilmesi denenmiştir. Burada nikel kaplamanın amacı ıslanmamış durumdaki oksit partiküllerinin nikel-krom alaşımı ile ıslanabilir hale getirilmesidir. Bilyalı öğütme işlemleri sonucunda oksit

partiküllerin nikel ile kaplanması dikkatleri üzerine çekmeye başlamıştır. Volfram karbürün uzun yıllardan beri kobalt ile kaplanması bilye öğütme yönteminde bilinen bir işlem oluşturmaktadır (Benjamin J.S., 1992). Bilye ile öğütme sistemi nikel kaplı toryum oksit (ThO_2) ve zirkonyum üretiminde de kısa bir süre sonra kullanılmaya başlanmıştır. Kimyasal proseslerle elde edilemeyen bu tarz alaşımlar bu sayede kolaylıkla elde edilebilmeye başlanmıştır. Günümüzde halen bir yumuşak malzeme ile sert malzemenin bilye öğütme sistemi ile bir araya getirilmesi sonsuz yüzdede karışımlarla araştırılmaya devam etmektedir. Aşağıdaki Çizelge 2.2’de endüstriyel kullanımda olan mekanik alaşımlanmış oksit dispersiyonlarla sertleştirilmiş alaşımlar (ODS) sunulmuştur (Carreño-Morelli E. ve diğ., 1998), (El-Eskandarany M.S., 2015).



Çizelge 2.1 : Son 60 yıldaki dispersiyon sertleştirmesinin ve mekanik alaşımlama prosesinin gelişiminin şematik zaman çizelgesi ile gösterimi.



Çizelge 2.2 : Mekanik Alaşımlama Prosesi ile Üretilmiş ODS Alaşımlarının Tipik Örnekleri ve Uygulama Alanları.

Alaşım	Uygulama alanları	Ref
Çökeltme sertleştirilmesi ile elde edilen Ni bazlı alaşımlar	Motor, hava ve uzay endüstrileri, cam prosesleri, kimyasal tesisler ve reaktörlerde kullanılan yüksek sıcaklık uygulamaları	(Gessinger G.H., 1984)
Çökeltme sertleştirilmesi ile elde edilen Al bazlı alaşımlar	Motor endüstrileri, yüksek soğurumlu malzemeler, optik ekipmanlar, yüksek sıcaklık pilleri, kompresörler ve fanlar	(Huang Y.D. Ekim 2006)
Çökeltme sertleştirilmesi ile elde edilen Cu bazlı alaşımlar	İletken malzemeler, elektromekanik bileşenler, yaylar	(Zhang Y. ve diğ. Ekim 2006)
Cu-W alaşımları	Nokta kaynak elektrodları, iletken malzemeler, elektronik bileşenler için taşıyıcılar	(Carreño-Morelli E. ve diğ. 1998)
Çökeltme sertleştirilmesi ile elde edilen Ti bazlı alaşımlar	Hava ve uzay endüstrileri, tıbbi uygulamalar	(London A.J. ve diğ. Eylül 2015)

2.2.2. Mekanik alaşımlamayı etkileyen faktörler

Bütün malzeme üretim yöntemlerinde olduğu gibi mekanik alaşımlama yöntemini de etkileyen pek çok parametre bulunmaktadır. Öğütülmüş tozların tane boyutu dağılımı, düzensizliğin derecesi, amorfizasyonu ve kimyasal stokiometrisi öğütme koşullarına bağlı olarak değişmektedir. Bu parametreler ne kadar kontrol altında tutulurlarsa daha iyi bir nihai ürün elde edilir (Suryanarayana C., Al-Aqeeli N., 2013). Mekanik alaşımlama ile malzeme üretilirken, prosesi etkileyen çeşitli faktörler bulunmaktadır.

Bunlar: a) öğütücü türü, b) öğütücü kavanozların şekli, c) empüriteler, d) öğütücü araçları, e) öğütme hızı, f) öğütme süresi, g) öğütme atmosferi, h) bilye-toz oranı, i) öğütme sıcaklığı olarak belirtilebilir. Öğütücü tiplerinin aralarındaki farkları, bilyenin hızı, kinetik enerji, şok frekansı ve bilyenin veya karıştırıcının gücü belirler (El-Eskandarany M.S., 2001). Kullanılan kavanozların şekli de öğütme esnasında ortaya

çıkan önemli bir parametredir. Öyle ki, düz ve konkav olmak üzere başlıca iki kavanoz tipi bulunmaktadır. Kavanozların düz tabana ve konkav tabana sahip oldukları iki durum için yapılan araştırma sonucunda 3 ve 6 saatlik öğütme süreleri sonucunda düz tabanlı kavanozlarda alaşımlanma miktarının, konkav olanlara göre daha fazla olduğu gözlemlenmiştir. 15 saatlik öğütme süresinde elde edilen alaşımlanmanın düz tabana sahip kavanozlarda 9 saatte elde edilebileceği gözlemlenmiştir (Harringa J. L. ve diğ, 1992).

Mekanik alaşımlama sahip olduğu avantajların yanısıra, istenmeyen empürütelerin sisteme karışabilmesi gibi bir sıkıntı ile karşı karşıyadır. Buradaki empürüteler organik, gaz ve katı halde bulunabilirler (Smeulders D.E ve diğ, 2005).

Mekanik alaşımlama sırasında kullanılan kavanozlar ve toplar alaşımlamayı etkileyen en önemli faktörlerdir. Alaşımlanma yapılacak ortamdan beklenen iki temel özellik bulunmaktadır. Bunlar öğütülecek malzemenin alaşımlanabilmesi için yeterli derecede bir yüzey alanı ve toz partiküllerin küçülmesi esnasında ortaya çıkacak enerjiye yetecek bir ağırlıktır. Öğütme ortamının seçimi esnasında sertlik, özkütle, kırılgenlik, bilye boyutu, kavanoz şekli ön plana çıkmaktadır. Çizelge 2.3’de mekanik alaşımlama esnasında kullanılabilecek malzemeler ve özellikleri verilmiştir (El-Eskandarany M.S., 2015 s. 56).

Çizelge 2.3 : Farklı bilye öğütme ortamlarında kullanılan malzemeler ve özellikleri.

Malzemeler	Vickers Sertliği (GPa)	Yoğunluk (g/cm ³)	Aşınma dayanımı	Kullanıma uygunluğu
Silisyum dioksit, SiO ₂	12,6	2,65	iyi	Yumuşak- orta sertlikteki numuneler
Alüminyum oksit, Al ₂ O ₃	20	3,8	yeterli	Orta sertlikteki fiber numuneler
Silisyum nitrat, Si ₃ N ₄	17,5	3,25	mükemmel	Aşındırıcı numuneler
Zirkonyum oksit, ZrO ₂	12,5	5,9	Çok iyi	Aşındırıcı, fiber numuneler
Paslanmaz çelik, (Fe, Cr, Ni)	24	7,8	yeterli	Orta sertlikteki kırılgen numuneler
Temperlenmiş çelik, (Fe, Cr)	3,29 – 3,99	7,9	İyi	Sert, kırılgen numuneler
Volfram karbür kompozitleri (WC/Co)	15	14,9	Çok iyi	Sert, aşındırıcı numuneler

2.2.3. Mekanik alaşımlama ile üretilen nanokompozitler

Nanokompozit malzemeler kavramı ileri kalite kompozit malzemeler arasında oldukça yeni sayılabilecek bir geçmişe sahiptir (El-Eskandarany M.S., 1998). Nanokompozitler en az iki farklı fazdan birisinin dispersoid olarak kullanılmasıyla 3 boyutlu bir bağlantı ile elde edilen malzemelerdir. Nanokompozitlerin yoğunluklarının artırılması için nano ölçekte takviye elemanlarının kullanılması gereklidir. Bu da geniş yüzey alanları ve kısa difüzyon mesafesi anlamına gelmektedir (Cao G., 2004). İri taneli geleneksel yöntemlerle üretilmiş malzemelere göre nanokompozitler yüksek sertlik, yüksek mukavemet ve yüksek kırılma tokluğuna sahiptirler (Raghavendra K.G. ve diğ. Ocak 2016).

Nanokompozit malzemeler ana olarak iki farklı grupta incelenebilirler. Ana matriksin çeşidine bağlı olarak metal matriksli kompozitler(MMC), seramik matriksli kompozitler(CMC) ve polimer matriksli kompozitler(PMC) vardır. Takviye malzemesinin çeşidine bağlı olarak da partikül kompozitler, karbon nanotüp takviyeli seramik nanokompozitler(CNT) ve laminer nanokompozitler sayılabilirler (Cury Camargo P.H. ve diğ. 2009).

Metal matriksli kompozitlerde ana matriks saf metal ya da metal alaşımıdır. Takviye elemanı olarak bir ya da birden çok nano ölçekli malzeme kullanılmaktadır. Takviye elemanları metal oksitler, karbürler, nitrürler ve borürler olabilmekle beraber, volfram ve molibden bazlı sert metaller ve intermetalik bileşikler de kullanılmaktadır. Seramik matriksli kompozitlerde ana matriks olarak oksit, karbür ya da borür faz kullanılmaktadır. Takviye elemanları ise nano tüp, nano-flaman ya da nanofiber şeklindeki diğer seramiklerdir (Wong W. Ve diğ, 1997). Polimer matriksli kompozitlerde ana matriks epoksi, polikarbonat ve ya polisitren olarak seçilir. Uygulama alanına göre takviye elemanları seramik metal ve grafit, karbon nanotüp, karbon nano partikül, nano-flaman ya da nano dispersoid metalik faz olarak seçilebilir. Partikül şeklindeki kompozitlerde takviye elemanları sıralı veya rastgele dizime sahip nanokompozitlerdir. Nano dispersoid ve nano partikül şeklinde kullanılırlar. Karbon nanotüp takviyeli seramik nanokompozitler tüm kompozitler arasında sınırsız sayıda uygulama alanlarına sahip en iyi sonuç alınan kompozit çeşididir. Sahip oldukları 1TPa'a ulaşabilen Young's Modülü ve 30GPa'a ulaşan çekme mukavemeti ile 1990'lı yılların başından itibaren dikkat çekmişlerdir (Salvetat J.P. ve diğ, 1999). Takviye

elemanı olarak pekçok farklı türde polimer, seramik ve ya metaller kullanılmaktadır (Phuong D.D. ve diğ, 2014).

2.3. Sinterleme

Sinterleme genelde atomik ölçekte gerçekleşen, kütle taşınma olayları aracılığıyla parçacıklar arası oluşan bağların katı bir yapıya dönüşmesidir. Sinterleme mikroyapısal ölçekte gelişen kohesif boyunlar yardımıyla gerçekleşen bir prosestir (F. Thummler ve diğ.,1967). Sinterleme esnasında parçacıklar, yüzey enerjilerini azaltmaya çalışırlar. Yüzey enerjisi yüzey alanına bağlıdır ve parçacıklar küçüldükçe yüzey alanları artmaktadır. Bu sayede sinterleme hızı da artar. Sinterleme esnasında parçacıklar arasındaki bağlar oluşur ve yüzey enerjisi düşer. Bu atomik seviyedeki mekanizmalar katı ve sıvı faz sinterlemeleriyle gerçekleşir (Randall M.G., 1996).

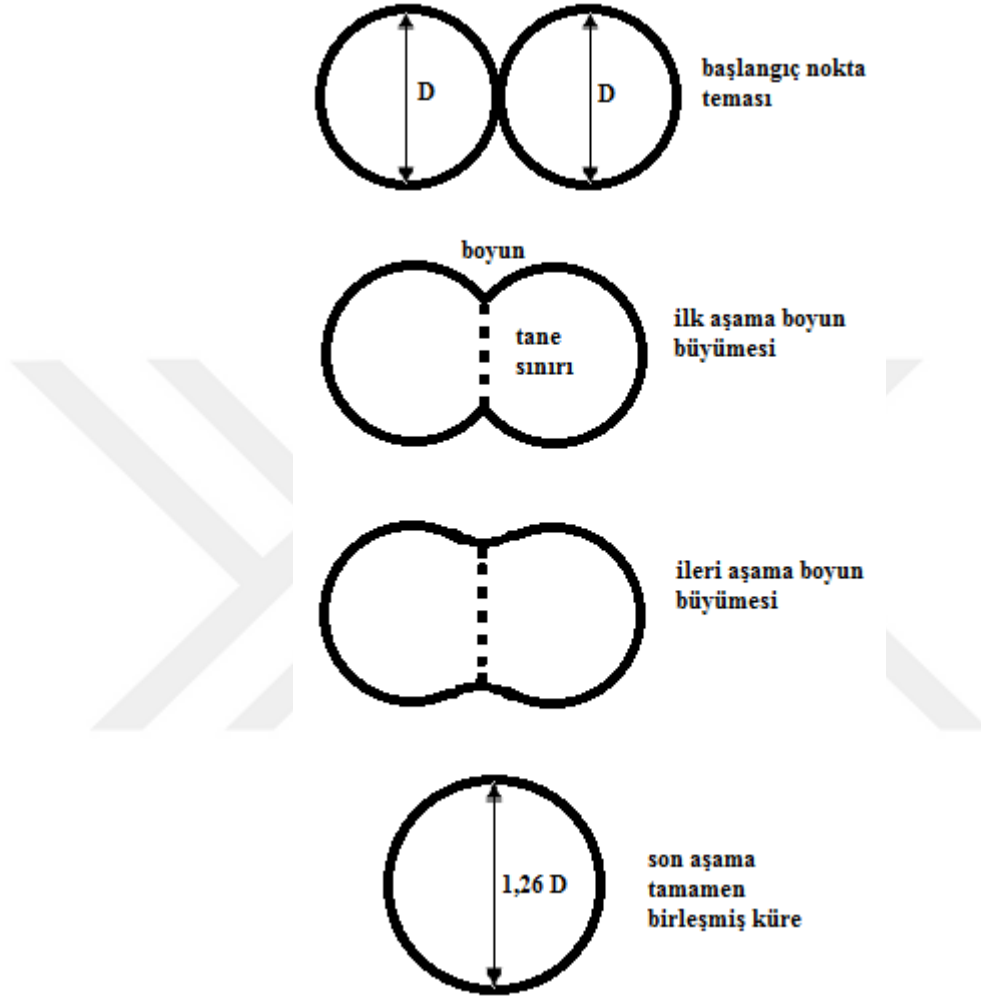
Sinterlemenin gerçekleşeceği sıcaklık genellikle mutlak ergime sıcaklığının yarısının üstündeki değerlerdir. Sinterleme her sıcaklıkta gerçekleşebilir. Bunun en güzel örneği ise buz küplerinin oluşumudur (M.F.Yan, 1982). Sinterleme esnasında parçacıklar arası bağlar oluşur ve yapı içerisindeki gözenek yapısının değişimi birbirleri ile doğrudan ilişkilidir. Ayrıca mukavemet, süneklik, iletkenlik, manyetik geçirgenlik ve korozyon direnci gibi pek çok özellik sinterleme sonrasında değişmektedir. Burada dikkat edilmesi gereken olay mikroyapısal irileşmedir. Yüksek sıcaklıklarda sinterleme ve uzun sinterleme sürelerinde bu durumla karşılaşılabilir. Sinterleme esnasında parçaların yoğunluk değerlerinin artması ile oluşan boyutsal çekmedeki artış önemlidir. Yapıdaki gözenek miktarının azalıp ortadan kalkması ile oluşan tanecik büyümesi özellikle seramik malzemelerde önemli yer teşkil etmektedir (Klar H., 1990).

Parça yoğunluğuna bağlı olarak boyutsal büzölmeler basınçsız sinterleme esnasında çok önemlidir. Bu şartların optimize edilmesi sinterleme için en önemli etkenlerden bir tanesidir.

2.3.1. Katı hal sinterlemesi

Katı hal sinterlemesi parçacıklar arası bağların sıcaklığın etkisi ile gerçekleştiği bir sinterlemedir. Tanelerin büyümesi ile tane sınırları azalır ve serbest yüzeyler ortadan kalkarak yüzey enerjisi düşer. Uzun süreli sinterlemeler ile parçalarda çekme gözlemlenebilir. Temas eden parçacıklar arasındaki boyun büyümesi sinterlemenin en

açık göstergesidir (Raj R.,1987). Şekil 2.4'te iki kürenin çeşitli aşamalar sonucunda meydana getirdikleri tek tanecığın aşamaları verilmiştir. Katı hal sinterlemesi esnasında yüzey difüzyonu, hacim difüzyonu, tane sınırı difüzyonu, viskoz akışı, plastik akışı ve katı yüzeylerden buhar taşınımı işlemleri gerçekleşebilir.



Şekil 2.4 : Sinterlemede parçacıklar arası bağ oluşumu ve temas noktaları için iki küre modeli.

Başlangıçta zayıf kohezyon bağı vardır. Ardından parçacıklar arası boyun oluşumu gerçekleşir. Ardından ara yüzey gelişerek gözenekler azalır ve silindirik bir şekil oluşur. Tane büyümesi gerçekleşerek daha az ve daha geniş taneler elde edilir. Gözeneklilik %8'in altına indiğinde gözeneklerdeki gaz yoğunluğu azaltılmaktadır. Bu nedenle vakum ortamında sinterleme yapılması önem teşkil etmektedir (Zhao J. ve diğ., 1988).

2.3.2. Sıvı faz sinterlemesi

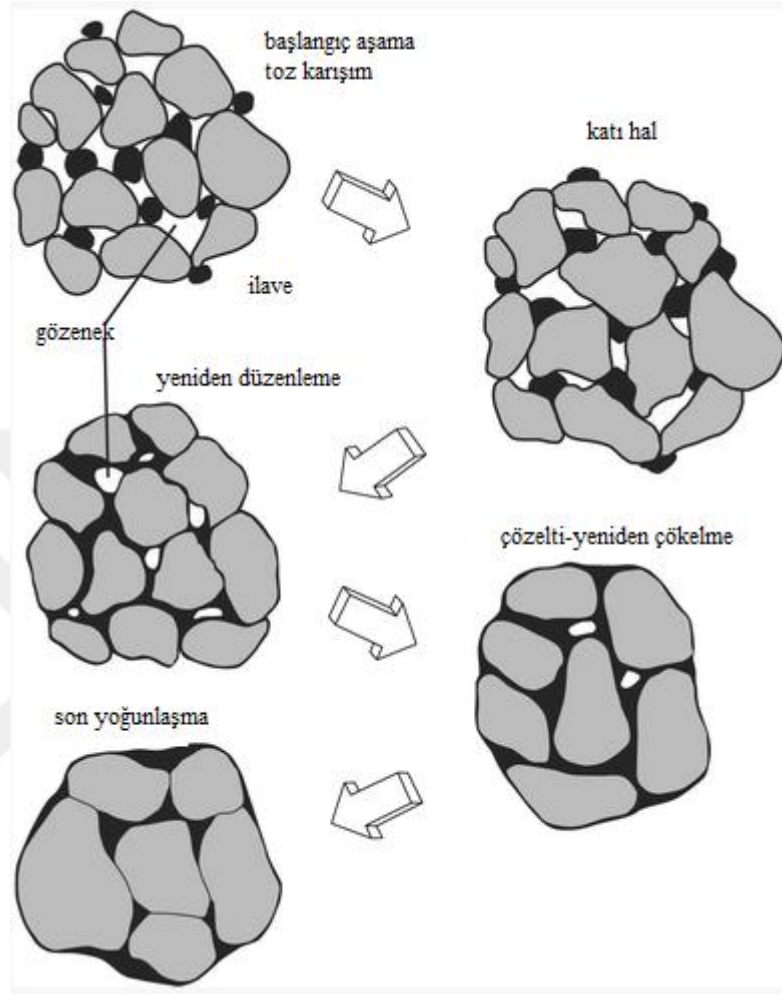
Sıvı faz sinterlemesi, katı tozlar ile sıvı bir fazın aynı ortamda yer alarak parçacıklar arası bağ oluşturma işlemidir. Sinterleme esnasında sıvı faz oluşumu ile sinterleme hızı artmaktadır. Sıvı faz sinterlemesi esnasında birbirlerinden farklı kimyasal yapılardaki tozlar kullanılır. Bu tozlardan birisinin erimesi ile oluşan ötektik faz ile sinterleme gerçekleşebilir. Bir diğer yöntem ise süpersolidüs sinterlemesi olarak adlandırılır ve alaşımlandırılmış olan bir tozun sıvılaşıma ve katılaşıma eğrileri arasına ısıtılmasıyla gerçekleşen sinterleme işlemidir (Suryanarayana C., 2001).

Sıvı fazda yer alan yüzey gerilimi, sinterleme hızını etkileyen önemli bir faktördür. Sıvıdaki çözünürlük, katı tanelerin üzerindeki sıvının ıslatılması ve sıvıdaki katı faz difüzyonu önemli parametrelerdir. Genellikle sıvı, katı parçacıkları ıslatarak bir çözünürlük sağlamaktadır. Burada sıvının sahip olduğu kılcal kuvvet ile gözeneklilik ortadan kaldırılıp yüzeyler arası alanlar azaltılır. Sıvıların sahip oldukları yüksek difüzyon ile birlikte katı hal sinterlemesine göre çok daha hızlı bir sinterleme gerçekleşir. Sıvı faz sinterlemesi esnasında sıvıdaki katıların çözünürlüğü önemli bir parametredir (El-Eskandarany M.S., 2015). Sıvıdaki yüksek katı çözünürlüğü ile katıdaki sıvı çözünürlüğünün yoğunlaşmaya etkileri şekil 2.5'te verilmiştir. Sıvı faz sinterlemesinin yoğunlaşma aşamalarında toz karışımları sıvı oluşma sıcaklığına kadar ısıtılarak kısmen bir katı hal sinterlemesi başlamış olur. Ardından sıvının oluşması ile yoğunlaşma, yeniden düzenleme, çözelti-yeniden çökelme ve son aşama sinterlemeleri ile gerçekleşir (Randall M.G., 1996).

		sıvıdaki katı çözünürlüğü	
		Düşük	Yüksek
katıdaki sıvı çözünürlüğü	düşük	sınırlı yoğunlaşma yeniden düzenleme	aşırı yoğunlaşma
	yüksek	şişme, geçici sıvı	karışık etkili şişme yoğunlaşma

Şekil 2.5 : Sıvı faz sinterlemesi esnasında karşılaşılan çözünürlük faktörleri.

Klasik sıvı faz sinterlemesinin aşamaları Şekil 2.6’da verilmiştir. Sıvıların oluşmasıyla birlikte katı parçacıklar katı parçacıklar üzerinde oluşan kılcal kuvvetler ile yoğunluk artışı gerçekleşir (Randall M.G., 1996).



Şekil 2.6 : Sıvı faz sinterleme mekanizmasının aşamaları.

Katı sıvıda çözüldükçe çekmenin etkisi ile hızlı bir yoğunlaşma gözlemlenmektedir. Yeniden düzenleme esnasında gözenekliliğin ortadan kaldırılması ile yoğunlaşma hızı sürekli azalır. Yeniden düzenleme esnasında yoğunlaşmanın yavaşlaması ile difüzyon ve çözünürlük ön plana çıkar. Bu aşama çözelti-yeniden çökme aşamasıdır. Küçük taneler yüksek enerjiye ve çözünürlüğe sahiptir (F. Thummler ve diğ.,1967). Malzeme, taneler arası boyut farklılıkları nedeni ile oluşan bir derişim gradyanı ile difüzyon mekanizmasını kullanarak küçük taneler büyük tanelere taşınır. Bu işlem Ostwald irileşmesi olarak adlandırılır. Bu sayede küçük taneler küçülür, büyük taneler ise gittikçe büyürler. Bu da ortalamatane boyutu daha büyük olan tanelerin oluşmasını

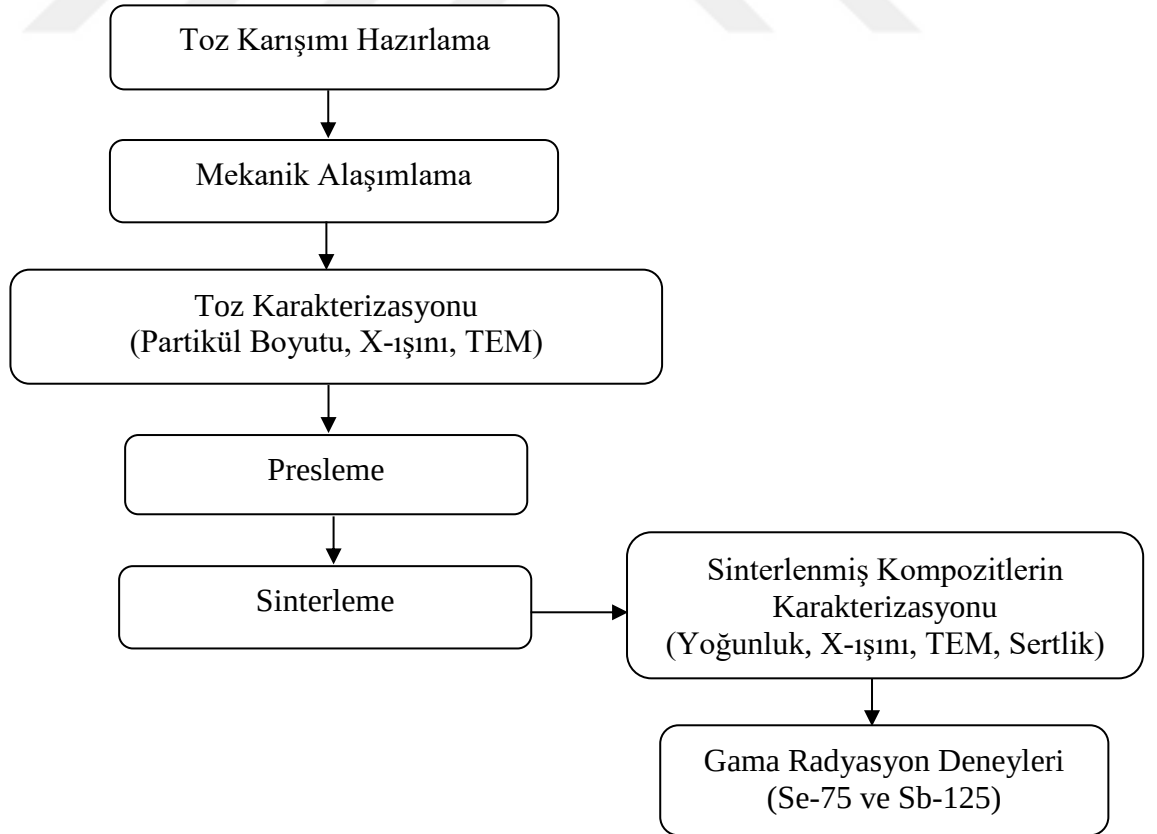
sağlamaktadır. Burada sadece tane irileşmesi değil aynı zamanda tane şekli uyumu da önemli bir yer teşkil etmektedir.

Sıvı faz sinterlemesinin son aşaması katı yapının yoğunlaşmasıdır. Burada yoğunlaşma yavaş gerçekleşir. Mikroyapısal irileşme devam eder ve gözeneklerin içinde kalan gazlar ile yapıda şişme gözlemlenebilir (Zhao J. ve diğ., 1988). Bunun önüne geçebilmek için daha kısa sinterleme süreleri tercih edilmelidir.



3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmalarda küttelece farklı yüzdelere sahip olan çeşitli karbürler, tungsten ana matrisle karıştırılmıştır. Bu elde edilen karışımlar 1, 3, 6, 12, 24 saat gibi farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış, elde edilen kompozit malzemeler preste en iyi sonuçlar elde edilecek hale gelene kadar çeşitli basınçlarda preslenmişlerdir. Yapılan deneyler sonucunda 550 MPa basınç ile sinterlenmelerine karar verilmiştir. Ardından elde edilen bu tozlar çeşitli sıcaklıklarda sinterlenmiş ve sinterleme sıcaklığı olarak en uygun sıcaklığın 1750° olduğu gözlemlenmiştir. Sinterlenmiş numunelerin yoğunlukları Helyum piknometresi yardımıyla ölçülmüş, bunlar üzerinde XRD ve SEM deneyleri gerçekleştirilmiştir. Ardından sinterlenmiş numunelerin sertlik değerleri bulunmuştur. Gama transmisyon tekniği ile Se-75 ve Sb-125 gama radyoizotop kaynakları kullanılarak, gama radyasyon ölçümleri yapılmıştır. Deney akış şeması Şekil 3.1’de verilmiştir.



Şekil 3.1 : Yapılan deneysel çalışmaların akım şeması.

3.1. Başlangıç Tozlarının Özellikleri

Deneyisel çalışmalarda Alfa Aesar™, % 99,9 saflıkta, 17 µm ortalama boyutunda W, Alfa Aesar™, %99,9 saflıkta, 16 µm ortalama boyutunda VC, Alfa Aesar™, %99,9 saflıkta, 15 µm ortalama boyutunda TiC, Alfa Aesar™, %99,9 saflıkta, 21 µm ortalama boyutunda C tozları kullanılmıştır. Tozlar ağırlıkça %91 ve %93 tungsten ana matrisi esas alınarak farklı yüzdelerde karıştırılıp 10:1 bilye/toz oranı ile alaşımlamaya hazırlanmıştır.

3.2. Mekanik Alaşımlama Tekniği ile Tozların Üretimi

Mekanik alaşımlama çalışmaları, 8000D™ Spex öğütücüde 1200 devir/dakika hızda yapılmıştır. Alaşımlamanın yapılacağı ortam olarak tungsten karbür öğütücü kap ve bilyeler (çap=6.35 mm) kullanılmıştır. Öğütmenin yapıldığı öğütücünün görüntüsü Şekil 3.2’de verilmiştir. Bilye/toz ağırlık oranı 10:1 olarak seçilmiştir. Bilyelerin ve kapların ağırlıkları hem alaşımlama öncesi hem de alaşımlama sonrası ölçülerek öğütme esnasında bilyelerden ve kaplardan gelebilecek olası volframkarbür (WC) parçacıkların kütlesi kontrol edilmiştir. Öğütmenin gerçekleştiği kabın ve bilyelerin görüntüsü Şekil 3.3’de verilmiştir.

Yüksek enerjili öğütme esnasında parçacıklar tekrar tekrar ezilir, soğuk kaynaklanıp kırılırlar ve tekrar kaynaklanırlar. Her çarpışma esnasında darbenin etkisiyle plastik deformasyon oluşur ve toz parçacıkları sertleşirler (Suryanarayana C., 2001). Mekanik alaşımlama oksit ve karbürlerin etkisiyle dispersiyon sertleştirmesini sağlamaktadır (Öveçoğlu, M.L., 1987), (Goff A., (2003). Yeni oluşan yüzeyler başlangıçta yumuşaktırlar ve bir araya gelerek daha büyük parçacıklar oluştururlar. Metalik fazların ezilip üstüste binmesi ile soğuk kaynaklanmalar oluşur ve kırılan kısımlarla ara yüzeylerde kalırlar. Bu esnada toz parçacıklar incelmeye devam etmektedirler. Sonuç olarak bu kırılma ve kaynaklanma olayı bir dengeye ulaşır. Partikül boyutlarında sürekli meydana gelmiş olan küçülme bilyelerdeki kinetik enerji ile ısı artışı ortaya çıkarmaktadır. Artan yayınma sayesinde de yeni fazlar meydana gelme olasılığı oluşmaktadır (Suryanarayana C., 2001).



Şekil 3.2 : Spex™ 8000D Dual Mixer-Mill Yüksek enerjili öğütücü.



Şekil 3.3 : Öğütücü kap ve bilyalar.

Kavanozlar “Plaslabs™” marka kapalı ortam kutusunda önce vakuma alınmış ardından ortama Ar gazı verilerek hava almayacak şekilde kapatılmıştır. Kullanılan kapalı ortam kutusunun görüntüsü Şekil 3.4’te verilmiştir. Buradaki amaç tozların hava ile temas etmesi durumunda oluşabilecek olan oksit fazların engellenmesidir. Hava ile temas etmeyecek şekilde kapatılan toz karışımları karşılıklı iki kap şeklinde Spex’e yerleştirilmiş ve toplamda 1, 3, 6, 12, 24 saatlik sürelerde 90’ar dakikalık periyotlarla öğütülmüşlerdir. Öğütme işlemi gerçekleştikten sonra tozlar kaptan boş bir kavanoza hava ortamında aktarılmıştır. Öğütme esnasında bilyelerin üzerlerinde ve kabın çeperlerinde yapışık halde kalmış olan tozlar etil alkol yardımıyla ayrıştırılmış, ardından da etil alkolün uzaklaştırılmasıyla toz kaybı minimum seviyeye indirilmiştir. Her bir öğütme sonucunda yaklaşık 20 g civarında toz elde edilmiştir. Bu miktar preslenebilecek yaklaşık olarak 2 pres numunesi ve toz karakterizasyonları için yeterince malzeme üretimi anlamına gelmektedir.



Şekil 3.4 : Plaslabs™ Kapalı ortam kutusu.

3.3. Mekanik Alaşımlanmış Tozların Karakterizasyonu

Çeşitli öğütme sürelerinde alaşımlanmış tozların öncelikle tane boyutları incelenmiştir. Elde edilen tozların partikül boyutlarının ölçülmesi için Şekil 3.5’te gösterilen Malvern Instruments™ Mastersizer 2000 cihazı kullanılmıştır.



Şekil 3.5 : Malvern Instruments™ Mastersizer 2000 cihazı.

Nano boyuttaki tozların dağılımlarını incelemek için nano partikül boyut ölçüm cihazı kullanılmıştır. Şekil 3.6’da nano partikül boyut cihazının görüntüsü verilmiştir.

Burada suda ölçüm yapılırken fiziksel şartlardan dolayı topaklaşma oluşabilmektedir. Bunu engellemek için ultrasonik banyo kullanılmıştır. Şekil 3.7’de ultrasonik banyonun görüntüsü verilmiştir.



Şekil 3.6 : Nano-Flex™ partikül boyut ve Stabino™ zeta potansiyel cihazları.



Şekil 3.7 : Bandalin Sonorex™ Ultrasonik Banyo.

Ardından da mekanik alaşımlanmış tozların kristal yapılarını incelenmesi ve tane/kristalit boyutlarının belirlenmesi için Bruker™ D8 Advance difraktometresi (XRD) cihazında X-ışınları ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Görüntüsü Şekil 3.8’de verilmiştir.



Şekil 3.8 : Bruker™ D8 Advance difraktometresi.

Son olarak da alaşımlanma sonucu oluşan yeni kompozit tozların taramalı elektron mikroskobu (SEM) yardımıyla, değişen alaşımlanma süreleri sonucunda partikül boyut dağılımı gözlemlenmiştir. Taramalı elektron mikroskobu ile görüntü alma işlemi JEOL™-6000 Neoscope SEM cihazında gerçekleştirilmiştir. Cihazın görüntüsü Şekil 3.9’da verilmiştir.

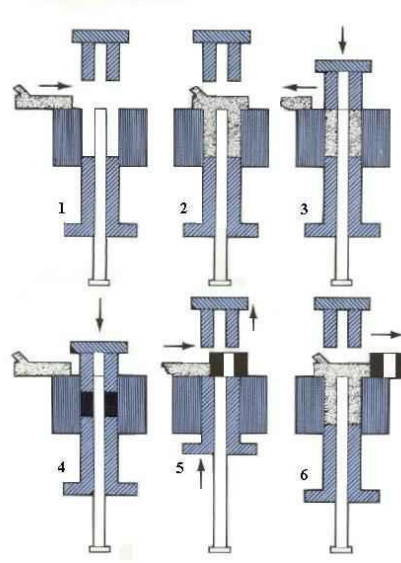


Şekil 3.9 : JEOL™-6000 Neoscope taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı.

3.4. Mekanik Alaşımlanmış Tozların Preslenmesi ve Sinterlenmesi

Mekanik alaşımlanmış tozların karakterizasyon çalışmalarının ardından preslenmesi gerçekleştirilmiştir. Mekanik alaşımlanma işlemine tabi tutulmuş tozlar APEX™ 3010/4 tek yönlü hidrolik pres ile 6 mm çapına sahip silindir şeklinde 550 MPa basınç

kullanılarak optimize edilerek preslenmiştir. Preslenme işleminin şematik görüntüsü Şekil 3.10’da verilmiştir.



Şekil 3.10 : Sinterleme öncesi sert metal tozların preslenmesinin şematik görünümü.

550 Mpa altında bekleme süresi numune başına 1 dakika olarak belirlenmiştir. Bu çalışmalarda kullanılan MSTEC™ 10 ton kapasiteli hidrolik pres Şekil 3.11’de görülmektedir.



Şekil 3.11 : —MSTEC™ BM-0805 hidrolik pres MSE tek eksenli hidrolik el presi (10 ton).

Preslenmiş numunelerin termal genişleme davranışları ve sinterleme rejimleri gazaltı koşullarda en üst 1700°C sıcaklığa kadar çalışabilen 1700 Anten™ Vertical Dilatometer kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu cihazın görüntüsü Şekil 3.12’de verilmiştir.



Şekil 3.12 : 1700 Anter™ Gazaltı Dikey Dilatometresi.

Sinterleme rejimleri belirlendikten sonra, sinterleme süreçleri Linn™ 1800 M Vac Graphite yüksek sıcaklık fırınında gerçekleştirilmiştir. Gazaltı dilatometre kullanılarak belirlenen sinter rejimi olarak koruyucu Ar gazı altında 5 °C /dk ısınma hızı ile 800 °C sıcaklığa çıkılmış, ardından 800 °C-1100 °C arasında 3°C/dk hız ile H₂ atmosferi kullanılmıştır ve 1100 °C-1750 °C sıcaklıklar arasında tekrar 5°C/dk ısınma hızı ile Ar gazı kullanılmıştır. 1750 °C’de 30 dakika beklenmiştir. Ardından da fırında oda sıcaklığına kadar soğutulmuşlardır². Sinterleme yapılan yüksek sıcaklık fırının görüntüsü Şekil 3.13’te verilmiştir.



Şekil 3.13 : Linn™ 1800 M Vac kontrollü atmosfer sinter fırını.

3.5. Sinterlenmiş Numunelerin Karakterizasyon Çalışmaları

Sinterlenmiş numuneler Struers™ Labopress-1 bakalite alma cihazı ile Struers™ TermoFast Black reçine yardımıyla, metalografik işlemler için sıcak bakalite

alınmıştır. Bakalite alma işleminin gerçekleştirildiği cihazın görüntüsü Şekil 3.14’te verilmiştir.



Şekil 3.14 : Struers™ Labopress-1 bakalite alma cihazı.

Bakalite alınmış (bakalitlenmiş) numuneler, Şekil 3.15’te verilen Struers™ Tegrapol-15 otomatik parlatma cihazı ile mikroyapısal gözlemler ve sertlik ölçümleri için parlatılmıştır.



Şekil 3.15 : Struers™ Tegrapol-15 parlatma cihazı.

Parlatma işlemi gerçekleştirilirken yüzeyin düzgünlüğünün ve ana çatlak oluşumlarının incelenebilmesi için Zeiss™ Stereo mikroskop kullanılmıştır. Şekil 3.16’da kullanılan Zeiss™ Stereo mikroskobun görüntüsü verilmiştir.



Şekil 3.16 : Zeiss Stereo mikroskobu.

Burada elde edilen karbür karışımlarının bir kısmı parlatma işlemi yapılmadan SEM incelemesine tabi tutulmuş ve parlatmasız görüntüler elde edilmiştir. Sinterlenmiş numuneler bakalite alınıp parlatıldıktan sonra mikrosertlik ölçümleri yapılmıştır. Mikrosertlik ölçümleri Şekil 3.17’de verilen Shimadzu™ Mikrosertlik test cihazında Vickers uç kullanılarak 30’ar ölçümünün ortalaması alınarak hesaplanmıştır.



Şekil 3.17 : SHIMADZU™ mikrosertlik test cihazı.

Preslenmiş numunelerin ham yoğunlukları, hacimsel boyutların ölçülmesi yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Sinterlenmiş numunelerin yoğunluk ölçümleri Arşimed yöntemi ile hesaplanmıştır. Bu yöntemde önce havada daha sonra sıvı içerisinde numuneler tartılmış, havadaki ağırlık ölçülen bu iki değer arasındaki farka bölünmüş ve ölçüm

iin kullanılan sıvının yoğunluęu ile arpılmıřtır. Bu alıřmada oksidasyonu onlemek amacıyla sıvı olarak etil alkol kullanılmıřtır. Arřimet yoğunluk ölümleri iin hassas terazi olarak Precisa™ hassas terazisi kullanılmıřtır. Bu terazinin grntř Şekil 3.18’de verilmiřtir.



Şekil 3.18 : Arřimet yoğunluk ölm dzeneęi olarak kullanılan Precisa™ hassas terazi.

Aynı numunelerin sinter sonrası yoğunlukları bir kez de piknometre yardımıyla safiyeti olduka yksek helyum (He) atmosferinde öllmřtr. Şekil 3.19’da kullanılan Micromeritics™ AccuPyc II 1340 piknometresinin grntř verilmiřtir.

Sinterlenmiř numunelerin karakterizasyonları iin Bruker™ D8 Advance XRD (Cu K α Radyasyon) cihazı ile Jeol™JCM-6000 SEM (Masast taramalı elektron mikroskobu) kullanılmıřtır. EDS analizleri yine aynı cihaza takılmıř olan Jeol™ WX-36210DPP EDS aparatı yardımıyla gerekleřtirilmıřtir. Sinterlenmiř numunelerin mikroyapı ve faz karakterizasyon incelemeleri ıřık mikroskop (LM), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve X ıřınları difraksiyonu (XRD) teknikleri kullanılarak yapılmıřtır. Karakterizasyon incelemeleri iin ncelikle, sinter numunelerinin XRD analizleri yapılmıřtır. XRD analizlerinin ardından bakalite alınan numuneler parlatılmıř ve sertlik ölmleri yapılmıřtır. Ardından bakalitten ıkartılan numunelerden taramalı elektron mikroskobu ile grntřler alınmıř ve EDS analizi ile sinterleme esnasında oluřan fazlar incelenmiřtir.



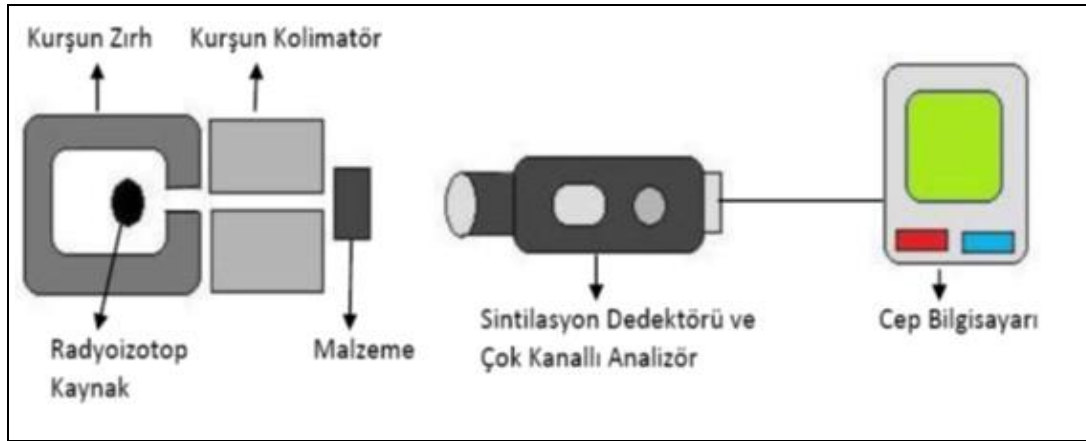
Şekil 3.19 : Micromeritics™ AccuPyc II 1340 piknometre.

İ.T.Ü. partikül malzemeler laboratuvarında (PML) gerçekleştirilen tüm bu karakterizasyon deneylerinin ardından sinterlenmiş numuneler İ.T.Ü. Enerji Enstitüsü bünyesinde gama deneylerine tabi tutulmuştur.

3.6. Gama Transmisyon Deneyleri

Deney sisteminin oluşturulması esnasında gama kaynağı, kolimatör, sinterlenmiş numuneler ve sayımı gerçekleştirecek olan malzemeler aynı düzleme gelecek şekilde yerleştirilmiştir. Burada numune gama kaynağı ile dedektör arasında yer alarak zırh görevi görmektedir. Deney gerçekleştirilirken çevreye yayılan radyasyonun engellenmesi için kolimatör kullanılmıştır.

Gama transmisyon tekniği, gama ışınlarının uygulandığı maddenin içerisine nüfuz etmesi ve madde içerisinde ilerleme olayı olarak özetlenebilir. Bu teknikte dedektör ile radyoizotop arasına bir kaynak yerleştirilir ve radyasyonun şiddeti ölçülür. Dedektör malzemenin içerisinden geçmeyi başaran radyasyonun şiddetini ölçer (Gardner R.P., Ely R.L., 1967). Saçılan radyasyon miktarı dolayısıyla ölçümde hatalar oluşabilmektedir. Bu nedenle hatanın azaltılabilmesi açısından gerek kaynağın gerekse dedektörün olabilecek en iyi şekilde kolime edilmeleri ve zırhlanmaları önemli bir rol üstlenmektedir. Numuneli ve numunesiz sayımlar dedektörden alınarak, amaca yönelik parametreler bulunabilmektedir (Knoll G.F.,2002). Gama transmisyon tekniği ile yapılan deneylerde kullanılan düzenek aşağıda Şekil 3.20’de verilmiştir (Büyük B. Ve diğ, 2012).



Şekil 3.20 : Gama Transmisyon Tekniğinin Genel Şeması.

Deney düzeneğinde genel olarak kullanılan malzemeler; radyoizotop, dedektör, çok kanallı analizör, kolimatör ve zırh malzemeleri olarak sayılabilir. Deneylerde kullanılan gama kaynakları İ.T.Ü Enerji Enstitüsü Radyoizotop Laboratuvarı dahilinde bulunan Se-75 ve Sb-125 gama radyoizotop kaynaklarıdır. Se-75 gama radyoizotopu 264keV ve 401keV enerjide majör piklere sahip bir kaynaktır. Se-75 kaynağının yarılanma ömrü 119 gündür. Sb-125 gama radyoizotopu 602 keV ve 1692 keV enerjide majör pike sahip bir kaynaktır ve yarılanma ömrü 120,4 gündür (Tuğrul A.B. ve diğ, 2016), (Büyük B. Ve diğ, 2013). Çizelge 3.1’de kullanılan radyoizotop kaynaklarının karşılaştırması verilmiştir (Tuğrul A. Ve diğ, 2016).

Çizelge 3.1 : Deneylerde Kullanılan Se-75 ve Sb-125 Radyoizotop Kaynaklarının Özellikleri.

Gama Radyoizotop Kaynağı	Yarı Ömrü	Enerjisi (keV)
Se-75	119 gün	264 ve 401
Sb-125	120,4 gün	602 ve 1692

Deneyler sonucunda elde edilen veriler tablolar şeklinde kaydedilmiş, Origin 8 bilgisayar programı ile grafikler çizilerek sonuçlar irdelenmiştir. Gama deneyleri İTÜ Enerji Enstitüsü Radyoizotop Laboratuvarı olanakları kullanılarak yapılmıştır. Sistemin kalibrasyonu sağlandıktan sonra doğal ortam radyasyonu belirlenmiştir. Ardından radyoizotop kaynak sisteme konularak başlangıç sayımı ölçülmüştür. Deneylerde sayım alma süresi 600 saniye olarak gerçekleştirilmiştir. Bütün sayımlar en az üç kere tekrar edilmiş ve sonuçlar kaydedilmiştir. Elde edilen sonuçlardan doğal ortam radyasyonu çıkarılarak net sayımlar elde edilmiştir.



4. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMALAR

Deneysel çalışmalar sırasında öncelikle W-2ağ.%VC-1ağ.%C ve W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozları 1, 3, 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiştir. Elde edilen tozların ve sinterlenmiş numunelerin karakterizasyon çalışmaları yapılmıştır. Ayrıca yapılan ön çalışmalar sonucunda gama radyasyon zırh malzemesi özelliklerinin başarılı olduğu gözlemlenmiştir. Bunun üzerine W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C bileşiminde tozlar mekanik alaşımlanmışlardır. Vanadyumun radyasyon zırh malzemesinin lineer zayıflatma katsayısı değerlerini arttırdığı bilinmektedir (Smith D.L. 1998). Bu nedenle yeni karışımda vanadyum karbür yüzdesi %4 oranında artırılarak %6'ya çıkartılmıştır. Ardından yeni karışımdaki tozlar 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmişlerdir. Elde edilen tozların ve sinterlenmiş numunelerin karakterizasyon işlemleri yapılmış ardından da Se-75 ve Sb-125 radyoizotopları kullanılarak gama radyasyon deneyleri gerçekleştirilmiştir.

4.1. W-2ağ.%VC-1ağ.%C ve W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C Tozlarının Mekanik Alaşımlanması

Volframın içerisine takviye elemanı olarak kullanılan karbürler, oluşturacakları kompozitlerde üstün fiziksel özellikler sağlarlar (Mahmoodan M. ve diğ. 2001).. Bu karbürlerden en sık tercih edilenlerinden bir tanesi de TiC'dür (Zhang G. ve Gu D. 2013). TiC sahip olduğu 3067°C gibi yüksek ergime noktasının ötesinde yüksek sıcaklık mukavemeti, yüksek sertlik ve çok iyi korozyon direnciyle de öne çıkmış olan önemli bir alternatiftir (Pierson H.O., 1996). Çökelti sertleşmesi sağlaması açısından TiC'ün volfram (W) bazlı kompozitlerde kullanılması mikroyapısal özellikleri iyileştirmektedir (Genç A. ve diğ. 2010). TiC kullanımının bir diğer önemli nedeni (Ti,W) C formasyonunda katı çözelti elde edilme olasılığıdır. Elde edilebilecek olan bu çözelti mükemmel mekanik özellikler sağlamaktadır (Suryanarayana C., Al-Aqeeli N.,2004). Volfram sahip olduğu hacim merkezli kübik (BCC) yapısını ergime noktası olan 3410°C'ye kadar koruyabilmektedir. Öte yandan W düşük sıcaklıkta zor

işlenebilen, düşük tane sınırı mukavemetine sahip bir malzeme olduğundan ötürü, füzyon reaktörlerinde kullanımı oldukça zordur (Stork D. ve diğ, 2014). 1200°C üzerindeki sıcaklıklarda her ne kadar kafes yapısını korusa da, saf W kullanımı bu nedenle gerçekleşmemektedir (Coenen J.W. ve diğ, 2015). Volframa katı çözelti olarak Rhenyum(Re) ilave edilmesi sünekliği artırmaktadır ancak Re hem yüksek maliyeti hem de ısıma esnasında gösterdiği kırılmalık nedeniyle alternatif bir malzeme olmaktan çıkmıştır (Rieth, M. Ve diğ, 2013). TiC üzerine yapılan çalışmalarda W matriksine mekanik alaşımlama prosesiyle eklenen %1.1'lik TiC ilavesiyle yüksek kırılma dayanımına sahip ve aynı zamanda oda sıcaklığında şekillendirilebilir bir malzeme elde edilmiştir (Kajiokaa M ve diğ, 2011), (Kurishitaa H. ve diğ, 2008). Aynı şekilde kullanılabilecek karbürler içerisinde VC tane büyümesini engelleyici olarak Cr₃C₂ ve TaC ile beraber kullanılabilecek alternatifler arasındadır. Burada kullanılabilecek karbürleri etki sıralamasına göre vermek gerekirse VC>Cr₃C₂>NbC>TaC>TiC>ZrC>HfC sıralaması kabul edilebilir (Petersson A., Agren J., 2005). VC'ün en azından yukarıdaki fazlardan bir tanesi ile daha kullanılması tüm sinterleme süreci boyunca tane büyümesinin kontrolünü sağlamaktadır (Morton C.W. ve diğ, 2005).

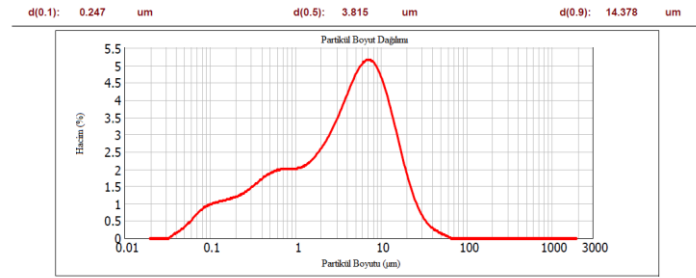
Yukarıda belirtilen neden ve gerekçelere dayanarak deneysel çalışmalarda W matriksine VC ve VC-TiC olmak üzere iki ayrı karbür sistemi katılmış ve mekanik alaşımlama prosesi gerçekleştirilmiştir. Çizelge 4.1'de başlangıç tozlarının ağırlıkça yüzdeleri verilmiştir.

Çizelge 4.1 : Ağırlıkça W-VC-C ve W-VC-TiC-C yüzdeleri.

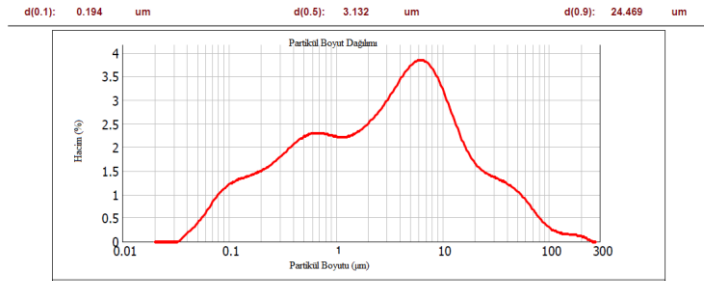
W (ağ.%)	VC (ağ.%)	TiC (ağ.%)	C (ağ.%)	Zaman (sa)
97	2	-	1	1
97	2	-	1	3
97	2	-	1	6
97	2	-	1	12
97	2	-	1	24
95	2	2	1	1
95	2	2	1	3
95	2	2	1	6
95	2	2	1	12
95	2	2	1	24

4.2. W-2ağ.%VC-1ağ.%C ve W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C Tozlarının Karakterizasyonları

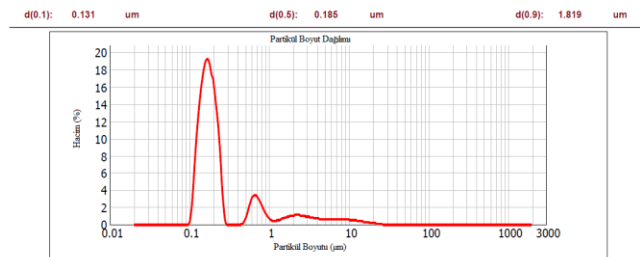
Çizelge 4.1’de belirtilen yüzdelerde elde edilen karışımlar sırasıyla 1, 3, 6, 12 ve 24 saatlik mekanik alaşımlama (MA) sürelerine tabi tutulmuşlardır. MA sonucunda en küçük tane boyutuna 24 saatlik öğütme sonucunda ulaşılmıştır. Elde edilen tozların boyutsal dağılımlarının incelenebilmesi için partikül boyut ölçüm cihazı ile tane büyüklükleri ve bu tanelerin dağılımları incelenmiştir. Şekil 4.1 ve Şekil 4.5 arasında W-2ağ.%VC-1ağ.%C tozlarının 1, 3, 6, 12 ve 24 saatlik MA süresi sonucundaki tane boyut dağılım grafikleri verilmiştir.



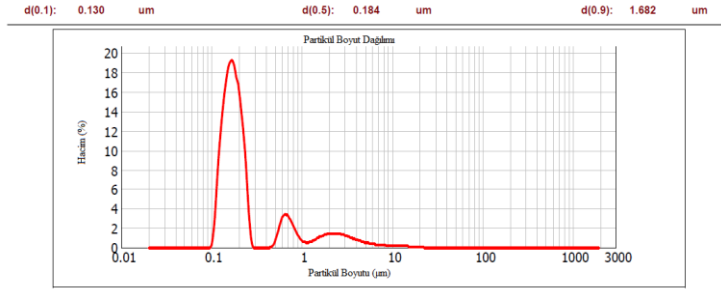
Şekil 4.1 : 1 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.



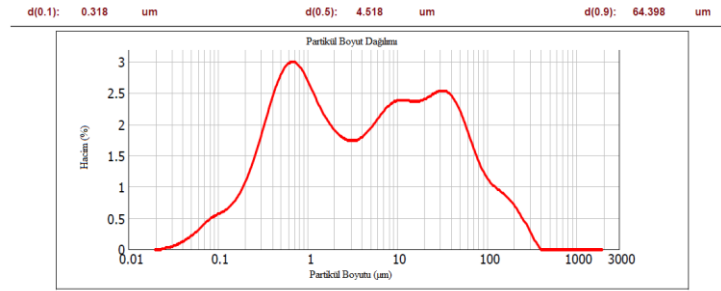
Şekil 4.2 : 3 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.



Şekil 4.3 : 6 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.

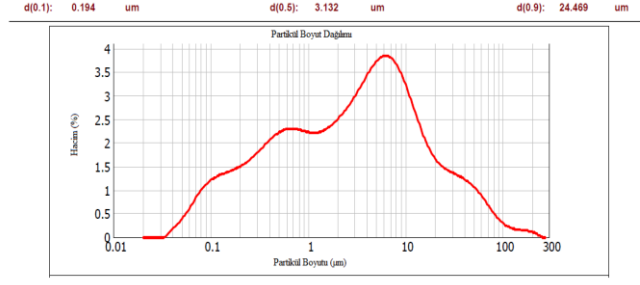


Şekil 4.4 : 12 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.

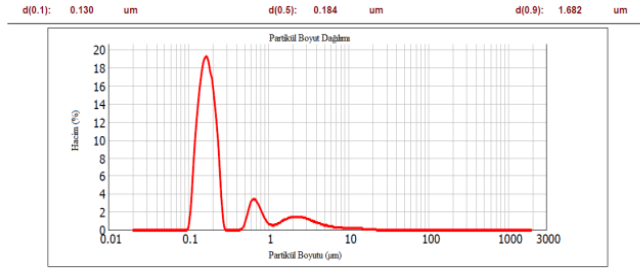


Şekil 4.5 : 24 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.

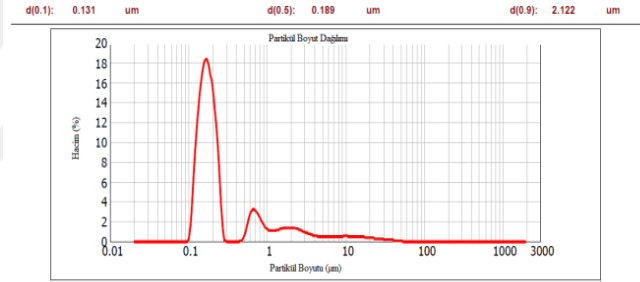
Mekanik alaşımlama sonucunda elde edilmiş olan tozların partikül boyutlarına incelendiğinde W-2ağ.%VC-1ağ.%C tozlarının partikül boyutları 6. saatin sonunda ani bir parçalanma etkisi görerek 0,185 μm boyuta küçüldükleri gözlenmiştir. 12. saate gelindiğinde tane boyutu 6. saate yakın değerlerde seyretmektedir. 24 saatin sonunda ise tane boyutunda aglomerasyona bağlı olarak artış gözlemlenmiştir. Burada ultrasonik banyo ile tozların gerçek boyutlarına ulaşmak istense de homojen ve geçerli bir sonuç elde edilememiştir. Ama minimum toz boyutu incelendiğinde en küçük tanecik değerlerine 24 saat MA sonucunda ulaşıldığı görülebilmektedir. W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut analizleri de büyük ölçüde W-2ağ.%VC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımına paralellik göstermektedir. Şekil 4.6 ile Şekil 4.10 arasında 1, 3, 6, 12 ve 24 saat MA süreleri sonucunda elde edilen W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının boyutsal analizleri verilmiştir.



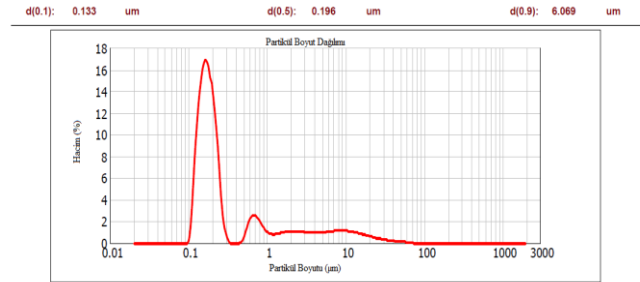
Şekil 4.6 : 1 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.



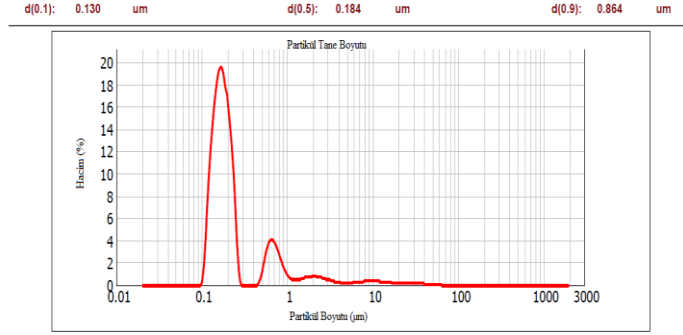
Şekil 4.7 : 3 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.



Şekil 4.8 : 6 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.



Şekil 4.9 : 12 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.

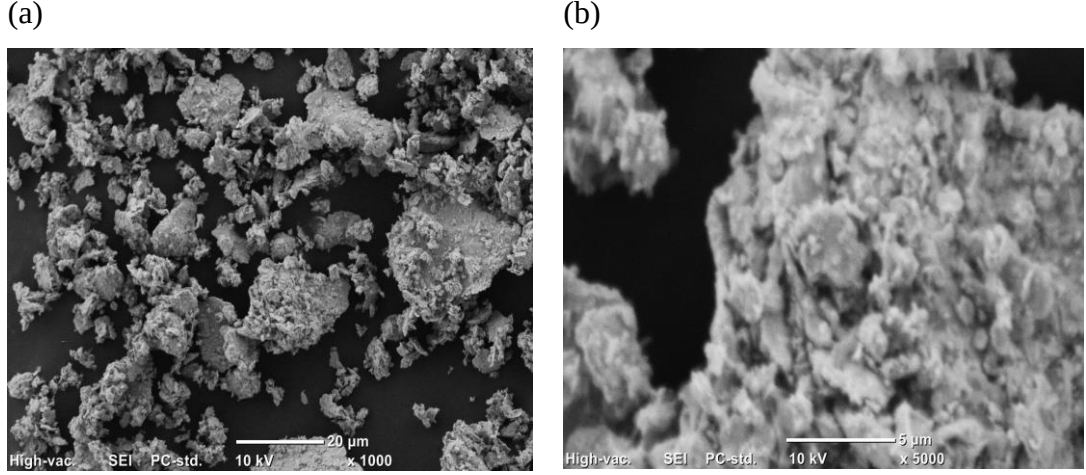


Şekil 4.10 : 24 saat mekanik alaşımlanmış W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının partikül boyut dağılımı.

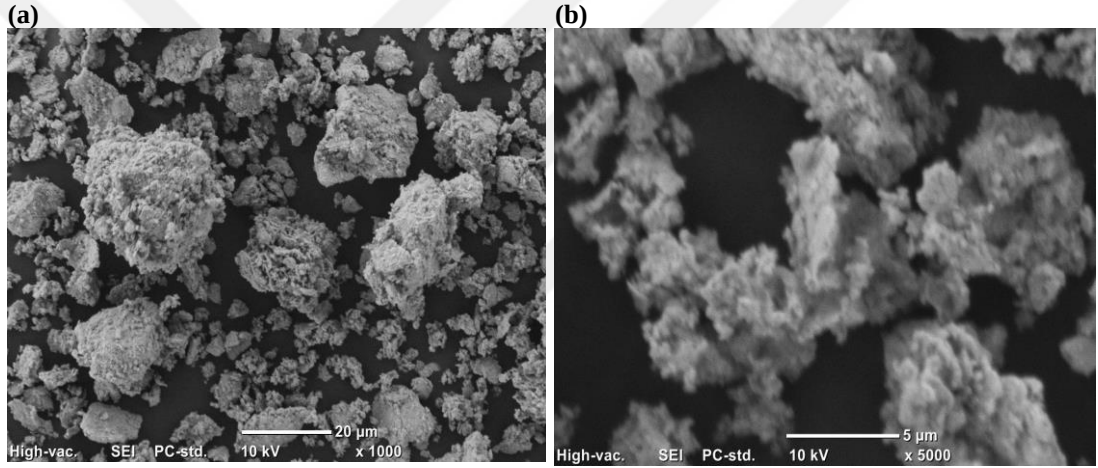
Çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış (MA) kompozit W-2ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının tane boyutları ilk ciddi tane küçülmesinin 3 saat MA sonucunda gerçekleştiği görülmektedir. Burada 6, 12 ve 24 saatlik alaşımlama sonucunda elde edilen ortalama tane boyutları 0,184 µm dolayındadır. Her ne kadar değerler birbirlerine yakın gözükse de, ortalamalara bakıldığında artan alaşımlama süresi ile neredeyse bütün tanelerin aynı boyutlara yaklaştığı görülmüştür. W-2 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C karışımında W-2 ağ.%VC-2 ağ.-1 ağ.%C karışımından farklı olarak 24 saat sonucunda herhangi bir aglomerasyona rastlanmamıştır.

Tane boyutlarının incelenmesinin ardından elde edilen tozların görüntüleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Tozlar önce bir karbon banta yapıştırılıp ardından görüntü alabilmek ve iletimi arttırmak açısından ince bir altın film ile kaplanmışlardır. Yapılan analizlerde tane büyüklüklerinin dağılımları, öğütme sonucu tozların genel görünüşleri, aglomerasyonların oluşup oluşmadığı gibi temel fiziksel özellikler gözlemlenmiştir. Ayrıca enerji dağılım spektroskopisi (EDS) kullanılarak mekanik alaşımlanmış tozların bileşimleri belirlenmiş ve sinterleme işlemi öncesi tozların genel olarak incelenmesi sağlanmıştır. Tozların taramalı elektron mikroskobu görüntüleri aynı alaşımlama sürelerindeki iki bileşimin birbirleri ile kıyaslanması amacı ile incelenmiştir.

Şekil 4.11 ve Şekil 4.12’de 1 saatlik MA işleminin sonunda parçalanmanın başladığı net olarak gözükmemektedir. Öte yandan tozlarda henüz homojen bir dağılım tam olarak sağlanmamıştır. İrili ufaklı yapılar ve aglomerasyon kaynaklı topaklanmalar meydana gelmiştir. W- 2 ağ.%VC - 1 ağ.%C tozlarındaki parçalanmanın W- 2 ağ.%VC – 2ağ.%TiC- 1 ağ.%C tozlarına kıyasla daha fazla gerçekleştiği görülmektedir.

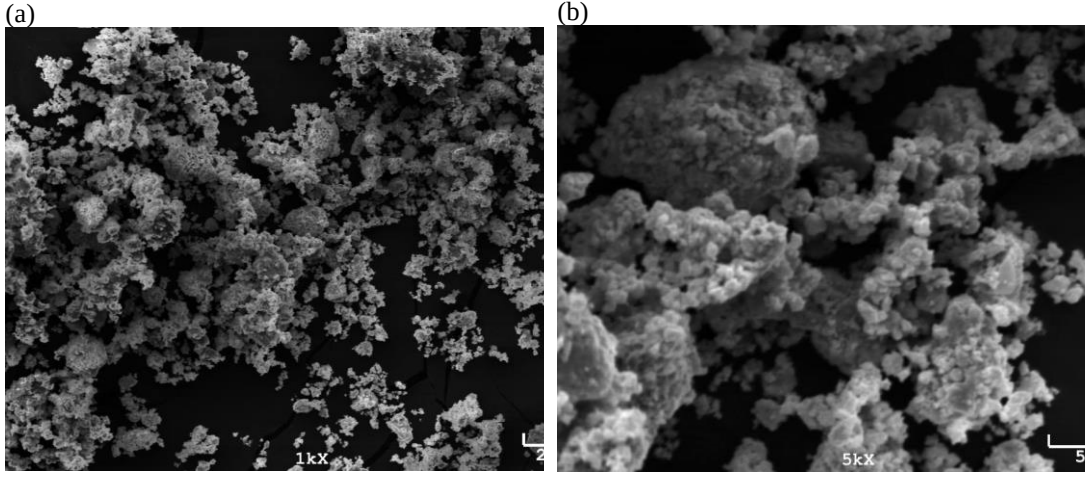


Şekil 4.11 : 1 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağı.%VC - 1 ağı.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.

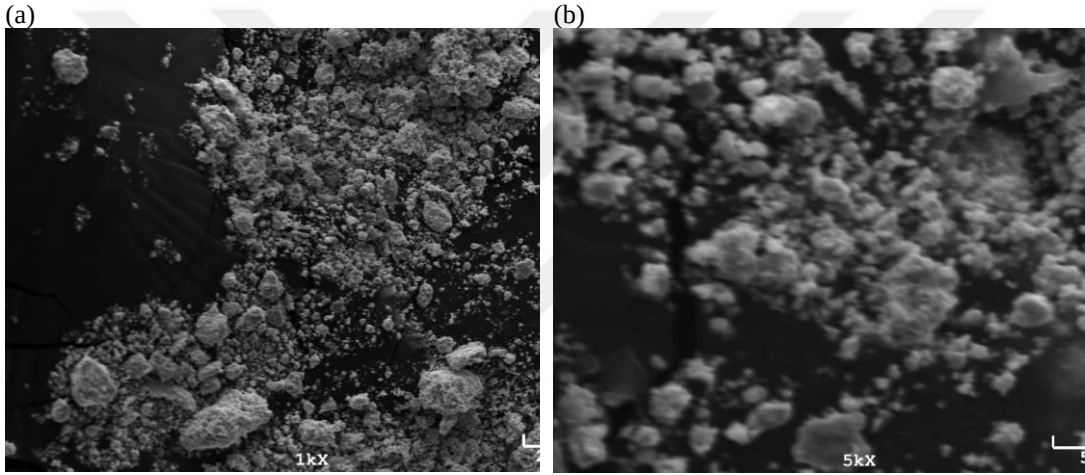


Şekil 4.12 : 1 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC- 1 ağı.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.

Şekil 4.13 ve Şekil 4.14 ‘de 3 saatlik mekanik alaşımlama sonucunda elde edilen tozların SEM görüntüleri incelendiğinde W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC- 1 ağı.%C kompozit tozlarının parçalanmasının W- 2 ağı.%VC - 1 ağı.%C tozlarının parçalanmasından çok daha hızla ilerlediği söylenebilir. Şekil 13 ve Şekil 14’de görüldüğü üzere, 12 saat MA sonrasında W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC- 1 ağı.%C tozları daha homojen bir yapıya kavuşmuşlardır. Ortalama tane boyutları incelendiğinde W- 2 ağı.%VC – 1 ağı.%C tozlarının ortalama tane boyutları 3,132 µm iken W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC- 1 ağı.%C tozlarının ortalama tane boyutları 0,184 µm olarak bulunmuştur.

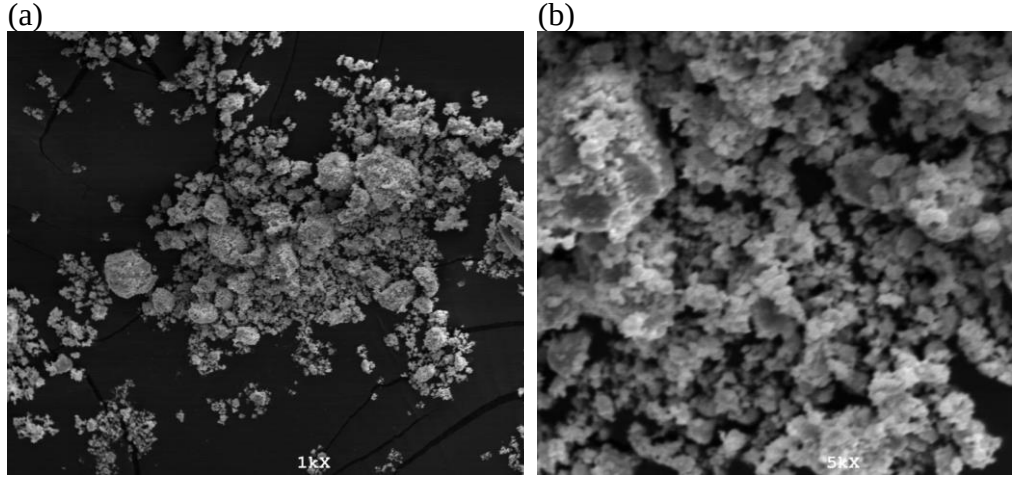


Şekil 4.13 : 3 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağı.%VC - 1 ağı.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.

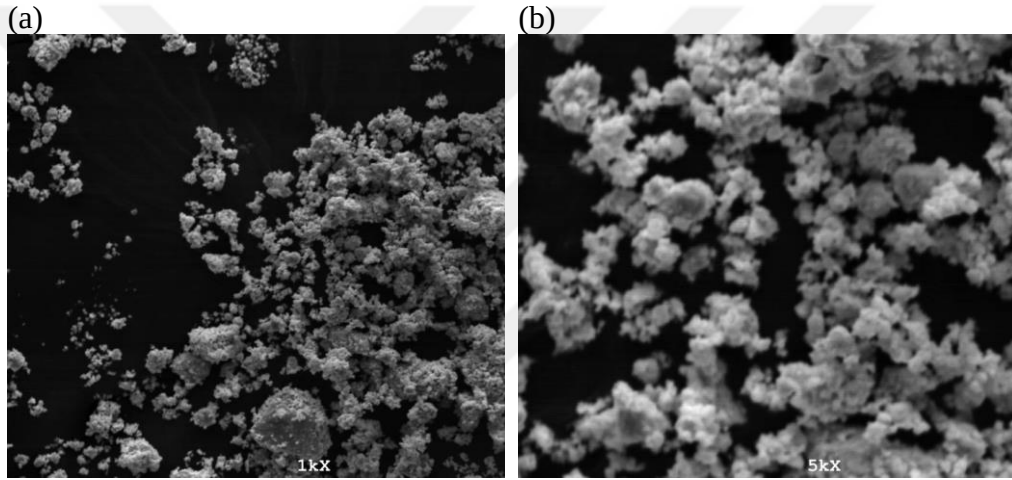


Şekil 4.14 : 3 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC- 1 ağı.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.

Artan MA süresi W- 2 ağı.%VC – 1 ağı.%C ve W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC- 1 ağı.%C tozlarının tane boyutlarını birbirlerine tamamen yaklaştırmıştır. Özellikle W- 2 ağı.%VC - 1 ağı.%C kompozit tozlarında tane boyutu 3. saat ile 6. saat arasında ciddi oranda azalarak 0,185 μm boyutlarında düşmüştür. W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC- 1 ağı.%C tozları ise 3. saat sonundaki değerlerine paralel olarak 0,189 μm ortalama tane boyutuna sahiptirler. 6 saat MA sonrasında ise W- 2 ağı.%VC - 1 ağı.%C ve W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC- 1ağı.%C kompozit tozlarının oldukça homojen yapıda olduğu Şekil 4.15 ve Şekil 4.16’da açıkça görülmektedir.

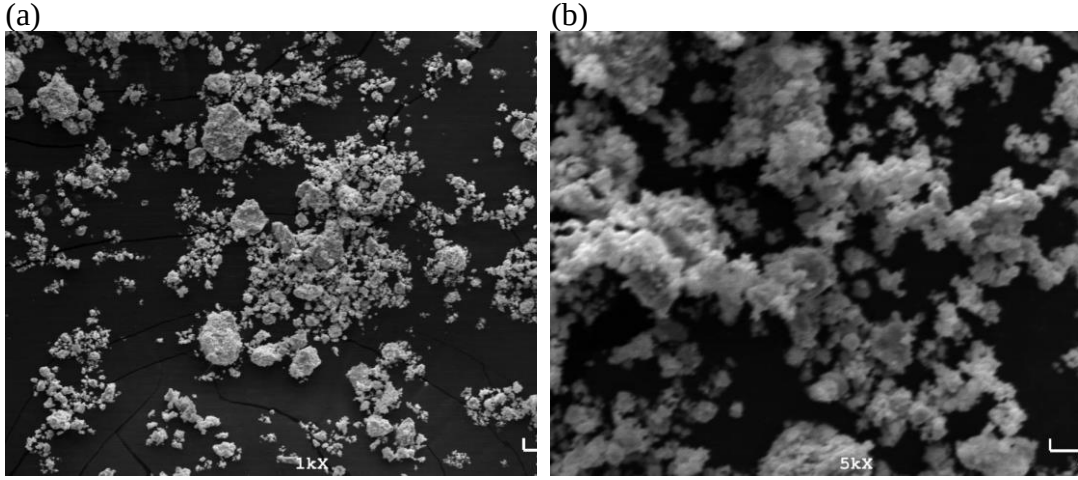


Şekil 4.15 : 6 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 at.%VC - 1 at.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.

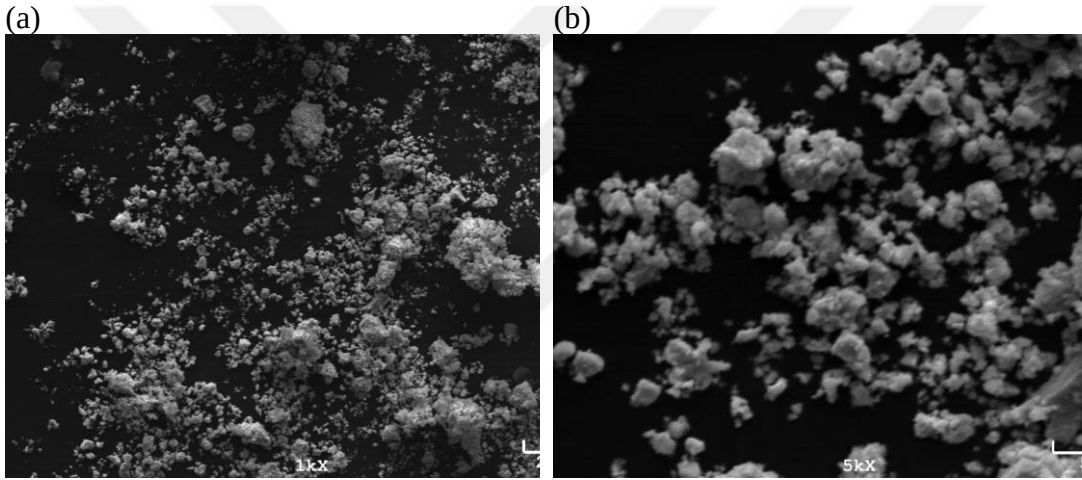


Şekil 4.16 : 6 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 at.%VC – 2at.%TiC- 1 at.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.

Şekil 4.17 ve Şekil 4.18’de MA süresinin 12 saati bulması ile beraber aglomere olmuş büyük tanelerin sayısında ciddi bir düşüş gerçekleşmiştir. W- 2 at.%VC – 1 at.%C tozlarının ortalama tane boyutları 0,184 μm iken W- 2 at.%VC – 2at.%TiC- 1 at.%C tozlarının ortalama tane boyutları 0,196 μm olarak ölçülmüştür. 6 saatlik MA sonucundaki tane boyutlarına çok yakın değerler elde edilmiştir.

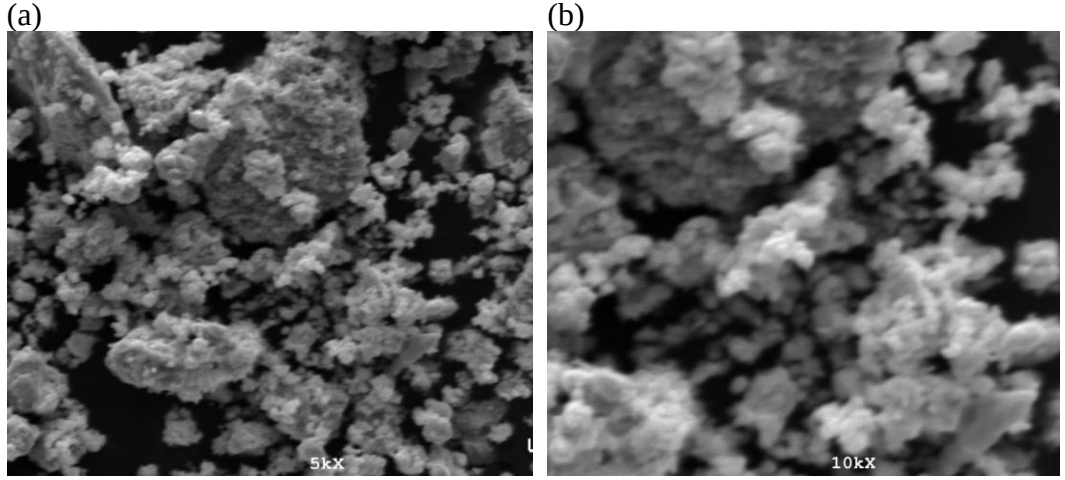


Şekil 4.17 : 12 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 at.%VC - 1 at.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.

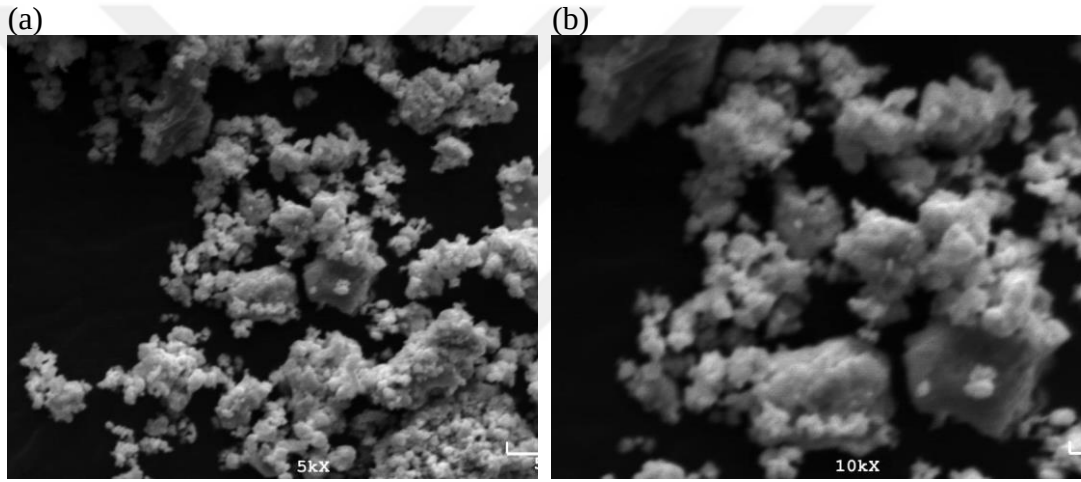


Şekil 4.18 : 12 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 at.%VC – 2at.%TiC- 1 at.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.

24 saat MA sonrasında öğütme sonucunda ise Şekil 4.19 ve Şekil 4.20’de görüleceği üzere iki farklı yapıdan söz edilebilir. Artan MA süresi ile W- 2 at.%VC – 1 at.%C tozlarının 6 ve 12 saat sonunda sahip oldukları 0,180 μm civarındaki değerleri aglomere olmuş partiküllerin ortaya çıkması ile 4,518 μm değerine ulaşmıştır. Diğer taraftan, W- 2 at.%VC – 2at.%TiC- 1 at.%C tozları ise 0,184 μm ortalama tane boyutu ile 3. saat sonucunda sahip olduğu tane boyutlarında bir yapıya sahip olmuşlardır. 6 saat sonucunda birbirlerine tane boyutu olarak yaklaşan tozlar artan MA süresi ile farklı aglomere özellikleri göstermişlerdir. W- 2 at.%VC – 2at.%TiC-1 at.%C tozlarının 24 saat sonucunda daha homojen bir yapıda olduğu da taramalı elektron mikroskobu görüntülerinden açıkça görülmektedir.



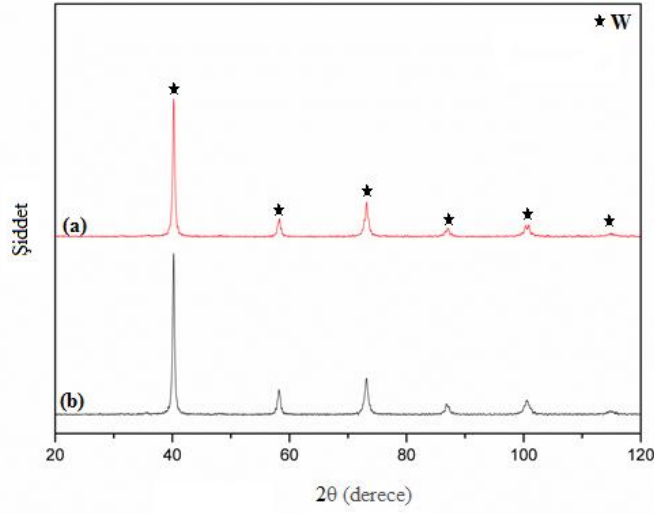
Şekil 4.19 : 24 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 at.%VC - 1 at.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.



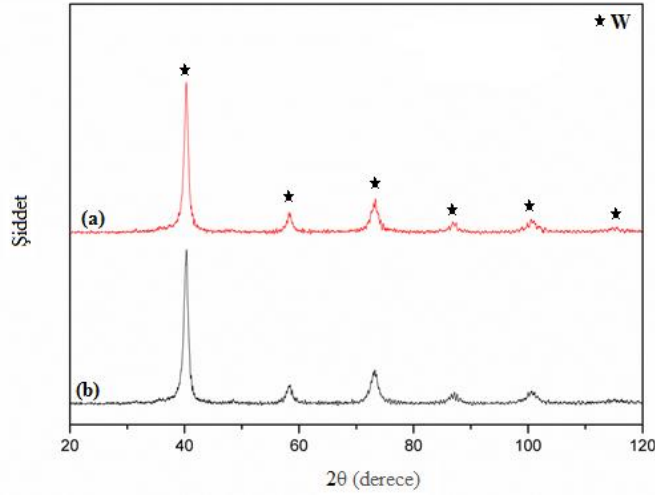
Şekil 4.20 : 24 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 at.%VC – 2at.%TiC-1 at.%C karışımındaki tozların a) 1000X ve b) 5000X taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.

Çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış W- 2 at.%VC - 1 at.%C ve W- 2 at.%VC – 2at.%TiC-1 at.%C kompozit tozların SEM ile incelenmelerinin ardından, oluşabilecek kafes deformasyonu ile kristalit boyutunun ortaya çıkarılabilmesi ve tozların kristal yapılarındaki değişim oranlarının incelenmesi için X-ışınları ile faz analizleri yapılmıştır. Seçilen 2θ değerleri 20° - 120° arasındadır ve $5^\circ/\text{dk}$ hız ile X-ışını difraksiyon incelemeleri yapılmıştır.

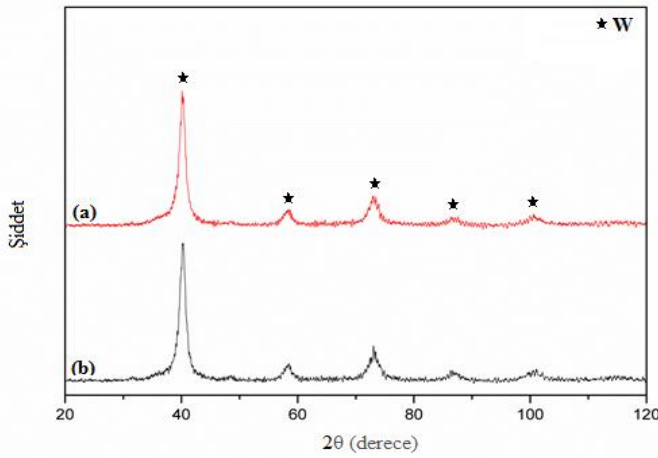
Aşağıdaki Şekil 4.21 ve Şekil 4.25 arasında değişen MA sürelerine bağlı olarak W- 2 at.%VC – 2at.%TiC-1 at.%C ve W- 2 at.%VC - 1 at.%C tozlarının XRD grafikleri verilmiştir. Beklendiği üzere burada alaşımlanma sonucunda sadece W pikleri görülmektedir. Düşük yüzdelerde kullanılmış olan karbürler XRD ile belirlenememişlerdir.



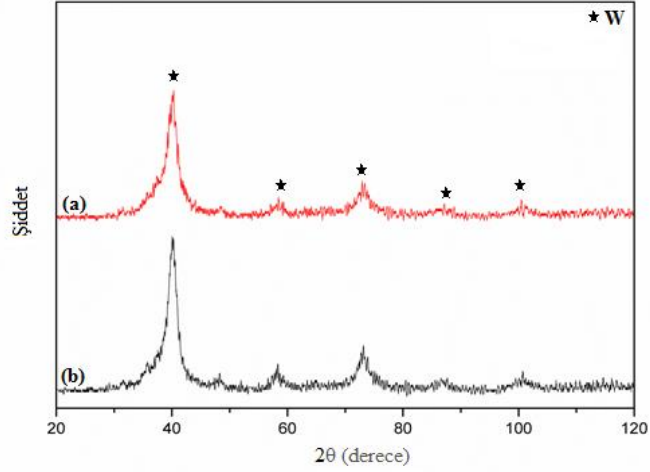
Şekil 4.21 : 1 Saat mekanik alaşımlanmış (a) W- 2 ağıt.%VC – 2ağıt.%TiC-1 ağıt.%C ve (b) W- 2 ağıt.%VC - 1 ağıt.%C tozlarının XRD analizleri.



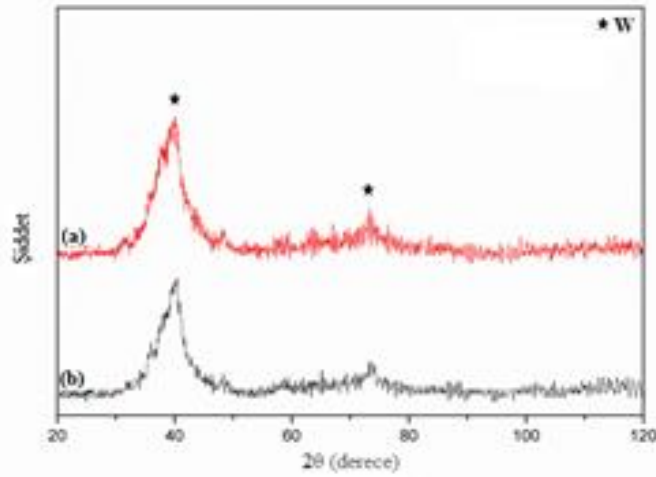
Şekil 4.22 : 3 saat mekanik alaşımlanmış (a) W- 2 ağıt.%VC – 2ağıt.%TiC-1 ağıt.%C ve (b) W- 2 ağıt.%VC - 1 ağıt.%C tozlarının XRD analizleri.



Şekil 4.23 : 6 saat mekanik alaşımlanmış (a) W- 2 ağıt.%VC – 2ağıt.%TiC-1 ağıt.%C ve (b) W- 2 ağıt.%VC - 1 ağıt.%C tozlarının XRD analizleri.

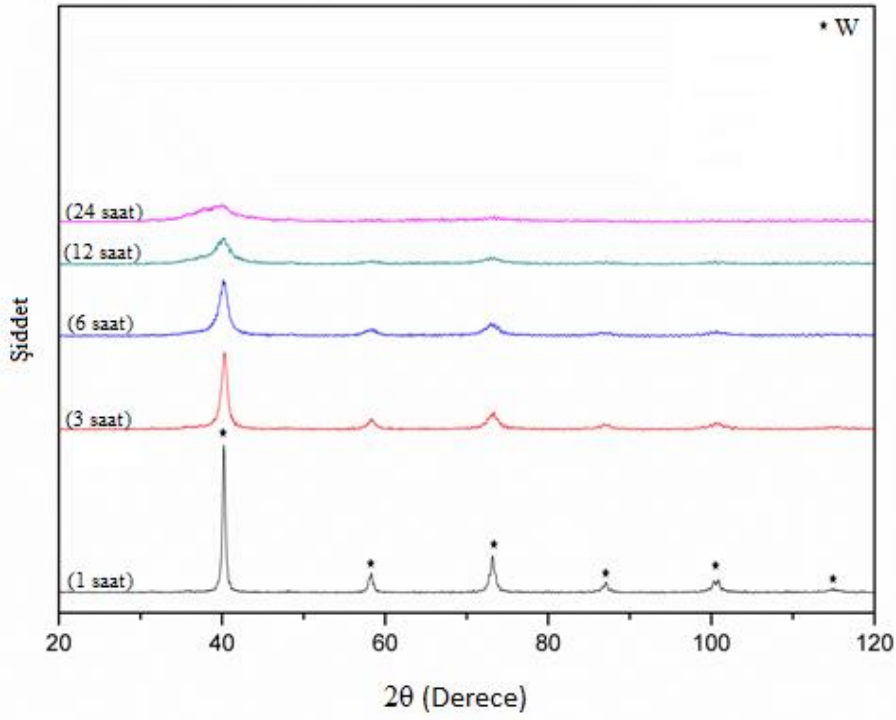


Şekil 4.24 : 12 saat mekanik alaşımlanmış (a) W- 2 at.%VC – 2at.%TiC-1 at.%C ve (b) W- 2 at.%VC - 1 at.%C tozlarının XRD analizleri.

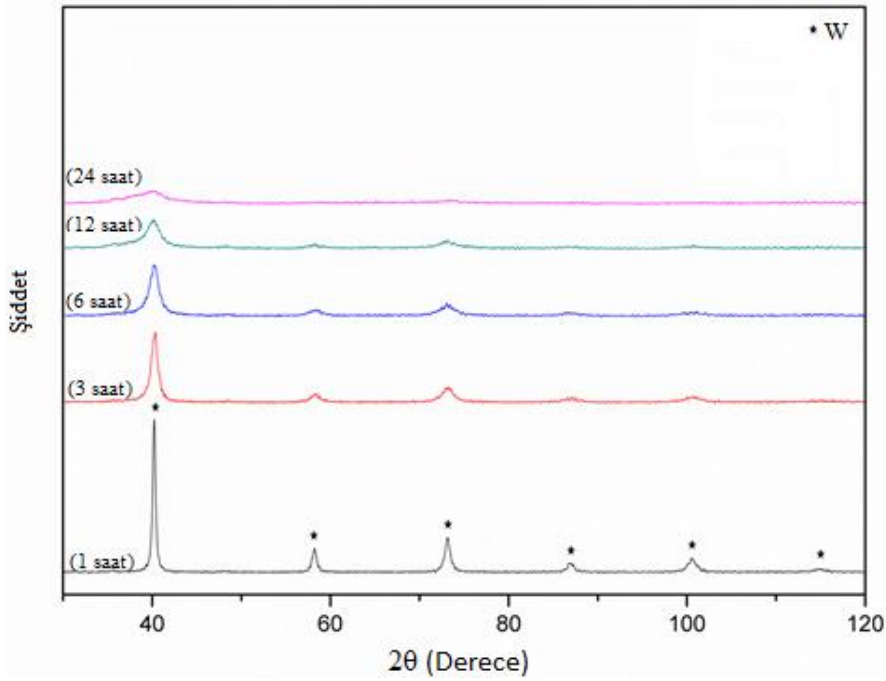


Şekil 4.25 : 24 saat mekanik alaşımlanmış (a) W- 2 at.%VC – 2at.%TiC-1 at.%C ve (b) W- 2 at.%VC - 1 at.%C tozlarının XRD analizleri.

Mekanik alaşımlama işlemleri sırasında ve sonucunda artan süre ile oluşan kafes deformasyonu XRD piklerinin şeklinin ve şiddetinin değişimi ile açıkça görülmektedir. Ayrıca MA süresi ile birlikte amorfizasyon miktarları oldukça fazla bir miktarda artmıştır. Şekil 4.26 ve Şekil 4.27’de W- 2 at.%VC-1 at.%C ve W- 2 at.%VC – 2at.%TiC-1 at.%C tozlarının farklı MA sürelerinin XRD grafikleri verilmiştir. Burada aynı MA süreleri için her iki bileşimin genellikle birbirlerine paralel şekilde piklerinde genişleme ve şiddetlerinde azalma olmuştur. 24 saat MA sonucunda her iki tozda da kafes yapılarının ciddi şekilde deformasyona uğradığı söylenebilir.



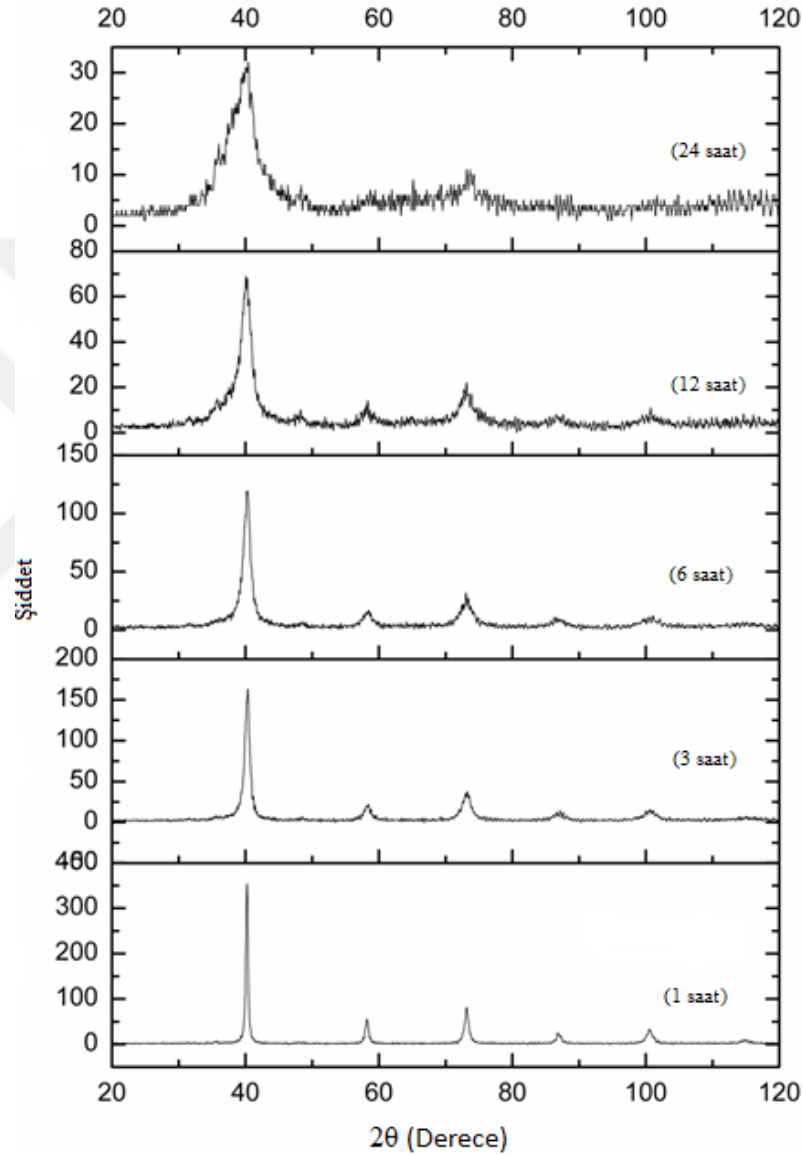
Şekil 4.26 : 1, 3, 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC- 1 ağı.%C tozlarının karşılaştırmalı XRD grafikleri.



Şekil 4.27 : 1, 3, 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağı.%VC - 1 ağı.%C tozlarının karşılaştırmalı XRD grafikleri.

XRD paternleri incelendiğinde artan MA süresinin amorfleştirmeyi artırdığı açıkça görülmektedir. Burada fiziksel olarak zorlanmış kafeslerin kristal yapıları bozulmuş, bu da pik şiddetlerini düşürmüştür. MA esnasında gerçekleşmiş olan pek çok plastik deformasyon, kafes hatalarını da beraberinde getirmektedir.

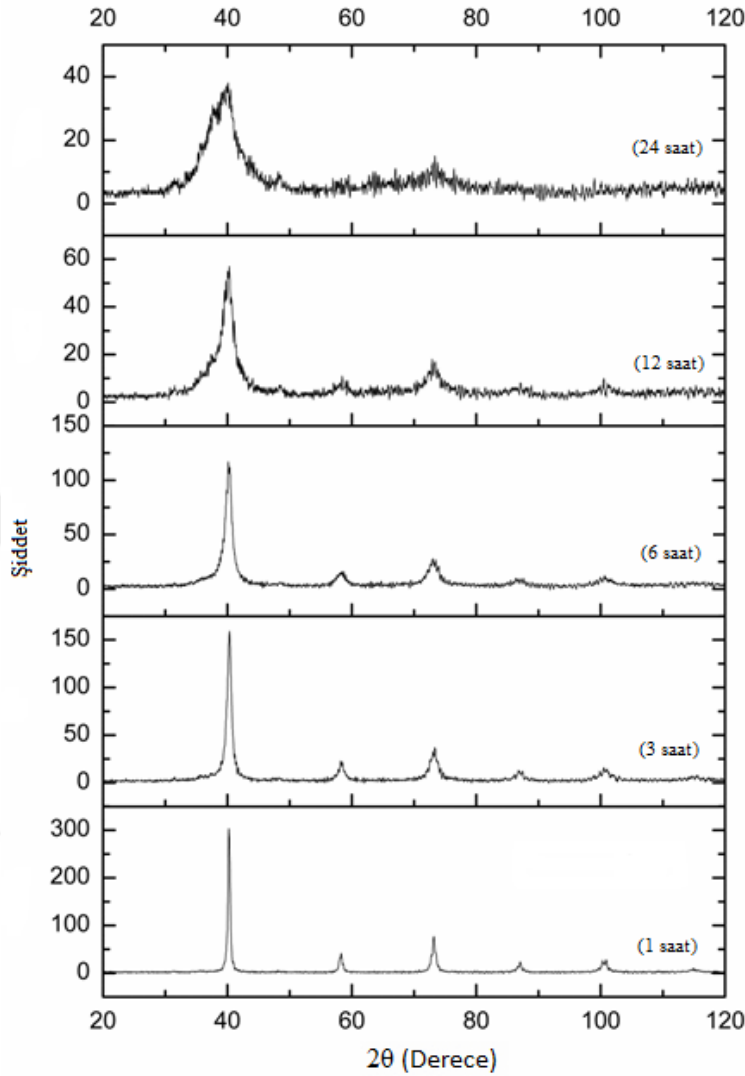
Burada bahsedilmiş olan şiddetteki değişimin daha net olarak gözlemlenebilmesi için XRD pik şiddet değişimlerinin MA süresine bağlı grafikleri Şekil 4.28 ve Şekil 4.29’da verilmiştir. Her iki şekilde de görülebileceği gibi başlangıçtaki şiddet değerleri %90 oranlarında azalmıştır. MA süresinin artması ile piklerdeki genişlemelerden de anlaşılacağı üzere, kafes deformasyonları ve kafeslerin kristal yapılarındaki değişimler net olarak ortaya çıkmaktadır.



Şekil 4.28 : 1, 3, 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 at.%VC –1 at.%C tozlarının artan mekanik alaşımlama süreleri ile şiddet değişim grafiği.

Şekil 4.28’de görülebileceği üzere artan MA süresi ile W- 2 at.%VC -1 at.%C tozlarındaki bazı W pikleri kaybolmuş, ciddi kafes hataları meydana gelmiştir. Özellikle 12. saatten itibaren değişim net olarak görülmektedir. 1 saat MA sonucunda

6 tane W pikine rastlanırken, 24 saat MA sonucunda bu piklerden 4 tanesi amorfizasyona bağlı olarak ortadan kaybolmuş ve geriye yalnızca 2 pik kalmıştır.



Şekil 4.29 : 1, 3, 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC- 1 ağı.%C tozlarının artan mekanik alaşımlama süreleri ile şiddet değişim grafiği.

Şekil 4.29’da W- 2 ağı.%VC –1 ağı.%C tozlarının XRD grafik sonuçlarına benzer olarak W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC-1 ağı.%C tozlarında da artan MA süresi ile kafeslerde oluşan hataların arttığı söylenebilir. Burada da şiddet değerlerinin azaldığı görülmektedir. Pikler genişlemiş 12. saatte oluşmaya başlamış olan piklerin kayboluşu, 24. saat sonunda net olarak ortaya çıkmıştır. Başlangıçta tıpkı W- 2 ağı.%VC-1 ağı.%C tozlarındaki gibi 6 tane olan W piki amorfizasyonun etkisi ile genişleyerek 2 tane pike düşmüştür.

4.3. Mekanik alaşımlanmış W-2 ağı.%VC-1 ağı.%C ve W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1 ağı.%C Tozlarının Preslenmesi ve Sinterlenmesi

Elde edilen bu verilerin ışığında W- 2 ağı.%VC –1 ağı.%C ve W- 2 ağı.%VC – 2 ağı.%TiC -1 ağı.%C tozları, 550 MPa basınç ile tek eksenli preste 1 dakika süre ile preslenmişlerdir. Preslenen numuneler, yüksek sıcaklık fırınında kontrollü atmosferde sinterlenmişlerdir. Daha önce 3. konuda açıklandığı üzere sinterleme rejimi olarak koruyucu Ar gazı altında 5 °C/dk ısınma hızı ile 800°C sıcaklığa çıkılmış, ardından 800°C-1100°C arasında 3°C/dk hız ile H₂ ile redüklenmiş ve 1100°C-1750°C sıcaklıklar arasında tekrar 5°C/dk ısınma hızı ile Ar gazı kullanılmıştır. 1750°C’de 30 dakika süre ile beklenmiştir. Ardından da fırında oda sıcaklığına kadar soğutulmuşlardır.

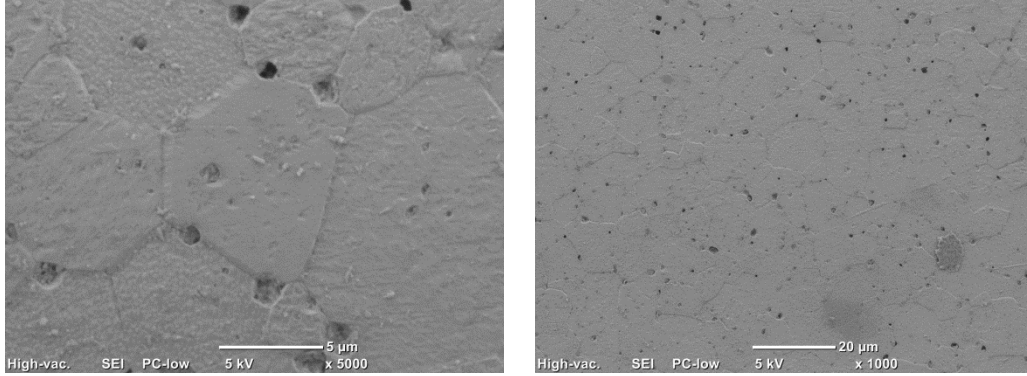
4.4. Mekanik Alaşımlanmış ve Sinterlenmiş W-2 ağı.%VC-1 ağı.%C ve W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1 ağı.%C Kompozitlerinin Karakterizasyon Çalışmaları

Sinterleme sonrası elde edilen malzemelerin öncelikle yoğunluk değerleri hesaplanmıştır. Yoğunluk değerleri He piknometresi yardımı ile ölçülmüştür. Aşağıda Çizelge 4.2’de elde edilen yoğunluk değerleri ve buradan yola çıkılarak bulunan bağıl yoğunluk değerleri verilmiştir.

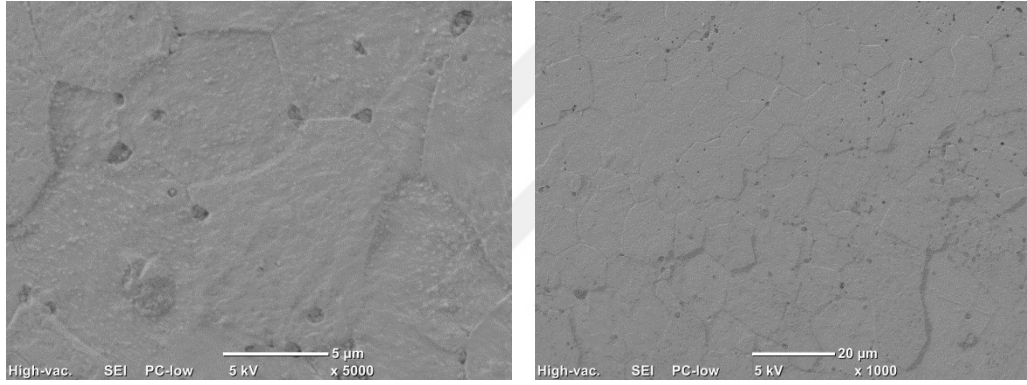
Çizelge 4.2 : He Piknometresi ile elde edilen yoğunluk değerleri.

Malzeme	Sinter Sonrası Yoğunluk Değerleri (g/cm ³)	Bağıl Yoğunluk (g/cm ³)
W- 2 ağı.%VC –1 ağı.%C MA (1saat)	16,87	89,68
W- 2 ağı.%VC -1 ağı.%C MA (3saat)	17,77	94,49
W- 2 ağı.%VC –1 ağı.%C MA (6saat)	18,41	97,90
W- 2 ağı.%VC –1 ağı.%C MA (12saat)	18,23	96,90
W- 2 ağı.%VC -1 ağı.%C MA (24saat)	16,40	87,21
W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC-1 ağı.%C MA (1saat)	15,48	83,56
W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC-1 ağı.%C MA (3saat)	18,03	97,33
W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC-1 ağı.%C MA (6saat)	16,45	88,83
W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC-1 ağı.%C MA (12saat)	16,17	87,32
W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC-1 ağı.%C MA (24saat)	16,80	90,71

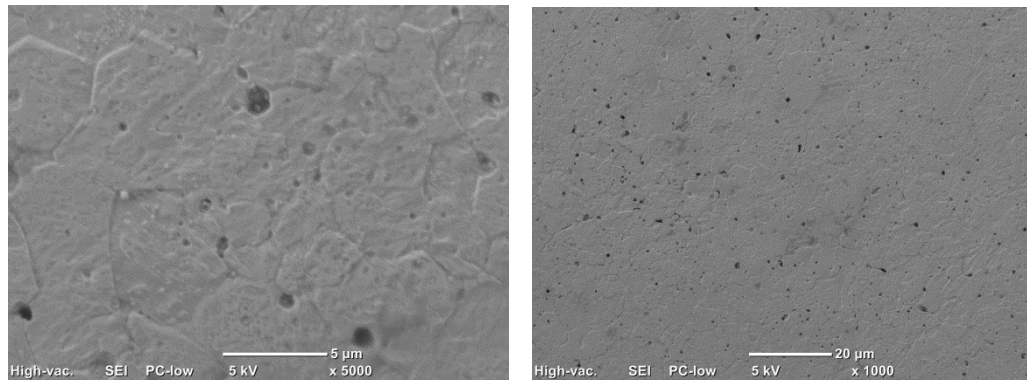
SEM ile sinter sonrası görüntüleri elde edilmiştir. Şekil 4.30 - Şekil 4.34 şekillerinde çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış ve aynı koşullarda sinterlenmiş W-2 ağı.%VC-1 ağı.%C numunelerinin SEM görüntüleri sunulmuştur.



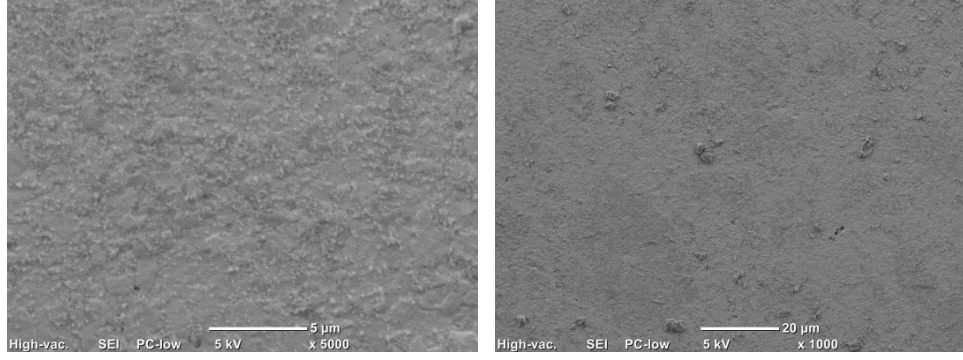
Şekil 4.30 : 1 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin 1000X ve 5000X SEM görüntüleri.



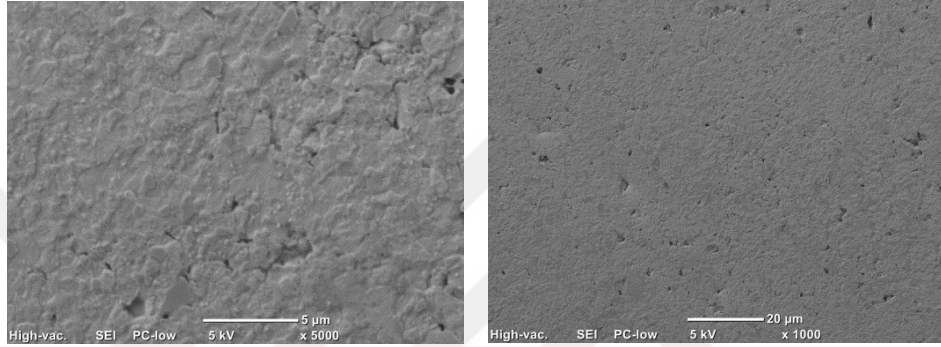
Şekil 4.31 : 3 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin 1000X ve 5000X SEM görüntüleri.



Şekil 4.32 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin 1000X ve 5000X SEM görüntüleri.



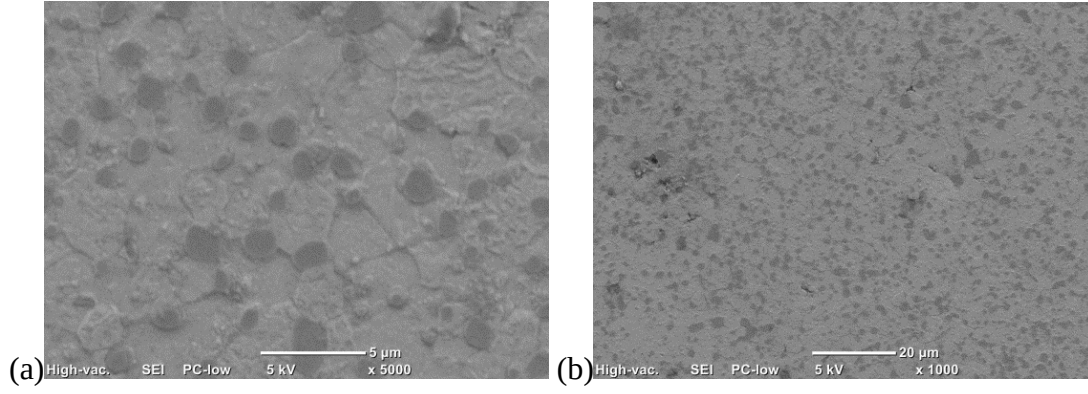
Şekil 4.33 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin 1000X ve 5000X SEM görüntüleri.



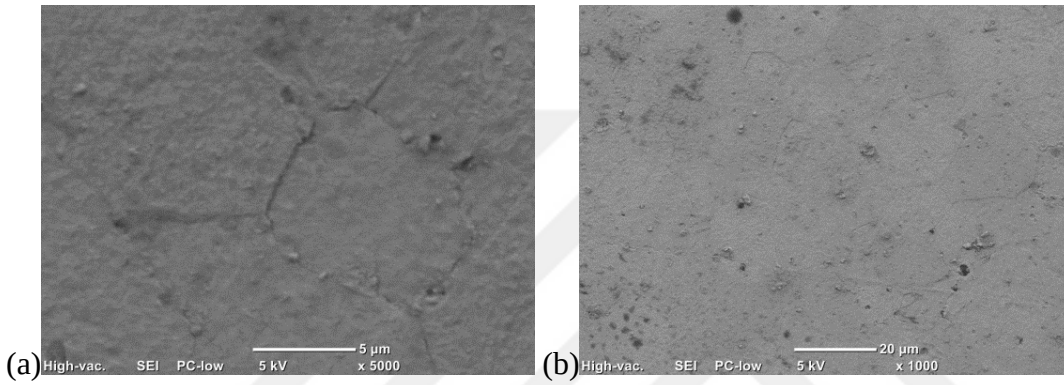
Şekil 4.34 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin 1000X ve 5000X SEM görüntüleri.

SEM görüntülerinden de görülebileceği gibi, mekanik alaşımlanmış tozlar yüksek yoğunlukta sinterlenmişlerdir. Buradaki yoğunluk değerleri piknometre ve Arşimed yoğunluk deneyleri ile desteklenmiştir. Resimlerde de görüldüğü gibi sinterleme sonucunda W tanelerinin çevresinde tane sınırları belirmiştir. Jeol WX-36210DPP EDS aparatı ile 15kV voltajda ve 0-20keV enerji ile yapılan EDS ölçümlerinde W tanelerini incelediğimizde artan alaşımlama süresi sonucunda tanelerin içerisinde rastlanan V oranının arttığı görülmektedir. 1 saat sonucunda kütlece %0,5 in altında görünen V oranı 6 saat sonucunda %2 ye yaklaşmaktadır. 24 saat sonunda bu oran %2,5 değerine yaklaşmıştır. Tane sınırlarında genellikle karbürlere rastlanmıştır.

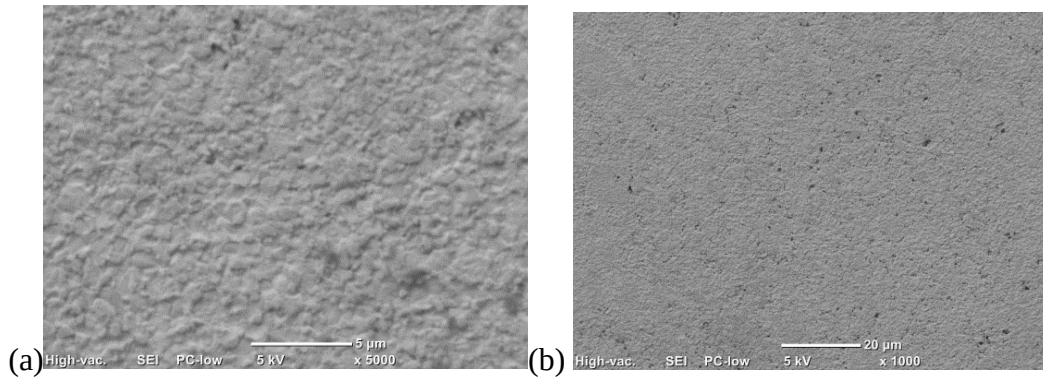
Mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin 1000X ve 5000X SEM görüntüleri Şekil 4.35 ve Şekil 4.39 arasında verilmiştir.



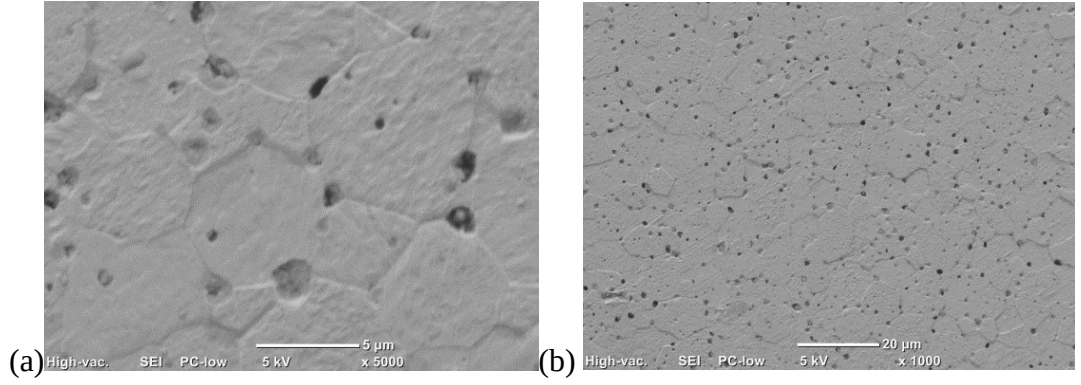
Şekil 4.35 : 1 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C kompozitlerinin (a) 1000X ve (b) 5000X SEM görüntüleri.



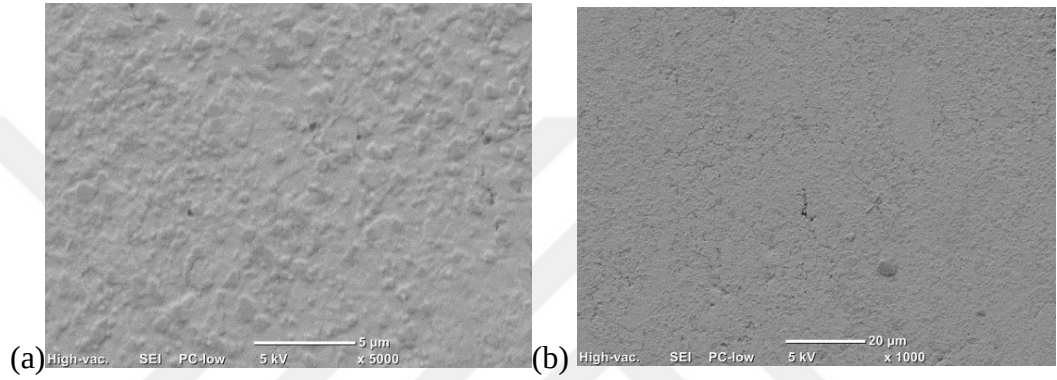
Şekil 4.36 : 3 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C kompozitlerinin (a) 1000X ve (b) 5000X SEM görüntüleri.



Şekil 4.37 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C kompozitlerinin (a) 1000X ve (b) 5000X SEM görüntüleri.



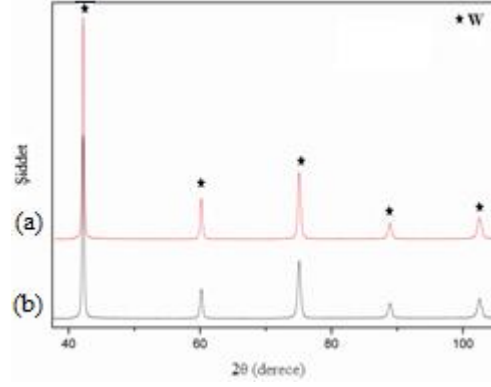
Şekil 4.38 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C kompozitlerinin (a) 1000X ve (b) 5000X SEM görüntüleri.



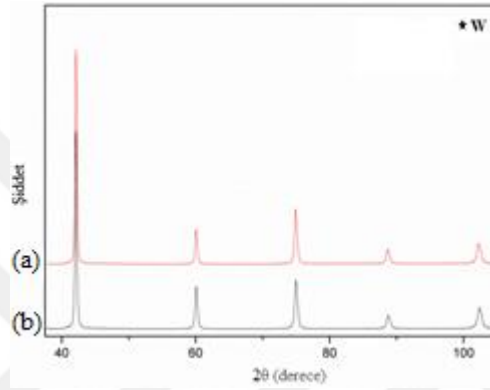
Şekil 4.39 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C kompozitlerinin (a) 1000X ve (b) 5000X SEM görüntüleri.

W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C karışımının SEM görüntülerine bakıldığında sinterleme sonucunda porozitenin olmaması yüksek yoğunlukta bir sinterlemenin gerçekleştiğini göstermektedir. Jeol™ WX-36210DPP EDS cihazı ile 15kV voltajda ve 0-20 keV enerji arasında yapılan EDS ölçümlerinde W taneleri incelendiğinde 6 saate kadar çok düşük miktarlarda Ti ve V elementlerine rastlanmasına karşın 6. saatten itibaren tane sınırlarında biriken Ti dikkat çekmektedir. Yüzeyde zaman zaman karbür partiküllerine rastlanmaktadır. Özellikle 12 saat mekanik alaşımlanmış tozlarda sinterleme sonucunda TiC partikülleri tane sınırlarında net olarak görülmüştür.

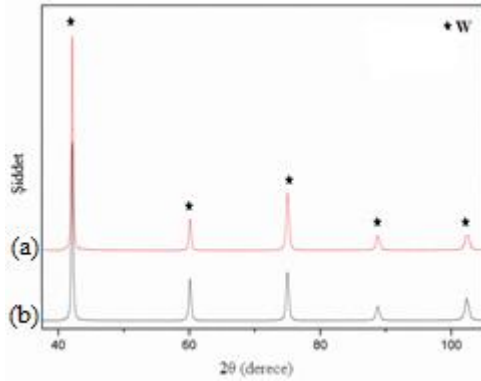
Şekil 4.40 ve Şekil 4.44 arasında aynı mekanik alaşımlama sürelerine sahip olan sinterlenmiş W- 2 ağı.%VC -1 ağı.%C ve W- 2 ağı.%VC – 2ağı.%TiC-1 ağı.%C kompozitlerinin XRD grafikleri verilmiştir. Bu şekillerden de görüldüğü üzere TiC ilavesinin sinter sonrası oluşan piklerin şiddetlerinin artması veya azalması üzerine majör bir etkisi olmamıştır.



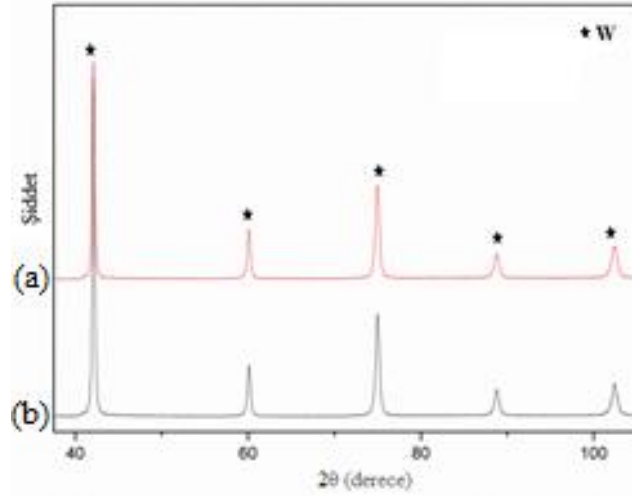
Şekil 4.40 : 1 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında (a)W-2 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1ağ.%C ve (b)W-2ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin XRD grafikleri.



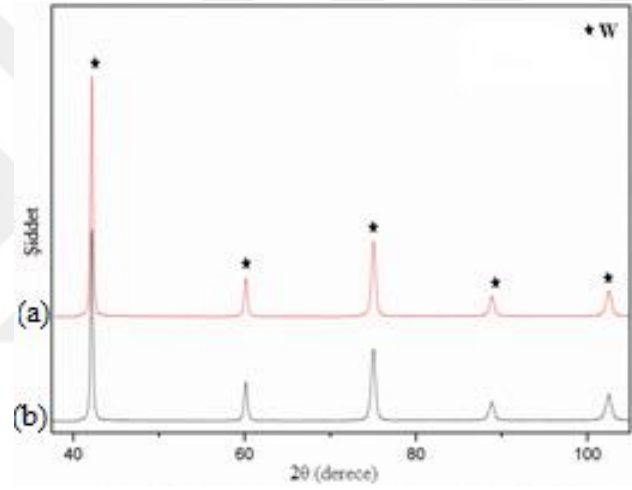
Şekil 4.41 : 3 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş (a)W-2 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1ağ.%C ve (b)W-2ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin XRD grafikleri.



Şekil 4.42 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş (a)W-2 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1ağ.%C ve (b)W-2ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin XRD grafikleri.

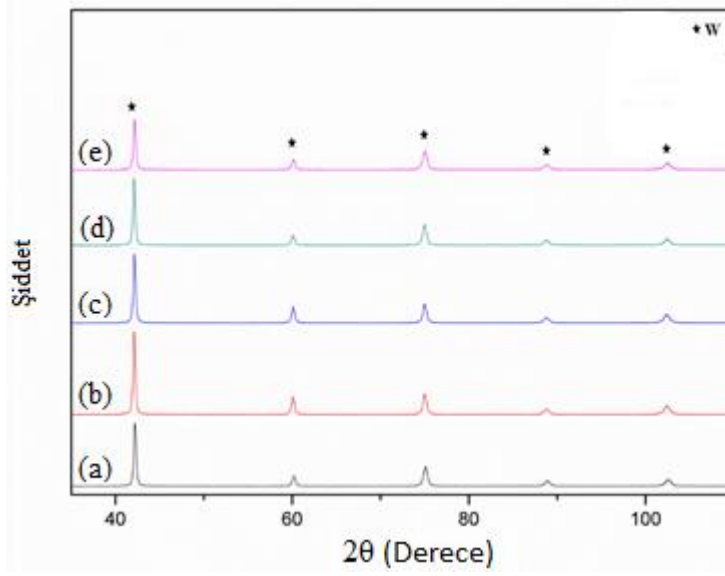


Şekil 4.43 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş (a)W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C ve (b)W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin XRD grafikleri.

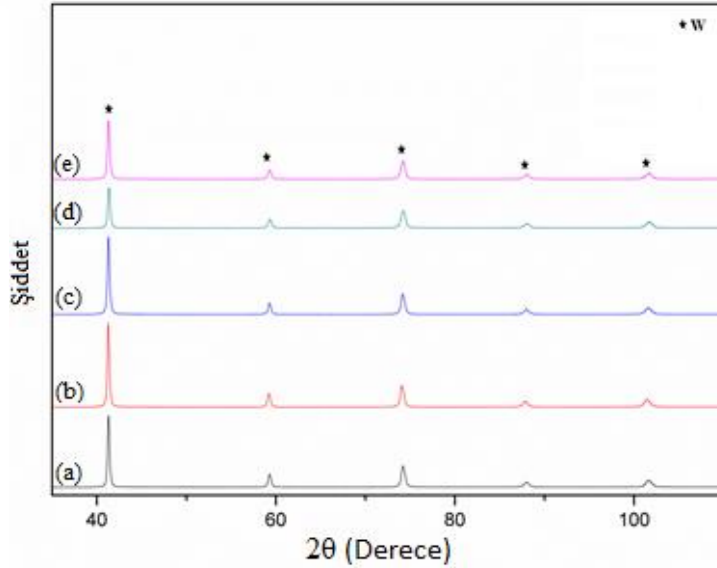


Şekil 4.44 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş (a)W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C ve (b)W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitlerinin XRD grafikleri.

Yukarıda aynı süreler için verilmiş olan W-2ağı.%VC-1ağı.%C ve W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C kompozitler, mekanik alaşımlama sürelerindeki değişim göz önüne alınarak ayrı ayrı incelendiğinde Şekil 45 ve Şekil 46’da görüldüğü üzere W-2ağı.%VC-1ağı.%C kompozitinde en düşük pik şiddetine 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında numunelerde rastlanırken, W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C kompozitinde 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş numunelerde rastlanmıştır. Burada W-2 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1ağı.%C kompozitinden farklı olarak 12 saat sonrasında tekrar pik şiddetinde artış meydana gelmiştir.



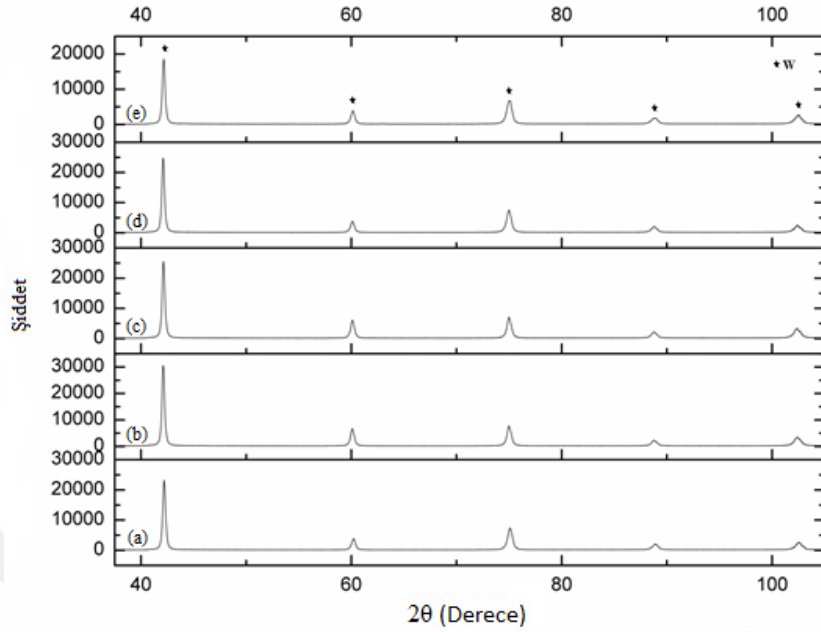
Şekil 4.45 : (a)1, (b)3, (c)6, (d)12 ve (e)24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W- 2 ağı.%VC - 1 ağı.%C kompozitlerinin XRD paternleri.



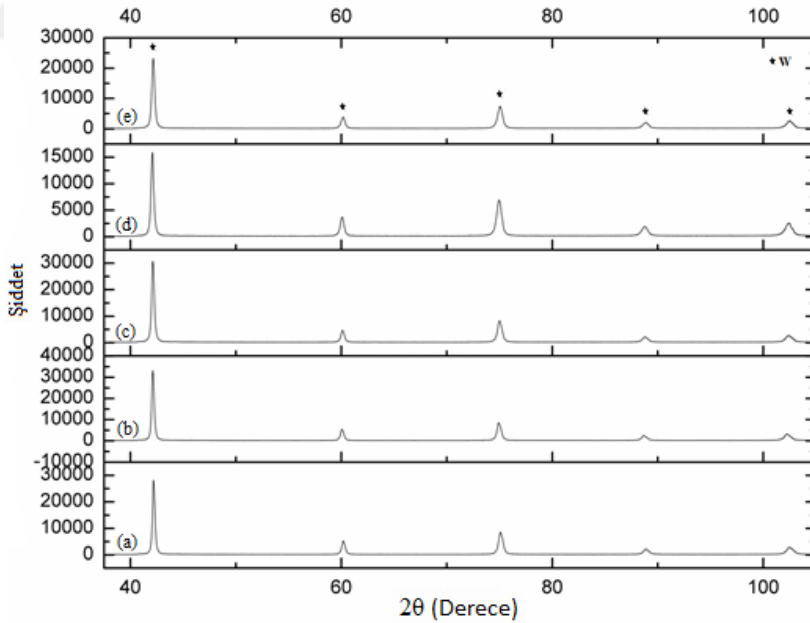
Şekil 4.46 : (a)1, (b)3, (c)6, (d)12 ve (e)24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W- 2ağı.%VC – 2 ağı.%TiC - 1ağı.%C kompozitlerinin XRD paternleri.

Şekil 4.45 ve Şekil 4.46’da verilen sinterlenmiş numunelerin X-ışınları incelemeleri sonucunda yalnızca W piklerine rastlanmıştır. Alaşımlama süresine bağlı olarak tozlarda gözlemlenen şiddet değişimlerine sinterlenmiş numunelerde rastlanmamıştır. Bunun nedeni mekanik alaşımlama sonrasında kafes yapılarının mekanik olarak zorlanması ile amorfize olan volframın sinterleme esnasında tekrar mekanik alaşımlama öncesinde olduğu gibi tamamen kristal yapısına dönmelerinden kaynaklanmaktadır. Sinterleme sonucunda SEM resimlerinden (Şekil 4.30 ve Şekil 4.34 arasında) anlaşılabileceği üzere büyük W tanelerinin bir araya gelerek oluşturdukları

yüksek yoğunluklu kompozitler elde edilmiştir. Şiddet değişimindeki çok minör farklar Şekil 4.47 ve Şekil 4.48’de verilmiştir.



Şekil 4.47 : (a)1, (b)3, (c)6, (d)12 ve (e)24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W- 2 ağı.%VC –1 ağı.%C kompozitlerinin artan mekanik alaşımlama süreleri ile şiddet değişim grafiği.



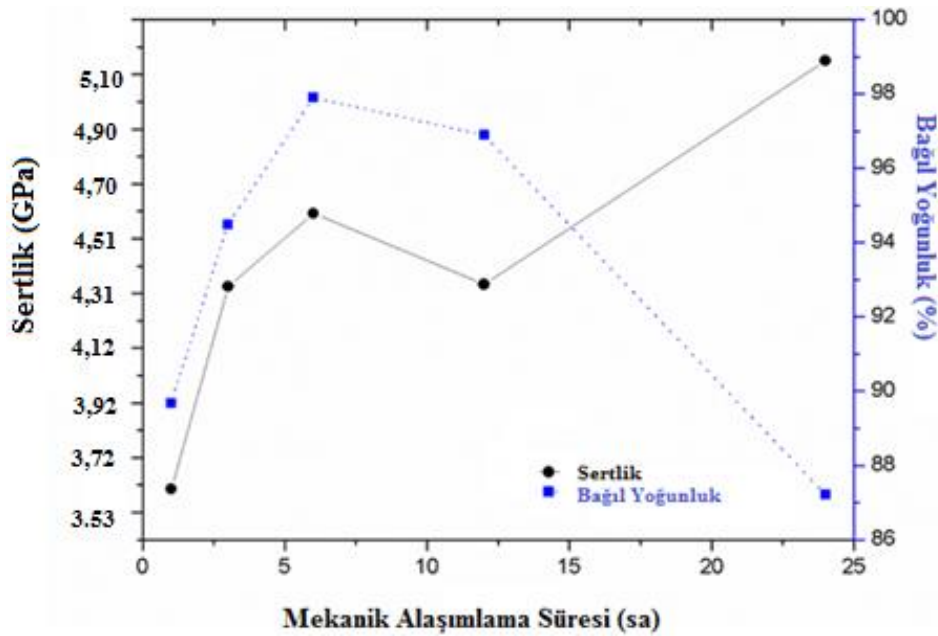
Şekil 4.48 : (a)1, (b)3, (c)6, (d)12 ve (e)24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W- 2 ağı.%VC -2ağı.%TiC –1 ağı.%C kompozitlerinin artan mekanik alaşımlama süreleri ile şiddet değişim grafiği.

Sinterlenmiş numunelerin bağıl yoğunluk değerlerinin tayini, sinterlenmenin gerçekleşip gerçekleşmediğini ortaya çıkartan önemli parametrelerden bir tanesidir. W-2ağı.%VC-1ağı.%C numuneleri incelendiğinde 6 saat mekanik alaşımlanmış

tozların sinterlenmesi sonucunda bağıl yoğunluk değerinin %98'e ulaştığı görülmektedir. 12 saat mekanik alaşımlanmış tozlarda ise sinterleme sonucunda da değer %96.9 olarak ölçülmüştür. Öte yandan 24 saat mekanik alaşımlanmış tozların bağıl yoğunluk değerlerine bakıldığında sinterlenme yoğunluğunda ciddi bir düşüş gözlenmiştir. Bu durumun başlıca nedeninin partikül boyut analizinde (Şekil 4.19 ve 4.20) de belirtilen topaklanma sorunu olduğu düşünülebilir. Topaklanmanın etkisiyle yüzey alanı yeterince artmamış taneler arasında sinterleme esnasında sinterleme nispeten biraz daha az gerçekleşmiş olabilir. Bu da yoğunluk değerinin 6 ve 12 saat mekanik alaşımlanmış tozların sinterleme yoğunlukları baz alındığında %87,1 gibi göreceli düşük bir bağıl yoğunluk sonucu ortaya çıkarmıştır.

Sinterlenmiş numunelerin mikro sertlik değerleri de bağıl yoğunluk değerleriyle paralellik göstermektedir. 1 saat mekanik alaşımlanmış tozların sinterleme sonrası sertlik değerleri 3,63GPa sertlik değerine ulaşılırken bu değer 6 saat mekanik alaşımlanmış tozların sinterleme sonrası sertlik değerlerinde 4,61GPa'a ulaşmıştır. 24 Saat mekanik alaşımlanmış tozların sinter sonrası sertlik değerleri ise maksimum sertlik değeri olan 5,15GPa değerine ulaşmıştır.

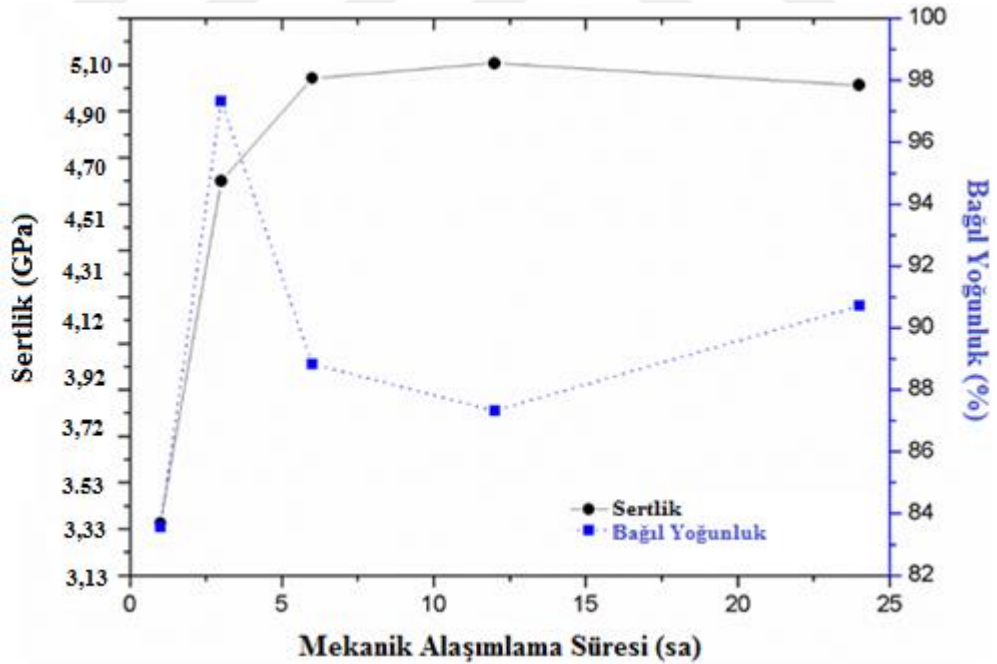
Bağıl yoğunluk ve mikro sertlik değerleri Şekil 4.49'da verilmiştir.



Şekil 4.49 : 1, 3, 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-2ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin artan mekanik alaşımlama süreleri ile bağıl yoğunluk ve sertlik değişim grafiği.

W-2 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin sinterlenmesi sonucunda W-2ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerine göre daha düşük yoğunluk değerleri elde edilmiştir. 3 saat mekanik alaşımlanmış tozların sinter yoğunluk yüzdesinin aniden artması aslında partikül boyutu analizi incelendiğinde normal olarak karşılanabilir. Çünkü partikül analizi sonucunda ilk majör farklılığın 3 saat mekanik alaşımlanmış tozlarda gerçekleştiği ve ardından yaklaşık ortalama partikül boyutunun birbirine yakın olduğu gözlemlenmiştir. Taneler küçüldükçe yüzey alanı artacağı için sinterleme yüzdesinin artması beklenmektedir. Sonuçlarda bu duruma paralellik göstermektedir. Sinterleme sonrası bağıl yoğunluk değerleri 3 saat mekanik alaşımlanmış tozlarda %97'ye ulaşmıştır. 24 saat mekanik alaşımlanmış tozların bağıl yoğunluk %90.7 olmuştur.

Sinterlenmiş W-2 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin sertlik değerleri artan alaşımlama süresi artmıştır. 1 saat mekanik alaşımlanmış tozların sinterleme sonucunda 3,34GPa olan mikro sertlik değerleri, 6 saat mekanik alaşımlanmış tozların sinterleme sonrası sertlik değerleri 5,30GPa ve 12 saat mekanik alaşımlanmış tozların sinterleme sonrası sertlik değerleri maksimum 5,34GPa değerine ulaşmıştır. Bağıl yoğunluk ve sertlik değerleri Şekil 4.50 'de verilmiştir.



Şekil 4.50 : 1, 3, 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-2ağ.%VC – 2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin artan mekanik alaşımlama süreleri ile bağıl yoğunluk ve sertlik değişim grafiği.

4.5. W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C Tozlarının Mekanik Alaşımlanması

Üretilmiş kompozit malzemelerle gerçekleştirilen radyasyon deneyleri sonucunda kurşuna alternatif olarak kullanılabilecek olan değerli bir malzeme elde edildiği gözlemlenmiştir. Bu üretilen malzemelerin özellikle gama radyoizotopları karşısındaki zırh özelliklerini geliştirmek açısından VC yüzdesi artırılmıştır (Palacios T. ve diğ, 2016). VC yüzdesinin artması özellikle bağıl yoğunluk yüzdesinin artmasını sağlamaktadır (Hohe J., Gumbsch P., 2010). Aşağıda Çizelge 4.3'te verilen toz karışımlarının 6, 12 ve 24 saatlik sürelerle öğütülmesine karar verilmiştir.

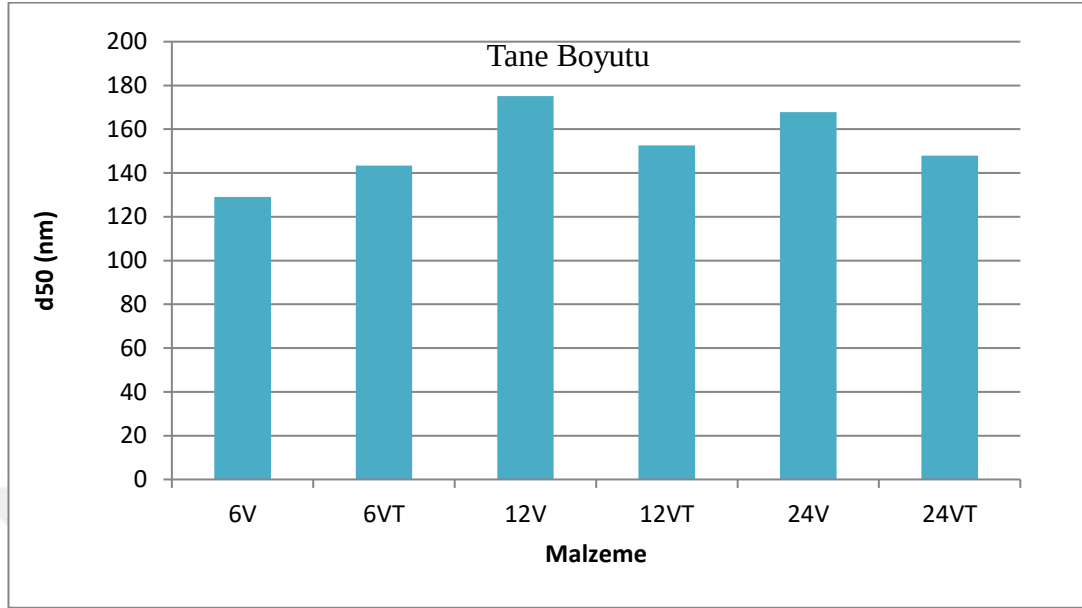
Çizelge 4.3 : W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının kütlece yüzdeleri ve mekanik alaşımlama süreleri.

W (ağ.%)	VC (ağ.%)	TiC (ağ.%)	C (ağ.%)	Süre (saat)
93	6	-	1	6
93	6	-	1	12
93	6	-	1	24
91	6	2	1	6
91	6	2	1	12
91	6	2	1	24

4.6. W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C tozlarının karakterizasyon çalışmaları

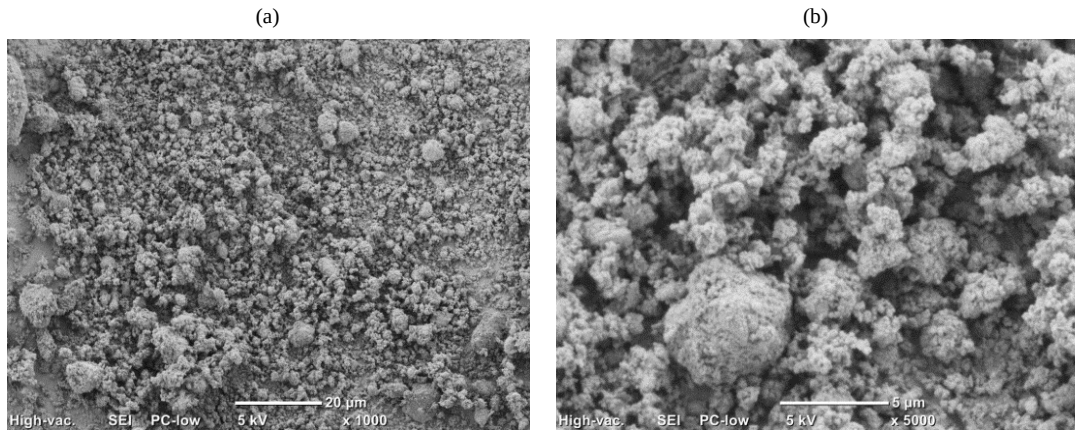
Şekil 4.51'de W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozit tozlarının partikül boyutu analizi sunulmuştur. **Şekil 4.51'**den de açıkça görülebileceği gibi W-VC-C kompozitlerinde 6 saatlik mekanik alaşımlama sonucunda en küçük partikül boyutu 129nm olarak ölçülmüştür. Kompozit malzemelerin üretimleri esnasında 6 saatlik mekanik alaşımlama süresi aşıldıkça partikül boyutunda artış gözlemlenmeye başlamıştır. 12 saatlik mekanik alaşımlama süresinin ardından yapılan ölçümlerde aglomerasyondan dolayı partikül boyutunun 175 nm olduğu görülmüştür. Mekanik alaşımlamanın devam etmesi durumunda 24 saat sonunda tekrar partikül boyutunda hafif bir azalma olduğu ve partikül boyutunun 168nm'ye küçüldüğü gözlemlenmiştir. Tıpkı W-VC-C kompozitlerinde olduğu gibi W-VC-TiC-C kompozitleri de minimum tane boyutuna 6 saat MA sonrasında ulaşmış, ardından 12 saatte tane boyutunda büyüme ve 24 saat mekanik alaşımlanma sonucunda partikül

boyutunda tekrar hafif bir büyüme gözlemlenmiştir. Burada elde edilen tane boyutları sırasıyla 143 nm, 153 nm ve 148 nm'dir.

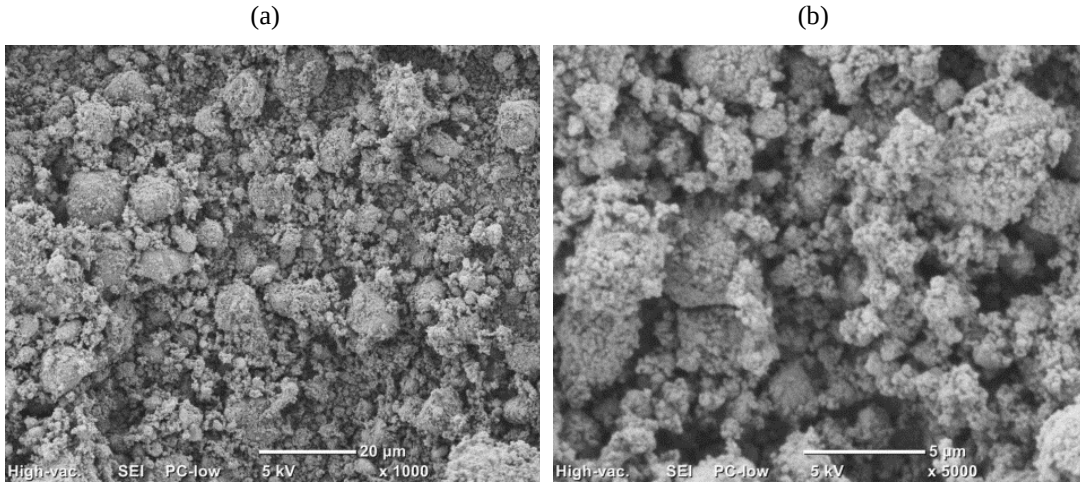


Şekil 4.51 : W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C tozlarının nano tane boyutu analizi.

Şekil 4.52 ve Şekil 4.57 arasında görüleceği üzere 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C tozların SEM görüntüleri incelendiğinde, 6 saat mekanik alaşımlanmış tozların en düşük topaklanmaya sahip oldukları görülmüştür. Şekil 4. 51'den de görüldüğü gibi 6 saatlik mekanik alaşımlama süresinin sonunda W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C tozlarının ortalama tane boyutları W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC- 1 ağ.%C tozlarına göre daha düşük olmuştur. W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C tozları daha homojen bir yapıda dağılım göstermişlerdir. W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C tozlarında daha az homojen ve topaklanmanın daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir.

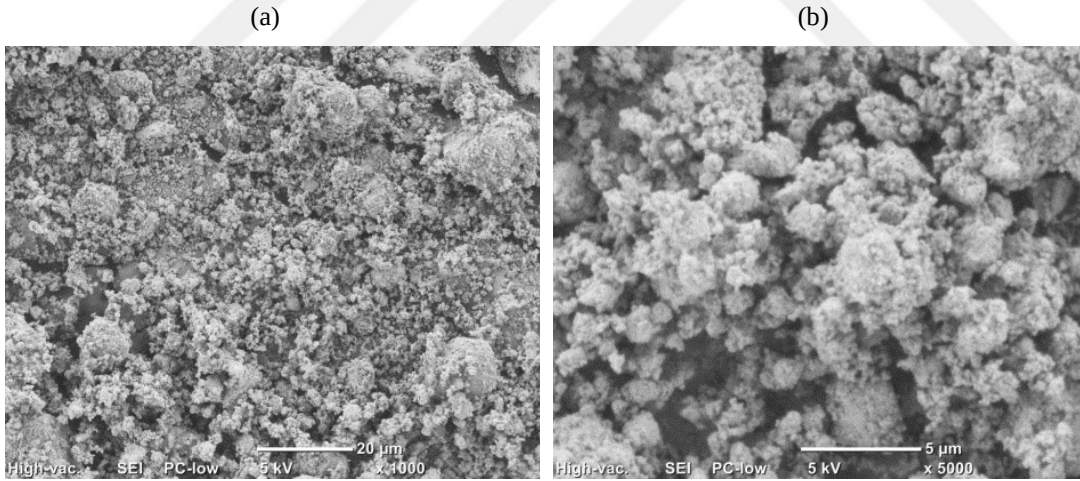


Şekil 4.52 : 6 saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C tozlarının (a)1000X ve (b)5000X büyütmelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri.

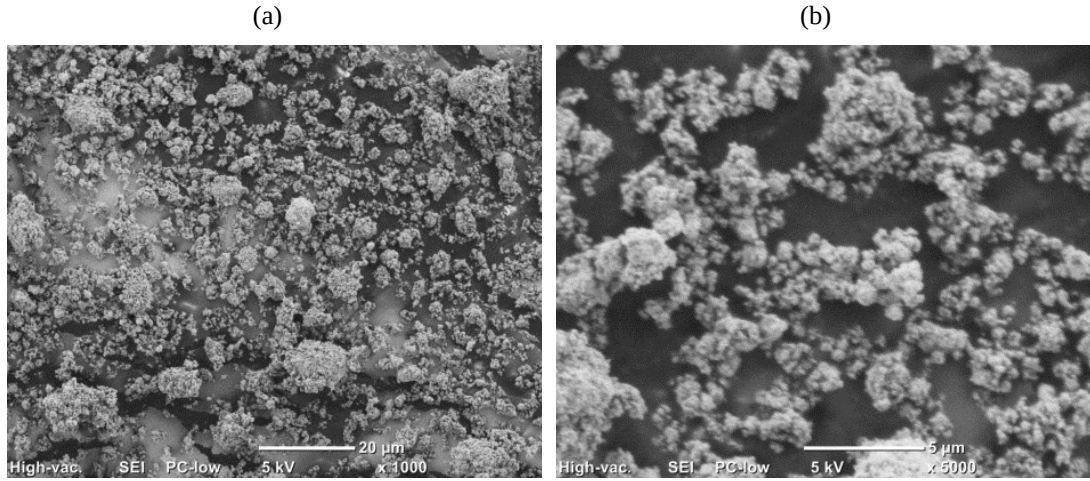


Şekil 4.53 : 6 saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1 ağı.%C tozlarının (a)1000X ve (b)5000X büyütmelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri.

Mekanik alaşımlama süresinin 12 saate çıkması ile beraber her iki W-6 ağı.%VC- 1 ağı.%C ve W-6 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1 ağı.%C tozlarında da tane boyutunda artış gözlemlenmektedir. 12 saatlik mekanik alaşımlama sonucunda çok daha homojen bir toz boyut dağılımından bahsedilebilir. Burada ortalama tane boyutunun daha yüksek çıkmasının nedeni tozların bazı bölgelerde büyük topaklar oluşturmalarıdır.

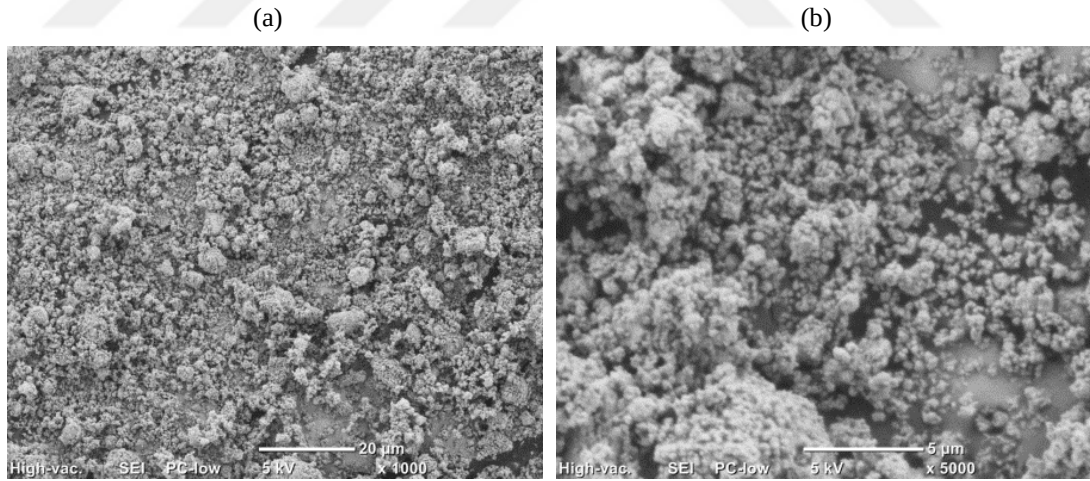


Şekil 4.54 : 12 saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağı.%VC-1 ağı.%C tozlarının (a)1000X ve (b)5000X büyütmelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri.

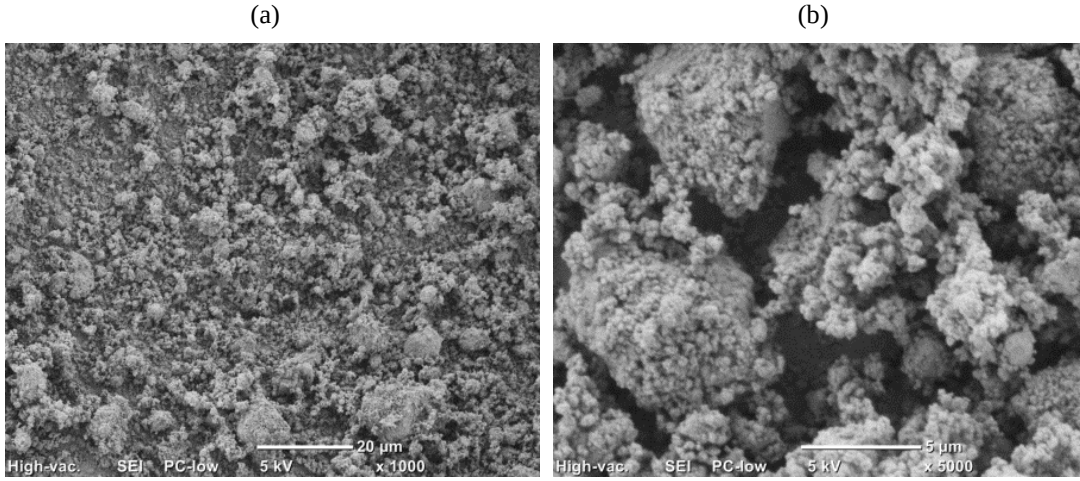


Şekil 4.55 : 12 saat mekanik alaşımlanmış W-6 8%VC-2 8%TiC-1 8%C tozlarının (a)1000X ve (b)5000X büyütmelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri.

24 saatlik MA süresinin sonucunda tozlarının tane boyutları 12 saatlik MA süresine göre çok az da olsa tekrar bir azalma göstermektedir. Burada W-6 8%VC-2 8%TiC-1 8%C tozlarında W-6 8%VC-1 8%C tozlarına göre daha aglomere bir yapı vardır. Genel olarak 24 saat MA süresinin sonundaki W-6 8%VC-1 8%C ve W-6 8%VC-2 8%TiC-1 8%C tozlarının dağılımları Şekil 4. 56 ve Şekil 4.57’de verilmiştir.

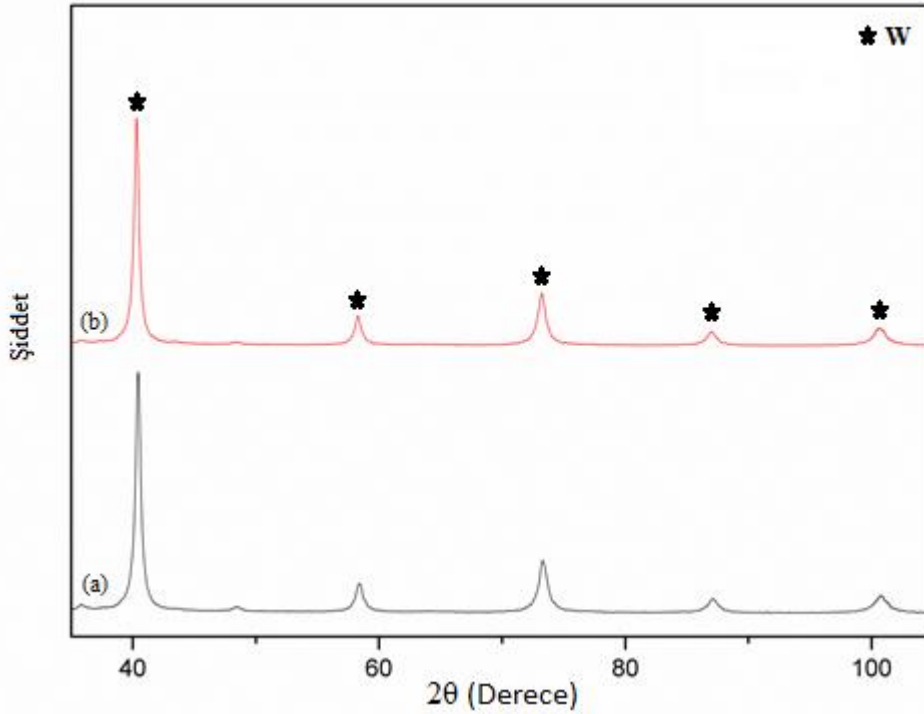


Şekil 4.56 : 24 saat mekanik alaşımlanmış W-68%VC-18%C tozlarının (a)1000X ve (b)5000X büyütmelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri.

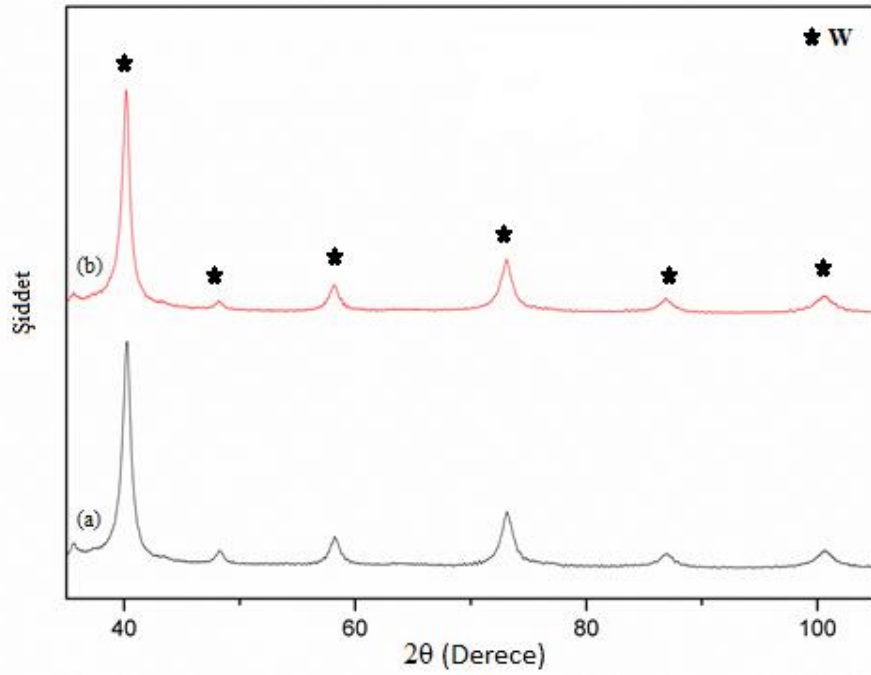


Şekil 4.57 : 24 saat mekanik alaşımlanmış W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C tozlarının (a)1000X ve (b)5000X büyütmelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri.

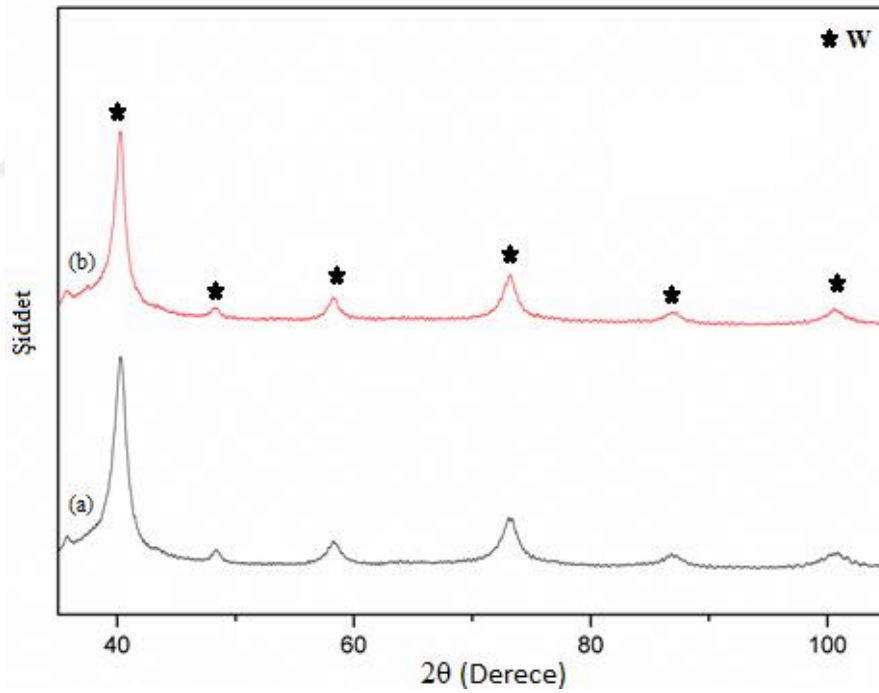
Şekil 4.58, Şekil 4.59 ve Şekil 4.60’da da görülebileceği gibi kafesler deformasyona uğramış, artan amorfizasyon ile piklerde ciddi genişlemeler olmuştur. W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C tozlarının farklı alaşımlama süreleri sonucundaki XRD paternleri incelendiğinde aynı MA süresi göz önüne alındığında her iki alaşımda da genellikle birbirlerine paralel olacak şekilde pik genişlemesine ve şiddet azalmasına sahip oldukları görülmüştür. 6, 12 ve 24 saat MA sonucunda her iki tozda da kafes yapılarının ciddi şekilde deformasyona uğradığı söylenebilir.



Şekil 4.58 : 6 saat mekanik alaşımlanmış (a) W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve (b)W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C toz kompozitlerinin XRD paternleri.

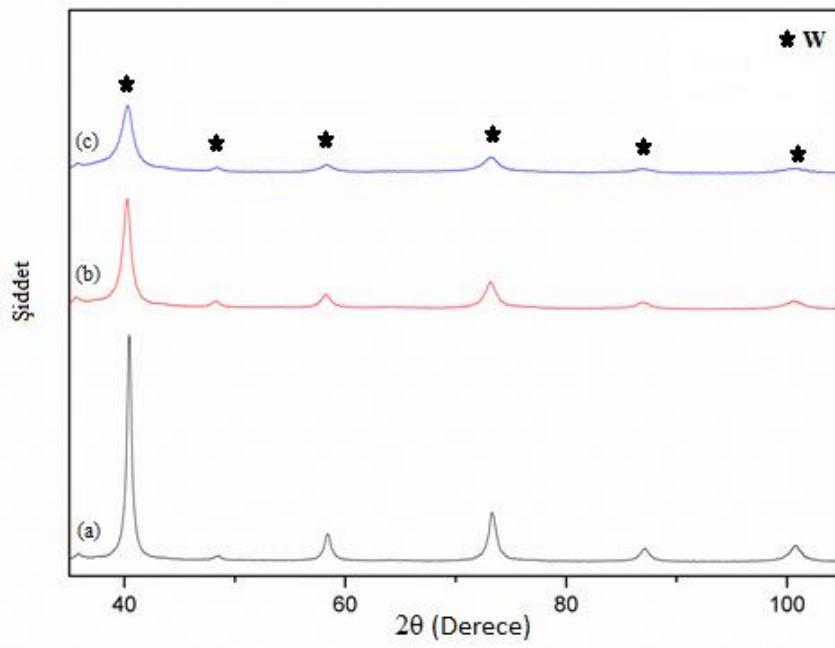


Şekil 4.59 : 12 saat mekanik alaşımlanmış (a) W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve (b)W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C toz kompozitlerinin XRD paternleri.



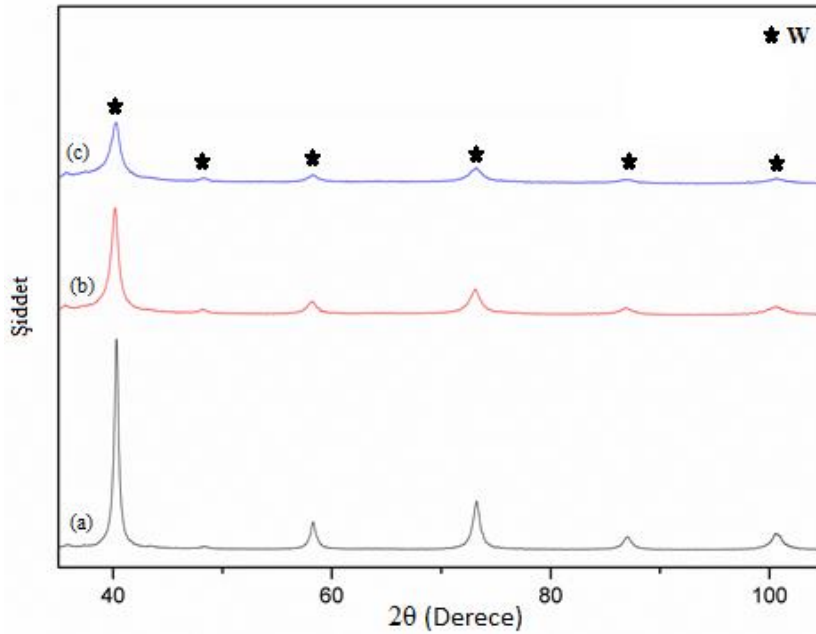
Şekil 4.60 : 24 saat mekanik alaşımlanmış (a) W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve (b)W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C toz kompozitlerinin XRD paternleri.

Şekil 4.61’den de açıkça görülebileceği gibi 24 saatlik mekanik alaşımlama süresinin sonucunda 6 saatlik mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C tozlarının X-ışını paternlerinde yer alan bazı piklerin yokoldukları gözükmemektedir. Bunun en önemli nedeni malzemede oluşan hatalardır. Fiziksel zorlama ile kafes bozulmuştur ve amorfize olmuş yapıdan dolayı pikler kaybolmuştur.

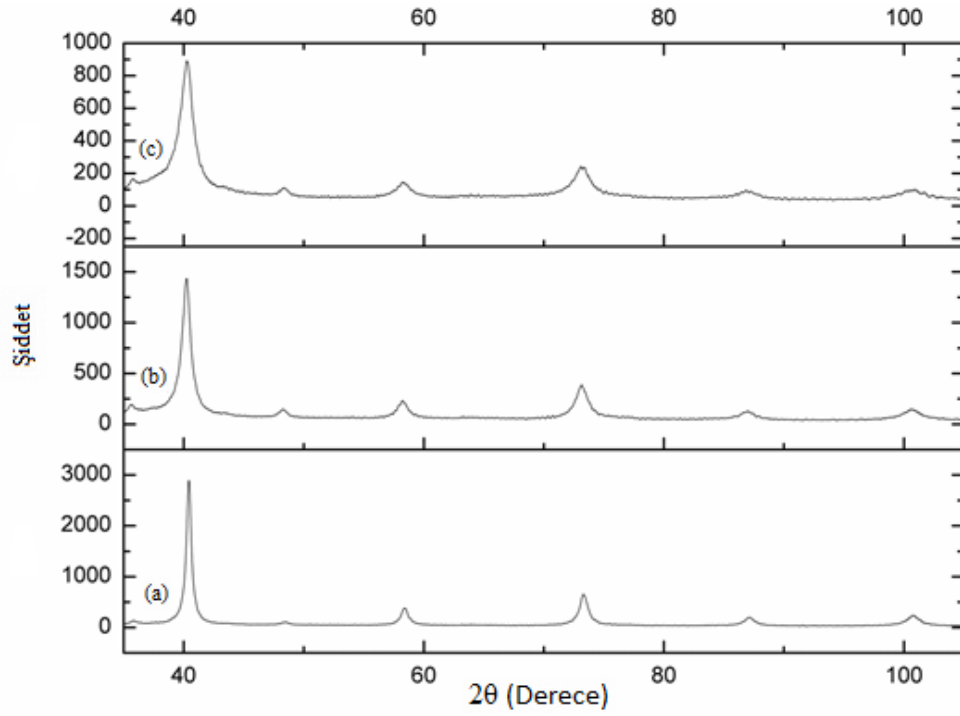


Şekil 4.61 : (a)6 saat, (b)12 saat, (c)24 saat saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağı.%VC-1 ağı.%C toz kompozitlerinin XRD paternleri.

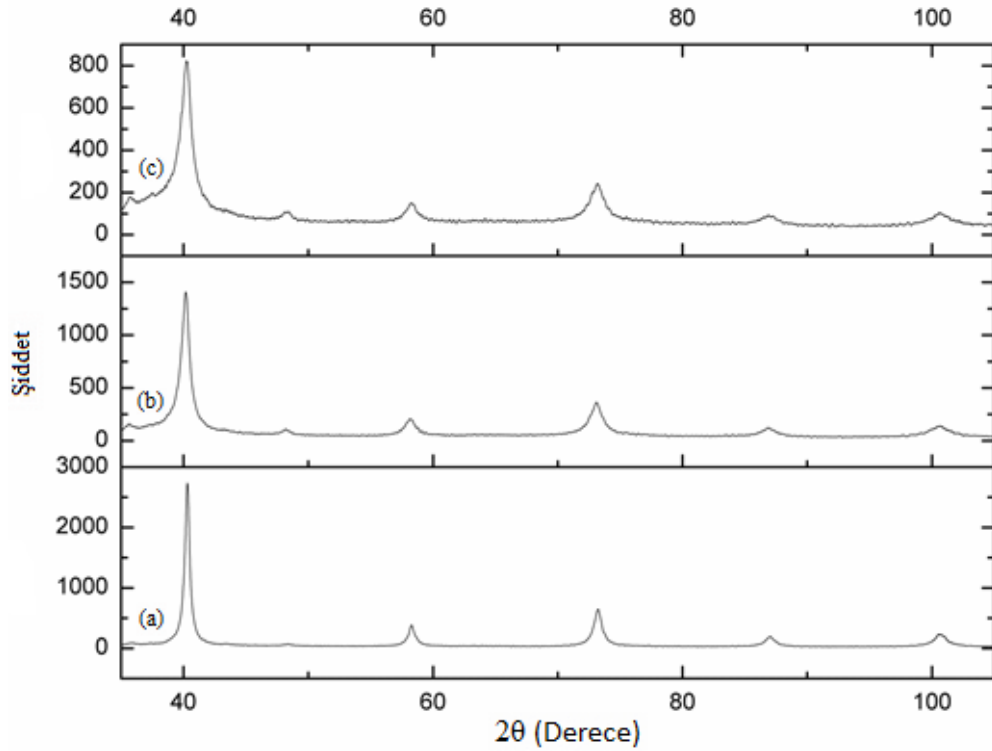
Tıpkı W-6ağı.%VC-1 ağı.%C tozlarında olduğu gibi W-6 ağı.%VC-2 ağı.%TiCl ağı.%C tozlarında da artan mekanik alaşımlama süresi ile piklerde amorfizasyona bağlı kaybolma ve ya azalma gözükmektedir. Şekil 4.62’de W-6 ağı.%VC-2 ağı.%TiCl ağı.%C tozlarının mekanik alaşımlama süresine bağlı olarak X-ışını grafikleri verilmiştir.



Şekil 4.62 : (a)6 saat, (b)12 saat, (c)24 saat saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağı.%VC-2 ağı.%TiCl ağı.%C toz kompozitlerinin XRD paternleri.



Şekil 4.63 : (a)6 saat, (b)12 saat, (c)24 saat saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C toz kompozitlerinin piklerinin şiddet değişimlerinin XRD paternleri.



Şekil 4.64 : (a)6 saat, (b)12 saat, (c)24 saat saat mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C toz kompozitlerinin piklerinin şiddet değişimlerinin XRD paternleri.

4.7. W-6 ağı.%VC-1 ağı.%C ve W-6 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1 ağı.%C Tozlarının Preslenmesi ve Sinterlenmesi

Elde edilen bu verilerin ışığında kompozit malzemeler 550Mpa basınç ile 1 dakika bekleme süresi alınarak preslenmişlerdir. Preslenen numuneler, yüksek sıcaklık fırınında kontrollü atmosferde sinterlenmişlerdir. Burada sinter rejimi olarak koruyucu Ar gazı altında 5 °C /dk ısınma hızı ile 800 °C sıcaklığa çıkılmış, ardından 800 °C-1100 °C arasında 3°C/dk hız ile H₂ ile redüklenmiş ve 1100 °C-1750 °C sıcaklıklar arasında tekrar 5°C/dk ısınma hızı ile Ar gazı kullanılmıştır. 1750 °C’de 30 dakika ve 1 saatlik sürelerle beklenmiştir. Ardından da fırında oda sıcaklığına kadar soğutulmuşlardır.

4.8. W-6ağı.%VC-1ağı.%C ve W-6ağı.%VC-2ağı.%TiC-1ağı.%C Kompozitlerinin Karakterizasyon Çalışmaları

Tozların mekanik alaşımlanmaları 4 bölümde incelenbilir. Bunlar sırası ile

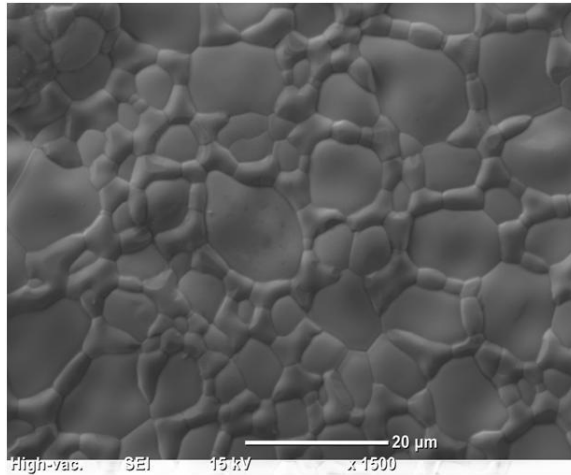
- i) Başlangıçta yer alan kırılğan yapıdaki tozların parçalanması ve soğuk kaynaklanma ile kaba tane oluşumudur.
- ii)Ara aşama olarak çoğu partikülün kaynaklanarak birbirine benzer ince yapılar haline dönüşmesidir.
- iii)Sondan bir önceki adımda ince yapılarının bükülerek tekrar küreselleşme eğilimi göstermesidir.
- iv)Son adımda ise birbirine eş şekilde ince tabakaların kalmadığı yapıdır. Burada her bir partikül tamamen kompozit bir yapıdadır ve en az 8-10 kez kırılıp tekrar soğuk kaynaklanmışlardır (Burke J.E., Turnbull D., 1952).

Burada oluşmuş olan tozların sinterleme sonrası yoğunluk değerleri hesaplanmıştır. Piknometre yardımı ile He atmosferinde ölçülmüştür aşağıda Çizelge 4.4’te elde edilen yoğunluk değerleri ve buradan yola çıkılarak bulunan bağıl yoğunluk değerleri verilmiştir.

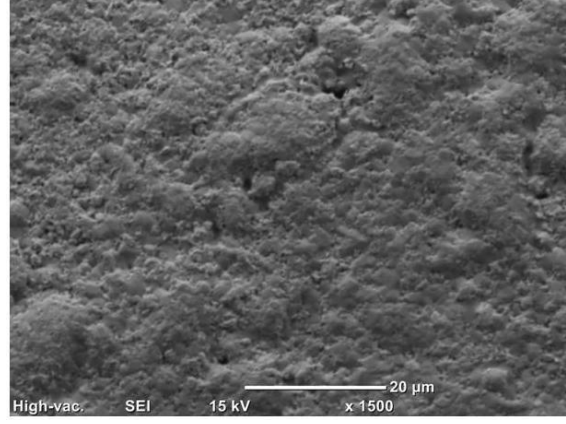
Çizelge 4.4 : Mekanik alaşımlanmış W-6 ağırlık%VC-1 ağırlık%C ve W-6 ağırlık%VC-2 ağırlık%TiC-1 ağırlık%C kompozitlerinin sinter sonrası yoğunluk değerleri ve bağıl yoğunluk yüzdeleri

Malzeme	Yoğunluk (g/cm ³)	
	Sinter Sonrası	Bağıl Yoğunluk (%)
W-6ağırlık%VC-1ağırlık%C MA (6sa)	16,8	91,55
W-6ağırlık%VC-1ağırlık%C MA (12sa)	16,55	90,19
W-6ağırlık%VC-1ağırlık%C MA (24)	16,46	89,70
W-6ağırlık%VC-2ağırlık%TiC-1ağırlık%C MA (6sa)	16,21	89,75
W-6ağırlık%VC-2ağırlık%TiC-1ağırlık%C MA (12sa)	15,57	86,21
W-6ağırlık%VC-2ağırlık%TiC-1ağırlık%C MA (24sa)	15,44	85,49

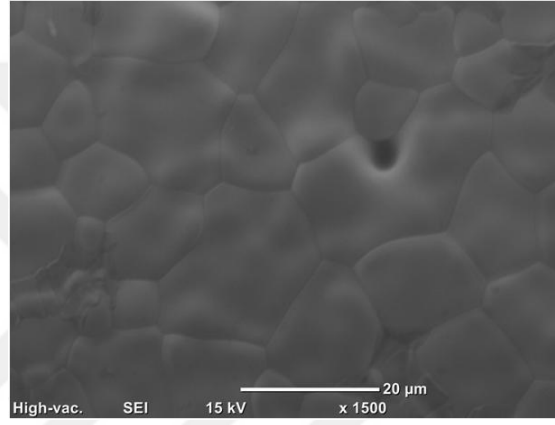
Volfram ana matrisin içerisine dispersoid olarak katılan VC ve TiC sonucu yoğunluk değerlerinin hesaplanması ardından X ışını ve taramalı elektron mikroskobu kullanılarak elde edilen kompozitlerinin mikroyapıları hakkında araştırmalarda bulunulmuştur. Şekil 4.65 ile Şekil 4.70 arasında verilen SEM görüntülerinden de anlaşılabileceği gibi 6 saatlik mekanik alaşımlama süresi sonucunda VC partikülleri tane sınırlarında yığılmışlardır. Bu yığılmaların 24 saatlik öğütme sonucunda kaybolduğu gözlemlenmektedir. Bunun nedeni VC partiküllerinin volfram matrisi içerisinde dağılmalarıdır. Aynı şekilde bir dağılma TiC içeren numunelerde ise gözükmemektedir. Bunun sonucu olarak da TiC içeren kompozitlerinin boyutları içermeyenlere göre daha ufaktır.



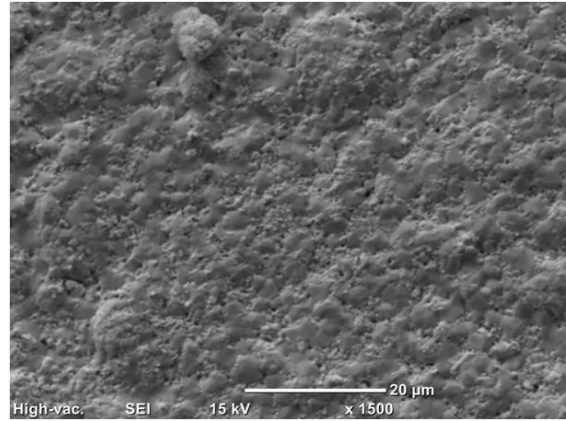
Şekil 4.65 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağırlık%VC-1 ağırlık%C kompozitlerinin 1500X büyütmedeki SEM mikroyapı görüntüsü.



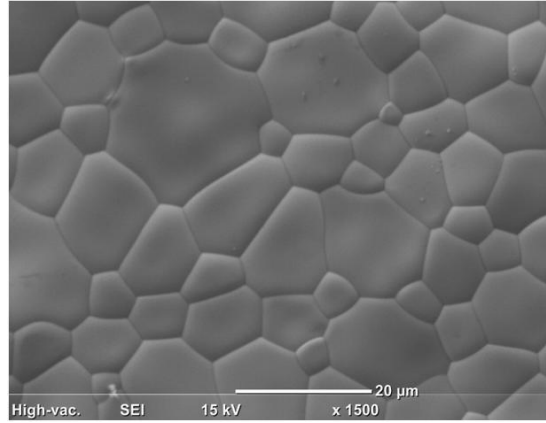
Şekil 4.66 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ađ.%VC-2 ađ.%TiC-1 ađ.%C kompozitlerinin 1500X büyütmedeki SEM mikroyapı görüntüsü.



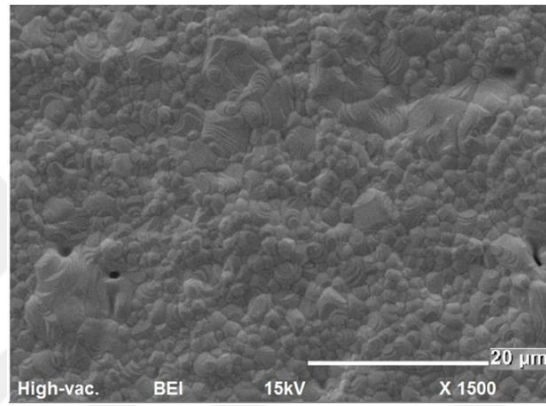
Şekil 4.67 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ađ.%VC-1 ađ.%TiC-1 ađ.%C kompozitlerinin 1500X büyütmedeki SEM mikroyapı görüntüsü.



Şekil 4.68 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ađ.%VC-2 ađ.%TiC-1 ađ.%C kompozitlerinin 1500X büyütmedeki SEM mikroyapı görüntüsü.



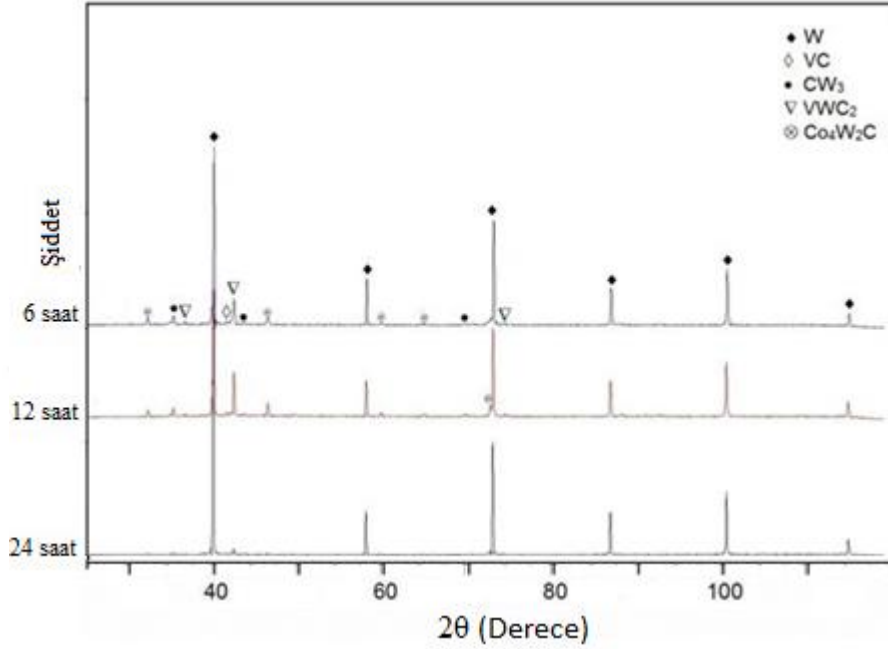
Şekil 4.69 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C kompozitlerinin 1500X büyütmedeki SEM mikroyapı görüntüsü.



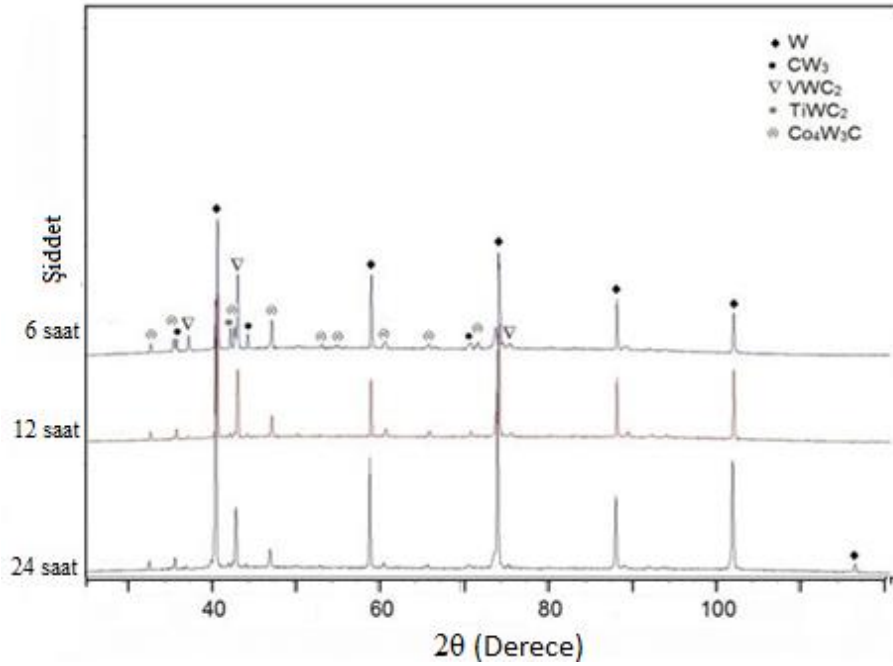
Şekil 4.70 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinin 1500X büyütmedeki SEM mikroyapı görüntüsü.

Farklı öğütme sürelerinde mekanik alaşımlanmış W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinin SEM mikroyapı görüntüleri Şekil 4.65 ile Şekil 4.70 arasında verilmiştir. Ardından SEM mikroyapı görüntüleri alınan kompozit malzemelerde oluşmuş olan yeni fazları tespit edebilmek için numunelerin X-ışınları çekilmiştir. Elde edilen sonuçlar Şekil 4.71 ve Şekil 4.72’den görülebileceği gibi VC ve C fazlarının matris içinde dağılımları artan MA süresi ile artmaktadır. Diğer bir deyişle 12 saat sonucunda hala gözükten karbür pikleri 24 saatlik süreye ulaşıldığında kaybolmuştur. XRD paternlerinden de görülebileceği gibi TiC içeren numunelerdeki VC pikleri de 24 saatlik alaşımlama sonucunda kaybolmuşlardır ancak TiC pikleri hala görülmektedir. MA süresine bağlı olarak CW_3 , $TiWC_2$ ve Co_4W_3C piklerinin yoğunlukları azalmıştır. SEM görüntülerinden elde edilen tane sınırlarında yığılı karbür taneciklerinin artan alaşımlama süresi ile kaybolması olayı da XRD sonuçları ile uyumludur. Burada dikkat edilmesi gereken bir önemli husus da artan mekanik alaşımlama süresi sonucunda kafeslerde oluşan amorfizasyona bağlı pik

genişlemelerinin sinterleme sonrası oluşan yeni pikler ile birlikte keskinleşmeleridir. Bu durum sinterlemenin başarılı ile gerçekleşmesinin bir sonucudur. Diğer bir deyişle, sinterleme ile birlikte mekanik alaşımlamanın mikroyapı üzerine etkileri hemen ortadan kalkmıştır.

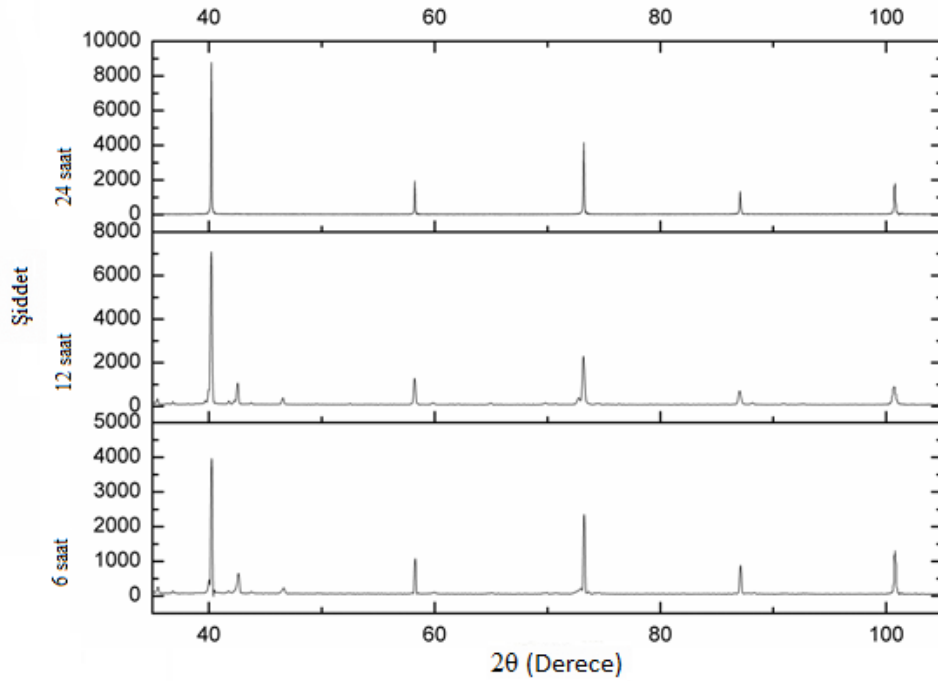


Şekil 4.71 : Sinter sonrası farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış W-6 ağı.%VC-1 ağı.%C kompozitlerinin XRD paternleri.

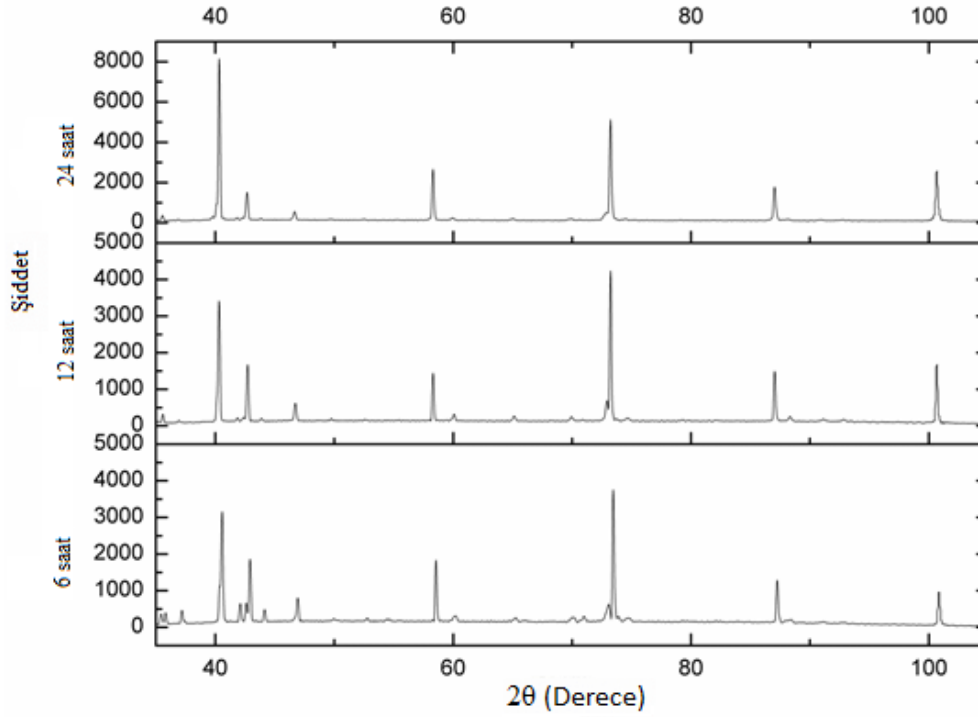


Şekil 4.72 : Sinter sonrası farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış W-6 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1 ağı.%C kompozitlerinin XRD paternleri.

Mekanik alaşımlama süresinin artması ile sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinden meydana gelen pikler ile birlikte şiddetlerde artış görülmüştür. Tozların X-ışını paternleri incelendiğinde kafes hataları dolayısıyla sinyal şiddeti, artan mekanik alaşımlama süresi ile düştüğü görülebilir. Sinterlenmiş numunelerde bu durum tam tersi bir eğilim göstermiştir. Bunun nedeni 24 saat alaşımlanmış numunelerin sahip oldukları daha küçük tane boyutu ve buna bağlı olarak daha fazla ara yüzey alanıdır. Yüzey alanının genişlemesi sinterlenme kabiliyetini arttırmış ve keskin pikler oluşturmuştur. W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin X-ışını paternleri Şekil 4.73 ve Şekil 4.74'te verilmiştir.



Şekil 4.73 : 6saat,12 saat ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C kompozitlerinin piklerindeki şiddet değişimlerinin XRD paternleri.



Şekil 4.74 : 6 saat,12 saat ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1 ağı.%C kompozitlerinin piklerindeki şiddet değişimlerinin XRD paternleri.

4.9. W-6 ağı.%VC-1 ağı.%C ve W-6 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1 ağı.%C Kompozitlerinin Gama Radyasyon Özellikleri

Üretilmiş olan malzemelerin gama zayıflatma katsayılarının incelenebilmesi amacıyla Se-75 ve Sb-125 radyoizotop kaynakları kullanılmıştır. Lineer zayıflatma katsayılarının mekanik alaşımlama süresi ile değişimleri de incelenmiştir. Böylece hem üretilmiş olan malzemelerin zayıflatma katsayıları hesaplanmış hem de TiC'ün zayıflatma katsayıları üzerine etkisi incelenmiştir. Aynı şekilde elde edilen lineer zayıflatma katsayılarından yola çıkılarak kütle zayıflatma katsayıları ile yarı değer kalınlıkları bulunmuştur.

6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1 ağı.%C ve W-6 ağı.%VC-2 ağı.%TiC-1 ağı.%C kompozitlerin lineer zayıflatma katsayılarının hesaplanabilmesi için öncelikle Se-75 (264 keV ve 401 keV) ve Sb-125 (602 keV ve 1692keV) radyoizotopları kullanılarak malzeme kalınlığına bağlı olarak elde edilen bağıl sayım değerleri ölçülmüştür. Elde edilen bağıl sayım değerleri Çizelge 4.5'te verilmiştir. Ön çalışmalarda 1 saat ve 3 saat MA sonucunda ince yapıda mikroyapılar olduğu gözlemlenmiştir. 6 saatlik MA süresinden itibaren eşeksensli ve mekanik alaşımlamanın final aşamasına gelmiş olan tozlar elde edilmiştir.

Bu nedenle deneysel çalışmalarda 6, 12 ve 24 saatlik sinterlenmiş numuneler kullanılmıştır.

Çizelge 4.5 : W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin malzeme kalınlığı-bağıl sayım değerleri.

Malzeme	Kalınlık(cm)	Se-75		Sb-125	
		Bağıl Sayım (I/I ₀)	Bağıl Sayım (I/I ₀)	Bağıl Sayım (I/I ₀)	Bağıl Sayım (I/I ₀)
		264(keV)	401(keV)	602(keV)	1692(keV)
-	0	1	1	1	1
W-6ağ.%VC-1ağ.%C (6sa MA)	0.6003	0.3078	0.5917	0.3725	0.6207
W-6ağ.%VC-1ağ.%C (12 sa MA)	0.6506	0.2984	0.5924	0.3569	0.6022
W-6ağ.%VC-1ağ.%C (24sa MA)	0.6077	0.2932	0.5993	0.3835	0.6729
W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C (6sa MA)	0.6285	0.3193	0.6075	0.3660	0.6454
W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C (12sa MA)	0.611	0.3306	0.6163	0.3973	0.6589
W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C (24sa MA)	0.6003	0.3110	0.5904	0.4085	0.6785

Burada elde edilmiş olan bağıl sayım değerleri kullanılarak lineer zayıflatma katsayıları hesaplanmıştır.

Lineer zayıflatma katsayılarının hesaplanmasında Beer-Lambert yasası kullanılmaktadır (Swinehart D.F. ve Chem J.,Temmuz 1962).

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (4.1)$$

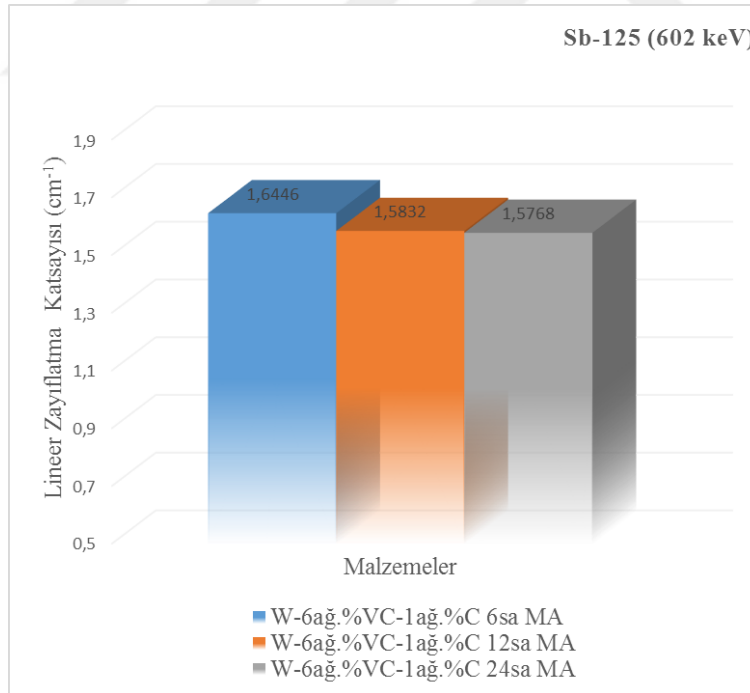
Denklem 4.1’de verilen Beer-Lambert yasasında I_0 gelen fotonların şiddetini, X arada kullanılmakta olan zırh malzemesinin kalınlığını ve μ lineer zayıflatma katsayısını vermektedir (Başyigit C., Kaçar A., 2006).

Malzeme kalınlığına bağlı olarak Beer-Lambert yasası ile hesaplanan lineer zayıflatma katsayılarını incelerken 2 radyoizotopun sahip olduğu her iki farklı enerjide ölçümleri kıyaslanmıştır. Çizelge 4.6’da bağıl sayım değerleri kullanılarak elde edilmiş olan lineer zayıflatma katsayıları verilmiştir.

Çizelge 4.6 : W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C ve W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinin Se-75 ve Sb-125 kaynakları karşısında lineer zayıflatma katsayıları.

Malzeme	Lineer Zayıflatma Katsayıları (cm ⁻¹)			
	Se-75 (264keV)	Se-75 (401keV)	Sb-125 (602 keV)	Sb-125 (1692 keV)
6V	5.832	2.5975	1.6446	0.7941
12V	5.572	2.4125	1.5832	0.7795
24V	5.486	2.2894	1.5768	0.6517
6VT	5.379	2.3475	1.5990	0.6967
12VT	5.313	2.3203	1.5106	0.6826
24VT	5.013	2.2625	1.4910	0.6459

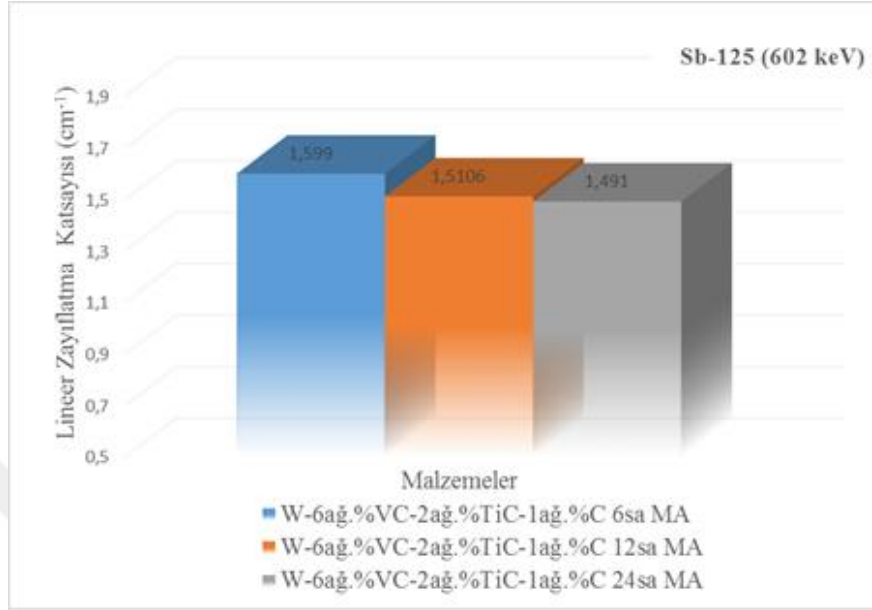
Sb-125, 602keV enerjide hesaplanan lineer zayıflatma katsayıları incelendiğinde W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C kompozitinde artan MA süresi ile lineer zayıflatma katsayılarının düştüğü gözlemlenmektedir. Lineer zayıflatma katsayılarının hesaplanması esnasında malzeme yoğunlukları önemli bir parametredir. Bu nedenle azalan yoğunlukla lineer zayıflatma katsayısı azalmıştır. 6, 12 ve 24 saat MA ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayısı değişimleri Şekil 4.75’de görülmektedir.



Şekil 4.75 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C kompozitlerinin karşılaştırmalı lineer zayıflatma katsayıları.

W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayıları incelendiğinde W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerine benzer şekilde artan mekanik

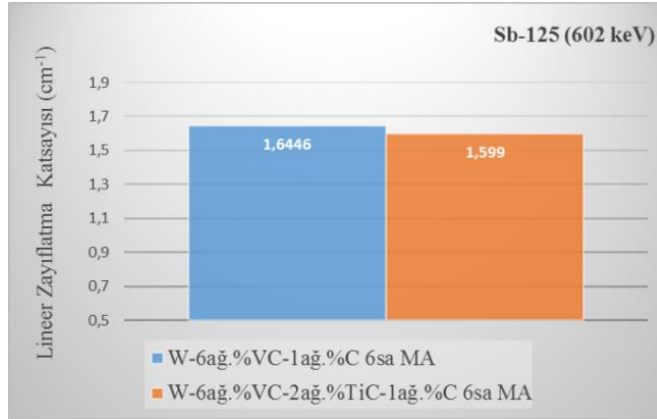
alaşımlama süresi ile lineer zayıflatma katsayılarının azaldığı görülmektedir. W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinin artan mekanik alaşımlama sonucundaki değişimleri Şekil 4.76’da görülmektedir.



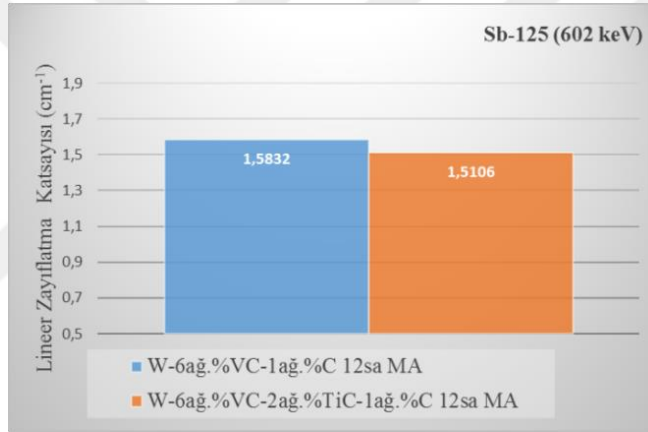
Şekil 4.76 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinin karşılaştırmalı lineer zayıflatma katsayıları.

Aynı MA süresine sahip W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitleri incelendiğinde TiC içermeyen kompozitlerin lineer zayıflatma katsayılarının daha düşük olduğu görülmektedir. Şekil 4.77- Şekil 4.79 arasında aynı MA süresine sahip kompozitlerin karşılaştırmalı grafikleri verilmiştir. Bu değerler kompozitlerin sinter sonrası yoğunluk değerleri ile de uyumludur. 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C yoğunluk değerleri 16,80 g/cm³ iken bu yoğunluk değeri W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinde 16,21 g/cm³ olarak ölçülmüştür. 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C kompozitlerinde yoğunluk değeri 16,50 g/cm³ iken bu değer W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinde 15,56 g/cm³’dür. Benzer sonuçlar 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş kompozitlerde de görülmektedir. W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C kompozitlerinin yoğunluğu 16,21 g/cm³ iken yoğunluk W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerinde 15,44 g/cm³ olmaktadır. Yoğunluk değerlerini ikili olarak kıyasladığımızda W-6 ağ.%VC-1 ağ.%C yoğunluk değerlerinin W-6 ağ.%VC-2 ağ.%TiC-1 ağ.%C kompozitlerine göre

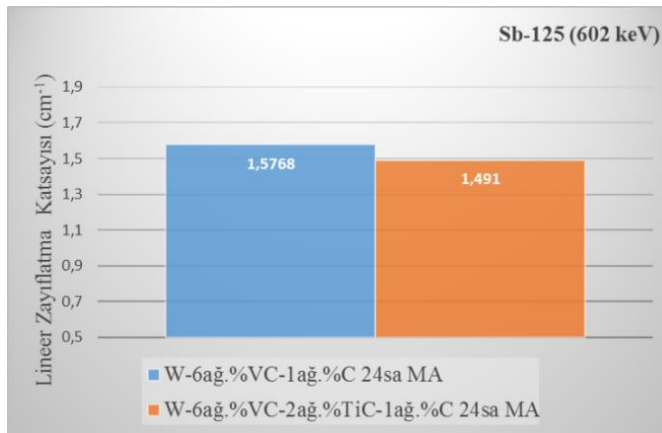
yaklaşık %4-6 aralığında daha fazla olduğu görülmektedir. Bu nedenle TiC içermeyen kompozitlerin daha iyi bir gama zırhlayıcı özelliğe sahip olduğu görülmektedir.



Şekil 4.77 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.

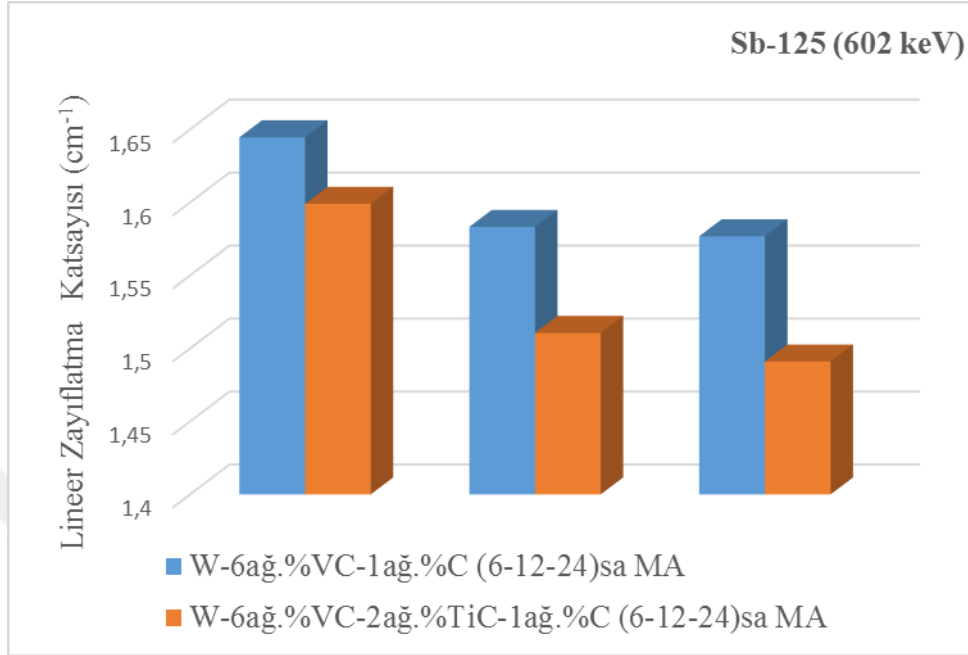


Şekil 4.78 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.



Şekil 4.79 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.

Şekil 4.80'den de açıkca görülebileceği 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-2ağ-1ağ.%C kompozitleri en yüksek lineer zayıflatma katsayısına sahiptir.



Şekil 4.80 : 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.

Lineer zayıflatma katsayısının, zırh malzemesinin özgül ağırlığına(ρ) bölümü ile kütle zayıflatma katsayısı (μ_m) Denklem 4.2 kullanılarak elde edilir (Kılınçarslan Ş. Ve diğ., 2007).

$$(\mu_m) = \frac{\mu}{\rho} \quad (4.2)$$

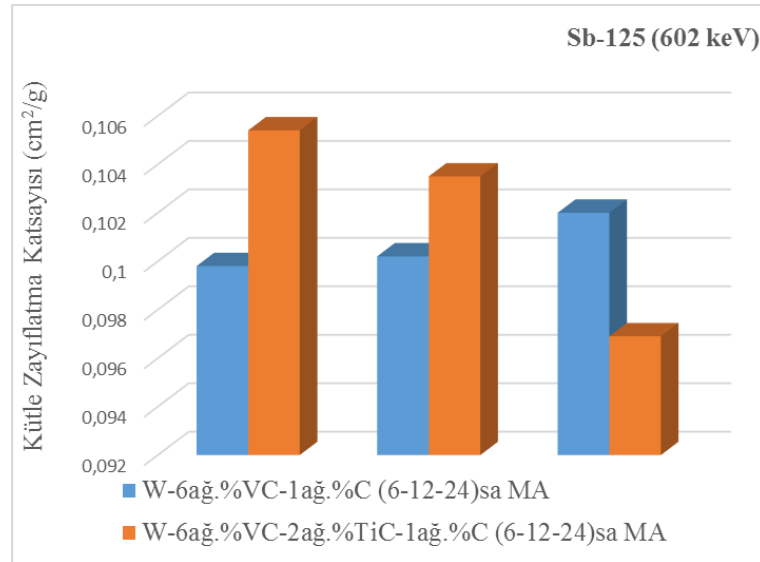
Bir zırh malzemesinin lineer zayıflatma veya kütle zayıflatma katsayıları daha önce hazırlanan tablolar ile hesaplanır. Amerika Ulusal Standart ve Teknoloji Enstitüsü (NIST)'nin Berger ve Hubble hazırlattığı XCOM adlı web bilgisayar programı geliştirilmiştir. Bu program enerjisi 1keV'dan 100 GeV'ye kadar olan herhangi bir element veya malzemenin kütleli zayıflatma katsayılarını hesaplar (Hubbell J.H., 2000).

Yukarıda verilmiş olan formüden ve XCOM bilgisayar programından elde edilmiş olan veriler Çizelge 4.7'de verilmiştir.

Çizelge 4.7 : W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin Se-75 ve Sb-125 kaynakları karşısındaki kütle zayıflatma katsayıları.

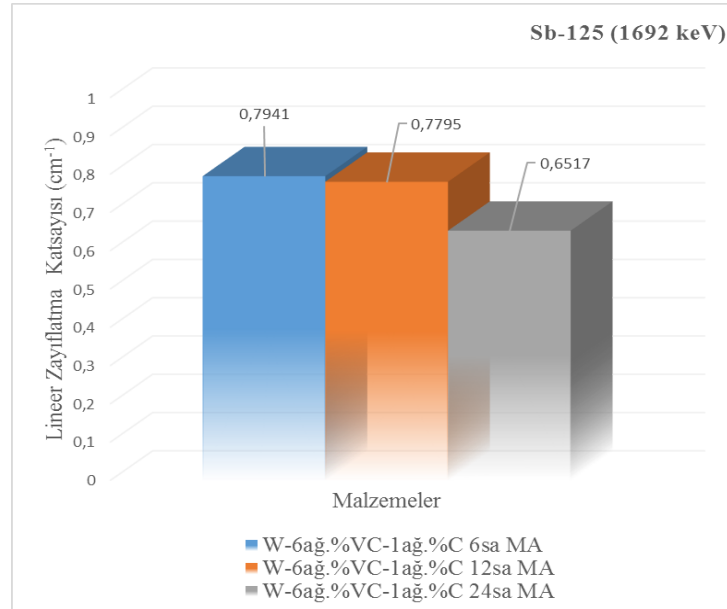
Malzeme	Kütle Zayıflatma Katsayıları (cm ² /g)							
	Se-75				Sb-125			
	Teorik (XCOM)		Deneysel (264 keV)	Deneysel (401 keV)	Teorik (XCOM)		Deneysel (602 keV)	Deneysel (1692 keV)
	264 (keV)	401 (keV)			602 (keV)	1692 (keV)		
W-6ağ.%VC-1ağ.%C	0.3693	0.171	0.3471	0.1546	0.1003	0.0462	0.0998	0.0482
W-6ağ.%VC-1ağ.%C	0.3693	0.171	0.3367	0.1457	0.1003	0.0462	0.1002	0.0493
W-6ağ.%VC-1ağ.%C	0.3693	0.171	0.3333	0.1309	0.1003	0.0462	0.1020	0.0421
W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C	0.3637	0.1693	0.3318	0.1448	0.0997	0.0462	0.1054	0.0459
W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C	0.3637	0.1693	0.3413	0.1490	0.0977	0.0462	0.1035	0.0467
W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C	0.3637	0.1693	0.3247	0.1465	0.0977	0.0462	0.0969	0.0420

Çizelge 4.7’den yararlanarak çizilen W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin farklı mekanik alaşımlama sürelerindeki kütle zayıflatma katsayılarının karşılaştırmalı grafiği **Şekil 4.81**’de verilmiştir. Burada elde edilen en yüksek kütle zayıflatma katsayısı 6 saat mekanik alaşımlanmış W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitine aittir.



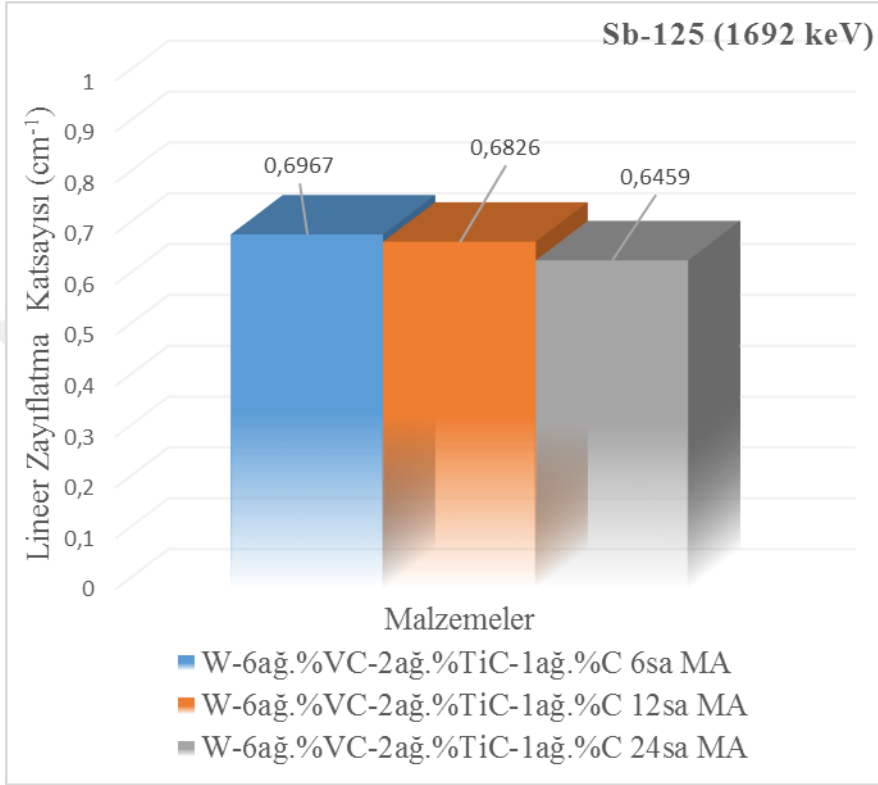
Şekil 4.81 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin kütle zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.

Daha yüksek enerjili bir radyoizotop karşısında W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin gama zırh özelliklerinin incelenebilmesi açısından Sb-125 1692keV'lik enerjiye sahip radyoizotopu kullanılmıştır. Şekil 4.82'de verilen grafikten de anlaşılabileceği gibi 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitinin lineer zayıflatma katsayısı 602keV'lik enerjili kompozitle aynı şekilde en yüksektir.



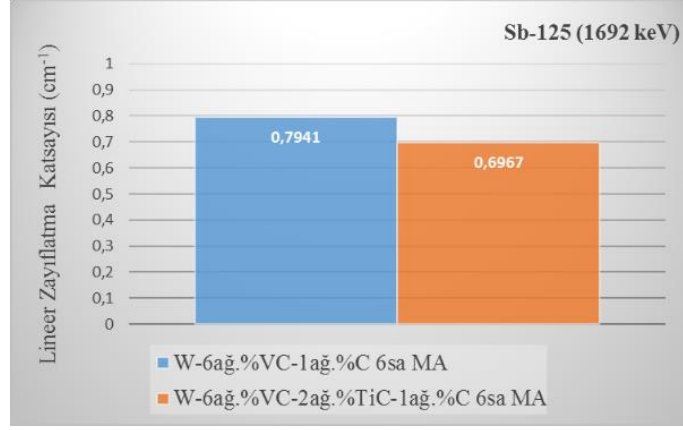
Şekil 4.82 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.

1692keV'lik enerjiye sahip Sb-125 radyoizotopu kullanıldığında W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayıları da tıpkı W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitleri gibi artan mekanik alaşımlama süresi ile azalmaktadır. Şekil 4.83'de W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin mekanik alaşımlama süresine bağlı olarak lineer zayıflatma katsayılarındaki değişim verilmiştir.

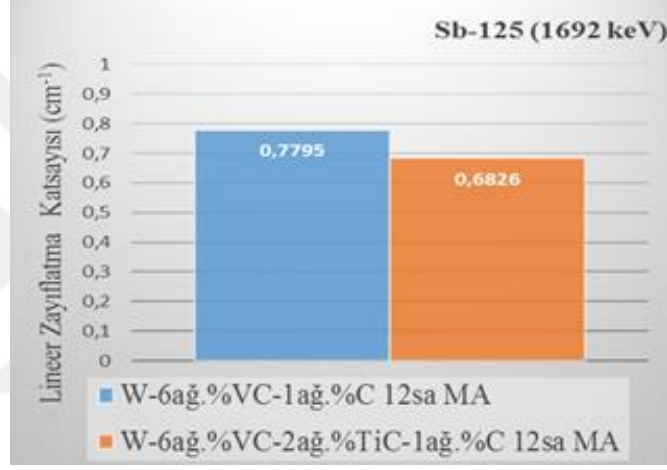


Şekil 4.83 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.

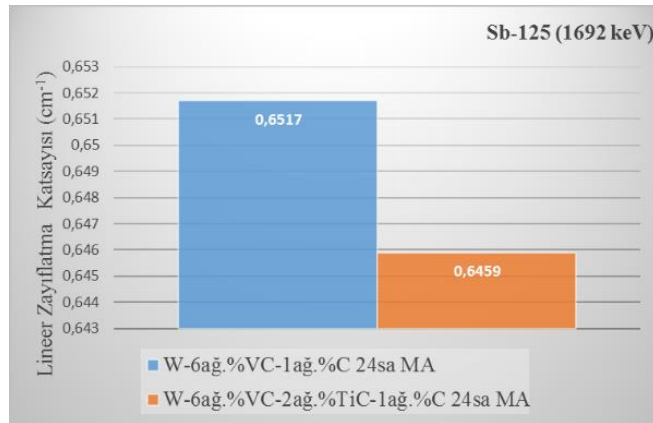
Şekil 4.84 ile Şekil 4.86 arasında sırasıyla 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş kompozitlerin lineer zayıflatma katsayıları kıyaslanmıştır. W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozit malzemelerinin mekanik alaşımlama süresine bağlı olarak kıyaslanmaları sonucunda W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerine göre daha yüksek lineer zayıflatma katsayısına sahip oldukları görülmektedir.



Şekil 4.84 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.



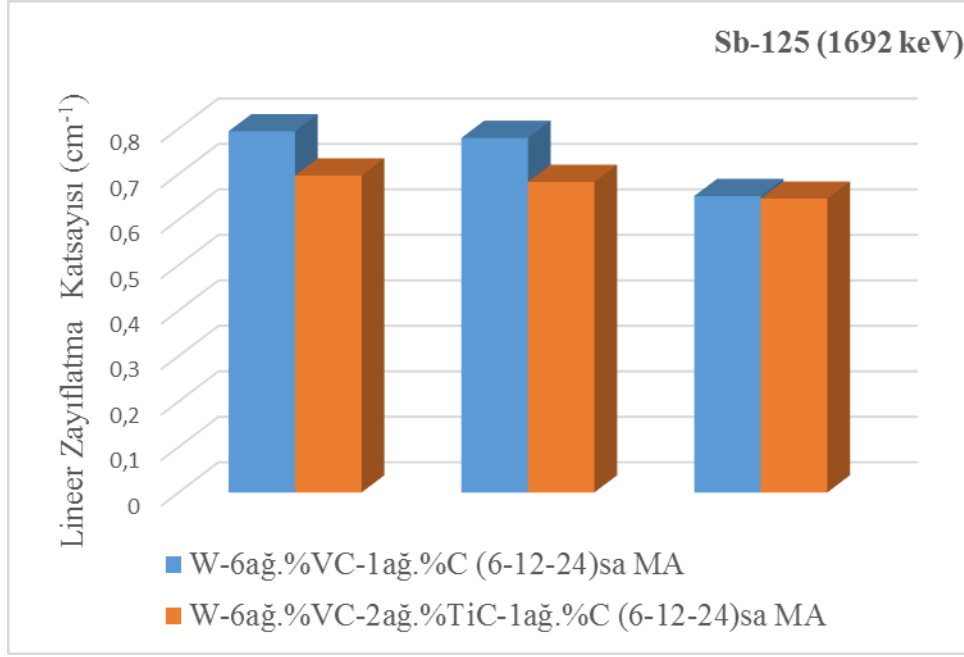
Şekil 4.85 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.



Şekil 4.86 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.

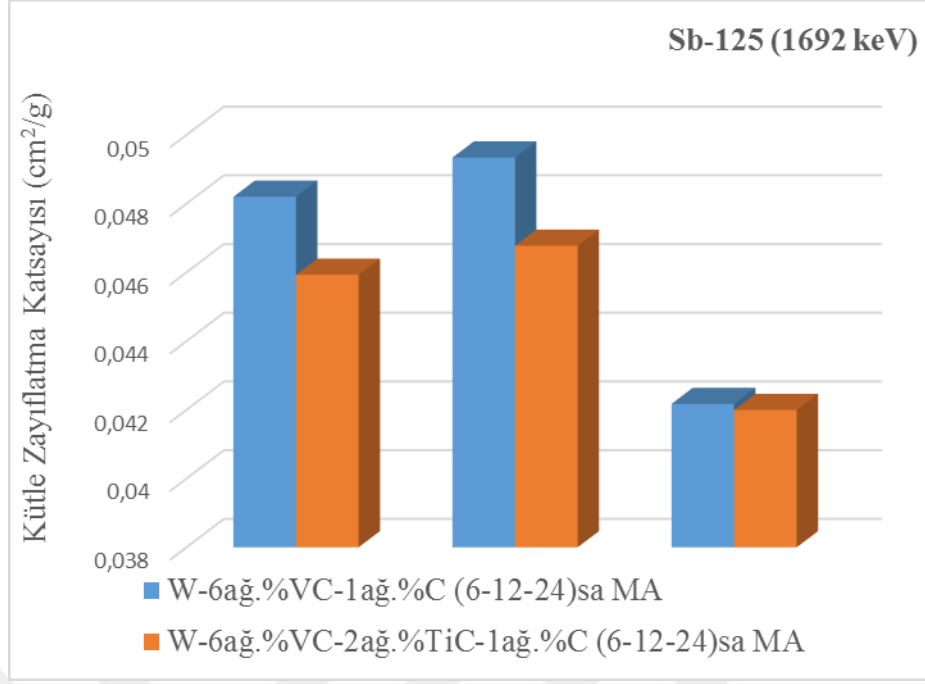
W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitleri kıyaslandığında en yüksek lineer zayıflatma katsayısının 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinde olduğu gözlemlenmiştir. Karşılaştırmalı lineer zayıflatma katsayıları Şekil 4.87’de verilmiştir.

Burada elde edilen lineer zayıflatma katsayıları 602keV’lik radyoizotopa göre çok daha düşüktür. Kullanılan enerji arttıkça gama zırh özelliklerinde azalma görülmüştür.



Şekil 4.87 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.

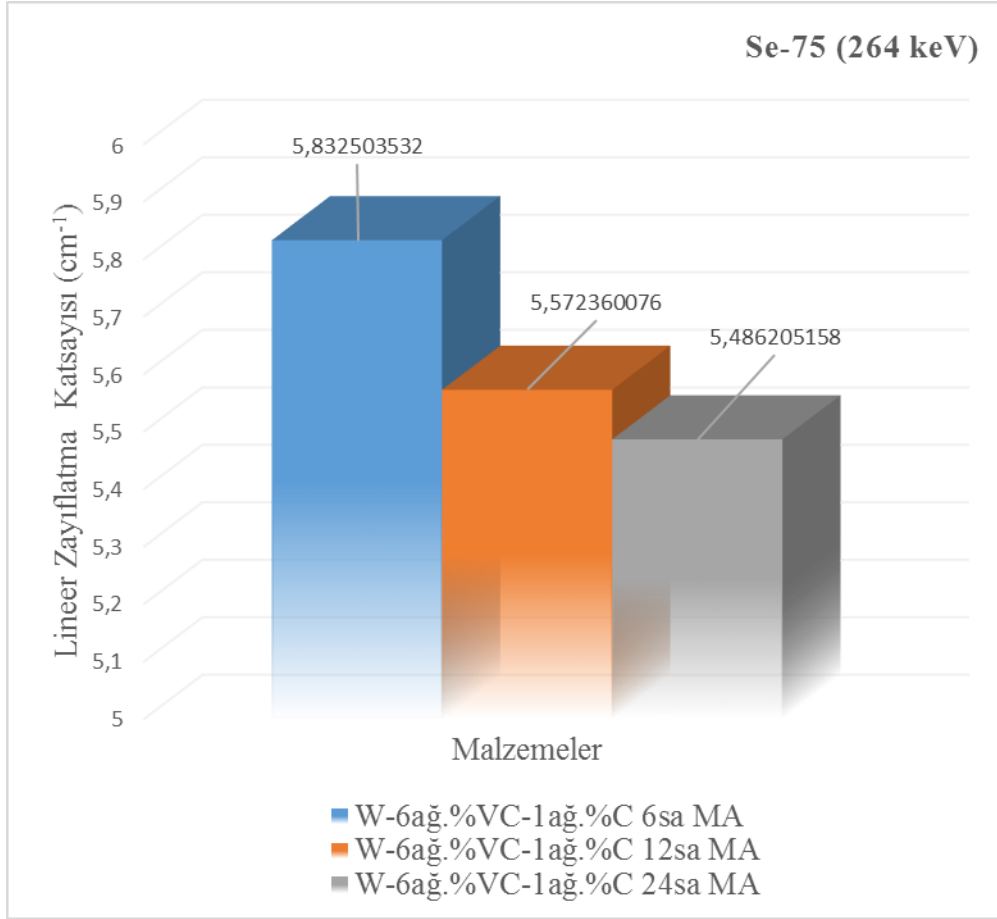
Elde edilen lineer zayıflatma katsayılarının malzemelerin özgül ağırlıklarına bölünmesi ile W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin kütle zayıflatma katsayıları hesaplanmıştır. Kütle zayıflatma katsayıları incelendiğinde en yüksek kütle zayıflatma katsayısının 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitine ait olduğu gözlemlenmiştir. Elde edilen kütle zayıflatma katsayısı değerleri Şekil 4.88’de verilmiştir.



Şekil 4.88 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin kütle zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.

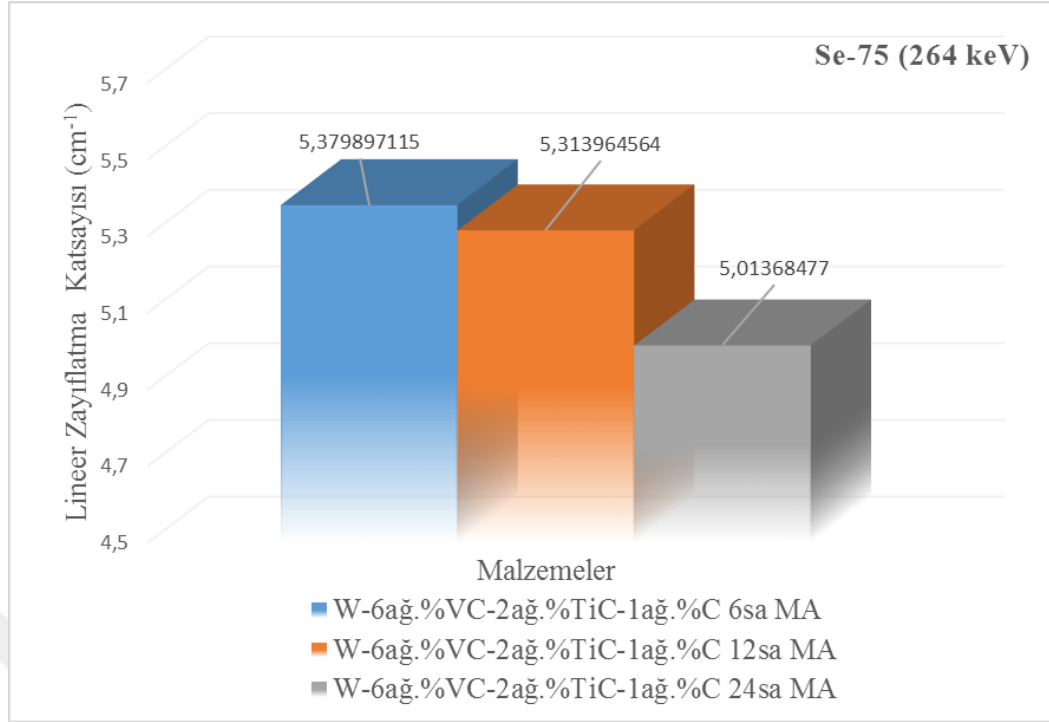
Yüksek enerjili radyoizotoplar ile yapılan ölçümlerin ardından daha düşük enerjili radyoizotoplara sahip Se-75 radyoizotopları kullanılmıştır. Kullanılan radyoizotopların enerjileri 264keV ve 401keV'dir. Elde edilen lineer zayıflatma katsayıları ve kütle zayıflatma katsayıları bu nedenle Sb-125 radyoizotoplarına göre çok daha yüksek sonuçlar vermektedir.

Düşük enerjili radyoizotoplar kullanıldığında gama radyasyon zırh etkilerindeki farklılıkları daha net olarak görülmektedir. Şekil 4.89'da W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin 6, 12 ve 24 saatlik mekanik alaşımlanma sürelerine göre lineer zayıflatma katsayılarındaki değişimleri verilmiştir. 6 saatlik mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş numunelerin lineer zayıflatma katsayıları en yüksektir.



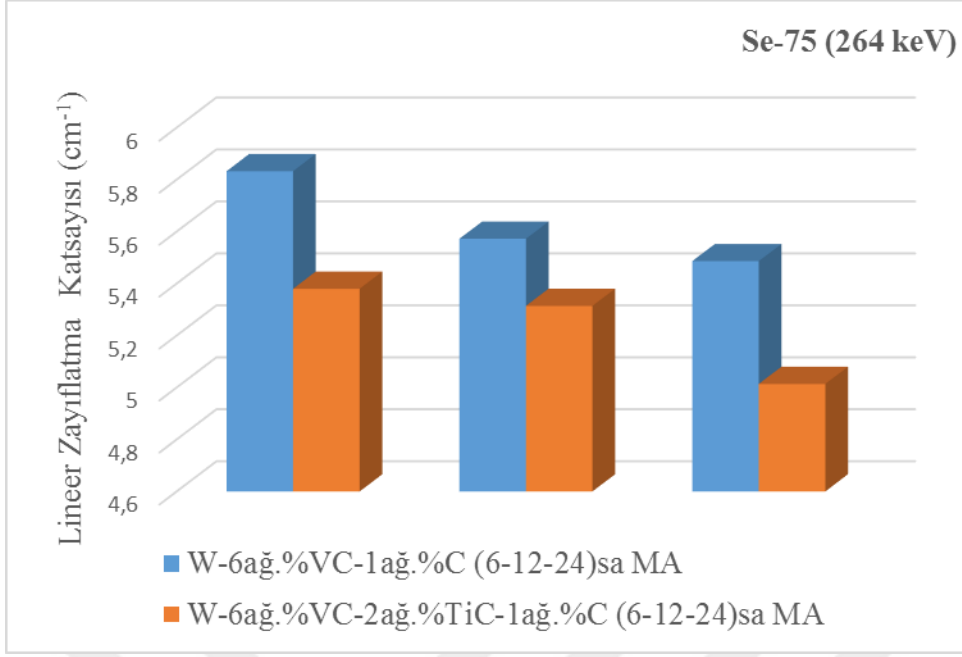
Şekil 4.89 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin karşılaştırmalı lineer zayıflatma katsayıları.

W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayıları incelendiğinde genel olarak bütün sonuçların W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerine göre daha düşük oldukları görülmektedir. W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin kendi aralarında kıyaslanmaları sonucunda tıpkı W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitleri gibi 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş numunelerin lineer zayıflatma katsayılarının en yüksek olduğu görülmektedir. W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin değişen mekanik alaşımlanma süresine bağlı lineer zayıflatma katsayısı değerleri Şekil 4.90’da verilmiştir.



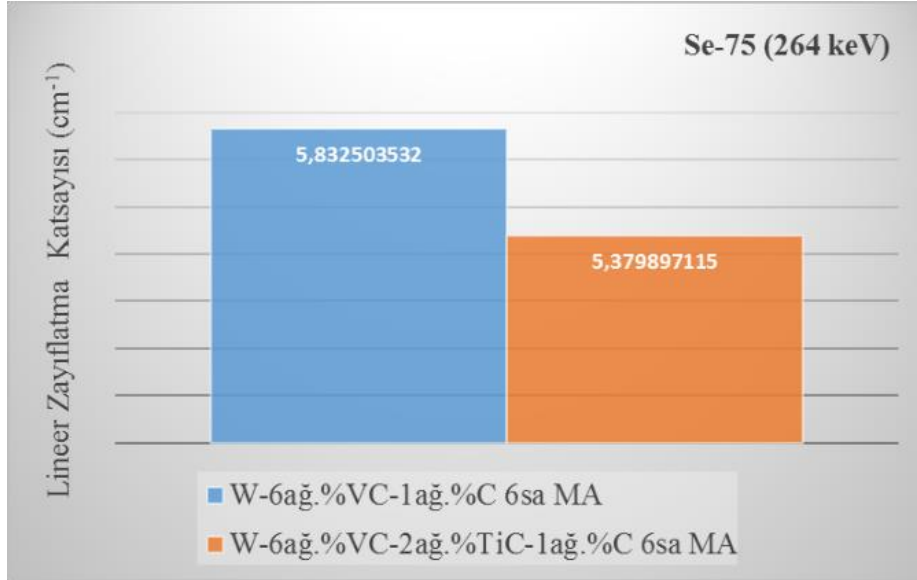
Şekil 4.90 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin karşılaştırmalı lineer zayıflatma katsayıları.

W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerini kendi aralarında kıyasladığımızda W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin daha iyi sonuçlar verdiği açıkça görülmektedir. Burada en yüksek değeri 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitleri vermiştir. W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırmalı grafiği Şekil 4.91’de verilmiştir.

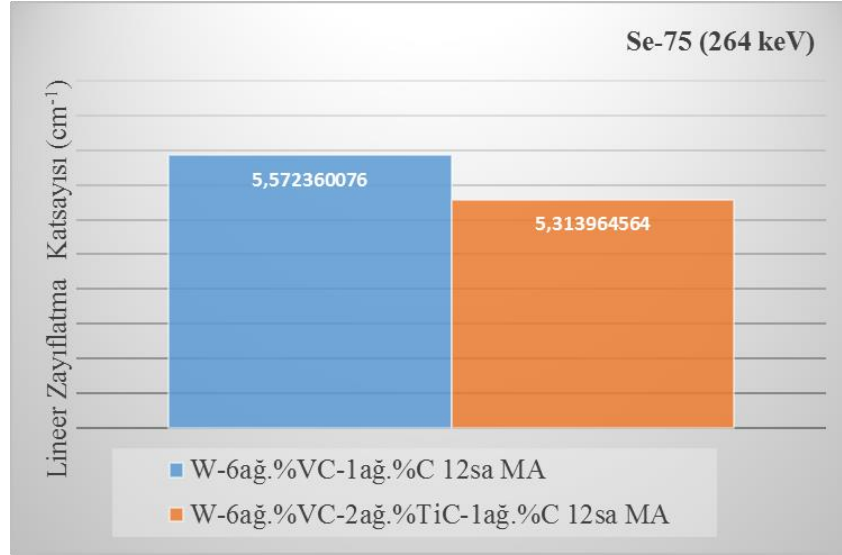


Şekil 4.91 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.

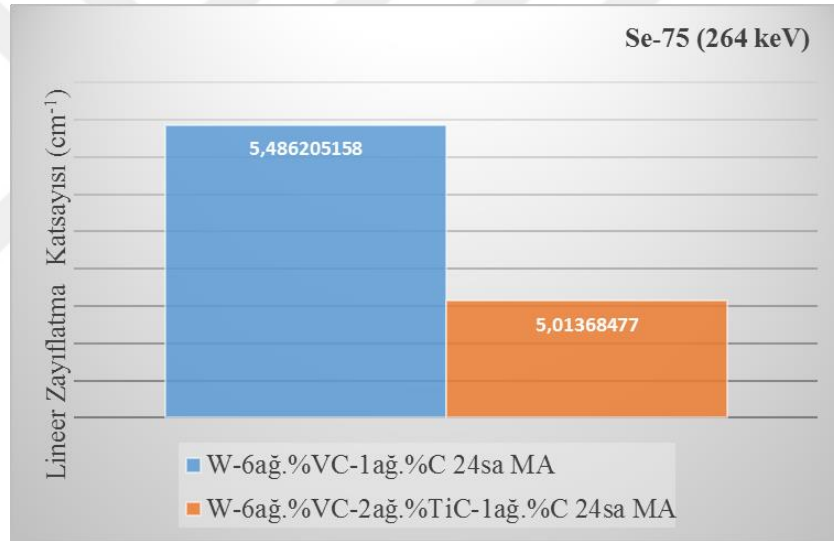
W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin aynı mekanik alaşımlanma süreleri sonucundaki lineer zayıflatma katsayıları incelenirse W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin çok daha iyi sonuçlar verdiği Şekil 4.92 ile Şekil 4.94 arasında gözlemlenmektedir.



Şekil 4.92 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.

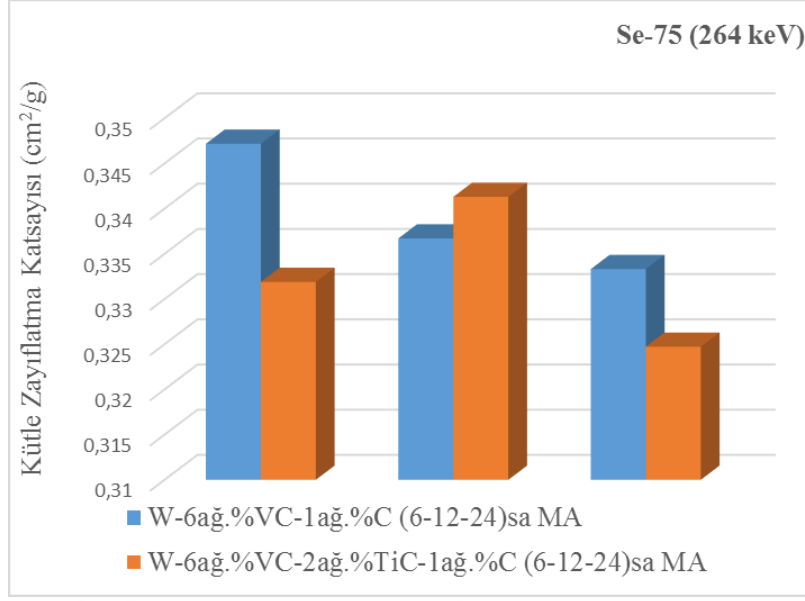


Şekil 4.93 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.



Şekil 4.94 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.

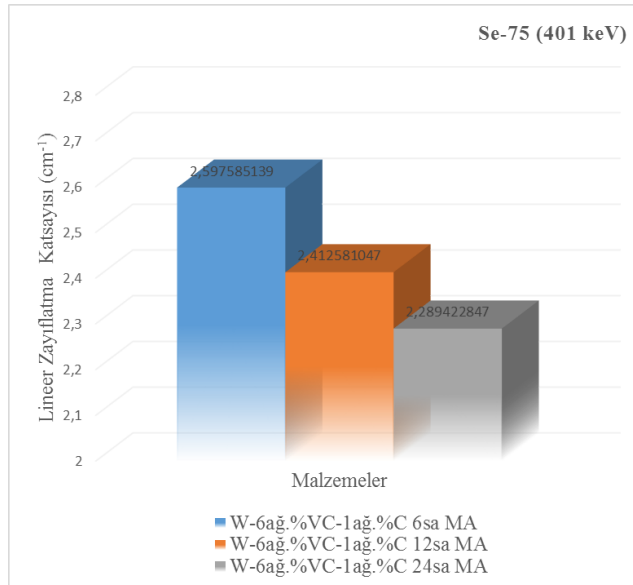
W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin 6, 12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş numunelerinin kütle zayıflatma katsayıları bir arada incelendiğinde 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin en iyi sonucu verdiği Şekil 4.95’de görülmektedir.



Şekil 4.95 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin kütle zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.

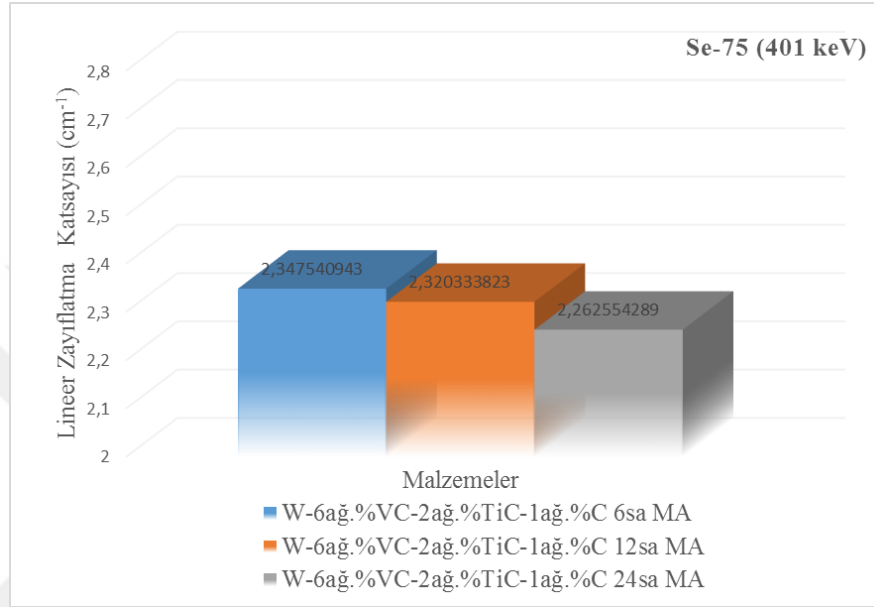
Se-75 radyoizotopunun 401keV enerjiye sahip gama radyasyon kaynağı kullanıldığında W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinden elde edilen sonuçların 264keV enerjili Se-75 radyoizotopu paralellik gösterdiği görülmektedir.

Şekil 4.96 incelendiğinde en yüksek lineer zayıflatma katsayısına sahip kompozitin 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitleri olduğu görülmektedir.



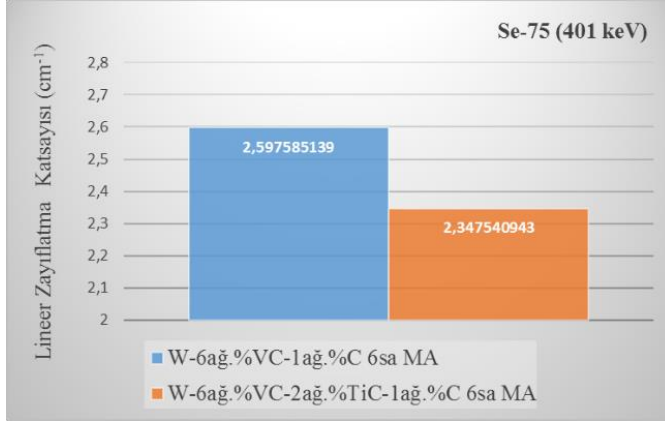
Şekil 4.96 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin karşılaştırmalı lineer zayıflatma katsayıları.

W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitleri kendi aralarında incelendiğinde lineer zayıflatma katsayılarının birbirlerine çok yakın değerlerde olduğu görülmektedir. Şekil 4.97’den görülebileceği gibi W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerindeki kadar büyük farklılıklara sahip olmamakla beraber en yüksek lineer zayıflatma katsayısına 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin sahip oldukları görülmektedir.

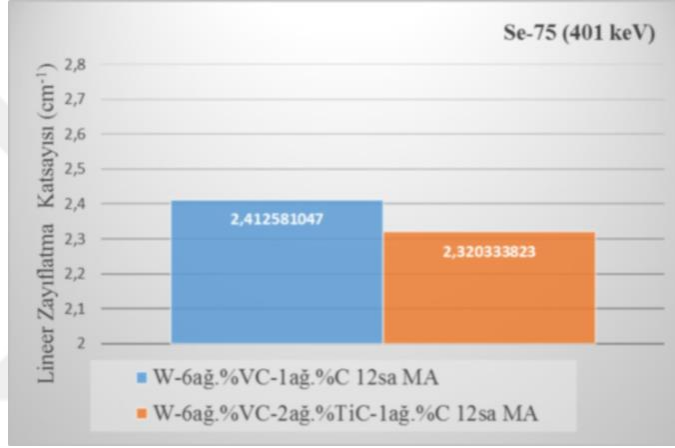


Şekil 4.97 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin karşılaştırmalı lineer zayıflatma katsayıları.

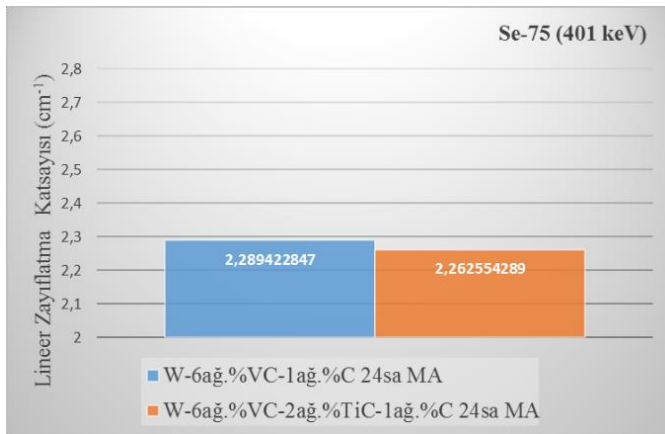
Aynı mekanik alaşımlanma süreleri sonucunda sinterlenmiş olan W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinde TiC’ün oluşturduğu fark Şekil 4.98 ile Şekil 4.100 arasında verilmiştir. TiC sahip olduğu düşük yoğunluk nedeniyle lineer zayıflatma katsayısına negatif yönde etki etmektedir. Bu nedenle bütün mekanik alaşımlama sürelerinde W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitleri daha iyi sonuçlar vermektedirler.



Şekil 4.98 : 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.

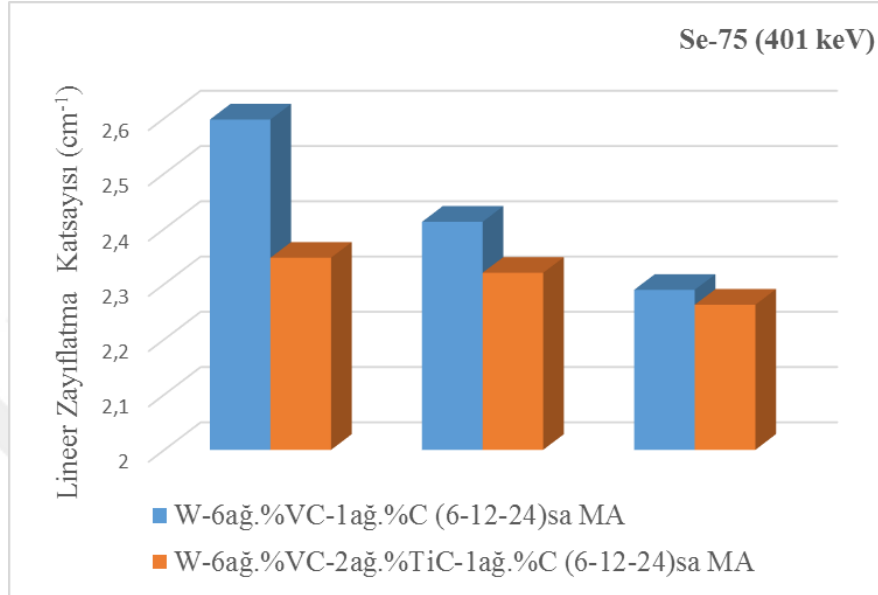


Şekil 4.99 : 12 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.



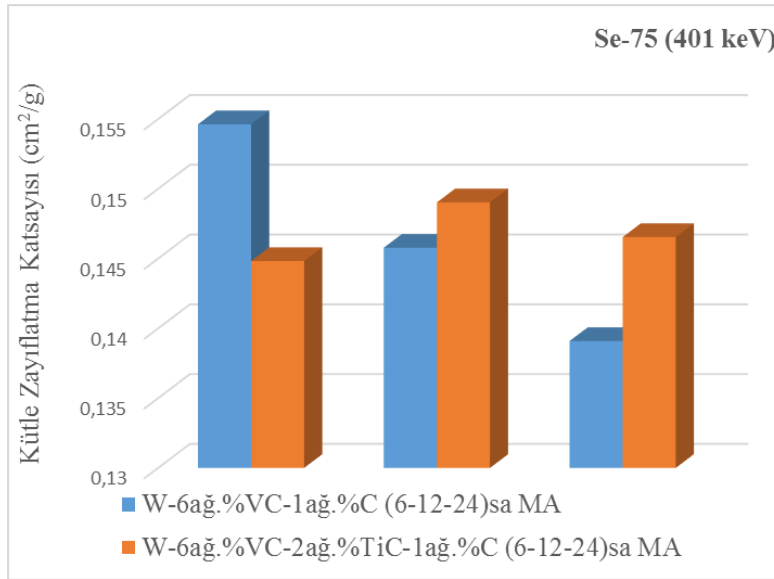
Şekil 4.100 : 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının karşılaştırılması.

Se-75 radyoizopunun 401keV'lik enerjisi ile yapılan tüm ölçümler birarada incelendiğinde, tüm malzemeler arasında en yüksek lineer zayıflatma katsayısının 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinde olduğu görülmektedir. Elde edilen lineer zayıflatma katsayısı sonuçları Şekil 4.101'de verilmiştir.



Şekil 4.101 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.

W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin lineer zayıflatma katsayılarının kompozitlerin yoğunluklarına bölünmesi ile kütle zayıflatma katsayıları hesaplanmıştır. 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin en iyi sonu verdiği Şekil 4.102'de net olarak görülmektedir.



Şekil 4.102 : 6,12 ve 24 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin kütle zayıflatma katsayılarının süreye bağlı karşılaştırılması.

Volfram sahip olduğu $19,34\text{g/cm}^3$ yoğunluk değeri ile üretim esnasında oldukça ağır bir metal olarak ortaya çıkmaktadır. Kurşunun yoğunluğunun $11,34\text{g/cm}^3$ yoğunluğa sahip olduğu düşünülürse alternatif zırh malzemesi olarak kullanımı açısından yarı değer kalınlığı da önemli bir yer tutmaktadır. Yarı değer kalınlığı gelen gama ışını radyasyonunun yarıya inmesi için gerekli kalınlıktır (Kılınçarslan Ş., ve diğ, 2007). Çizelge 4.8’de W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin yarı değer kalınlıkları verilmiştir. En iyi sonuçları 6 saat mekanik alaşımlanmış ve sonrasında sinterlenmiş W-6ağ.%VC-1ağ.%C kompozitlerinin verdiği görülmektedir (Tuğrul A. Ve diğ, 2016).

Çizelge 4.8 : W-6ağ.%VC-1ağ.%C ve W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C kompozitlerinin Se-75 ve Sb-125 kaynakları karşısında yarı değer kalınlıkları.

Malzeme	Yarı Değer Kalınlığı (cm)			
	Se-75		Sb-125	
	264 (keV)	401 (keV)	602 (keV)	1692 (keV)
W-6ağ.%VC-1ağ.%C (6 sa)	0.119	0.266	0.4213	0.7941
W-6ağ.%VC-1ağ.%C (12 sa)	0.124	0.287	0.4377	0.7795
W-6ağ.%VC-1ağ.%C (24 sa)	0.126	0.302	0.4394	0.6517
W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C (6 sa)	0.129	0.295	0.4333	0.6967
W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C (12 sa)	0.130	0.298	0.4587	0.6826
W-6ağ.%VC-2ağ.%TiC-1ağ.%C (24 sa)	0.138	0.306	0.4647	0.6459

5. SONUÇLAR

Bu doktora tezinin amacı W ana matrisin içerisine VC ve TiC katılarak hazırlanan karışımın farklı MA sürelerinde alaşımlanması sonucu elde edilmiş olan tozların ve bu tozların sinterlendikten sonraki mekanik özellikleri ile gama radyasyon karşısındaki davranışlarının incelenmesidir.

W- 2 ağırlık. %VC – 1 ağırlık. %C ve W- 2 ağırlık. %VC – 2 ağırlık. %TiC-1 ağırlık. %C toz karışımı ile W- 6 ağırlık. %VC – 1 ağırlık. %C ve W- 6 ağırlık. %VC – 2 ağırlık. %TiC-1 ağırlık. %C toz karışımının 1,3,6,12 ve 24 saatlik sürelerde mekanik alaşımlanması sonucu elde edilen yeni kompozit tozlar ve bu tozların sinterlenmesi sonucu elde edilen kompozit malzemelerin yapılan karakterizasyon çalışmaları ve sonuçları aşağıda verilmiştir.

Buna göre elde edilen sonuçlar;

- 1) Artan mekanik alaşımlama süresi ile partikül boyutlarında azalma gözlemlenmiştir. Tane boyutlarındaki değişim Şekil 4.1 ile 4.10 arasında verilmiştir.
- 2) Elde edilen W- 2 ağırlık. %VC – 1 ağırlık. %C ve W- 2 ağırlık. %VC – 2 ağırlık. %TiC-1 ağırlık. %C tozlarının SEM görüntüleri 4.11 ile 4.20 arasındaki şekillerde verilmiştir. Şekillerden de açıkça görülebildiği gibi artan MA süresi ile daha homojen yapıda tozlar elde edilmiştir. Partikül boyut analizlerinde elde edilen sonuçlar doğrultusunda ortalama partikül boyutunun azaldığı SEM görüntülerinde de gözlemlenmektedir.
- 3) XRD paternlerinden de anlaşılabileceği gibi MA süresinin artması ile pik şiddetlerinde düşüş ve genişleme görülmüştür. Bunun nedeni, MA süresi arttıkça kafeslerde oluşan amorfizasyon miktarlarının artmasıdır. Tozların XRD paternleri incelendiğinde katılan karbür ler kütlece %5'in altında olduğu için W dışında herhangi bir faza rastlanmamıştır.
- 4) W- 2 ağırlık. %VC – 1 ağırlık. %C kompozitlerinin bağıl yoğunluk değerleri W- 2 ağırlık. %VC – 2 ağırlık. %TiC-1 ağırlık. %C kompozitlerine göre daha yüksek çıkmıştır.

5) Aynı şekilde W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C kompozitlerinin bağıl yoğunluk değerleri de W- 6 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C kompozitlerinin bağıl yoğunluk değerlerine göre daha yüksektir.

6) VC miktarının %2'den %6'ya çıkarılması sonucunda iki kompoziti kıyasladığımızda %6VC içeren kompozitlerin yoğunluk yüzdesi düşüş göstermektedir. Kıyaslamalı yoğunluk yüzdeleri Çizelge 4.2 ve 4.4'te verilmiştir.

7) Yoğunlukların azalmasının nedeni kompozitlerde oluşan VWC_2 , Co_4W_2C , CW_3 gibi yeni fazlar olabilir. TiC içeren kompozitler de benzer özellikler göstermektedir. $TiWC_2$, CW_3 gibi oluşan yeni fazlar ile %6 VC içeren kompozitlerin bağıl yoğunluk değerleri düşmüştür.

8) Sertlik volfram alaşımlarının en önemli özelliklerinden birisidir. Özellikle karbür fazlarının dispersoid olarak tane büyümesini engellemesi sertlik değerlerini arttırmaktadır. Şekil 4.49 ve 4.50'den de görülebileceği gibi W- 2 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C ve W- 2 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C kompozitlerinin sinter sonrası mikrosertlik değerleri incelendiğinde, 24 saat MA alaşımlanmış W- 2 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C kompozitlerinin maksimum sertlik değeri olan 5,15GPa sertliğe ulaştıkları görülmüştür. W- 2 ağırlık.%VC -1 ağırlık.%C kompozitlerinde 12 saat MA süresinin ardından gözle görülebilir bir sertlik artışı gerçekleşmiştir. Oysa W- 2 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C numuneleri maksimum sertlik değerlerine 12 saat MA sonucu ulaşmışlardır. 12 saat MA W- 2 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C kompozitlerinin sertlik değerleri 5,34GPa sertliğe ulaşmıştır. 24 saat MA W- 2 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C kompozitleri de 12 saat MA ve sinterlenmiş kompozitlere yakın olarak 5,30GPa sertliğe sahiptirler.

9) W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C ve W- 6 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C tozlarının MA süresine bağlı olarak partikül boyutları incelendiğinde W- 6 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C kompozitlerinin ortalama partikül boyutlarının 143 nm ile 153 nm arasında değiştiği gözlemlenmektedir. W- 6 ağırlık.%VC -1 ağırlık.%C kompozitlerinde ise partikül boyutları 129nm ile 175 nm arasında değişmektedir. Her iki toz karışımında da 12 saatlik süre sonucunda minimum partikül boyutuna ulaşılmıştır. W- 6 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C içeren numunelerde W- 6 ağırlık.%VC -1 ağırlık.%C içeren numunelere göre ortalama partikül boyutunun daha küçük olmasının nedeni TiC fazı olabilir.

10) W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C ve W- 6 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C tozlarının artan MA süresine bağlı olarak aglomere oldukları Şekil 4.52 ile 4.57 arasında verilmiş olan SEM görüntülerinden de açıkça görülebilir.

11) Sinterleme sonrası elde edilen mikroyapılar SEM yardımı ile incelendiğinde, Şekil 4.65 ile 4.70 arasındaki görüntülerde de görüleceği üzere W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C kompozitleri sinterleme sonrası daha net tane sınırlarına sahipken W- 6 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C kompozitleri daha az homojen bir yapıda yer almaktadırlar.

12) W- 2 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C ve W- 2 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C kompozit tozlarının 1,3,6,12 ve 24 saatlik sürelerde mekanik alaşımlanması ve sinterlenmesi sonucu elde edilen kompozit malzemelerin gama radyasyon zırh malzemesi özelliklerinin incelenebilmesi için Se-75 ve Sb-125 radyoizotopları ile ön çalışma gerçekleştirilmiştir. Burada elde edilen verilerin alternatif malzeme özellikleri taşıması sonucunda gama radyasyon zırh kabiliyetini iyileştiren VC miktarı artırılarak W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C ve W- 6 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C toz karışımları hazırlanmış 6,12 ve 24 saatlik sürelerde mekanik alaşımlanıp ardından farklı kalınlarda preslenip, sinterlenmişlerdir. Bu sayede kalınlığa ve TiC içeriğinin etkisine bağlı olarak gama radyasyon zırh kabiliyetleri ayrıntılı olarak incelenmiştir.

13) W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C kompozitlerinin 602 keV enerjiye sahip Sb-125 radyoizotopu karşısındaki zırhlanma kabiliyetleri incelendiğinde mekanik alaşımlanma süresinin artması ile lineer zayıflatma katsayısının düştüğü görülmektedir. Bunun başlıca nedeni sinterleme sonrasındaki yoğunluk değerleridir. Yoğunluk değerleri artan MA süresi ile düşüş göstermiştir. W- 6 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C kompozitleri de W- 6 ağırlık.%VC -1 ağırlık.%C kompozitleri ile benzer özellikler göstermiştir. Artan MA süresi ile lineer zayıflatma katsayıları düşüş göstermiştir. Zamana bağlı yoğunluk değerleri Çizelge 4.4'te verilmiştir. Yoğunluk değerleri incelendiğinde TiC içermeyen kompozitlerin yoğunluk değerlerinin TiC içeren kompozitlere oranla %4 – 6 daha fazla olduğu gözükmemektedir. Bu nedenle W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C kompozitlerinin W- 6 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C kompozitlerine göre daha iyi bir gama zırhlayıcı olduğu sonucuna varılabilir.

14) Malzemelerin birbirleri ile kıyaslanmalarında kütle zayıflatma katsayısı önemli bir yer teşkil etmektedir. Kütle zayıflatma katsayıları incelendiğinde Sb-125 (602 keV)

radyoizotopuna karşı en yüksek kütle zayıflatma katsayısına 6 saat MA W- 6 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C kompoziti sahiptir.

15) Daha yüksek enerjiye sahip olan 1692 keV enerjili Sb-125 radyoizotopu kullanılarak gama radyasyon deneyleri gerçekleştirildiğinde lineer zayıflatma katsayıları 602 keV enerjiye sahip olan radyoizotopa benzer şekilde W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C kompozitlerinde daha yüksek çıkmıştır. Kütle zayıflatma katsayıları incelendiğinde en yüksek kütle zayıflatma katsayısına sahip olan kompozit 12 saat MA W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C kompoziti olmuştur.

16) Gama radyasyon deneylerinin sonuçlarının farklı radyoizotoplar karşısındaki zırhlanma kabiliyetlerinin incelenebilmesi için Se-75 radyoizotopunun 264 keV ve 401 keV enerjiye sahip iki farklı izotopu kullanılmıştır. Sb-125 radyoizotoplarına göre daha düşük enerjiye sahip olan Se-75 radyoizotopları ile yapılan deneylerin sonucunda her iki radyoizotopda da 6 saat MA W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C kompozitinin lineer zayıflatma katsayıları daha yüksek çıkmıştır. Malzemenin özgül ağırlığına bağlı olarak hesaplanan kütle zayıflatma katsayıları incelendiğinde aynı şekilde 6 saat MA W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C kompozitinin kütle zayıflatma katsayısı en yüksek değere sahiptir.

17) Kurşuna alternatif bir malzeme olarak ilk duvar zırhlayıcısı olarak kullanılması öngörülen W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C ve W- 6 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C kompozitlerinin yarı değer kalınlıkları önemli bir özelliktir. Buna bağlı olarak hesaplanan yarı değer kalınlıkları Çizelge 4.8’de verilmiştir. Buna göre en iyi sonuçları 6 saat MA ve sinterlenmiş W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C kompozitleri vermiştir.

18) Buradaki verilerden yola çıkarak gama radyasyon zırhlayıcı malzeme olarak en uygun malzemenin W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C kompozitleri olduğu sonucuna varılmaktadır. Elde etmiş olduğumuz W- 6 ağırlık.%VC – 1 ağırlık.%C ve W- 6 ağırlık.%VC – 2ağırlık.%TiC-1 ağırlık.%C kompozitlerinin bütün mekanik alaşımlama sürelerindeki lineer zayıflatma katsayılarından yola çıkılarak hesaplanmış olan yarı değer kalınlıkları WC-Co, WB₂, ve saf W gibi en iyi zırhlayıcıların dahi üzerinde sonuçlara sahiptir (Büyük B., 2013).

Gama radyasyon zırh malzemesi olarak kullanılan kurşun zehirli bir malzemedir. Hem insan sağlığına zarar vermektedir, hem de çevre kirliliğine yol açmaktadır. Bununla ilgili olarak Avrupa Birliği’nin almış olduğu Zehirli Maddelerin Yasaklanması (RoHS) kararları bulunmaktadır. Üretmiş olduğumuz bu malzeme düşük ve orta

düzeyde radyasyon zırh kalkanı olarak kullanılabilecek çok yüksek nitelikli bir malzemedir.

İleriki dönemlerde MA yöntemi ile üretilmiş olan malzemelerin yüksek radyasyon zırlama özelliklerinin incelenmesi önemlidir. Burada MA prosesinin bizlere sağladığı sınırsız çeşitlilikte malzeme üretebilme imkanı belki de tüm çalışmaların anahtar özelliğidir.





KAYNAKLAR

- Bakker H. ve Di L.M.** (1992). “Atomic Disorder and Phase Transitions in Intermetallic Compounds by High-Energy Ball Milling” *Materials Science Forum* sayı. 88-90 sayfa: 27-34.
- Başığit C., Kaçar A.** (2006). “Bazı Yapı Malzemelerinin Radyasyon Tutuculuk Özellikleri”, *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 10-2 (sayfa 307-310).
- Benjamin J.S.** (1970). “Dispersion Strengthened Superalloys By Mechanical Alloying”, *Metall Trans.* 1, (sayfa 2943-2951).
- Benjamin J.S.** (1990). “Mechanical Alloying — A Perspective” , *Metal Powder Report*, Sayı 45, Cilt 2, (sayfa 122-127).
- Benjamin J.S.** (1992). “Fundamentals of Mechanical Alloying” *Materials Science Forum* Sayı 88-90, (sayfa 1-18).
- Burke J.E., Turnbull D.** (1952). “Recrystallization And Grain Growth” , *Progress in Metal Physics*, Sayı 3, (sayfa 220-292).
- Büyük B.** (2013). *Tungsten, Titanyum, Bor İçeren Bazı Malzemelerin Gama ve Nötron Radyasyonu Karşısındaki Davranışının İncelenmesi, Xcom Bilgisayar Programı ile İrdelenmesi ve Yeni Bir Radyasyon Zırh Malzeme Önerisi*, (Doktora Tezi). İ.T.Ü. Enerji Enstitüsü.
- Büyük B., Tuğrul A.B., Akarsu A.C., Addemir A.O.** (2012). “Investigation On The Effects of Titanium Diboride Particle Size On Radiation Shielding Properties of Titanium Diboride Reinforced Boron Carbide-Silicon Carbide Composites Against Cs-137 Gamma Radioisotop Source By Using Gamma Transmission Technique”, *Journal of Nano-And Electronic Physics*, Sayı 4, No1, (sayfa 4).
- Büyük B., Tuğrul A.B., Aktop S., Addemir A.O.** (2013). “Investigation On The Effects of Boron Carbide Particle Size On Radiation Shielding Properties of Boron Carbide-Titanium Diboride Composites”, *Acta Physica Polonica A*, Sayı 123, (sayfa 177-179).
- Cao G.** (2004). “Nanostructures And Nano Materials, Synthesis, Properties, And Applications” Imperial College Press, London.
- Carreño-Morelli E., Cutard T., Schaller R., Bonjour C.** (Ağustos 1998). “Processing and characterization of aluminium-based MMCs produced by gas pressure infiltration” *Materials Science and Engineering: A*, Sayı 251, (sayfa 48–57).
- Carreño-Morelli E., Cutard T., Schaller R., Bonjour C.** (1998). “Processing And Characterization of Aluminium-Based Mmcs Produced By Gas Pressure İnfiltration” *Materials Science and Engineering: A*, Sayı 251, Cilt 1–2, (sayfa 48-57).

- Chen J.M., Chernov V.M., Kurtz R.J., Muroga T.** (2011), "Overview of the vanadium alloy researches for fusion reactors" *Journal of Nuclear Materials* 417, (sayfa 289-294).
- Coenen J.W., Antusch S., Aumann M., Biell W., Du J., Engels J., ... , Linsmeier C.** (2015). "Materials For DEMO And Reactor Applications—Boundary Conditions And New Concepts", *Physica Scripta*, Cilt 2016, Sayı T167.
- Coşkun S., Öveçoğlu, M.L.** (2011). "Effects of Y₂O₃ Additions on Mechanically Alloyed and Sintered W-4 Wt. %SiC Composites", *International Journal of Refractory Metals And Hard Materials* 29, (sayfa 651-655).
- Cury Camargo P.H., Satyanarayana K.G.** (2009). "Nanocomposites: Synthesis, Structure, Properties and New Application Opportunities" *Fernando Wypych Materials Research Sayı.12 No.1 São Carlos*.
- Directive** (2011). (2011/65/EU) On The Restriction of The Use of Certain Hazardous Substances In Electrical and Electronic Equipment (Recast) (L 174/88 *Official Journal of the European Union* 1.7.
- El-Eskandarany M.S.** (1998). "Mechanical Solid State Mixing For Synthesizing of SiC P/Al Nanocomposites", *Journal of Alloys And Compounds* 279 (2), (sayfa 263-271).
- El-Eskandarany M.S.** (2001). "*Mechanical Alloying For Fabrication of Advanced Engineering Materials*" William Andrew Publishing, (sayda 1-21).
- El-Eskandarany M.S.** (2015). *Mechanical Alloying (Second Edition) Nanotechnology*, Materials Science and Powder Metallurgy.
- Gardner R.P., Ely R.L.** (1967). "*Radioisotopes Measurement Applications In Engineering*", Reinhold Publishing Company, New York.
- Genç A., Coşkun S., Öveçoğlu M.L.** (2010). "Microstructural Characterizations of Ni Activated Sintered W-2 Wt% TiC Composites Produced Via Mechanical Alloying"). *Journal of Alloys And Compounds*, Sayı 497, Cilt 1-2, (sayfa 80-89).
- German R.M.** (2007). "*Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri*", (sayfa:438-439).
- Gessinger G.H.**, (1984). "Oxide-dispersion-strengthened superalloys" *Powder Metallurgy of Superalloys, Butterworths Monographs in Materials*, (sayfa 213-292).
- Goff, A.** (2003). "*Modeling And Synthesis of A Piezoelectric Ceramic-Reinforced Metal Matrix Composites*", (Yüksek Lisans Tezi). Virginia Polytechnic Institute And State University, Blacksburg, VA.
- Harringa J. L. , Cook B. A. , Beaudry B. J.** (Şubat 1992). "Effects of Vial Shape On The Rate of Mechanical Alloying In Si₈₀Ge₂₀" *Journal of Materials Science*, Cilt 27, Sayı 3, (sayfa 801-804).
- Hashe N.G., Neethling J.H., Bernt P.R., Hans-Olof A., Norgren S.** (2007). "A Comparison of the Microstructures of WC-VC-TiC-Co and WC-VC-Co Cemented Carbides" *International journal of Refractory Metals and Hard Materials* 25 (sayfa 207-213).

- Hohe J., Gumbsch P.** (2010). *Journal of Nuclear Materials* Sayı 400, (sayfa 218-231).
- Huang Y.D., Hort N., Dieringa H., Maier P., Kainer K.U.** (Ekim 2006). “Investigations on Thermal Fatigue of Aluminum and Magnesium Alloy Based Composites” *International Journal of Fatigue*, sayı 28, (sayfa 1399-1405).
- Hubbell J.H.** (2000). “X-Ray Cross-Sections and Crossroads” *Radiation Physics and Chemistry* 59, (sayfa 113-125).
- Itoh Y. ve Ishiwata Y.** (1996). “Strength Properties of Yttrium-Oxide Dispersed Tungsten Alloy” *JSME International Journals A, Mechanics and Materials Engineering* (sayfa 429-434).
- Kajioka M., Sakamoto T., Nakaib K., Kobayashib S., Kurishitac H., Matsuoc S., Arakawac H.** (Ekim 2011). “Effects of Plastic Working And MA Atmosphere On Microstructures of Recrystallized W-1.1%TiC” *Journal of Nuclear Materials*, Cilt 417, Sayı 1-3, 1 (sayfa 512-515).
- Kılınçarslan Ş., Başığit C., Akkurt I.**, (2007). “Barit Agregalı Ağır Betonların Radyasyon Zırhlama Amacıyla Kullanımının Araştırılması”, *Gazi Üni. Müh. Mim. Fakültesi Dergisi*, Cilt 22, No.2, (sayfa 393-399).
- Kılınçarslan Ş., Başığit C., Molla T., Sancar S.** (2011). *Journal of Polytechnic*, Sayı 14, No 2, (sayfa 93-99).
- Klar H.** (1990), *Metals Handbook*, 9. Baskı, Cilt 7, Powder Metallurgy, ASM, (sayfa 370-376).
- Knoll G.F.** (2002). “*Radiation Detection And Measurement*”, 4.Baskı, University of Michigan.
- Kurishitaa H., MatsuoaS., Arakawaa H., Kobayashib S., Nakaib K., Takidac T., Takebec K., Kawaid M.** (25 Mart 2008). “Superplastic Deformation In W-0.5 Wt.% TiC With Approximately 0.1 µm Grain Size”, *Materials Science and Engineering: A*, Cilt 477, Sayı 1-2, (sayfa 162-167).
- Kurishitaa H., Amano Y., Kobayashi S., Nakai K., Arakawa H., Hiraoka Y., Takida T.,.....MatsuiH.** (2007). “Development of Ultra-Fine Grained W-TiC and Their Machanical Properties For Fusion Applications”, *Journal of Nuclear Materials*, (sayfa 367-370), (sayfa 1453-1457).
- London A.J., Santra S., Amirthapandian S., Panigrahi B.K., Sarguna R.M., Balaji S.,....., GrovenorActa C.R.M.**, (Eylül 2015). “Effect of Ti and Cr on Dispersion, Structure and Composition of Oxide Nano-Particles in Model ODS Alloys” , *Materialia*, Sayı 97, (sayfa 223-233).
- Mabuchi M., Okamoto K., Saito N., Asahina T., Igarashi T.** (1997). “Deformation Behaviour and Strengthening Mechanisms at Intermediate Temperatures in W-La₂O₃” *Materials Science and Engineering A*, (sayfa 237-241).
- Mahmoodan M., Aliakbarzadeh H., Gholamipour R.** (2001). “Sintering of WC-10%Co Nano Powders Containing TaC and VC Grain Growth Inhibitors” *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 21 (sayfa 1080-1084).

- M.F.Yan** (1982). “Sintering of Ceramics and Metals”, *Advances in Powder Technology*, American Society for Metals, OH, (sayfa 99-133)
- Morton C.W., Wills D J, Stjernberg K.** (2005). “The Temperature Ranges of Maximum Effectiveness of Grain Growth Inhibitors In WC Alloys” [J]. *Int J Ref Met Mat*, 23, (sayfa 287-293).
- Öveçoğlu, M.L.** (1987). “*Development of A Dispersion-Strengthened Al-Fe-Ce Alloy By Mechanical Alloying and Related Theoretical Modeling of Dislocations In Composite Materials*”, (Doktora Tezi). Stanford University, Palo Alto , CA, A.B.D.
- Özkal B. ve Öveçoğlu M.L.** (Ekim 1998). "Mechanical Milling Studies in the Ni-Fe-W System and Heir Sintering Behaviours in Heavy Alloys “, *Cilt 1, PM98 World Congres, Granada, Spain* (sayfa 287-292)
- Palacios T., Mongeb M.A, Pastora J.Y.** (Ocak 2016). “Tungsten Vanadium Yttria Alloys For Fusion Power Reactors (I): Microstructural Characterization” *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Cilt 54, Ocak 2016, (sayfa 433–438).
- Petersson A., Agren J.** (2005) “Sintering Shrinkage of WC-Co Materials With Bimodal Grain Size Distribution”. *Acta Mat*, 53(6) , (sayfa 1665-1671).
- Phuong D.D, Van Trinh P., Van An N., Van Luan N., Minh P.N., Khisamov R., ... , Nazaro A.A.** (2014), “Effects of Carbon Nanotube Content and Annealing Temperature on The Hardness of CNT Reinforced Aluminum Nanocomposites Processed By The High Pressure Torsion Technique” *Journal of Alloys and Compounds*, Cilt 613, (sayfa 68-73).
- Pierson H.O.** (1996). “*Handbook of Refractory Carbides and Nitrides Properties, Characteristics, Processing and Applications*” Noyes Publications, USA.
- Raghavendra K.G., Dasgupta A., Bhaskar P., Jayasankar K., Athreya C.N., Panda P.,....., Ramaseshan R.** (Ocak 2016). “Synthesis and characterization of Fe-15 wt.% ZrO₂ nanocomposite powders by mechanical milling” *Powder Technology Sayı 287*, (sayfa 190–200).
- Raj R.** (1987). “Analysis of Sintering Process “, *J.Amer. Ceramic Soc.*, Sayı 70, C210-C-211.
- Randall M.G.** (1996) “*Sintering Theory and Practice*”, Wiley Publications, (sayfa 1-28).
- Rieth M.; Dudarev, S. L.; Gonzalez de Vicente, S. M.; Aktaa, J.; Ahlgren, T.; Antusch, S.....; Zivelonghi, A.** (Ocak 2013). “Recent Progress In Research on Tungsten Materials For Nuclear Fusion Applications In Europe” *Journal of Nuclear Materials Cilt 432, Sayı 1–3*, (sayfa 482–500).
- Roll, K.H.** (1984). *Powder Metal Technologies and Applications*, Metals Handbook 9. Baskı, Cilt 7 ASM Metal Park Ohio (sayfa 14-20).
- Ryu H.J. ve Hong S.H.** (2003). “Fabrication and Properties of Mechanically Alloyed Oxide-Dispersed Tungsten Heavy Alloys” *Materials Science and Engineering A363* (sayfa 179-184).

- Salvetat J.P., Andrew G., Briggs D., Bonard J.M., Bacsá R.R., Kulik A.J.,....., Burnham N.A, Forró L.** (Şubat 1999). “Elastic And Shear Moduli Of Single-Walled Carbon Nanotube Ropes” , *Phys. Rev. Lett.* 82, (sayfa 944).
- Seng W.F., Barnes P.A.** (2000) ”Calculation of Tungsten Silicide and Carbide Formation on SiC Using the Gibbs Free Energy” *Materials Science and Engineering: B, Cilt 72, Sayı 1*, (sayfa 13-18).
- Smeulders D. E. , Milev A. S. , Kamali G. S. Kannangara, Wilson M. A.** (Şubat 2005). “Rod Milling And Thermal Annealing Of Graphite: Passing The Equilibrium Barrier” *Journal Of Materials Science, Cilt 40, Sayı 3*, (sayfa 655–662).
- Smith D.L., Billone M.C., Natesan K.** (2000). ”Vanadium-Base Alloys For Fusion First-Wall/Blanket Applications”, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 18, (sayfa 213-224).
- Smith D.L., Chung H.M., Loomis B.A., Matsui H., Votinov S., Van Witzenburg W.** (1995) “Development of Vanadium-Base Alloys For Fusion First-Wall-Blanket Applications” ,*Fusion Engineering and Desing* 29, (sayfa 399-410).
- Smith D.L., Chung H.M., Matsui H., Rowcliffe A.F.** (1998). “Progress in Vanadium Alloy Development for Fusion Applications”, *Fusion Engineering and Desing* 41 (sayfa 7-14).
- Song, G.M., Wang, Yj., Zhou,** (2002). “The Mechanical and Thermophysical Properties of ZrC/W Composites at Elevated Temperatures” , *Materials Science and Engineering A* 334 (sayfa 223–232).
- Stork D., Agostini P., Boutard J.L., Buckthorpe D., Diegele E., Dudarev S.L.,....., Zinkle S.J.** (Aralık 2014). “Developing Structural, High-Heat Flux and Plasma Facing Materials For A Near-Term DEMO Fusion Power Plant: The EU Assessment” *Journal of Nuclear Materials, Proceedings of The 16th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-16), Cilt 455, Sayı 1-3*, (sayfa 277-291).
- Sun J., Zhao J. , Li Z., Ni X., Zhou Y., Li A.** (Şubat 2017). “Effects of Initial Particle Size Distribution and Sintering Parameters on Microstructure and Mechanical Properties of Functionally Graded WC-TiC-VC-Cr₃C₂-Co Hard Alloys” *Ceramics International Sayı 43*, (sayfa 2686–2696).
- Suryanarayana C.** (2001). “Mechanical Alloying and Milling”, *Progress in Materials Science* 46 (sayfa 1-184).
- Suryanarayana C., Al-Aqeeli N.** (2004). “Mechanically Alloyed Composites”, *Progress In Materials Science, Cilt 58*, (sayfa 383-502).
- Suryanarayana C., Al-Aqeeli N.** (2013). “Mechanically Alloyed Nanocomposites” *Progress In Materials Science, Cilt 58, Sayı 4*, (sayfa 383-502).
- Swinehart D.F., Chem J.,** (Temmuz 1962). “The Beer-Lambert Law”, 39 (7), (sayfa 333).
- Thummler F.,W. Thomma,** (1967). “The Sintering Process” , *Metall Revs., Cilt 12*, (sayfa 69-108).

- Tuğrul A., Demir E., Yılmaz O., Sönmez S., Öveçoğlu M.L., Büyük B.** (2016), “An Investigation on the Mass Attenuation Coefficients of W-VC-C and W-VC-TiC-C Composites for Gamma Radioisotopes”, *Acta Physica Polonica A Cilt 129, Sayı 4* (sayfa 724-727).
- Upadhyaya G.S.**, (2000). “*Sintered Metallic and Ceramic Materials, Preparation, Properties and Applications*” Department of Materials and Metallurgical Engineering Indian Institute of Technology.
- Velasco F., Isabel R., Anton N.** (2002). “TiCN-High Speed Steel Composites: Sinterability and Properties, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing” , *Cilt 33, Sayı 6*, (sayfa 819-827).
- Witusiewicz V.T. , Bondar A.A. , Hecht U., Zollinger J., Petyukh V.M., Fomichov O.S., Voblikov V.M., Rex S.** (2010). “Experimental Study and Thermodynamic Re-Assessment of The Binary Al-Ta System” *Intermetallics, Cilt 18, Sayı 1*, (sayfa 92-106).
- Wong W., Sheehan P.E, Lieber C.M.** (Eylül 1997). “Nanobeam Mechanics: Elasticity, Strength, And Toughness Of Nanorods And Nanotubeseric Science” *Cilt 277, Sayı 5334*, (sayfa 1971-1975).
- Wurster S., Gludovatz B., Pippin R.** (2010). ”High Temperature Fracture Experiments on Tungsten-Rhenium Alloys”, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials 28*, (sayfa 692-697).
- Zbiral J., Jangg G., Korb G.** (1992). "Mechanical Alloying: Development of Microstructure and Alloying Mechanisms", *Materials Science Forum, Vols. 88-90*, (sayfa 19-26).
- Zhang G. ve Gu D.** (2013). “Synthesis of Nanocrystalline TiC Reinforced W Nanocomposites by High-Energy Mechanical Alloying: Microstructural Evolution and Its Mechanism”, *Applied Surface Science, Sayı 273*, (sayfa 364–371).
- Zhang T., Wang Y., Zhou Y., Song G.** (2009). “Effect Of Particle Clustering On The Effective Modulus Of Zrc/W Composites” *International Journal Of Refractory Metals And Hard Materials 27* (Sayfa14-19).
- Zhang Y., Liu D., Wang Y., Du J., Zhang C., Feng S., Ouyang T., SuoJ.** (Ekim 2006). “A 9%Cr ODS Steel Composite Material Reinforced by Ti Layers” *Materials Science and Engineering: A Sayı 676*, (sayfa 253-262).
- Zhao J., M.P. Harmer** “Effect of Pore Distribution on Microstructure Development: II, First and Second Generation Pores”, *J.Amer.Ceramic Soc., Sayı 71*, (sayfa 530-539).
- Zinkle S.J., Matsui H., Smith D.L., Rowcliffe A.F., Osch E. van, Abe K., Kazakov V.A.** (1998) “Research and Development on Vanadium Alloys for Fusion Applications” *Journal of Nuclear Materials*, (sayfa 205-214 ve 258-263).

ÖZGEÇMİŞ



Ad-Soyad : Ozan YILMAZ
Doğum Tarihi ve Yeri : 17.05.1980 İstanbul
E-posta : ozanyilmaz@ymail.com

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : Yıldız Teknik Üniversitesi, Kimya-Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 2003
- **Yükseklisans** : Yıldız Teknik Üniversitesi, Kimya-Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 2006

DOKTORA TEZİNDEN TÜRETİLEN YAYINLAR, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- **Yılmaz O.**, Sönmez S., Öveçoğlu M.L., Bakkaloğlu A. 2015. Characterization Investigations of Tungsten-Vanadium Carbide- Titanium Carbide Composites via Mechanical Alloying. *International Porous-Powder Materials*, September 15-18, 2015 Çeşme, İzmir, Turkey.
- Tuğrul A., Demir E., **Yılmaz O.**, Sönmez S., Öveçoğlu M.L., Büyük B. 2015. An Investigation on the Mass Attenuation Coefficients of W-VC-C and W-VC-TiC-C Composites for Gamma Radioisotopes. *International Advance in Applied Physics and Materials Science Congress&Exhibition (APMAS 2015)*. April 16-19, 2015 Ölüdeniz, Turkey.
- Demir E., Tuğrul A.B., Sönmez S., Öveçoğlu M.L., Büyük B., **Yılmaz O.** 2016. Assessment on Gama Attenuation Behaviour of W-VC-C and W-VC-TiC-C Composites for Co-60 Radioisotopes. *International Conference on Computational and Experimental Science and Engineering (ICCESEN 2016)*, October 19-24, 2016 Kemer, Antalya, Turkey.
- Tuğrul A., Demir E., **Yılmaz O.**, Sönmez S., Öveçoğlu M.L., Büyük B. (2016), "An Investigation on the Mass Attenuation Coefficients of W-VC-C and W-VC-

TiC-C Composites for Gamma Radioisotopes”, Acta Physica Polonica A Cilt 129, Sayı 4 (sayfa 724-727). DOI: 10.12693/ AphysPolA.129.724

- Demir E., Tuğrul A.B., Sönmez S., Öveçoğlu M.L., Büyük B., **Yılmaz O.** 2017. “Assessment on Gama Attenuation Behaviour of W-VC-C and W-VC-TiC-C Composites for Co-60 Radioistopoes”, Acta Physica Polonica A, (Basım Aşamasında)

