



EGE ÜNİVERSİTESİ



YÜKSEK LİSANS TEZİ

**MEKANİK ÖĞÜTME VE SPARK PLAZMA
SİNERLEME İLE ÜRETİLEN Mg PM
MALZEMELERİN MİKROYAPI VE MEKANİK
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Mutlu KARAŞOĞLU

Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Serdar KARAOĞLU

Makina Mühendisliği Anabilim Dalı

Sunuş Tarihi : 23.02.2018

Bornova-İZMİR

2018

EGE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
(YÜKSEK LİSANS TEZİ)

**MEKANİK ÖĞÜTME VE SPARK PLAZMA
SİNERLEME İLE ÜRETİLEN Mg PM
MALZEMELERİN MİKROYAPI VE MEKANİK
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Mutlu KARAŞOĞLU

Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. Serdar KARAOĞLU

İkinci Danışmanı: Prof. Dr. Gürsoy ARSLAN

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Sunuş Tarihi: 23.02.2018

**Bornova-İZMİR
2018**

Mutlu KARAŞOĞLU tarafından yüksek lisans tezi olarak sunulan “Mekanik Öğütme ve Spark Plazma Sinterleme ile Üretilen Mg PM Malzemelerin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi” başlıklı bu çalışma EÜ Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği ile EÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Eğitim ve Öğretim Yönergesi’nin ilgili hükümleri uyarınca tarafımızdan değerlendirilerek savunmaya değer bulunmuş ve 23.02.2018 tarihinde yapılan tez savunma sınavında aday oybirliği/oyçokluğu ile başarılı bulunmuştur.

Jüri Üyeleri:

İmza

Jüri Başkanı : Prof.Dr Rasim İPEK



Raportör Üye : Yrd. Doç. Dr. Serdar KARAOĞLU (Danışman)



Üye : Prof.Dr. Gürsoy ARSLAN (2.Danışman)



Üye : Prof.Dr. Ali Arslan KAYA



Üye : Yrd.Doç.Dr. Ege Anıl DİLER



EGE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
ETİK KURALLARINA UYGUNLUK BEYANI

EÜ Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin ilgili hükümleri uyarınca Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “Mekanik öğütme ve Spark Plazma Sinterleme ile Üretilen Mg PM Malzemelerin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi” başlıklı bu tezin kendi çalışmam olduğunu, sunduğum tüm sonuç, doküman, bilgi ve belgeleri bizzat ve bu tez çalışması kapsamında elde ettiğimi, bu tez çalışmasıyla elde edilmeyen bütün bilgi ve yorumlara atıf yaptığımı ve bunları kaynaklar listesinde usulüne uygun olarak verdiğimi, tez çalışması ve yazımı sırasında patent ve telif haklarını ihlal edici bir davranışımın olmadığını, bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya diğer bir üniversitede başka bir tez çalışması içinde sunmadığımı, bu tezin planlanmasından yazımına kadar bütün safhalarda bilimsel etik kurallarına uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul edeceğimi beyan ederim.

23/02/2018

Mutlu KARAŞOĞLU



ÖZET**MEKANİK ÖĞÜTME VE SPARK PLAZMA SİNERLEME İLE
ÜRETİLEN Mg PM MALZEMELERİN MİKROYAPI VE
MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ****KARAŞOĞLU, Mutlu**

Yüksek Lisans Tezi, Makina Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. Serdar KARAOĞLU

İkinci danışman: Prof. Dr. Gürsoy ARSLAN

Şubat 2018, 108 sayfa

Bu tezde, ticari saflıkta magnezyum tozları mekanik öğütme yöntemi ile 0.5-1-2.5-5-10-20-30 saat sürelerde öğütülerek farklı tane boyutlarında tozlar elde edilmiştir. XRD analizleri sonucunda 2.5 saat ve üzeri öğütmelerde magnezyum oksit fazının oluştuğu gözlemlenmiştir. Öğütme sonrası tozlar spark plazma sinterleme (SPS) yöntemiyle sinterlenerek konsolide edilmiştir. Sinterleme işlemi 550 °C sıcaklıkta, 100 °C/dk ısıtma hızında, 10 dk. sürede ve 50 MPa basınç altında gerçekleştirilmiştir. Sinterleme sonrası yapılan tane boyutu analizleriyle numunelerde bir miktar tane büyümesi oluştuğu fakat bu büyümenin kısıtlı olduğu ve 5 saat ve üzeri sürelerde öğütülmüş numunelerin nanokristalin yapılarını korudukları görülmüştür. Sinterleme sonrası yapılan yoğunluk ölçümleri sonucunda, 5 saate kadar olan öğütme sürelerinde yüksek yoğunluklar elde edilirken, daha uzun süreli öğütmelerde düşük yoğunluklar elde edilmiştir. Numunelere basma ve sertlik testleri yapılmıştır. Akma gerilmeleri ve sertlik değerlerinin 5 saat öğütme süresine kadar artan öğütme süresiyle birlikte arttığı, 10 h ve üzeri sürelerde ise bu değerlerin düştüğü gözlemlenmiştir. Tane boyutunun deformasyon davranışını değiştirdiği testler ve analizlerle belirlenmiştir. Tane boyutu azalışının dayanım ve sünekliği artırdığı görülmüştür.

Anahtar sözcükler: Magnezyum, mekanik öğütme, SPS, tane boyutu, deformasyon davranışı, nanoyapılı malzemeler

ABSTRACT
INVESTIGATION OF MICROSTRUCTURES AND MECHANICAL
PROPERTIES OF Mg PM MATERIALS PRODUCED BY
MECHANICAL MILLING AND SPARK PLASMA SINTERING

KARAŞOĞLU, Mutlu

Msc in Mechanical Engineering

Supervisor: Asst. Prof. Dr. Serdar KARAOĞLU

Co-Supervisor: Prof. Dr. Gürsoy ARSLAN

February 2018, 108 pages

In this thesis, powders in different sizes were obtained by milling commercially pure magnesium powders at 0.5-1-2.5-5-10-20-30 hours. XRD analysis of the milled powders revealed formation of magnesium oxide phase in the grindings over 2.5 hours. After milling, the powders were sintered by spark plasma sintering (SPS) method. Sintering was carried out at a temperature of 550 °C, heating rate of 100 °C/min, in 10 minutes and at a pressure of 50 MPa. Postsintering grain size analysis showed that there were some grain growths in the samples but these growths were limited and the samples milled longer than 5 hours protected their nanocrystalline structures. As a result of density measurement after sintering, low densities were obtained 10 hours and over grinding periods while high densities were obtained at grinding times of 5 hours and below. Compression tests and hardness measurements were performed on the samples. Yield strength and hardness values increased with increasing milling times up to 5 hours, while these values decreased for longer durations. The test and analysis showed that the grain size had an important effect on deformation behaviour. It has been reported that grain refinement enhanced the strength and ductility.

Key words: Magnesium, mechanical milling, SPS, grain size, deformation behaviour, nanostructured materials

TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarım ve yüksek lisans öğrenimimde yaptığı katkılardan dolayı akademik anlamda beni yetiştiren danışmanım sayın Yrd. Doç. Dr. Serdar Karaoğlu'na, sunduğu imkanlar, değerli fikir ve görüşleriyle yaptığı yönlendirmelerden dolayı ikinci danışmanım sayın Prof. Dr. Gürsoy Arslan'a teşekkürü borç bilirim. Mekanik testler için sağladıkları laboratuvar ve cihaz desteklerinden dolayı Anadolu Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü öğretim üyeleri sayın Doç. Dr. Cem Sevik ve sayın Yrd. Doç. Dr. Kadri Can Atlı'ya teşekkürlerimi sunarım. Tüm eğitim hayatım boyunca desteklerini esirgemeyen aileme ve tez sürecinde gösterdiği sonsuz sabır ve manevi destek için sevgili eşime teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	VII
ABSTRACT	IX
TEŞEKKÜR	XI
İÇİNDEKİLER	XIII
ŞEKİLLER DİZİNİ	XVII
ÇİZELGELER DİZİNİ	XXI
SİMGELER VE KISALTMALAR	XII
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	3
2.1. Kompozit Malzemeler	3
2.1.1. Kompozit Malzemelerin Tarihçesi	4
2.2. Metal Matrisli Kompozitler	6
2.2.1. Metal Matrisli Kompozit Çeşitleri	7
2.2.2. Metal Matrisli Kompozitlerde Kullanılan Takviyeler	9
2.2.2.1. Silisyum Karbür (SiC)	10
2.2.2.2. Alumina (Al ₂ O ₃)	12

İÇİNDEKİLER (devam)

Sayfa

2.2.2.3. Magnezyum Oksit (MgO)	12
2.2.3. Metal Matrisli Kompozitlerde Kullanılan Matrisler	14
2.2.3.1. Alüminyum (Al)	14
2.2.3.2. Titanyum (Ti)	16
2.2.3.3. Magnezyum (Mg).....	17
3. MAGNEZYUMUN DEFORMASYON DAVRANIŞI.....	25
3.1. Magnezyumun Kayma Modları	27
3.2. Magnezyumun İkizlenme Modları.....	30
3.3. Mukavemetlendirme ve Süneklik Artırma Mekanizmaları	35
3.3.1. Isıl Genleşme Katsayısı ve Elastisite Modülü Farkı	36
3.3.2. Yük Taşıma Etkisi.....	37
3.3.3. Orowan Mukavemetlenmesi	37
3.3.4. Tane Boyutu Etkisi	37
4. MEKANİK ÖĞÜTME.....	44
4.1. Mekanik Alaşımlama İşlemi ve Mekanizması.....	45

İÇİNDEKİLER (devam)

	<u>Sayfa</u>
4.2. Proses Parametreleri.....	49
4.3. Değirmen Tipleri.....	52
4.4. Nanokristalin Toz Üretimi	52
5. SPARK PLAZMA SİNERLEME	60
5.1. Çalışma Prensipleri	71
5.2. Magnezyum ile Yapılmış SPS Çalışmaları.....	65
6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	68
6.1. Malzeme.....	68
6.2. Numune Üretimi	69
6.2.1 Mekanik Öğütme	71
6.2.2 Sinterleme	71
6.3. Karakterizasyon ve Analizler.....	71
6.3.1. XRD ile Kalitatif Faz Analizleri ve Tane Boyutu Belirleme.....	71
6.3.2. Yoğunluk Ölçümü.....	71
6.3.3. Metalografi.....	71
6.3.4. Basma Testleri	71

İÇİNDEKİLER (devam)

	<u>Sayfa</u>
6.3.5. Sertlik Ölçümü	73
7. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	74
7.1. Öğütme Sonrası Toz Partiküllerinin Boyut Değişimi ve Morfolojik Dönüşümleri	74
7.2. Öğütme Sonrası Tozların Tane Boyutları	76
7.3. Sinterleme Sonrası Numunelerin Tane Boyutu	78
7.4. Sinterleme Sonrası Yoğunluklar	83
7.5. Basma Testi Sonuçları	86
7.6. Sertlik Sonuçları.....	92
8. GENEL SONUÇLAR	94
KAYNAKLAR DİZİNİ.....	95
ÖZGEÇMİŞ.....	108

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1	Uçak gövdelerindeki kompozit oranlarının yıllara göre değişimi 5
2.2	Farklı tiplerdeki metal matrisli kompozitler 8
2.3	SR-71 BlackBird 16
2.4	Malzemelerin spesifik dayanımları ve rijitlikleri..... 19
2.5	Toyota Camry'nin direksiyonu (b) Ford Zetec motor kapağı (c) Cadillac Northstar motoru emme manifoldu (d) BMW motor bloğu 20
2.6	a) Sikorsky S-56 (1950) 115 kg Mg, b) Tupolev TU-95MS: 1550kg Mg..... 21
2.7	Ters itici Boeing..... 22
2.8	Transmisyon muhafazası Sikorsky UH60 Blackhawk 22
2.9	Farklı magnezyum uygulamaları 22
2.10	Magnezyum alaşımından yapılmış metal stent 23
2.11	Biyobozunur magnezyum alaşımı implant vida ve kemiğin vida ve plakayla sabitlenişi 23
3.1	a) Basit hegzagonal birim hücresi. b) Sıkı paket hegzagonal yapı..... 26
3.2	SPH kristalde, bi-pirimidal yapıdaki dislokasyonlar 26
3.3	SPH kristaldeki kayma sistemleri a) Bazal $\{0001\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ b) Prizmatik $\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ c) Prizmatik $\{10\bar{1}0\}\langle 0001\rangle$ d) Piramidal $\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}3\rangle$ e) Piramidal $\{1\bar{1}01\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ Piramidal $\{1\bar{1}01\}\langle 11\bar{2}3\rangle$ 29
3.4	İkizlenmenin kristalografik gösterimi..... 30

ŞEKİLLER DİZİNİ (Devam)

Şekil	Sayfa
3.5	η1 ikiz kesmesi ile küreden elipsoide dönüşüm..... 32
3.6	İkiz kesmelerinin eksenel oran ile değişimi. İçi dolu noktalar aktif ikiz modlarını göstermektedir. Negatif eğimler c ekseninde uzamaları, pozitif eğimler ise kısalmayı göstermektedir 33
3.7	Ekstrüzyon yönüne paralel AZ31 magnezyum alaşımının çekme ve basma eğrileri 33
3.8	{10 $\bar{1}2$ } ikizlerinin oluşturduğu kafes yönlenmesi 34
3.9	Orowan modeli..... 38
4.1	Toz bileşimlerinin mekanik alaşımlama sırasında deformasyon karakteristiklerinin gösterimi 46
4.2	Mekanik alaşımlama sırasında bilye-toz-bilye çarpışması 47
4.3	Toz partiküllerinin mekanik alaşımlama aşamalarıyla dönüşümü 48
4.4	a) Cu-Al (sünek-sünek), b) Al-A ₂ O ₃ (sünek-kırılgan), c) Ge-Si (kırılgan-kırılgan) 49
4.5	Tambur tipi değirmen 53
4.6	SPEX çalkalayıcı değirmen 54
4.7	Atritör değirmen..... 55
4.8	a) Planet tipi değirmen b) planet değirmende kullanılan hazne ve bilyeler c) planet değirmenin şematik gösterimi 56
4.9	Nano kristal yapı oluşumunun şematik gösterimi. a) düşük dislokasyon yoğunluklu orijinal tane b) ağır deformasyon sonucu yüksek dislokasyon yoğunluğu oluşumu c) dislokasyonların yönlenmesi ve dar açılı tane sınırlarının oluşumu d) geniş açılı tane sınırı dönüşümü..... 57
5.1	Toz partiküllerinden akım geçişi..... 63

ŞEKİLLER DİZİNİ (Devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
5.2 SPS cihaz şeması.....	65
6.1 Partikül boyutu analizi sonucu.....	69
6.2 Kullanılan Mg tozunun XRD faz analizi sonucu.....	69
6.3 Kullanılan değirmen, hazne ve bilyeler	70
7.1 Öğütme sürelerine göre tozların 300x büyütmede alınmış SEM görüntüleri a) Öğütülmemiş b) 0,5h c) 1h d) 2,5h e) 5h f) 10h g) 20h h) 30h	75
7.2 Öğütme sürelerine göre partikül boyut değişimi grafiği.....	75
7.3 Öğütme sürelerine göre XRD sonuçları.....	76
7.4 Öğütülmemiş Mg tozunun mikroyapı görüntüsü	77
7.5 Sinterleme sonrası XRD sonuçları.....	78
7.6 Sinterleme sonrası dağlanmış mikroyapıların 2500x büyütmede SEM görüntüleri a) öğütülmemiş b) 0,5h c) 1h d) 2,5h e) 5h f) 10h g)20h h) 30h	79
7.7 20 saat öğütülmüş numunenin EDX analizi için alınmış mikroyapı görüntüsü	81
7.8 Şekil 7.7’de görülen 1. noktanın elementel spektrumu.....	81
7.9 Şekil 7.7’de görülen 2. noktanın elementel spektrumu.....	82
7.10 Fe-Mg faz diagramı.....	83
7.11 Öğütme süresine göre sinterleme sonrası yoğunluk değişimi grafiği	84

ŞEKİLLER DİZİNİ (Devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
7.12 Sinterleme sonrası optik mikroskop ile 5x büyütmede alınmış mikroyapı görüntüleri a) öğütülmemiş b)0,5h c)1h d)2,5h e)5h f)10h g)20h h)30h	84
7.13 20 saat öğütülmüş numunenin sinterleme sonrası gözenek bölgesinden alınmış SEM görüntüsü.....	86
7.14 İngot malzemenin mikroyapı görüntüsü	87
7.15 Basma testi eğrileri	88
7.16 Öğütme sürelerine göre basma akma gerilmeleri değişimi grafiği	88
7.17 İngot numunenin basma testi sonrası 50x büyütmede optik mikroskop görüntüsü	90
7.18 Öğütülmemiş numunenin basma testi sonrası 50x büyütmede optik mikroskop görüntüsü	90
7.19 2.5 sa. öğütülmüş numunenin basma testi sonrası 50x büyütmede optik mikroskop görüntüsü	91
7.20 5 sa. öğütülmüş numunenin basma testi sonrası 50x büyütmede optik mikroskop görüntüsü	91
7.21 20 sa. öğütülmüş numunenin basma testi sonrası 50x büyütmede optik mikroskop görüntüsü	92
7.22 Öğütme sürelerine göre sertlik değişimi grafiği	93

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
2.1 Metal matrisli kompozitlerde kullanılan tipik takviyeler.....	9
2.2 Metal matrisli kompozitlerde kullanılan bazı takviyeler	10
2.3 SiC partikül takviyelerin mekanik ve fiziksel özellikleri.....	11
2.4 Saf alüminyumun önemli fiziksel özellikleri	15
2.5 Bazı yapısal metallerin yoğunluk değerleri	18
2.6 Magnezyumun mekanik özellikleri.....	24
3.1 Sıkı paket hegzagonal yapılı magnezyumda kayma sistemleri.....	28
3.2 Kayma sistemlerinin kritik kayma gerilmeleri.....	29
3.3 Bazı metallerin σ_0 ve k değerleri.....	40
6.1 Spektral analiz sonuçları	68
7.1 Öğütme sürelerine göre, öğütme sonrası tozların tane boyutları	76
7.2 Sinterleme sonrası tane boyutları	78
7.3 1. Noktanın elementel konsantrasyonu	82
7.4 2. Noktanın elementel konsantrasyonu	82
7.5 Sinterleme sonrası öğütme sürelerine göre nispi yoğunluklar	84

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simge</u>	<u>Açıklama</u>
Al	Alüminyum
Ti	Titanyum
Si	Silisyum
Mg	Magnezyum
Zn	Çinko
Ni	Nikel
Ce	Seryum
La	Lantalum
Cu	Bakır
Ge	Germanyum
Pr	Praseodim
Na	Sodyum
Ca	Kalsiyum
Mn	Manganez
Th	Toryum
B	Bor
W	Tungsten
Nb	Niobyum
C	Karbon

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ (devam)

O	Oksijen
As	Arsenik
Sn	Kalay
UV	Ultraviyole
μm	Mikronmetre
g	Gram
$^{\circ}\text{C}$	Selsiyus
cm^3	Santimetreküp
GPa	Gigapaskal
MPa	Megapaskal
K	Kelvin
kg	Kilogram
HV	Vickers
HB	Brinell
KJ	Kilojoule
Ω	Ohm
km	Kilometre
hp	Beygir
nm	Nanometre
T_m	Ergime sıcaklığı
rpm	Devir/Dakika

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ (devam)

g	Gram
kV	Kilovolt
mA	Miliamper
kN	Kilonewton

<u>Kısaltma</u>	<u>Açıklama</u>
SMK	Seramik Matrisli Kompozit
MMK	Metal Matrisli Kompozit
PMK	Polimer Matrisli Kompozit
SPH	Sıkı Paket Hegzagonal
YMK	Yüzey Merkezli Kübik
MA	Mekanik Alaşımlama
MÖ	Mekanik Öğütme
PKA	Proses Kontrol Ajanı
SPS	Spark Plazma Sinterleme
DC	Direct Current (Doğru Akım)
OES	Optical Emission Spectroscopy (Optik Emisyon Spektrometre)
XRD	X Ray Diffraction (X Işını Kırınımı)
SEM	Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron Mikroskobu)
TEM	Transmission Electron Microscope (Geçirimli Elektron Mikroskobu)

1. GİRİŞ

Tarihin başlangıcından beri yeni materyaller geliştirme, insan uygarlığının bir dürtüsü olmuştur. İnsanlar, taş devrinden bronz devrine, daha sonra demir devrine doğal materyalleri geliştirdi. Malzemelerin tarihsel evrimi, şuan bir mühendise seçmesi için 40000-80000 civarında materyal sunmaktadır. Hala malzeme bilimcileri ve mühendisler devam eden teknik gelişmelerin ihtiyaçlarını karşılamak için yeni proses yöntemleri ve malzemeler geliştirmeye çalışmaktadırlar(Hassan and Gupta, 2005).

Modern teknolojilerin birçoğu, konvansiyonel metal alaşımları, seramik ve polimer malzemelerle örtüşmeyen, alışılmadık özellik kombinasyonlarına ihtiyaç duyarlar. Bu durum özellikle havacılık, sualtı ve taşımacılık uygulamalarında ön plana çıkar. Malzeme özelliklerinin kombinasyonları, kompozit malzemelerin geliştirilmesiyle büyütülmektedir(Callister, 2007).

Metal matrisli kompozitlerin monolitik malzemelere göre yüksek spesifik mukavemet, boyutsal stabilite, daha yüksek sürünme ve yorulma direnci, polimer matrisli malzemelere göre daha yüksek servis sıcaklığı, elektriksel ve termal iletkenlik gibi avantajları vardır(Chawla and Chawla, 2006a1).

Metal matrisli kompozitler arasında Mg matrisli kompozitler, düşük yoğunlukları, spesifik mukavemetleri ve rijitlikleri, yüksek aşınma dirençleri nedeniyle çok daha cazip hale gelmektedirler(Jiang, 2005). Metaller yapı malzemeleri arasında Mg düşük yoğunluğu nedeniyle düşük ağırlık uygulamaları için muhtemelen en iyi adaydır. Mg temelli malzemeler alüminyuma göre % 35, çeliğe göre % 75 oranda ağırlık azaltma potansiyeline sahiptir(Nguyen and Gupta, 2010).

Magnezyumun düşük elastisite modülü, artan sıcaklıkla hızla düşen dayanım, düşük sürünme mukavemeti, düşük süneklik gibi olumsuz özellikleri vardır. Bu olumsuz özellikler genellikle daha sert ve dayanımlı metalik ve seramik takviyelerle giderilir. Ama mikron ölçekteki takviyeler magnezyumun dayanımını makul ölçekte artırmaksızın sünekliğine zarar vermektedir(Zhong et al., 2007). Bu kompozitlerin süneklik ve mukavemetleri nanokompozitlerinin geliştirilmesiyle artırılabilir

Nanokompozitler, nano boyutlu taneler içeren nanokristal matrisli kompozitlerdir. Nano boyutlu ikinci faz partiküllerinden boridler, karbidler, nitritler, oksitler ve hidridler, bu nanokompozitlerde çoğunlukla kullanılırlar(Lai et al., 2004).

Bu çalışmada toz formundaki saf magnezyum metali, farklı sürelerde mekanik öğütmelere maruz bırakılarak farklı tane boyutlarında tozlar üretilmiştir. Tozların spark sinterleme metoduyla (SPS) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerde farklı tane boyutlarının ve içyapıda oluşan ikincil fazların mekanik özelliklere ve malzemenin deformasyon davranışına olan etkiler araştırılmıştır.



2. GENEL BİLGİLER

2.1. Kompozit Malzemeler

Kompozit malzeme, aralarında fark edilebilir bir ara yüzey olan iki veya daha fazla malzemenin makroskopik kombinasyonudur(ASM International, 2001b1). Karbon elyafı plastikler, otomobil lastikleri ve sermetler bunlara örnek olarak gösterilebilirler. Moleküler ve atomsal düzeyde birleştirilen malzemeler, alaşımlar mikroskobik olarak homojen olduklarından kompozit malzeme olarak sınıflandırılmazlar. Örnek; çelikteki krom ve vanadyum bir karışım oluşturur ve bir kompozit değildir. Çünkü yapı mikroskobik olarak homojendir, fakat karbür uçlu takımlarda, yumuşak kobalt metal matris içine sert karbürlerin yerleştirilmesi parçacıklı kompozit oluşturur(Şahin, 2000a1).

Kompozitler, malzemenin mekanik, fiziksel ve kimyasal özelliklerini optimize etmek için üretilirler. 1960' ların başından beri, havacılık, enerji, inşaat ve çeşitli yapısal uygulamalar için daha dayanıklı ve daha güçlü, ama daha hafif malzeme isteği artmaktadır. Bu istekleri karşılayabilecek monolitik malzeme olmadığı için bu istek ve ihtiyaçlar, farklı malzemelerin kompozit yapı içerisinde bir araya getirilmesi konseptine yol açmıştır.

Kompozitler, genellikle matris içerisine gömülmüş takviye içerirler. Dayanımı artırmak ve özellikleri geliştirmek için etkili olan metot, dağıtılmış fazları mühendislik malzemesi olan (seramik, metal, polimer) matrise katmaktır. Böylece seramik matrisli (SMK), metal matrisli (MMK), polimer matrisli (PMK) veya hibrid kompozitler elde edilebilir. Bir kompozitte matris genellikle düşük modüle sahipken, takviye tipik olarak 50 kat daha dayanımlı ve 20-150 kat daha serttir. MMK ve SMK'lar, PMK'ların yetersiz kaldığı görece daha yüksek sıcaklık uygulamaları için geliştirildiler. Üstelik metaller termal ve elektriksel olarak daha iletken oldukları için ısı dağıtım ve elektronik taşıma uygulamalarında da kullanılmaktadır(Akovali, 2001).

Takviye fazı olarak farklı morfolojide uzun, kısa fiberler veya partikül seramikler kullanılmaktadır. Bunların temel görevi gelen yükü taşımaktır. Matrisin

görevi ise takviye fazlarına yükü iletmek, onları bir arada tutmak ve takviye fazları genelde gevrek ve kırılgan olduğu için onların yüzeylerini dış etkilere karşı korumaktır. Ayrıca sünekliği sayesinde takviyede oluşan çatlakların ilerlemesini engeller. Plastik deformasyon ve çatlakların yönünü elyaflara paralel olarak değiştirir.

Kompozit malzemelerde, bileşenlerin en iyi özelliklerinin bir araya toplanması önemli avantajlar sağlar. Bunlar şu şekilde sıralanabilir:

- Yüksek dayanım
- Yüksek rijitlik
- Yüksek yorulma dayanımı
- Yüksek aşınma dayanımı
- Yüksek korozyon dayanımı
- Yüksek termal iletkenlik
- Hafiflik
- Estetik görünüm

Avantajlarının yanında bazı dezavantajları da bulunmaktadır. Bunlar;

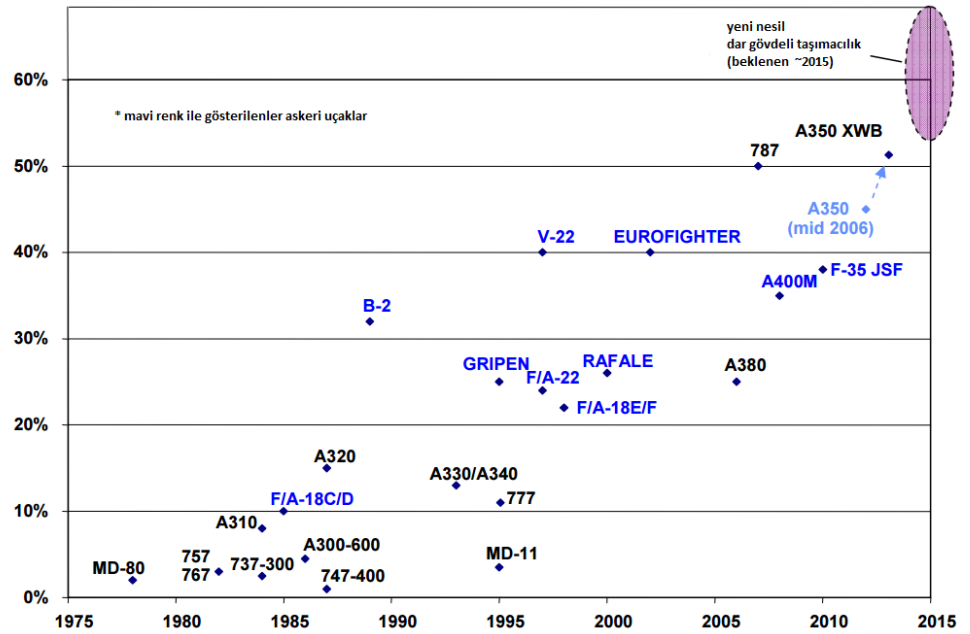
- Üretim zorluğu
- Yüksek maliyet
- Geri dönüşüm olmaması
- Düşük kırılma uzamasıdır(Şahin, 2001a2).

2.1.1. Kompozit Malzemelerin Tarihçesi

Organik matrisli kompozitler, II. Dünya Savaşı sırasında var olan yapısal materyallerden daha yüksek spesifik dayanımlı ve rijit malzemeler üretmek için havacılık cemiyetinin çalışmalarıyla ortaya çıkmıştır. Üstelik var olan yapısal alaşımlar korozyon ve yorulma hasarlarına maruz kalırken, organik matrisli kompozitler bu sorunların üstesinden gelebilmek için bir yaklaşım sağladı. Savaşın sonuna doğru, cam fiber takviyeli plastikler filament sarılmış roket motorlarında başarıyla kullanıldı ve daha birçok yapısal prototip uygulamalarında sergilendi.

Soğuk savaş sırasında, yeni ve yüksek teknoloji malzemelerin araştırma ve geliştirmesi için olan savunma harcamalarına yeterli kaynak ve uygulama için

market sağlandı. Önemli sayıda yeni askeri uçak ve sistemler, yüksek performanslı organik matrisli kompozitlerin gelişmesi için uygun ortam hazırladı. 1970'lerdeki enerji krizi, organik matrisli kompozitlerin ticari uçaklara girişi için önemli bir teşvik sağladı ve savaş uçaklarındaki başarılı deneyim ticari endüstride kabul görmesi için önemli bir faktördü. Sonraki otuz yılda, organik matrisli kompozitlerin havacılık ve uzay araçlarındaki oranı gittikçe arttı. Kompozit malzemelerin sivil ve askeri kara ve deniz araçlarında kullanımı için de paralel programlar devam ediyordu. Örneğin botlar ve diğer denizcilik uygulamaları için geliştirilen cam fiber yapılar oldukça başarılıydı. Ve şuan kompozit üretim hacminin önemli bir kısmını oluşturmaktalar(ASM International, 2001b2).



Şekil 2.1: Uçak gövdelerindeki kompozit oranlarının yıllara göre değişimi(Tomblin, J, 2017)

Metal matrisli kompozit örnekleri antik çağlara kadar uzanmaktadır. Yüksek miktarda metal olmayan inklüzyonlar oluşturan laminasyon ve dövme işlemlerinin tekrarlanmasıyla üretilen, Çayönü'nde (Türkiye) bulunan bakır şişlerin tarihi İ.Ö. 7000'lere dayanmaktadır(Clyne and Withers 1993a1).

Metal matrisli kompozitlerin geliştirilmesi için ilk girişimler 1950'ler ve 1960'ların başlarında ortaya çıktı. Temel motivasyonu, metalik materyallerin yapısal yeterliliğini dramatik olarak artırırken, yüksek kimyasal inertlik, yüksek kayma mukavemeti ve yüksek sıcaklıkta özelliklerini muhafaza etmesi gibi

avantajlarını korumaktı. Sinterlenmiş alüminyum tozlarının ilk çalışmaları, süreksiz fiber takviyeli metal matrisli kompozitler için öncüydü. Yüksek dayanımlı monofilamentlerin geliştirilmesi - ilk olarak bor ve sonra silisyum karbür - 1960'lar ve 1970'lerin başı boyunca fiber takviyeli metal matrisli kompozitler üzerine önemli çalışmalara olanak verdi. 1970'lerin sonlarında silisyum karbür kısa fiberli metal matrisli kompozitler üzerine çalışmalar yapıldı. Kısa fiberlerin yüksek maliyeti ve fiberleri konsolidasyon sırasında oluşan hasarlardan koruma zorluğu, partikül takviyeli konsepte yol açtı. Ortaya çıkan materyal, yaklaşık eş dayanım ve rijitliği, daha düşük maliyet ve daha kolay bir üretimle sağlayabildi. 1980'ler boyunca, hem sürekli hem süreksiz fiber takviyeli MMK'ler üzerine çalışmalar devam etti. Ana çalışmalar, partikül, kısa fiber ve lif takviyeli alüminyum, magnezyum, demir ve bakır metal matrisli kompozitlerin otomotiv, termal yönetim, triboloji ve havacılık uygulamaları üzerineydi(ASM International, 2001b2).

2.2. Metal Matrisli Kompozitler

Metal matrisli kompozitler, bütün kompozitlerde olduğu gibi istenen özellikleri vermesi için uygun olarak dağıtılmış, ayrı bileşenleri istenen özelliklerde olmayan kimyasal ve fiziksel olarak en az iki farklı faz içerirler(Chawla and Chawla, 2006a1). MMK konseptinde, metalik matrisin tokluğu ve sünekliği, seramik takviyenin yüksek modül ve dayanımı gibi iki farklı malzemenin en iyi özelliklerini kullanarak, takviyesiz metale üstün özellikler kazandırma yer alır.

MMK'lerin özellikleri, matris malzemesinin, takviyenin ve matris-takviye ara yüzeyinin özelliklerine bağlıdır. Matris seçimi, amaçlanan uygulama için olan dayanım, sıcaklık, yoğunluk ve maliyet ihtiyaçlarına bağlıdır. Örneğin titanyum, yüksek dayanım ve orta ölçekli sıcaklık uygulamaları için uygun bir aday olarak çıkar. Fakat alüminyum spesifik özelliklerde, düşük yoğunluğu sayesinde daha düşük dayanım ve sıcaklık kabiliyetine rağmen titanyumla yarışabilir, üstelik titanyuma göre daha düşük maliyeti alüminyuma ek bir avantaj sağlar.

En önemli faktörlerden birisi takviye matris malzemesinin uyumluluğudur. Uyumluluktan kasıt, matris ve takviye ara yüzeyinde istenmeyen kimyasal reaksiyonların oluşmamasıdır. Bu reaksiyonlar bazen ara yüzeyde yükün takviyeye

iletilmesi üzerine olumsuz etkileri olabilen intermetalik yapılar oluşmasına yol açabilirler, ayrıca reaksiyon ürünleri, çatlak başlangıç noktaları olarak da davranabilirler.

MMK'lerde mekanik özelliklere olan, modül, dayanım, yorulma dayanımı artışı gibi katkıları takviye sağlar. Fakat seramiklerin çoğunun süneklik ve kırılma tokluğu daha düşük olduğu için MMK'lerin süneklik ve tokluğunun takviyesiz metallere göre daha düşük olduğu bilinmektedir. Bu özellikler yük taşıyan yapısal uygulamalar için oldukça önemlidir. Dolayısıyla, çok açık olarak yüksek süneklik ve kırılma tokluğu özelliklerine sahip matris alaşımları, MMK uygulamaları için arzu edilmektedir(ASM International, 2001b3).

MMK'lerin takviyesiz metallere göre avantajları:

- Yüksek dayanım/ağırlık oranı nedeniyle hafiflik
- Olağanüstü boyut stabilitesi
- Yüksek sıcaklık stabilitesi, örneğin sürünme direnci
- Önemli oranda artırılmış yorulma direnci

MMK'lerin PMK'lere göre avantajları:

- Yüksek dayanım ve sertlik
- Yüksek işletme sıcaklığı
- Yüksek elektriksel iletkenlik
- Yüksek termal iletkenlik
- Geliştirilmiş birleştirme kabiliyeti
- Radyasyon direnci (lazer, UV, nükleer vs.)
- Çok az kontaminasyon olması veya hiç kontaminasyon olmaması (gaz çıkışı ve nem absorpsyonu problemlerinin olmaması)

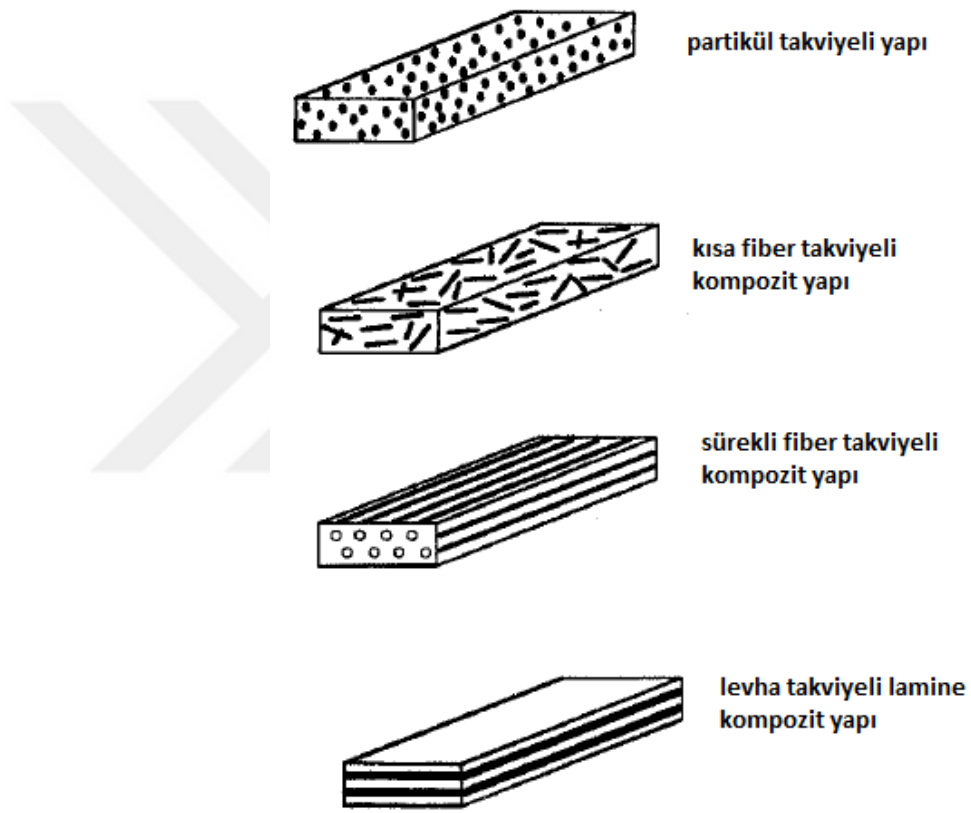
2.2.1. Metal Matrisli Kompozit Çeşitleri

Bütün metal matrisli kompozitlerde metal ya da metalik alaşım matris olarak bulunurken, takviye malzemesi metalik veya seramik yapıda olabilir. Nadiren de

bazı durumlarda metal matris, polimer matrisli seramik takviyeli bir başka kompozit malzeme ile takviyelendirilir (örn. Cam fiber takviyeli epoksi matrisli levha).

Genel olarak 3 çeşit MMK vardır.

- i. Partikül takviyeli metal matrisli kompozitler
- ii. Kısa fiber takviyeli metal matrisli kompozitler
- iii. Sürekli fiber ve levha takviyeli metal matrisli kompozitler



Şekil 2.2: Farklı tiplerdeki metal matrisli kompozitler

Metal matrisli kompozitlerin farklı tipleri Şekil 2.2’ de gösterilmektedir. Sürekli fiber takviyeli kompozitler, en yüksek anizotropik özelliğe sahip olan kompozitlerdir. Çizelge 2.1’de MMK’lerde kullanılan bazı önemli takviyeler ve yön oranları (boy/çap) gösterilmektedir.

Çizelge 2.1: Metal matrisli kompozitlerde kullanılan tipik takviyeler

Tip	Yön oranı	Çap (μm)	Örnekler
Partikül	1-4	1-25	SiC, Al_2O_3 , BN, B_4C , WC
Kısa fiber	10-10000	1-5	C, SiC, Al_2O_3 , $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2$
Sürekli fiber	>1000	3-150	SiC, Al_2O_3 , C, B,W, Nb-Ti, Nb_3Sn

Partikül ve süreksiz takviyeli MMK'ler şu nedenlerden dolayı özel bir öneme sahiptirler.

- Partikül takviyeli kompozitler sürekli fiber takviyeli kompozitlere göre daha ucuzdur. Yüksek miktar gerektiren özel uygulamalarda maliyet önemli bir parametredir.
- Döküm, toz metalürjisi gibi konvansiyonel üretim teknikleri akabinde haddeleme, dövme, ekstrüzyon gibi konvansiyonel ikincil işlemler kullanılabilir.
- Sürekli fiber takviyeli kompozitlere göre izafi olarak izotropik özelliklere sahiptir(Chawla and Chawla, 2006a2).

2.2.2. Metal Matrisli Kompozitlerde Kullanılan Takviyeler

Metal matrisli kompozitlerde takviye fazı, yükün seramik takviyeye aktarılmasıyla hem dışsal olarak hem de dislokasyon yoğunluğunu artırmasıyla içsel olarak dayanımı artırır. Takviye ve matris etkileşimi, artan özelliklerin temelini oluşturmaktadır. Kompozit malzemenin özellikleri istenen spesifik özelliklerle örtüşmesi için takviye seçimi ve matrise eklenen miktarını değiştirerek yönetilebilir. İstenen malzeme özelliklerini karşılayabilmesi için takviye seçimi oldukça önemlidir. Uygun olmayan takviye seçimi, istenen kompozit malzeme özelliklerinin altında özellikler oluşmasına, üretim güçlüğüne ve yüksek maliyete yol açabilir(ASM International, 2001b4). Kompozit malzemelerde kullanılan takviyelerde aranan temel özellikler şu şekilde sıralanabilir;

- Yüksek mukavemet ve yüksek elastisite modülü
- Düşük özgül ağırlık
- Kimyasal uyumluluk
- İmalat kolaylığı
- Isıl dayanım

Ayrıca takviyelerin yüksek sıcaklıklarda dayanımlarını korumaları, morfolojileri, mikroyapıları ve fiziksel özellikleri, maliyetleri gibi diğer önemli faktörlerin de göz önüne alınması gerekmektedir(Şahin, 2000a3).

Metal matrisli kompozitler için üretilen takviye malzemeleri sürekli fiber, kısa fiber, whisker ve partikül formunda olabilmektedir. Farklı formlardaki takviyeleri ayırt etmemizi sağlayan parametre yön oranıdır. Yön oranı takviyenin boy uzunluğunun çapına olan oranıdır. Sürekli fiberlerde yön oranı sonsuza yaklaşırken eş eksenli partiküller 1 civarında yön oranına sahiptir. Çizelge 2.2’de farklı formlardaki takviyeler görülmektedir(Chawla and Chawla, 2006a2).

Çizelge 2. 2: Metal matrisli kompozitlerde kullanılan bazı takviyeler

Sürekli fiber	Al_2O_3 , $Al_2O_3+SiO_2$, C, SiC, Si_3N_4 , Nb-Ti, Nb_3Sn
Sürekli fiber	SiC, TiB_2 , Al_2O_3
(a) Kısa fiber (b) Whisker	Al_2O_3 , SiC, ($Al_2O_3+SiO_2$), buhar fazında büyütülmüş karbon fiber
Partikül	SiC, Al_2O_3 , TiC, B_4C , WC

2.2.2.1. Silisyum Karbür (SiC)

Sürekli SiC monofilamentleri ilk olarak ince tungsten ya da karbon filamentler üzerine gaz silanelerinin pirolitik dağıtılmasıyla üretilmişlerdir. Metal ve seramik matrisli kompozit üreticilerinin büyük ilgisi olmaya devam eden bu kalın fiberler yaklaşık 100µm civarındadır. Alternatif üretim metodu da polimer

precursörün kontrollü olarak termal bozunumu şeklindedir. Bu proses dimetil diklorosilan ve difenil diklorosilan karışımı precursörü alır ve otoclav içerisinde çoklu karbon silana dönüştürür. Ergitip çekme yöntemiyle sürekli fiber haline getirilir ve fiberler 1300 °C’de proliz ile β - SiC içeren, yaklaşık 15 μ m kalınlığında fiberlere dönüştürülürler. Bu tip ticari fiberler Nicalon adıyla bilinir ve Nippon Carbon Company tarafından üretilmektedirler. Bu fiberlerin oldukça kaba yüzeylerinin olması matris fiber yapışmasını sağlamaktadır fakat oksijen reaktiviteleri oldukça yüksektir. Uzun süreli termal stabilitesi düşük olmasına rağmen, alüminyum ve bakır bazlı metal matrisli kompozit malzemelerde metal ıslatılabilirliği ve stabilitesi oldukça iyidir(Harris, 1999).

SiC bazlı süreksiz takviyeli metal matrisli kompozit malzeme sistemleri, en yaygın kullanılan ve en eski olanlardır. SiC takviye kullanımının avantajları; artırılmış rijitlik, dayanım termal iletkenlik, aşınma direnci, yorulma dayanımı ve düşük termal genleşmedir. Çizelge 2.3’ de SiC partikül takviyelerin bazı mekanik ve fiziksel özellikleri gösterilmektedir. Üstelik SiC takviyeler düşük maliyetli ve göreceli olarak düşük yoğunlukludurlar(ASM International, 2001b5). Ayrıca SiC whiskerlarla üretilen kompozitlerde ikincil işlemlerin (ekstrüzyon, haddeleme, dövme vb. gibi plastik deformasyon işlemleri) uygulaması esnasında takviyelerde hasar oluşmaması önemli bir avantajdır(Şahin, 2000a4).

Çizelge 2.3: SiC partikül takviyelerin mekanik ve fiziksel özellikleri(ASM International 2001b5)

Yoğunluk (g/cm^3)	3.21
Elastisite modülü (GPa)	430
Sertlik (Knoop)	2480
Basma dayanımı (MPa)	2800
Termal iletkenlik (W/m.K)	132
Termal genleşme katsayısı ($10^{-6}/\text{K}$)	3.4
Spesifik termal iletkenlik ($\text{w.m}^2/\text{kg.K}$)	41.1

2.2.2.2. Alumina (Al_2O_3)

Alüminyum oksit olarak da bilinen alumina, güçlü inter atomik iyonik bağlara sahiptir ve bu durum aluminaya arzu edilen malzeme özellikleri sağlamaktadır. Alumina birçok kristal fazında bulunabilmektedir, bu fazlar yüksek sıcaklıklarda en stabil faz olan hegzagonal alfa fazına dönüşürler. Alfa faz alumina, oksit seramiklerin en güçlü ve en sert olanıdır. Yüksek sertliği, olağanüstü dielektrik özellikleri, refrakterliği ve iyi termal özellikleri bu malzemeyi oldukça geniş uygulama alanları için bir seçenek haline getirmektedir. Alumina, florin hariç bütün gazlara karşı direnç gösterebilmektedir(Bajaj, 2011). Alumina, alüminyum alaşımlarında daha stabil bir davranış sergilemektedir. Fakat matris malzemesi magnezyum olduğu zaman bu stabilite magnezyumun yüksek oksijen ilgisinden dolayı tersine dönmektedir(Kurtoğlu, 2004).

2.2.2.3. Magnezyum Oksit (MgO)

Magnezya olarak da bilinen magnezyum oksit, doğada periklaz olarak oluşan beyaz higroskopik katı bir mineraldir. Magnezyum oksitin; yeniden üretilebilirliği, yüksek miktarlarda üretime elverişli olması, basitliği ve düşük maliyeti gibi avantajları bulunmaktadır(Sanju et al., 2014). Magnezyum oksit ergime derecesi $2780^{\circ}C$ olan refrakter bir malzemedir. Termal şok dayanımı, yüksek ergime sıcaklığı, düşük termal iletkenlik ve olağanüstü termodinamik stabilite gibi çok iyi özelliklere sahiptir(Baghchesera et al., 2012). Yoğunluğu $3,77 g/cm^3$, sertliği 700 HV, elastisite modülü ise $320 GPa$ 'dır(Ansary Yar et al., 2009). Sahip olduğu fiziksel özellikler magnezyum oksidi iyi bir takviye seçeneği haline getirmiştir.

Kim et al. (1995), yaptıkları çalışmada alüminyum-magnezyum alaşımındaki magnezyumu farklı oksitler ve metanol ekleyerek tercihli olarak oksitlendirmişlerdir. Farklı oksitler redüklenerek daha stabil olan magnezyum oksiti iç yapıda oluşturmuşlardır. Ansary Yar et al. (2009), alüminyum matris içerisine hacimce % 1.5-2.5-5 oranında magnezyum oksit ekleyerek farklı sıcaklıklarda karıştırma döküm yöntemiyle kompozit malzemeler üretmişlerdir. Kısmi topaklanmalar görülse de göreceli olarak homojen yapı elde etmişlerdir.

800°C’de üretilmiş % 1.5 takviye içeren numunenin en yüksek basma dayanımı sertlik ve tokluk değerlerini sergilediği görülmüştür. Pul et al. (2014), ortalama tane boyutu 177 µm olan MgO takviye kullanarak ürettikleri alüminyum matrisli kompozitlerin sertlik ve aşınma özelliklerini incelemişlerdir. Takviye oranı arttıkça sertlik artışı gözlemlenmiş en yüksek sertlik değeri %15 takviye oranında 56.4 HB olarak görülmüştür. Takviye oranı arttıkça magnezyum oksit partiküllerinin dekohezyonu sonucu aşındırıcı olarak davranması nedeniyle aşınma oranının arttığı gözlemlenmiştir. Praveen et al. (2014), $Mg(NO_3)_2$ ve kristal şekeri $C_6H_{12}O_6$ saf su içerisinde çözündürüp daha sonra yakarak nano boyutlu MgO takviyeler elde etmişlerdir. Elde ettikleri takviyeleri farklı oranlarda alüminyum matrisle karıştırarak kompozit malzemeler elde etmişlerdir. Mikroyapı incelemeleriyle takviyelerin homojen dağıldığını ve sertlik ölçümleri sertlik değerlerinin artan takviye ile birlikte arttığını gözlemlemişlerdir. Kheder et al. (2011), karıştırma döküm metoduyla alüminyum matris ve SiC, Al_2O_3 , MgO takviyeler kullanarak kompozit malzemeler üretmişlerdir. MgO takviye içeren numunelerde çekme mukavemetinin % 108 oranında arttığını gözlemlemişlerdir. Goh et al. (2007), nano boyutta MgO takviyeli ve magnezyum matrisli kompozitlerin karakterizasyonu ile ilgili yaptıkları çalışmada artan takviye oranıyla akma ve çekme mukavemetinin, elastisite modülünün ve sertliğin arttığını, sünekliğin ise % 0.5 takviye oranından sonra düşmeye başladığını gözlemlemişlerdir. Liao et al. (2011), magnezyum alaşımı ingot malzemeye ağır deformasyon ve granülasyon işlemleriyle tane küçültmesi ve iç yapıda oksit ve hidroksitler oluşturarak yaptıkları incelemelerde oksit ve hidroksit miktarı arttıkça dayanımın arttığı, sünekliğin ise düştüğü sonuçlarına ulaşmışlardır. Ji et al. (2013), AZ31B magnezyum alaşımı talaşlarının soğuk preslemeyle konsolide edilip farklı oranlarda sıcak ekstrüzyon işlemiyle geri dönüşümü ile ilgili yaptıkları çalışmada talaşların üzerindeki MgO partiküllerinin artan ekstrüzyon oranıyla kırılarak iç yapıda homojen olarak dağıldığını ve bu oksitlerin akma ve çekme mukavemetini arttırdığını gözlemlemişlerdir. Chino et al. (2005), magnezyum alaşımı talaşlarının geri dönüşümünde ağır deformasyonun etkisini incelemek için yaptıkları çalışmada MgO partiküllerinin yüksek ekstrüzyon oranında daha homojen dağıldığını ve çekme testleri sonucunda bütün geri dönüştürülen numunelerin referans ingot numunelerden daha yüksek dayanıma ulaştığını gözlemlemişlerdir. Dayanım artışının hem tane küçülmesi hem de oksit partiküllerinin dağıtım sertleşmesi ile oluştuğunu bildirmişlerdir.

Magnezyum oksit takviyelerin mekanik özelliklere yaptığı katkıların yanında magnezyum oksit bozunabilir yapıda olduğu için biyobozunur malzemeler için de önemli bir önemli bir takviye adaydır. Magnezyum oksit hidrasyonla $Mg(OH)_2$ 'ye dönüşmekte, daha da sonra Mg^{+2} iyonuna bozularak sulu ortamda magnezyum ile benzer bozunma ürünleri vermektedir(Lei et al., 2012). Magnezyum oksit aynı zamanda antibakteriyal özelliğe de sahiptir. Nano partikül magnezyum oksitlerin E, koliform ve şarbon bakterilerini etkili olarak öldürdüğü bilinmektedir. Nanopartiküllerin bakterilerle zıt elektrik ile yüklü olması sonucu biyosidal olay gerçekleşmektedir. Bakteriyle temas eden nanopartikül keskin köşeleri sayesinde bakterinin sert kabuğuna penetre olmakta ve bakteriyi yaklaşık 5 dakika içinde öldürebilmektedir(Ma et al., 2005).

2.2.3. Metal Matrisli Kompozitlerde Kullanılan Matrisler

Bir kompozit malzemede matris, istenilen boyutlardaki üç boyutlu form içerisinde takviyeyi çevreleyen ve takviyeye yapışan sürekli fazdır ve matrisin dış yükü takviye fazına transfer etme fonksiyonu vardır(Gupta et al., 2011).

Uygun matris seçimi temel olarak amaçlanan kompozit malzeme uygulamasına bağlıdır. Hafif metal kompozit malzemelerin geliştirilmesiyle birlikte hafif metallerin alaşımları matris malzemesi olarak kullanılmaya başladı(Kainer, 2006).

Alüminyum ve alaşımları, yüksek dayanımlı ve hafif malzemelere olan isteğin artışı nedeniyle en çok kullanılan matris malzemelerinden birisidir. Son yıllarda magnezyum ve titanyum alaşımları da hafif karakteristikleri nedeniyle matris malzemesi olarak kullanımlarında bir yükseliş görülmektedir. Fakat bu alaşımların, reaktivlikleri nedeniyle kompozit oluşturmaları zordur. Hafif metaller ek olarak bronz, kobalt, bakır, kurşun, nikel, niobyum, gümüş, demir ve nikel bazlı süper alaşımlar ve kalay bazlı lehimler gibi diğer metaller de çeşitli özel uygulamalar için matris malzemesi olarak kullanılırlar(Gupta et al., 2011).

2.2.3.1. Alüminyum (Al)

Alüminyum ve alaşımları, hem saf hem de alaşım olarak demir içerikli malzemeler dışında en sık ve yaygın olarak kullanılan malzeme grubunu oluşturmaktadır. Alüminyum ve alaşımlarının yaygın olarak kullanılma sebepleri;

- Yüksek dayanım/ yoğunluk oranı
- Yüksek elektriksel iletkenlik/ yoğunluk oranı
- Yüksek korozyon direnci
- Plastik şekillendirmeye olan uygunluğu olarak sıralanabilir.

Çizelge 2.4: Saf alüminyumun önemli fiziksel özellikleri(Aluminum Association, 1984)

Yoğunluk (kg/m^3) (katı)	2698.72
Ergime sıcaklığı (K)	933.4
Ergime ısısı (J/g)	397
Akma gerilmesi (MPa) (%99.99 saflıkta)	66
Isıl genleşme katsayısı (K^{-1}) (293 K'de)	$23 \cdot 10^{-6}$
Isı iletim katsayısı ($\text{Wcm}^{-1}\text{K}^{-1}$) (298 K'de)	230
Elektriksel direnç ($\mu\Omega\text{cm/K}$)	0.0109

Saf alüminyumun yüksek oksijen ilgisi; döküm kabiliyetinin kötü oluşu, daha düşük mekanik özellikler göstermesi ve talaşlı imalatla işlenebilirliğinin iyi olmaması ve kaynakla birleştirmenin güçlüğü gibi problemler oluşturmaktadır. Alüminyumun düşük ergime sıcaklığı sebebiyle yüksek sıcaklık özellikleri iyi değildir(Şahin, 2001a5) .

Alüminyumun toz metalürjisinde, alüminyum tozlarının yüzeyinde sıklıkla ince bir alüminyum oksit tabakası bulunur. Bu pasif yüzey tabakası tozun patlayıcı eğilimini düşürerek güvenli olarak taşınmasına faydalı olur(MacAskill et al., 2010). Fakat bu tabaka, tozun hem sıkıştırılabilirliğini hem de sinterlenebilirliğini düşürmektedir(Gökçe et al., 2008). Son yıllarda, bu alüminyum oksit tabakasını yok etmek ya da minimize etmek için birçok farklı yaklaşım üzerinde çalışılmaktadır. En bilinen yaklaşımlardan ilki yüksek basınç altında sıkıştırmadır. Yüksek basınç altında oksit tabakaları kırılarak metal metal teması sağlanır ve alüminyum tozlarının soğuk kaynağı gerçekleşir. Diğer bir metot ise Mg, Si, Zn gibi oksit

tabakasını parçalayıcı katkı elementlerinin eklenmesidir. Üçüncü bir metot ise sıvı faz oluşturacak katkıları eklenerek, sinterleme esnasında sıvı fazın tozlar arasına girmesi sonucu tozların adhezyonunun artması ve mekanik özelliklerin böylece artmasıdır(Oh et al., 2013).

2.2.3.2. Titanyum (Ti)

Titanyum; düşük yoğunluk, oda sıcaklığında ve yüksek sıcaklıkta yüksek mekanik özellikleri ve yüksek korozyon direnci gibi özel bir kombinasyona sahiptir(Neikov et al., 2009).

Saf titanyum, 4.5 g/cm^3 yoğunluğa ve 115 GPa Young modülüne sahiptir. Titanyum alaşımları için yoğunluk 4.3 ve 5.1 g/cm^3 arasında değişirken, Young modülü 80 ve 130 GPa aralığındadır. Dolayısıyla titanyum ve alaşımları göreceli olarak yüksek dayanım/ağırlık ve modül/ağırlık oranlarına sahiptirler. Titanyum yüksek ergime sıcaklığına (1672°C) ve dayanımını yüksek sıcaklıklara kadar koruyabilme özelliklerine sahiptir. Bütün bu faktörler, titanyumu havacılık uygulamaları için ideal bir malzeme haline getirmiştir. Titanyum alaşımları, jet motorlarında (türbin ve kompresör kanatlarında) ve gövdede kullanılmaktadırlar(Chawla and Chawla, 2006a3). Şekil 2.3'teki SR-71 BlackBird uçağının gövdesi, yüksek hız kaynaklı (3 Mach) sıcaklık artışına dayanabilmesi için neredeyse tamamen titanyum ve diğer değişik alaşımlardan imal edilmiştir(Gibbs, 2014).



Şekil 2.3: SR-71 BlackBird

Süreksiz takviyeli titanyum kompozitleri; dayanım, süneklik, yorulma direnci ve kırılma tokluğu kombinasyonuna sahip malzeme üretme amacıyla, yakın bir geçmişten beri dikkatleri üzerine çekmektedir. Süreksiz takviyeli titanyum kompozitler, konvansiyonel tekniklerle üretilmektedir. Titanyum alaşımları ve silisyum karbür arasında oluşan reaksiyon sebebiyle, SiC titanyum alaşımları için tercih edilen bir takviye değildir. TiB ve TiC, matris alaşımlarıyla uyumluluğu gibi çekici özellikleri nedeniyle, takviye olarak daha çok düşünülmektedirler. Titanyum diborid (TiB₂), konvansiyonel titanyum alaşımları içerisinde termal olarak stabil değildir ve dolayısıyla stabil bir takviye olarak kullanılamaz. Fakat TiB₂, yüksek sıcaklık dönüşümüyle titanyum içerisinde dağıtılmış TiB oluşturmak için kullanılabilir(ASM International, 2001b6).

2.2.3.3. Magnezyum (Mg)

Alkalın metallere olan magnezyum, periyodik tablonun 2. ana grubunda yer almaktadır. 1754 yılında Joseph Black tarafından keşfedilmiş ve Tesalya'daki antik Yunan şehri olan Magnesia'nın adı verilmiştir. Bu gümüş beyazı metal 8. en çok bulunan elementtir ve yer kabuğunun % 2.7'sini oluşturmaktadır(Czerwinski 2008).

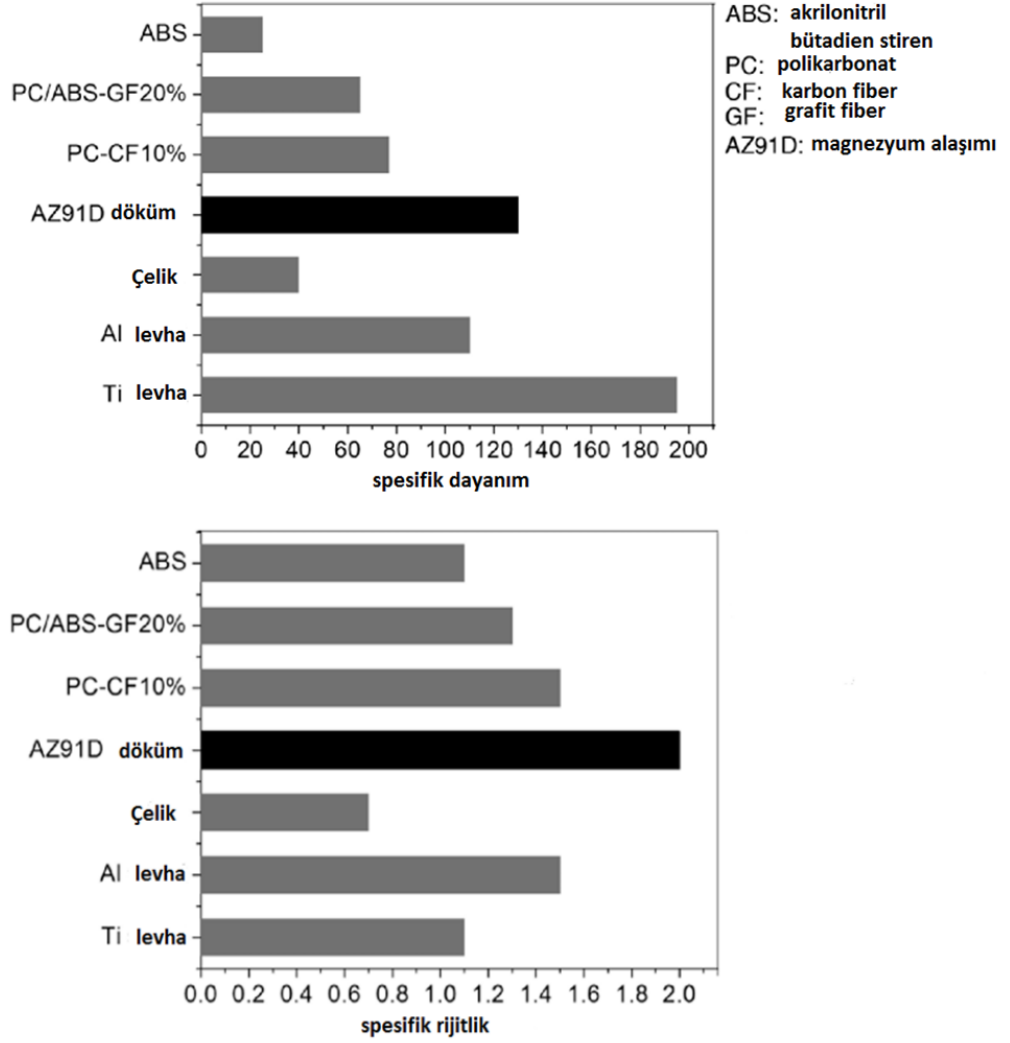
Periyodik tablonun 2. Ana grubuna dahil olması dolayısıyla doğada elementel formda bulunmamaktadır, yalnızca çeşitli kimyasal kombinasyonlar şeklinde bulunmaktadır. Silikat olivin, serpentin ve talk en yaygın magnezyum bileşikleridir olmalarına rağmen, magnezyumun rafinasyonunda hiçbir rolleri bulunmamaktadır. Önemli olanlar; magnezit MgCO₃ (%27 Mg), dolomit MgCO₃.CaCO₃ (%13 Mg), karnalit KCl.MgCl₂.6H₂O (%8 Mg) ve %0.13 ya da m³'te 1.1 kg magnezyum içeren deniz suyudur. Magnezyum, deniz suyunda çözünmüş olarak en çok bulunan 3. elementtir (1.1 kg/m³). Magnezyum; ergimiş anhidroz MgCl₂'nin elektroliziyle, dolamitin termal redüksiyonuyla veya deniz suyundan magnezyum oksitini çıkarılmasıyla elde edilmektedir(Kainer, 2003).

Magnezyum yapısal metaller arasında en hafifidir. 1.74 g/cm³'lük yoğunluğa sahip olmakla birlikte, yoğunluğu çeliğin yoğunluğunun 4'te 1'i, alüminyumun 3'te 2'si kadardır(Çizelge 2.5).

Çizelge 2.5: Bazı yapısal metallerin yoğunluk değerleri

Materyal	Yoğunluk (g/cm³)
Magnezyum	1.74
Alüminyum	2.71
Titanyum	4.51
Çinko	7.14
Krom	7.19
Çelik	7.2
Kalay (β)	7.265
Nikel	8.908
Bakır	8.96
Kurşun	11.34
Tungsten	19.25

Düşük yoğunluğu ve yüksek spesifik mekanik özellikleri nedeniyle magnezyum bazlı malzemeler, ağırlığın önemli olduğu uygulamalarda firmalar tarafından aktif olarak kullanılmaktadır. Şekil 2.4'te AZ91D magnezyum alaşımının spesifik dayanım ve spesifik rijitlik özelliklerinin çeşitli malzemelerle olan kıyaslaması görülmektedir.

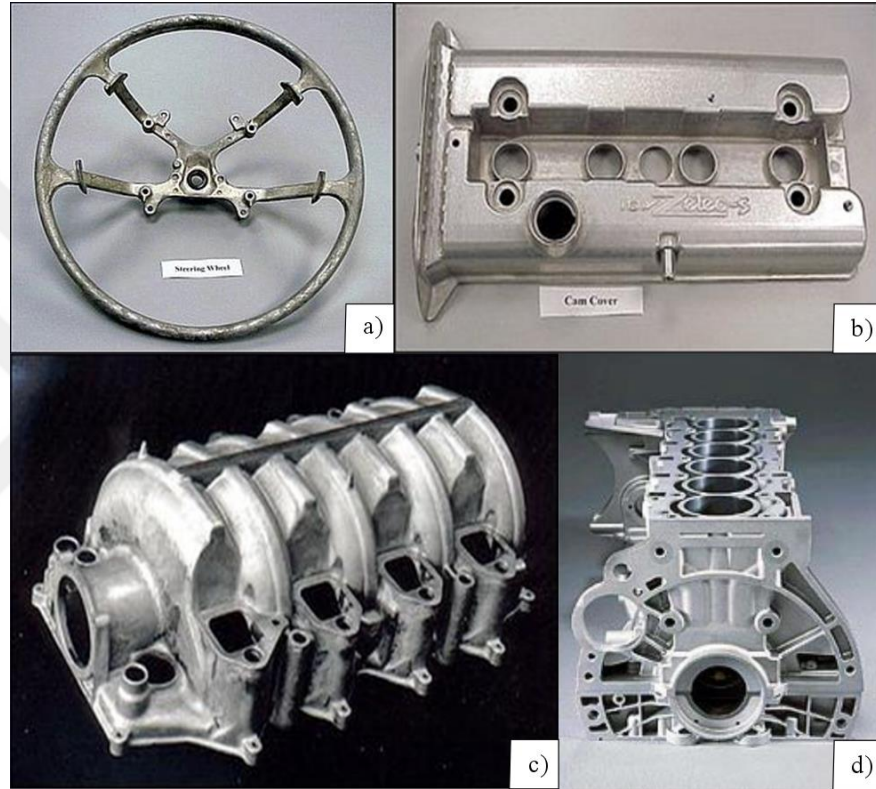


Şekil 2.4: Malzemelerin spesifik dayanımları ve rijitlikleri(Gupta and Sharon, 2011a1)

Otomotiv ve havacılık uygulamalarındaki hafif malzeme isteğindeki artış, endüstri ve bilim çevrelerinin magnezyum ve alaşımlarına olan ilgisini artırdı(Ferkel and Mordike, 2001). Artan enerji maliyetleri ve çevre farkındalığı, otomotiv emisyonunu düşürmek için global bir gerekliliğe yol açtı. Emisyon salınımını düşürmek için oluşturulan stratejilerden biri araçların brüt ağırlığını düşürmektir(Burke et al., 2009).

Otomobil dizaynlarında magnezyum alaşımı uygulamaları araçlarda ağırlık azalmasına, dolayısıyla yakıt tüketimi azalmasına olanak sağlamaktadır. Araçlarda 100kg'lık ağırlık azalması, 100 km'de 0.4 litreye kadar yakıt tasarrufu sağlamaktadır(Dziubińska et al., 2016). Magnezyum alaşımı jantlar, motor blokları ve gövde panelleri bugüne kadar birçok üretici tarafından test edildi. Magnezyum

temelli otomotiv parçaları şuan standart kompanetler olarak ya da satış sonrası isteğe göre uyarlama için mevcut durumdadır. Magnezyum alaşımlarının askeri araçlarda kullanımı, özellikle ağır zırhlarını kompanse etmesi ve manevra kabiliyetini artırması için de ilgi çekici hale gelmiştir. Daha çok yük taşıma ve çekme kapasitesi, askeri uygulamalar için önemli olan operasyon mesafesi ve yakıt taşıma kapasitesini artırmaya yardımcı olabilir(Gupta et al., 2012). Şekil 2.5'te birtakım magnezyum otomotiv parçaları görülmektedir.



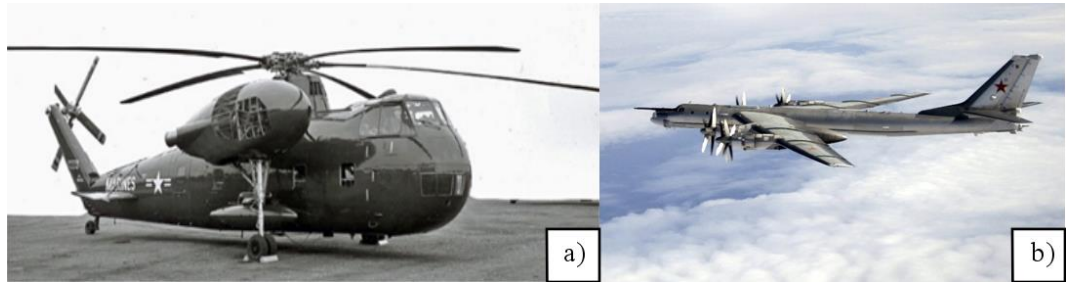
Şekil 2.5: Toyota Camry'nin direksiyonu (b) Ford Zetec motor kapağı (c) Cadillac Northstar motoru emme manifoldu (d) BMW motor bloğu (Edgar, 2001)

VW Passat ve Audi A4'lerde magnezyum parçalar şanzıman muhafazasında kullanılmaktadır. Toyota Lexus, Carina, Celica ve Corolla'larda direksiyonlar magnezyumdan yapılmaktadır. Mercedes- Benz SLK'larda yakıt tankı kapağı magnezyum alaşımından üretilmektedir. Hyundai ve Kia Motor'un ortak projesinde magnezyum koltuk gövdeleri kullanımı 6 kg.'lık bir ağırlık azalması sağlamıştır (çeliğin yerine magnezyum kullanılması ~ %40 ağırlık azalması sağlamıştır.)(Gupta and Sharon, 2011a2). BMW'nin ürettiği magnezyum ve alüminyum

parçalardan oluşan motor bloğu % 12 miktarında daha az yakıt tüketimi, 30 hp'lık güç artışı, 20 kg'lık ağırlık azalması sağlamıştır(Kerr, 2005).

Havacılık endüstrisinde ağırlık azaltımı, emisyon ve yakıt verimliliği nedeniyle en kritik hedeflerden biridir. Total ağırlığın azalması yakıt tasarrufu sağlayacağından işletme maliyetlerini düşürecektir. Alüminyum, hava taşıtları için geleneksel bir hafif metaldir. Günümüzde havacılık için kullanılan alaşımları; dayanım, yorulma ve hasar toleransı gibi havacılık gereksinimleri için zaten optimize edilmiş durumdadır. Bu nedenle, alüminyum malzemelerin geliştirilmesinde ulaşılan küçük ilerlemelerle ağırlık azaltmak çok daha zordur. Magnezyum materyalleri ailesi ve özellikle magnezyum dövme malzemeleri düşük yoğunlukları, oldukça iyi mekanik özellikleri ve metalik davranışları nedeniyle alüminyuma mükemmel bir alternatif olabilir.

Magnezyum bazlı malzemelerin havacılık endüstrisi uygulamalarında uzun bir geçmişi vardır. Geçtiğimiz yüzyılın 30'larından beri uçaklarda magnezyum kullanılmaktadır. 1950'lerde ise uçak yapı ve komponentlerinde oldukça yaygın kullanılmaya başlandı. Bu periyotta üretilen uçak ve helikopterlerde yüzlerce kilogram magnezyum bulunmaktaydı(Ostrovsky and Henn, 2007).



Şekil 2.6: a) Sikorsky S-56 (1950) 115 kg Mg, b) Tupolev TU-95MS: 1550 kg Mg(Devine, 2013; Cenciotti, 2014)

Magnezyumun havacılıkta; ters iticiler (Boeing 737, 747, 757, 767), vites kutuları (Rols Royce) ve helikopter transmisyon muhafazaları gibi uygulamaları vardır. Magnezyumun aynı zamanda uzay araçları ve balistik füzelerde de hafifliği dolayısıyla geniş bir kullanımı vardır. Yüksek miktarda levha formunda magnezyum Titani Agena ve Atlas kıtalararası balistik füzelerde kullanılmıştır(Gupta and Sharon, 2011a3).



Şekil 2.7: Ters itici Boeing(Gwynne and Lyon, 2007)



Şekil 2.8: Transmisyon muhafazası Sikorsky UH60 Blackhawk(Maupin et al., 2010)

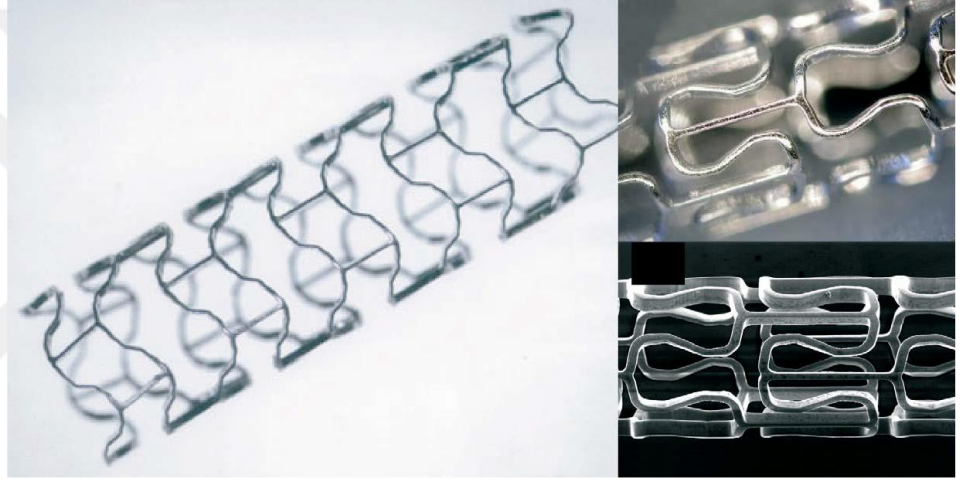
Magnezyum; düşük yoğunluğu ve yüksek spesifik özellikleri nedeniyle spor, elektronik, müzik gibi çok farklı endüstrilerde de uygulamaları olan bir malzemedir. Şekil 2.9’da magnezyum alaşımı gövdeli bir bisiklet, bilgisayar ve trampet görülmektedir.



Şekil 2.9: Farklı magnezyum uygulamaları

Magnezyum ve alaşımları, ortopedi ve kardiyovasküler uygulamalar için önemli bir biyobozunur malzeme sınıfıdır. Magnezyumun yüksek korozyon oranı, magnezyumu biyobozunur uygulamalar için uygun hale getirmiştir. Biyobozunur malzemelerde, uygulama sonrasında 2. bir cerrahi operasyona ihtiyaç duyulmadan malzeme vücuttan atılabildiği için biyobozunur malzemelerin geliştirilmesine yönelik önemli bir ilgi vardır(Bahl et al., 2014).

Kemik ve implantın elastisite modülü uyumsuzluğu, yükün büyük bir kısmının implant tarafından taşınmasına ve kemiğin yükten korunmasına neden olur. Bu uyumsuzluk erken implant kaybı, iyileşme sürecinin zarar görmesi, iskelet kalınlaşması ve kronik iltihap gibi kritik klinik sorunlarla sonuçlanabilir(Chen et al., 2014). Magnezyum; kemiğin değerlerine yakın bir dayanım, kırılma tokluğu ve elastisite modülü kombinasyonu sağlayarak seramik ve polimerik biyobozunur malzemelere üstünlük sağlar. Magnezyum insan metabolizmasının bir parçasıdır dolayısıyla magnezyum iyonlarının bozulan implanttan kontrollü salınımı toksik olmaz ve kolaylıkla vücuttan atılabilir(Bahl et al., 2014). Bütün bu özellikler magnezyumu umut verici bir implant malzemesi yapmaktadır.



Şekil 2.10: Magnezyum alaşımından yapılmış metal stent(Erbel et al., 2007)



Şekil 2.11: Biyobozunur magnezyum alaşımı implant vida ve kemiğin vida ve plakayla sabitlenişi(Biber et al., 2013; Jafari et al., 2015)

Magnezyum ve alaşımları, düşük yoğunlukları ve talaşlı imalata uygun olmaları nedeniyle birçok uygulama potansiyeli barındırır fakat sıkı paket

hegzagonal (SPH) kristal yapısının sonucu olarak ortam sıcaklığında düşük süneklik özelliği gösterirler(Yamashita et al., 2000). Kısıtlı dayanım ve süneklik özellikleri magnezyumun uygulamalarını kısıtlamaktadır(Chaubey et al., 2014).

Çizelge 2.6: Magnezyumun mekanik özellikleri

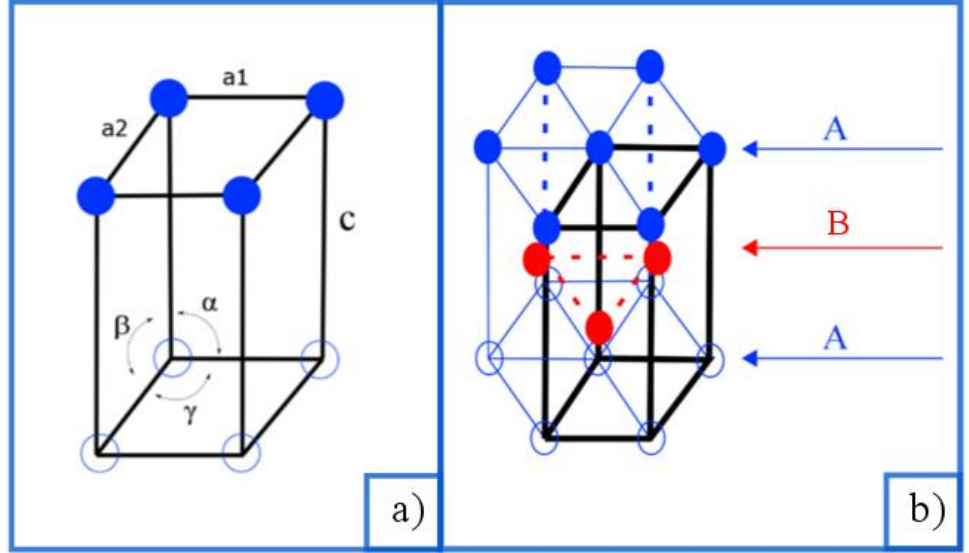
Young Modülü (GPa)	45
Kayma Modülü (GPa)	17,2
Akma Mukavemeti (MPa)	65-100
Çekme Mukavemeti (MPa)	80-180
Kopma Uzama (%)	1-12
Sertlik (HB)	30-47

3. MAGNEZYUMUN DEFORMASYON DAVRANIŞI

Bir önceki bölümde bahsedilen üstün özelliklerine rağmen magnezyumun uygulamaları kısıtlıdır. Bu durum; magnezyumun oda sıcaklığı sünekliği, yüksek anizotropik ve asimetrik plastik davranışı, zayıf çarpışma performansı ve kötü korozyon davranışıyla ilişkilidir.

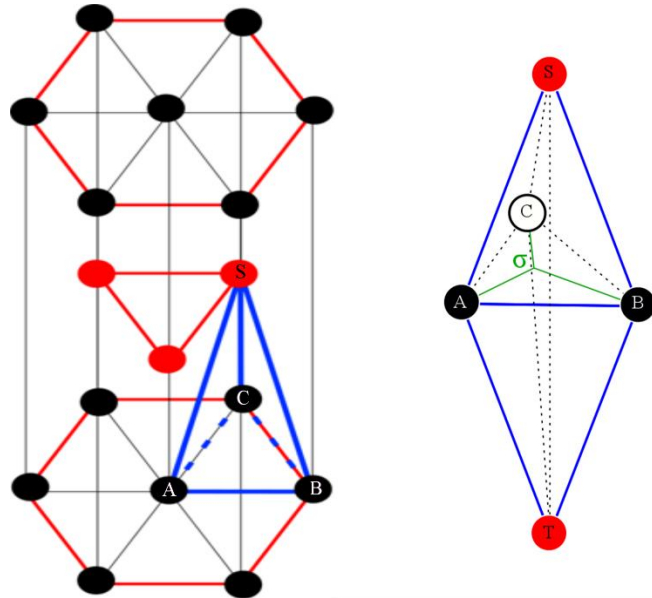
Sıkı paket hegzagonal (SPH) kristal kafes yapılı magnezyum, çok kristalli bir yapının homejen ve genelleştirilmiş sünekliği için en az 5 bağımsız kayma sistemi gerektiren Taylor kriterini yerine getirmede başarısız olmaktadır (Agnew and Duygulu, 2005). Yüzey merkezli kübik (YMK) metallerde 12 bağımsız kayma sistemi bunu sağlamaktadır. Fakat bu durum SPH metallerde şu nedenlerden dolayı daha karışıktır. Birincisi, SPH metallerde deformasyon hem kayma, hem ikizlenmeler içerir, her kayma ve ikizlenme sistemi farklı kritik kayma gerilmelerine sahiptir. İkincisi, kayma ve ikiz sistemlerinin farklı grupları; yönlenme, yük, sıcaklık ve tane boyutuna bağlı olarak aktive olmaktadır.

Hegzagonal yapıyı kristalografik olarak incelediğimizde, basit hegzagonal birim hücrenin $a_1=a_2 \neq c$ eksenlerine ve $\alpha=\beta=90^\circ$ $\gamma=120^\circ$ ’ye karşılık gelen açılara sahip olduğunu görürüz (Şekil 3.1). Hegzagonal kafes simetrisi hegzagonal prizmayla gösterilebilir ve 3 tane basit hegzagonal yapı hücresinden meydana gelmektedir. Sıkı paket hegzagonal yapıda atomlar ABABAB... şeklinde dizilir (Şekil 3.1). Bu dizilimdeki mükemmel sıkı paketlenmiş küresel atomlar, magnezyumda c/a oranı 1,632 olan kafes boyutlarıyla karakterize edilen bir yapı oluştururlar, bu da mükemmel SPH kafese oldukça yakındır ($c/a=1.633$) (Jain, 2010).



Şekil 3.1 a) Basit hegzagonal birim hücresi. b) Sıkı paket hegzagonal yapı

Bir kristaldeki dislokasyon çeşitlerini sınıflandırmak için Burgers vektörlerinin olası oryantasyonları birincil derecede önem arz eder. Berzegan et al. (1961), sıkı paket hegzagonal kafesteki kararlı Burgers vektörlerini, yüzey merkezli kübik yapıdaki piramit gösterimine benzer şekilde fakat bipiramit yapıda betimlemiştir (Şekil 3.2).



Şekil 3.2: SPH kristalde, bi-pirimidal yapıdaki dislokasyonlar(Berzegan et al., 1961).

Bu yaklaşım SPH kafes yapılarında oluşabilecek dislokasyonların aşağıdaki basit sınıflandırmasını yapmayı olanaklı hale getirmiştir.

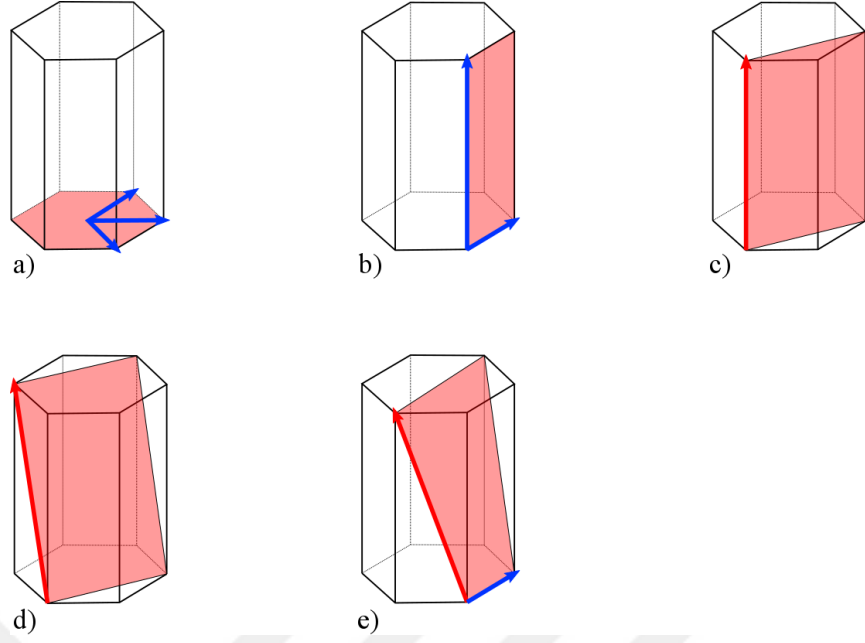
- i. Burgers vektörü bazal düzlem üzerindeki tam dislokasyonlar. Bipiramidin ABC üçgeni şeklindeki temelinin kenarlarındadır. Bu dislokasyonlar AB, BC, CA ve bunların negatifleri şeklindedir ve a şiddetindedir. Bazal düzleme dik olan tam dislokasyonlar. Bu dislokasyonlar c şiddetindeki TS ve ST vektörleriyle temsil edilmektedir ve c şiddetindedir
- ii. Bazal düzlemler boyunca uzanan mükemmel dislokasyonların ayrışmasıyla oluşan tamamlanmamış bazal dislokasyonlar (Shockley parçalı tip). $A\sigma$, $B\sigma$, $C\sigma$ ve negatifleriyle gösterilirler. Ayrışma reaksiyonları $AB = A\sigma + B\sigma, \dots$ şeklindedir. Şiddetleri $1/\sqrt{3}a$ kadardır.
- iii. Bazal düzleme dik tamamlanmamış dislokasyonlar: σ_S , σ_T , $S\sigma$ ve $T\sigma$. Şiddetleri $c/2$ kadardır.
- iv. Son iki tipin kombinasyonu olan $AS, BS, \dots$ şeklindeki tamamlanmamış dislokasyonlardır. $AS = A\sigma + S\sigma$ şeklinde komponentlerine ayrılırlar.

3.1. Magnezyumun Kayma Modları

$\langle a \rangle$ dislokasyonlarının kararlı ayrışması olarak kolayca açıklanabilen bazal kayma sistemi, Mg için oda sıcaklığında en kolay ve en aktif olan kayma sistemidir. Bazal modda, 3 tane bazal kayma sistemi $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ vardır fakat bunların sadece 2 tanesi bağımsızdır. Üstelik bazal kayma $\langle c \rangle$ eksenini boyunca gerinim üretememektedir, bu sebeple Mg kristalinin kısıtlanmamış şekil değişimi için bazal olmayan kaymalara oldukça ihtiyaç duyulmaktadır. Teoride 2 tip bazal olmayan kayma vardır, biri prizmatik kaymadır. Prizmatik kaymanın 1. dereceden kayma düzlemi $\{10\bar{1}0\}$, 2. dereceden kayma düzlemi de $\{11\bar{2}0\}$ 'dir. Hem Burgers vektörü $\frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ olan $\langle a \rangle$ dislokasyonu hem de Burgers vektörü c eksenini boyunca olan $\langle c \rangle$ dislokasyonu birinci dereceden prizmatik düzlemlerde kayabilir. Fakat ikinci dereceden prizmatik düzlemlerde sadece $\langle c \rangle$ dislokasyonu kayabilir. Bir diğer bazal olmayan kayma ise pirimidal kaymadır. $\langle a \rangle$ dislokasyonları birinci dereceden pirimidal $\{10\bar{1}1\}$ düzlemde ve Burgers vektörü $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ yönünde olan $\langle c+a \rangle$ dislokasyonları ise hem birinci dereceden pirimidal $\{10\bar{1}1\}$ düzlemde hem de ikinci dereceden pirimidal $\{11\bar{2}2\}$ düzlemde kayabilir. Şekil 3.3'te kayma düzlem ve yönleri gösterilmektedir. Çizelge 3.1'de farklı kayma sistemleri listelenmiştir.

Çizelge 3.1: Sıkı paket hegzagonal yapılı magnezyumda kayma sistemleri(Partridge, 1967)

Kayma sistemi	Burgers vektörü tipi	Kayma yönü	Kayma düzlemi	Toplam kayma sistemi sayısı	Bağımsız kayma sistemi sayısı
1	a	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	Bazal (0001)	3	2
2	a	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	Prizmatik tip I (10 $\bar{1}$ 0)	3	2
3	a	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	1.dereceden primidal tip I (10 $\bar{1}$ 1)	6	4
4	c+a	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	2.dereceden primidal tip II (11 $\bar{2}$ 2)	6	5
5	c	$\langle 0001 \rangle$	Prizmatik tip I (10 $\bar{1}$ 0)	3	2
6	c	$\langle 0001 \rangle$	Prizmatik tip II (11 $\bar{2}$ 0)	3	2



Şekil 3.3: SPH kristaldeki kayma sistemleri a) Bazal $\{0001\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ b) Prizmatik $\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ c) Prizmatik $\{10\bar{1}0\}\langle 0001\rangle$ d) Piramidal $\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}3\rangle$ e) Piramidal $\{1\bar{1}01\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ Piramidal $\{1\bar{1}01\}\langle 11\bar{2}3\rangle$

Çizelge 3.2’de görüldüğü üzere bazal kaymanın kritik kayma gerilmesi, prizmatik ve pirimidal kayma sistemlerinin kritik kayma gerilmelerinden yaklaşık 100 kat daha küçüktür. Bu durum önemli ölçüde kritik kayma gerilmesi anizotropisi olduğunu ve plastik deformasyonda bazal kaymanın baskın karakteri olduğunu göstermektedir(Yu, 2012).

Çizelge 3.2: Kayma sistemlerinin kritik kayma gerilmeleri(Hutchinson, 2010)

Deformasyon Modu	Bazal $\langle a \rangle$	Prizmatik $\langle a \rangle$	Primidal $\langle c+a \rangle$
Kritik Kayma Gerilmesi (MPa)	0.5	50	80

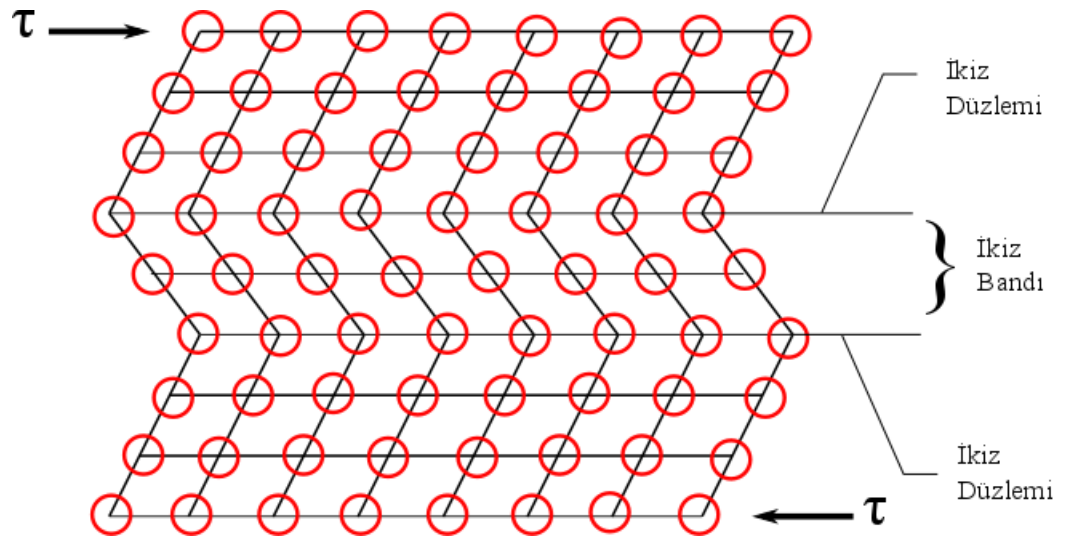
Magnezyumun c/a oranı mükemmel değere çok yakındır, dolayısıyla bazal kayma daha kolay gerçekleşir. Daha az yoğunlukta paketlenmiş ya da daha büyük Burgers vektörlü düzlemlerin aktive edilmesi zordur, bahsedilen kayma sistemleri bu yüzden yüksek kritik kayma gerilmelerinde çalışabilirler. Bazal düzlemlere paralel kayma yönüne sahip bazal, prizmatik ve primidal kaymalar bazal düzlemin

dışına bir deformasyon üretemezler (örn. 5 bağımsız kayma sistemi sağlamazlar). Kısıtlanmamış bir deformasyon için, bazal düzleme dik bileşeni olan kayma vektörleri aktive edilmelidir. Fakat bu durum, kritik kayma gerilmelerinin büyük olmasına neden olan, oldukça büyük kayma vektörleri ve dolayısıyla belirgin ölçüde daha büyük Pierls gerilmeleri gerektirmektedir(Gottstein and Samman, 2005).

Kritik kayma gerilmeleri artan sıcaklıkla düşmekte ve dolayısıyla yüksek sıcaklıklarda bazal olmayan kaymalar aktif hale gelmektedir(Yi et al., 2006). Trojanová and Lukáč (2005), farklı magnezyum alaşımlarının farklı sıcaklıklarda deformasyon davranışları üzerine yaptıkları çalışmalarda, artan sıcaklıkla deformasyon davranışının değiştiğini, sıcaklık artışıyla yumuşama davranışının arttığını göstermişlerdir. Bu durumu dislokasyonların çapraz kaymalarına ve dislokasyon tırmanmalarına atfetmektedirler.

3.2. Magnezyumun İkizlenme Modları

İkizlenme olayı atom düzlemlerinin ikiz düzlemine paralel doğrultuda hareket etmeleri sonucunda kafes yapısının farklı yönlenmiş iki simetrik kısma bölünmesi şeklinde tanımlanabilir(Savaşkan, 2009).



Şekil 3.4: İkizlenmenin kristalografik gösterimi

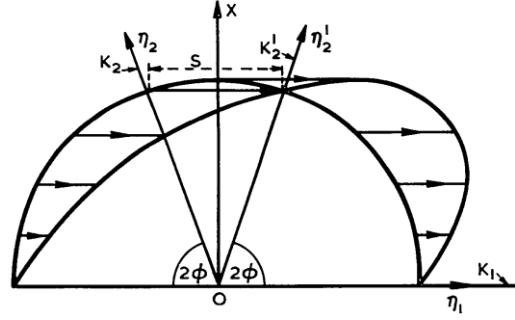
Birçok kristal ikizlenme ile deforme olabilir. İkizlenmeler özellikle SPH yapıda önemlidir çünkü sınırlandırılmamış bir şekil değişimi için SPH kristallerinin kolayca aktive olabilen yeterli sayıda kayma sistemleri yoktur.

Hem kayma hem de ikizlenme deformasyon mekanizmaları, spesifik bir kristalogafik düzlem ve yönde kesme yer değişimleri içerse de önemli farkları vardır. Bunlar;

- I. Kaymada, düzlemdeki deplasmanın şiddeti değişkendir fakat daima atomlar arası mesafenin tam katları nb kadardır (b , burgers vektörüdür). Kayma büyük mesafelerle ayrılmış paralel düzlemlerin sadece birkaçında gerçekleşebilir. İkizlenmede ise kesme deplasmanı atomlararası mesafenin bir bölümü kadardır ve her atomik düzlem komşu düzlemine kesilmeye uğrar.
- II. İkizlenmeler daima yönlüdür, bir yönde gerçekleşen kesme zıt yöndekine eş değildir. Örneğin yüzey merkezli kübik (YMK) kristallerde (111) düzleminde $[\bar{1}\bar{1}2]$ yönünde oluşur fakat $[11\bar{2}]$ yönünde oluşmaz. Diğer taraftan kayma (111) düzleminde hem $[\bar{1}10]$ yönünde hem $[1\bar{1}0]$ yönünde oluşabilir.
- III. Kaymada oluşan kafes dönmesi kademelidir. İkizlenmede ise kafes ani bir şekilde yönlendir.

Deformasyon ikizleri oldukça yüksek hızlarda oluşurlar ve oluşumlarına genellikle duyulabilir sesler eşlik eder. Yayılan ses teneke yırtılmasına benzetilir(Hosford, 2010).

İkizlenmeler bir küreyi elipsoide dönüştürürler ve oluşan şekil değişimi, kesme düzlemine paralel kısımlar olarak tarif edilebilir. Bu kısımlar Şekil 3.5'te görülebilir.



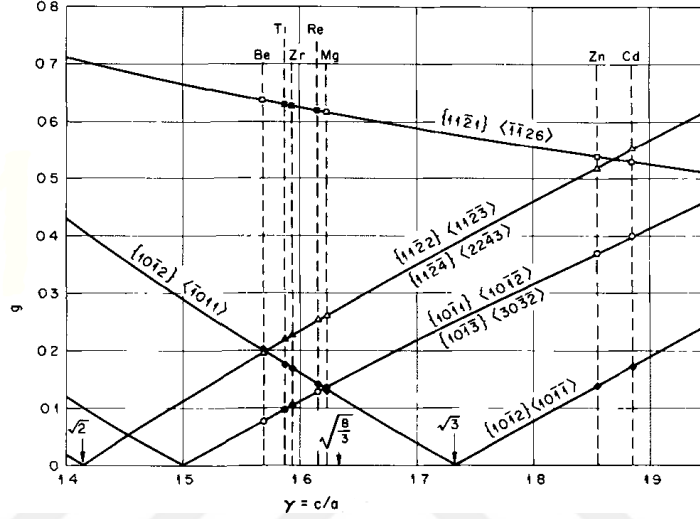
Şekil 3.5: η_1 ikiz kesmesi ile küreden elipsoide dönüşüm(Partridge, 1967).

Burada ikiz kesmesi ile bozulmadan kalan, yani bütün açı ve yönleri değişmemiş iki düzlem vardır. Kesme düzlemine normal olarak uzanan düzlemler K_1 ve K_2 olarak gösterilmektedir. İkiz düzlemi K_1 , ikiz kesme yönü η_1 içerir ve konumunu değiştirmezken, K_2 düzlemi ikiz kesmesi ile K_2' düzlemine hareket etmektedir. İkiz kesme şiddeti S , K_1 ve K_2 arasındaki 2Φ dar açısıyla ilişkilidir ve S değeri malzemenin c/a oranına göre değişmektedir(Partridge, 1967).

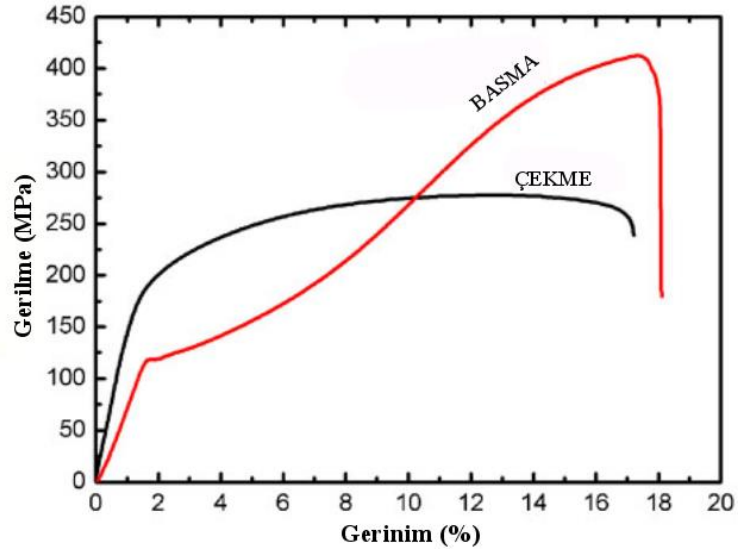
$$S = 2 \cdot \cot 2\Phi \quad (1)$$

Deformasyon ikizleri, yetersiz olan bağımsız kayma düzlemlerini kompanse etmek için çok kristalli magnezyum alaşımlarında sıklıkla gözlemlenmektedir. En yaygın ikiz modları c ekseninde uzama ve kısalmaya yardımcı olan $\{10\bar{1}2\}$ ve $\{10\bar{1}1\}$ ikizleridir(Kelley and Hosford, 1968; Couling et al., 1959; Hartt and Reed-Hill, 1967). Magnezyumda ikizlenmeler Ti, Zr, Re'de olduğu gibi hem basma hem çekme ikizlerinin her bir tipinde birden fazla modu aktif olmadığı için, süneklik özelliği bu metaller kadar iyi değildir. $\{10\bar{1}2\} \langle \bar{1}011 \rangle$ ikizleri magnezyum da dâhil SPH yapıdaki metallerde en yaygın ikiz sistemidir. Bu ikiz sisteminde kesme yönü eksenel oran (c/a) ile ilişkilidir. Eksenel oran $\sqrt{3}$ 'ten büyük olduğunda, çinko ve kadmiyumda olduğu gibi, $\{10\bar{1}2\} \langle \bar{1}011 \rangle$ ikizleri c eksenini boyunca kısalmaya yol açarken, magnezyum gibi eksenel oranı $\sqrt{3}$ 'ten küçük olan metallerde uzamaya yol açar(Yoo, 1981). Şekil 3.6'da SPH metallerin aktif ikiz modları ve bu ikiz modlarının eksenel oranlara göre oluşturduğu ikiz kesmeleri görülmektedir. $\{10\bar{1}2\}$ ikizlenmelerinin kutupsal yapısı magnezyumda çekme ve akma davranışı arasında bir asimetriye sebep olmaktadır. Çok kristalli malzemelerde uygulanan gerilmenin bazal düzleme olan konumu malzeme yönlenmesine çok bağlı olduğu için bu

asimetri sonuç olarak malzemenin yönlenmesine bağlıdır. Dolayısıyla asimetri, zayıf yönlenmeli dökme alaşımlarda göreceli daha az iken, güçlü dokuya sahip dövme alaşımlarda daha şiddetli bir şekilde kendini göstermektedir(Jain et al., 2010). Şekil 3.7’de görülen ekstrüde edilmiş AZ31 magnezyum alaşımının ekstrüzyon yönünde yapılan çekme ve basma testleri, malzemenin çekme ve basmada farklı mekanik özellikler sergilediği göstermektedir(He et al., 2017).

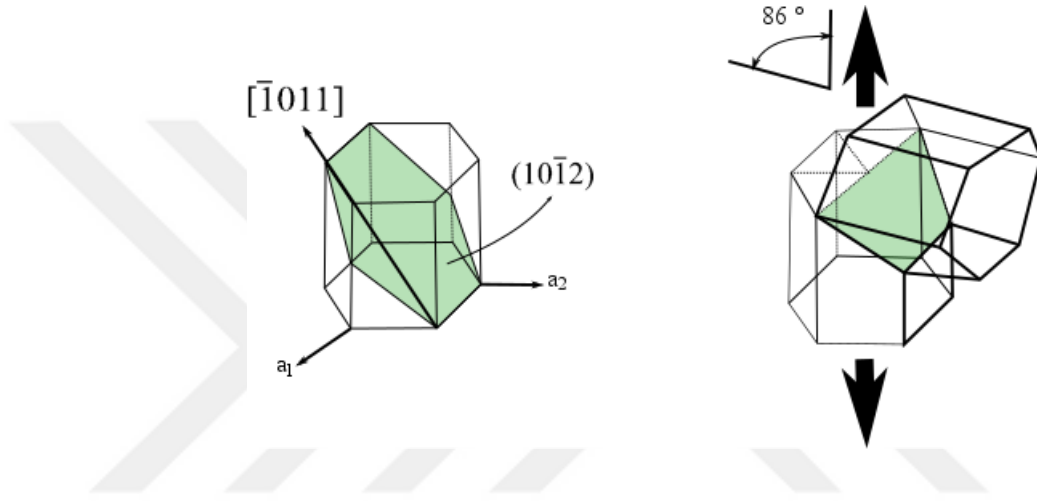


Şekil 3.6: İkiz kesmelerin eksenel oran ile değişimi. İçi dolu noktalar aktif ikiz modlarını göstermektedir. Eksi eğimler c ekseninde uzamaları, artı eğimler ise kısalmayı göstermektedir(Yoo, 1981).



Şekil 3.7: Ekstrüzyon yönüne paralel AZ31 magnezyum alaşımının çekme ve basma eğrileri(He et al., 2017).

$\{10\bar{1}2\}$ ikizlerinin kritik kayma gerilmesi 2-3 MPa civarındadır ve bazal kaymadan sonra en düşük ikinci kritik kayma mukavemeti değerine sahip olması dolayısıyla yüklemenin ilk aşamalarında ortaya çıkarak malzemenin akma davranışını etkilemektedir. Bu ikizlenmeler bazal düzlemlerini c ekseninde 86° döndürerek deformasyon kaynaklı yönlenme mekanizmasının temelini oluştururlar(Koike et al., 2008). $\{10\bar{1}2\}$ ikizlenmeleri deformasyon sertleşmesine ve üniform uzama artışına sebep olurlar(Barnett, 2007a). $\{10\bar{1}2\}$ ikizlerinin oluşturduğu yönlenme Şekil 3.8’de görülmektedir.



Şekil 3.8: $\{10\bar{1}2\}$ ikizlerinin oluşturduğu kafes yönlenmesi

Magnezyumda, c eksenini boyunca basma durumunda $\{10\bar{1}1\}$ ve $\{10\bar{1}3\}$ ikizlenmeleri en yaygın görülen ikiz modlarıdır(Bettle and Barnett, 2012). Birincil $\{10\bar{1}1\}$ ve $\{10\bar{1}3\}$ ikizleri sırasıyla $56.2^\circ <1\bar{2}10>$ ve $64^\circ <1\bar{2}10>$ yönlenme açısı/eksenleriyle karakterize edilirler(Cizek and Barnett, 2008). Reed-Hill and Robertson (1957), yaptıkları çalışmada $\{10\bar{1}3\}$ ikizlerinin 150°C ve üzeri sıcaklıklarda görüldüğünü bildirmiştir. Yoshinaga and Horiuchi (1963), tek kristal magnezyum üzerinde yaptıkları deneylerde, $\{10\bar{1}1\}$ ikizlerinin oda sıcaklığındaki kritik kayma gerilmesini 113 MPa olarak bildirmişlerdir ve sıcaklık arttıkça kritik kayma gerilmesi değerinin düştüğünü vurgulamışlardır. Chakkedath and Boehlert (2015), Wonsiewicz and Backofen (1967) ve Hartt and Reed-Hill (1967)’ye atfen, yapılan önceki çalışmalarda basma ikiz modlarının sıklıkla çatlak oluşum bölgeleriyle ve kırılma yüzeyleriyle ilişkilendirildiğini bildirmişlerdir. Koike (2005), c ekseninde basma ikizlenmelerinin deformasyonun geç aşamasında ortaya

çıktığını ve kesme lokalizasyonları oluşturarak katastrofik kopmalara neden olduğunu bildirmiştir.

Birincil ikizlenmelere ek olarak, birincil ikizlenmelerin yeniden yönlmesiyle ikincil ikizlenmeler oluşabilir. Bu tip ikizlenmeler çift ikizlenmeler olarak da bilinmektedir. Genellikle ilk olarak $\{10\bar{1}1\}$ veya $\{10\bar{1}3\}$ basma ikizleri oluşur, sonrasında $\{10\bar{1}2\}$ çekme ikizleri orijinal basma ikizleri içerisinde yayılır. $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ çift ikizleri, ikizlenmemiş matris içerisindeki bazal düzlemlerin konumunu 37.5° yönlendirirlerken benzer şekilde $\{10\bar{1}3\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ çift ikizleri de bazal düzlemlerin 22° 'lik dönüşüne sebep olur. Her iki tipteki duble ikizlenmeler c eksenini boyunca kısaltmaya sebep olur (Jiang et al., 2006). Barnett (2007b), çok kristalli Mg alaşımlarında $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ çift ikizlerinin lokalize boşlukların oluşumundan ve deformasyon yumuşamasından sorumlu olduğunu ve bunun da erken bir kesme kopmasına sebep olduğunu ileri sürmüştür. Ando et al. (2010), $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ çift ikizlerinin büyük kesme lokalizasyonları oluşturmasının yüzey kabarmalarına yol açtığını, Mg alaşımlarında oluşan erken kopmalara $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ çift ikizlerinin yol açtığını belirtmiştir.

c eksenini boyunca uzama ve kısaltmaya sebep olan basma ve çekme ikizleri görüntü olarak da birbirlerinden ayrılırlar. $\{10\bar{1}2\}$ çekme ikizleri kalın merceksi bir görünüme sahipken, $\{10\bar{1}1\}$ ikizleri ince çizgi şeklinde bir görünüme sahiptir (Wang et al., 2014; Patel et al., 2012).

3.3. Mukavemetlendirme ve Süneklik Artırma Mekanizmaları

Birçok mukavemetlendirme mekanizması magnezyum matrisli kompozitlerin akma dayanımını artırmaya yardımcı olmaktadır. Bunlar:

- i. Matris ve takviye arasındaki ısı genleşme katsayısı ve elastisite modülü farkına uyum sağlamak için dislokasyon oluşumu (σ_{TKG} ve σ_E)
- ii. Yapıda takviye bulunması sonucu yük taşıma etkisi ($\sigma_{\text{yük taşıma}}$)
- iii. Orowan mukavemetlenmesi (σ_{Orowan})
- iv. Tane boyutu etkisi ($\sigma_{\text{hall-petch}}$)

Kompozit malzemenin akma dayanımı $\sigma_{comp,y}$ şu şekilde tanımlanabilir.

$$\sigma_{comp,y} = \sigma_{my} + \Delta\sigma \quad (2)$$

σ_{my} , matrisin akma dayanımını temsil ederken, $\Delta\sigma$ ise kompozit malzemedeki toplam akma dayanımı artışını temsil etmektedir(Gupta and Sharon, 2011a4).

3.3.1. Isıl Genleşme Katsayısı Ve Elastisite Modülü Farkı

Matris ve takviye arasındaki ısı genleşme katsayısı farkı, yüksek proses sıcaklığından soğumaya kadar olan süreçte, takviye partikülleri etrafında dislokasyon yoğunluğu artışına sebep olur. Matris ile takviye arasındaki IGK uyumsuzluğunun sebep olduğu plastik deformasyon, kompozit malzemenin dayanımını artırır. Matris ve takviye arasındaki ısı uyumsuzluğun oluşturduğu dislokasyon yoğunluğu (ρ_{th}) sonucu oluşan akma gerilmesindeki artış(Rauber et al., 2011),

$$\sigma_{TCK} = \beta \cdot G \cdot b \cdot \rho_{th}^{\frac{1}{2}} \quad (3)$$

denklemlerle gösterilir. Burada; β geometrik sabit, G matrisin kesme modülü, b Burgers vektörüdür. Dislokasyon yoğunluğu (ρ_{th}), aşağıdaki denklem ile hesaplanabilir(Zhong et al., 2007).

$$(\rho_{th}) = \frac{12\sqrt{2} \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta T \cdot f}{b \cdot d \cdot (1 - f)} \quad (4)$$

Matris ve takviye arasındaki ısı genleşme katsayıları farkı $\Delta\alpha$, işlem sırasındaki sıcaklık değişim ΔT , takviye oranı f , yeni oluşan dislokasyonların Burgers vektörü b , partikül çapı d ile gösterilmektedir.

Benzer şekilde, matris ve takviye arasındaki elastisite modülü uyumsuzluğu da dislokasyon yoğunluğunda artışa sebep olmaktadır. Matris ve takviye farklı elastisite modüllerine sahip olduğu için yük altında deformasyon cevapları da farklı olacaktır. Bu sebeple takviye partikülleri etrafında dislokasyon yoğunluğuna sebep olacaktır. Bu dislokasyon yoğunluğu,

$$\rho_E = \frac{6.f}{b.d} \cdot \varepsilon \quad (5)$$

denklemlerle gösterilir. Denklemlerde bulunan f takviye oranını, b dislokasyonların Burgers vektörünü, d partikül çapını, ε elastik gerinimi ifade eder (Dai et al., 2001).

3.3.2. Yük Taşıma Etkisi

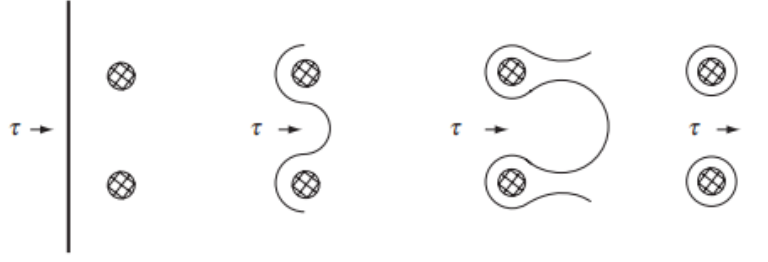
Matristen fiberlere taşınan yük genel olarak shear lag teorisiyle açıklanabilmektedir. Bu teori yüksek boy/çap oranlı takviyelerle matris arasında, takviye-matris arayüzeyinde kesme kuvvetleriyle yük aktarımı oluştuğunu varsayar. Orijinal model, yük transferinin sadece yük yönüne paralel ara-fazlar boyunca kesme transferi ile oluştuğunu varsayar. Shear lag teorisinde, boy/çap oranı düştükçe önemi artan partikül sonlarında oluşan çekme ile yük aktarımını da içeren modifikasyonlar yapılmıştır. Partikül sonlarında oluşan yük transferini içeren modifiye edilmiş shear lag modeline göre eş eksenli partikül takviyeler için dayanım artışı,

$$\Delta\sigma_y = 0,5.f\sigma_m \quad (6)$$

olarak ifade edilmektedir. Burada f , takviye oranı, σ_m ise matrisin akma dayanımıdır. Bu mekanizmanın oluşabilmesi için matris ve takviye arasında güçlü bir arayüzey bağı gerekmektedir (Aikin and Christodoulou, 1991).

3.3.3. Orowan Mukavemetlenmesi

Orowan, sünek bir matriste, dislokasyonların kayma düzlemlerinde ikinci faz partiküller bulunuyorsa, partiküller arası bir dislokasyonun yayılması için ekstra bir kuvvet gerekeceğini belirtmiştir. Uygulanan gerilme bir dislokasyonu partiküller arasında kabaca yarım çember şeklinde bükmeye yeterli büyüklükte olmalıdır. Böyle olduğu zaman dislokasyon partiküller arasından ekstrüde olacaktır ve Şekil 3.9'da gösterildiği üzere partiküllerin etrafında dislokasyon halkaları bırakacaktır. Bir τ kesme gerilmesi altında dislokasyon, zıt Burgers vektörlü dislokasyon segmentleri birbirini dengeleyene kadar bükülürler, partikülün etrafında dislokasyon halkası bırakırlar.



Şekil 3.9: Orowan modeli

Bir dislokasyonu r yarıçapına bükmek için gereken gerilme kabaca, şu şekilde ifade edilebilir.

$$\tau \approx \frac{Gb}{2r} \quad (7)$$

Kayma düzleminde iki partikül arası mesafe x olarak adlandırılırsa, τ kesme gerilmesi altındaki dislokayon partiküller arasında $x/2$ yarıçapına bükülmek zorundadır. Bu durumda kesme gerilmesi,

$$\tau \approx \frac{Gb}{2r} = \frac{Gb}{x} \quad (8)$$

olarak ifade edilir. Partiküllerin dislokasyonlar ile kesilmesi söz konusu olmaması koşuluyla toplam akma gerilmesi,

$$\tau_y = \tau_m + \frac{Gb}{x} \quad (9)$$

şeklinde ifade edilir, τ_m partikül olmadığı durumda matrisin akması için gereken kritik kayma gerilmesidir (Meyers and Chawla, 2009).

Orowan gerilmesi üzerine, partikül boyutunu da içeren daha hassas formülasyonlar üretilmiştir. İyi bilindiği üzere Orowan mukavemetlenmesi mikron boyutlu takviyeli kompozitlerde, partiküllerin kaba olması ve partiküller arası mesafenin büyük olmasından dolayı çok önemli değildir. Partiküller nano boyutlu olduğu zaman Orowan mekanizması önemli hale gelmektedir (Zhang and Chen, 2006). Orowan mekanizmasının oluşturacağı mukavemet artışı şu denklemle ifade edilebilir (Han and Dunand, 2000).

$$\sigma_{Orowan} = M \cdot \frac{0.4 \cdot G \cdot b}{\pi \bar{\lambda}} \cdot \frac{\ln \frac{\bar{d}}{b}}{\sqrt{1 - \nu_m}} \quad (10)$$

Burada M, matris yönlenme faktörüdür. G matrisin kesme modülü, ν_m , matrisin Poisson oranı, b ise dislokasyonların Burgers vektörüdür. $\bar{d} = \sqrt{2/3}d$ d partikül çapı, $\bar{\lambda} = (\bar{d} \cdot \sqrt{\pi/4f} - 1)$ ise partiküller arası ortalama mesafedir, f ise takviye oranıdır.

3.3.4. Tane Boyutu Etkisi

Çok kristalli metallerde tane sınırlarının plastik deformasyona çok önemli etkileri olduğu bilinmektedir. Tane sınırları düşük sıcaklıklarda ($T < 0.5T_m$) dislokasyon hareketine engel oluştururlar. Hareketli dislokasyonlar tane sınırlarında birikebilir, dolayısıyla gerilme konsantrasyonlarına yol açabilirler. Bu konsantrasyonlar da yerel çoklu kaymalarla gevşetilebilir. Deformasyon esnasında boşluk ve çatlaklar oluşmadığı sürece, polikristalin malzemenin deformasyonu esnasında komşu taneler arasında uyum hali vardır ki, her bir tanedeki deformasyona komşu tanesi eşlik etmek zorundadır. Bu uyum, yüksek deformasyon sertleşmesine yol açan, tane sınırlarında çoklu kaymalar olarak düşünülebilir. Tane boyutu düştükçe tane sınırı miktarı artacağından deformasyon sertleşmesine uğramış hacim de artacaktır.

Yüksek sıcaklıklarda tane sınırları zayıflık alanları olarak işlev görür. Plastik akışa ya da tane sınırları boyunca gözenek açılmasına yol açan tane sınırı kayması oluşabilir. Yüksek sıcaklıklarda tane sınırları gözenek kaynağı ya da yutucusu gibi davranabilir, bu da difüzyon akımlarına yol açabilir.

Hall ve Petch, düşük karbonlu çeliklerin alt akma noktası ile tane boyutu arasındaki ilişkiyi ortaya çıkardığı zamandan itibaren, bu ilişkiyi temel bir bakış açısıyla açıklamak ve farklı metallerin ve alaşım sistemlerinin akma gerilmelerine ve akış gerilmelerine uygulamak için çok çaba harcanmıştır. Hall-Petch ilişkisi şu denklem ile ifade edilmektedir.

$$\sigma_y = \sigma_0 + k \cdot d^{-\frac{1}{2}} \quad (11)$$

Burada σ_y akma gerilmesi, σ_0 dislokasyonu hareket ettirebilmek için gereken sürtünme gerilmesi, k Hall Petch eğimi, d ise tane boyutudur. Bu eşitlik birçok sisteme farklı başarı oranlarıyla uygulanmaktadır. Bazı metallerin σ_0 ve k değerleri Çizelge 3.3'te verilmiştir. Mg'un tane küçültme ile mukvemetlendirilme potansiyelinin Cu' a göre 2,5 kat, Al'a göre 4 kat fazla olduğu görülmektedir.

Çizelge 3.3: Bazı metallerin σ_0 ve k değerleri

Malzeme	σ_0 (MPa)	k (MN/m ^{3/2})
Magnezyum ($\epsilon=0,002$)	6.86	0.28
Alüminyum ($\epsilon=0,005$)	15.69	0.07
Bakır ($\epsilon=0,005$)	25.50	0.11
Yumuşak çelik ($\epsilon=0,1$)	294.18	0.39

Hall-Petch, evrensel bir kanun olarak düşünülmemelidir, kısıtlı bir tane boyutu aralığı için geçerli bir yaklaşım olarak algılanmalıdır(Meyers and Chawla, 2009).

Yamashita et al. (2001), saf Mg ve Mg-0,9Al alaşımlarına eş kanallı açılı presleme (EKAP) metodunu uygulayarak elde ettikleri farklı tane boyut aralığındaki (400-17 μ m) numuneler üzerinde yaptıkları çalışmalar sonucunda, tane boyutu azalışının mukavemet ve sünekliği arttırdığını belirtmişlerdir. Yaptıkları hesaplamalara göre mukavemet artışının Hall-Petch kuralına uyduğunu, dolayısıyla meydana gelen mukavemet artışının tane incilmesi sonucunda oluştuğunu ifade etmişlerdir. Tane incelmesiyle oluşan süneklik artışını da, tane sayısının artmasıyla makroskobik deformasyona daha çok tanenin katılması ve gerilme konsantrasyonunun daha geniş alana yayılarak azalmasına atfetmişlerdir. Feng et al. (2016), mekanik öğütme ve sonrasında sıcak ekstrüzyon ile ürettikleri 250-1200 nm aralığındaki numuneler üzerinde yaptıkları basma testleri sonucunda, konvansiyonel Mg-3Al-Zn alaşımlarına göre çok yüksek dayanım değerleri elde etmişlerdir. Bu artışı, tane boyutu ve MgO partiküllerinin dayanımlandırma

etkilerine atfetmektedirler. Azalan tane boyutuyla mukavemetin Hall-Petch'e uygun olarak lineer bir şekilde attığını belirtmişlerdir. Shen et al. (2016), 9-2 μm aralığında değişen ortalama tane boyutlarındaki saf magnezyum numuneler üzerinde yaptığı çalışmalar sonucunda, mekanik özelliklerde olan artışta tane boyutu etkisinin zayıf olduğunu ifade etmiştir. Elde ettiği düşük Hall-Petch katsayısı ve yüksek σ_0 değerinden yola çıkarak, bu durumu bazal olmayan kayma sistemlerinin aktivasyonuna atfetmektedir. Ayrıca tane incelmesinin deformasyon ikizlenmelerini baskıladığını ifade etmektedir. Koike et al. (2003), AZ31B magnezyum alaşımında tane inceltme ile %47 gibi magnezyum alaşımları için oldukça yüksek kopma uzaması elde etmişlerdir. Deformasyon sonrası mikroyapı incelemeleriyle bazal olmayan kaymaların aktivasyonunu göstermişlerdir. Yüksek süneklik değerini bazal olmayan dislokasyonların aktivasyonu ve oda sıcaklığında dinamik rekristalizasyona atfetmektedirler. Diğer taraftan Cepeda-Jime'nez et al. (2015), sıcak haddeleme ve ısıt işlemlerle farklı tane boyutlarında (36-19-5 μm) ürettiği saf magnezyum numuneler ile yaptığı çalışmada, tane boyutunun azalmasıyla bazal olmayan kaymadan bazal kaymaya geçiş oluştuğunu ifade etmiştir. Deformasyon sonrası kayma izi analizlerine göre en kaba taneli numunede oluşan kaymaların %87'si bazal olmayan, %13'ü bazal kaymalar iken en ince taneli numunede bazal kaymaların oranının %70 civarında olduğunu ifade etmektedirler. Bu durumu, tane sınırlarının dayanımlandırma etkisinin her sistem için farklı olmasına bağlamaktadırlar. Tane boyutu düştükçe azalan sünekliği ise tane boyutunun düşmesiyle hem ikizlenmelerin hem de bazal olmayan kaymaların kısıtlanmasıyla azalan deformasyon mekanizmaları ile açıklamaktadırlar.

Chino et al. (2008), ekstrüde edilmiş farklı tane boyutlarındaki (71-69-8 μm) AZ31 magnezyum alaşımı numunelerle yaptıkları basma ve çekme deneyleri sonucunda, çekme-basma deformasyonları arasında anizotropi gözlemlemişlerdir. Azalan tane boyutuyla bu anizotropinin azaldığını ifade etmektedirler. Deformasyon sonrası yapılan mikroyapı incelemeleriyle tane boyutu azaldıkça ikiz oluşumunun baskılandığı ve bu durumun çekme basma anizotropisinde azalmaya neden olduğu belirtilmiştir. Tane boyutunun azalmasıyla artan sünekliğin, tane sınırı göçü mekanizmasıyla açıklanabileceği ifade edilmiştir. Yang and Gosh (2006), kaba (20-70 μm) ve ultra ince taneli (1.4 μm) AZ31B magnezyum alaşımı numuneler ile yaptıkları çalışmada, tane inceltme ile hem mukavemet hem de

sünekliğin ciddi ölçüde arttığını ve ultra ince taneli numunelerde basma ve çekme akma gerilmeleri arasındaki farkın azaldığını gözlemlemiştir. Tane inceltmenin, üniform deformasyonu ve deformasyon sertleşmesini azaltırken post-üniform deformasyonu ve deformasyon hızı hassasiyetini arttırdığını belirtmişlerdir. Yaptıkları mikroyapı incelemelerine göre tane inceltmenin ikizlenme oluşumunu baskıladığını, bu durumun azalan anizotropi ile ilgili olduğunu göstermişlerdir. Azalan tane boyutuyla artan tane sınırı miktarının, deformasyon sırasında tane sınırı hareketlerini artırabileceğini ve bu durumun da artan deformasyon hızı hassasiyetini ve post-üniform deformasyonu açıklayabileceğini ifade etmişlerdir. Liao et al. (2009), 1.5-11 μm aralığında değişen tane boyutlarında AZ31B alaşımı numuneler yaptıkları çalışmada, tane boyutunun çekme dayanımını arttırdığını, bu artışın Hall-Petch ile uyumlu olduğunu göstermişlerdir. Tane boyutu 3 μm 'un altına indiğinde kopma uzaması ve Charpy darbe enerjisinin arttığını gözlemlemiştir. Charpy numunelerinin test sonrası kopma bölgelerine yakın kısımlarda yaptıkları mikroyapı incelemeleriyle tane boyutu 3 μm altına indiğinde ikiz oluşumlarının büyük oranda engellenmiş olduğunu tespit etmişlerdir.

Choi et al. (2010), farklı tane boyutları üzerinde yaptığı araştırmada magnezyumun oda sıcaklığındaki deformasyonunu tane boyutlarına göre 3 gruba ayırmıştır. İlk olarak, 1 μm üzeri taneleri mikro kristal olarak tanımlamıştır. Bu grupta akma gerilmelerinin Hall-Petch'e uyduğunu, oluşan ikizlenmelerin ve tane sınırlarının dislokasyon hareketlerini engellediğini bunun da yüksek deformasyon sertleşmesi ve ihmal edilebilir deformasyon hızı hassasiyetine yol açtığını ileri sürmüştür. İkinci grubu, 1 μm -100 nm aralığını kapsayan ultra ince kristal olarak tanımlamıştır. Bu grupta dislokasyonların tane sınırları ve ikiz sınırları ile etkileşimlerinin azaldığını, dislokasyon yığılmaları mekanizmasının önemini kaybettiğini, ikiz oluşumlarında azalmalardan dolayı deformasyona olan katkısının azaldığı ve tüm bu nedenlerden dolayı Hall-Petch'ten negatif sapmalar gerçekleştiğini ileri sürmüşlerdir. Üçüncü grup 100 nm altı nano kristal bölge olarak tanımlanmıştır. Bu grupta, tersine Hall-Petch bağıntısı olduğu, tane boyutunun aktivasyon hacminin altına düşmesiyle dislokasyon hareketlerinin kısıtlanması ve ikiz oluşumlarının önemli ölçüde baskılanması ile ihmal edilebilir deformasyon sertleşmesi ve oldukça yüksek deformasyon hızı hassasiyeti olduğu belirtilmiştir. Deformasyonun tane dönmesi, tane sınırı kayması gibi tane sınırlarında atomik

hareketler ile gerçekleşebileceği ifade edilmiştir. Lai et al. (2004), mekanik alaşımlama ve toz metalürjisi sonrası ısıt işlemler ile 77-120 nm tane boyutu aralığında ürettiği Mg5Al-TiH₂ kompozitleri ile yaptığı mekanik testler sonucunda, mekanik alaşımlama yapılmamış numunelere göre oldukça yüksek akma gerilmeleri, kopma uzama değerleri elde ettiler. Ayrıca mekanik alaşımlama yapılan numunelerde deformasyon yumuşaması tespit ettiler. Elde ettikleri sonuçları tane boyutuyla ilişkilendirmişlerdir ve deformasyon yumuşamasını da tane sınırı kayması deformasyon mekanizmasına atfetmektedirler. Thein et al. (2009), mekanik öğütme ve toz metalürjisi ile ürettikleri Mg matrisli AlN takviyeli nanokompozitlerin deformasyon davranışları üzerine yaptıkları çalışmada, mekanik alaşımlanmış bütün numunelerin deformasyon yumuşaması davranışı sergilediğini göstermişlerdir. Bu davranışa, tane sınırı göçü ve tane sınırı kayması mekanizmalarının sebep olabileceğini ifade etmişlerdir.

4. MEKANİK ÖĞÜTME

Mekanik alaşımlama (MA), gaz türbin uygulamaları için oksit dispersiyon ile dayanımlanmış nikel tabanlı süper alaşımları üretmek amacıyla John Benjamin tarafından 1960'ların ortalarında geliştirilmiş bir toz metalurjisi tekniğidir. Geliştirilmesinden sonra mekanik alaşımlama ile elementel tozların karışımı ile oda sıcaklığında çok çeşitli kararlı ve kararsız malzemelerin sentezlenebileceği fark edildi. Bu teknik sonraki 15-20 sene boyunca birçok araştırmacının dikkatini çekti. 1980'lerin başlarında itibaren, süper-doymuş katı çözeltiler, kristalin ve yarı-kristalin ara fazlar, amorf alaşımlar gibi çeşitli kararlı ve yarı kararlı fazları sentezlemek için birçok araştırmalar yapıldı. Ek olarak, toz karışımlarının, kimyasal reaksiyon başlatmak için oda sıcaklığında veya en azından saf metallerin, nanokompozitlerin ve birçok ticari olarak kullanışlı malzemenin normal üretimi için gereken sıcaklığın daha altında, mekanik olarak aktive edilebileceği fark edildi. Modelleme çalışmalarıyla, mekanik alaşımlamanın proses temellerini anlamak için girişimler, 1990'ların başından beri devam etmektedir(Suryanarayana, 2004a1).

Mekanik alaşımlama işlemi ile ikinci faz partiküllerin yapı içerisinde oldukça iyi bir şekilde dağıtımı, katı çözelti limitlerinin artırılması, tane boyutunun nanometrik ölçülere indirilebilmesi, yeni kristalin ya da yarı-kristalin fazların sentezlenebilmesi, amorf fazların geliştirilmesi, alaşımlaması zor olan metallerin alaşımlanabilmesi, düşük sıcaklıklarda kimyasal reaksiyonların başlatılabilmesi mümkündür.

Literatürde bu işlemi tanımlamak için iki farklı terim kullanılmaktadır. Mekanik alaşımlama terimi, toz karışımlarının (farklı metaller ya da alaşımlar) beraber öğütülmesi işlemi tarif eder. Bu proses, homojen alaşım elde etmek için malzeme transferi içerirken diğer taraftan homojenizasyon için malzeme transferi içermeyen, saf metaller, intermetalikler ya da ön alaşımlanmış tozlar gibi üniform toz kompozisyonlarının öğütülmesi ise mekanik öğütme (MÖ) terimi ile ifade edilmektedir(ASM International, 2001a1).

Mekanik alaşımlama tekniği geliştirildiği günden itibaren çeşitli yeni kompozisyonlar geliştirmek ve mevcut malzemelerin performansını artırmak için

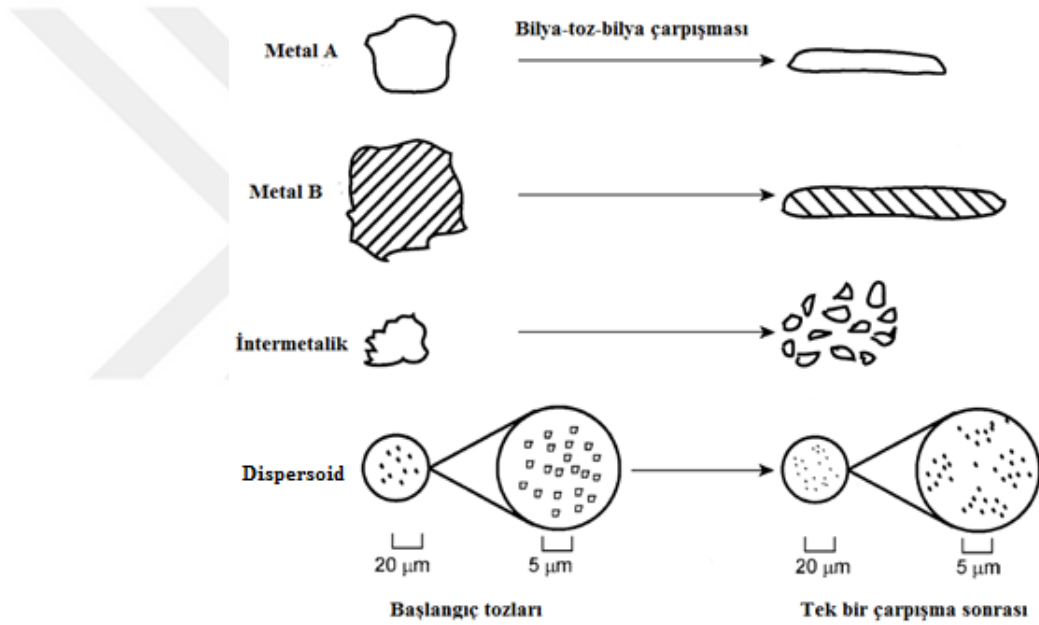
uygulanmıştır. Bunların birçoğu endüstriyel seviyede üretilip ticari uygulamalarda yer alırken, birçoğu da uygulama alanı bulmaya aday durumdadır. Inconel MA 745, MA 758, MA 6000, MA 760 nikel bazlı süper alaşımlar bu teknikle üretilmekte ve ticari olarak kullanılmaktadır. Bu alaşımlar havacılık sektöründe yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılmaktadır. MA 957 çelik alaşımı nükleer endüstri uygulamaları için tasarlanmıştır, korozyon atmosferde 1300 °C sıcaklıkların üzerinde kullanılabilir. Dour Metal, mekanik alaşımlama metodu ile yüksek sıcaklıkta dayanım ve oksidasyon direnci ihtiyaçlarını karşılayan demir bazlı FeCrAl alaşımı oksit dağıtılmış mikro dövülmüş malzemeler serisi üretmiştir. Yüksek dayanım amaçlı IN 9052, düşük yoğunluklu 7075-T73 alüminyum alaşımları da mekanik alaşımlama ile üretilmektedir. Mekanik alaşımlama yöntemi hidrojen depolama amaçlı magnezyum sistemleri için de umut vericidir. Bu amaçla magnezyum konvansiyonel olarak Ni, Ce, La elementleri ile alaşımlandırılmaktadır. İkinci faz içermeyen süper doymuş çözeltiler, manyetik malzemeler için alaşımlar, süper plastik alaşımlar, aşınma dirençli malzemeler, nanokristalin ve amorf malzemeler ve kompozitler de mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilmektedir.

MA günümüzde sadece havacılık endüstrisinde değil, ısıtma işlem (fırın armatürleri, fırın tüpleri ve rafları, elektrik direnç bobinleri vb.), cam (ergimiş cam karıştırma çubukları), enerji (eşanjör parçaları, gaz türbini parçaları, vb.), rekreasyon endüstrilerinde de (bisiklet gövdesi) kullanılmaktadır. Fakat MA malzemelerin endüstriyel kabulündeki gelişim; yüksek maliyet, yeni malzemeleri denemeye karşı direnç ve hizmet içi deneyim eksikliği gibi nedenlerden dolayı yavaştır(Soni, 2001).

4.1. Mekanik Alaşımlama İşlemi ve Mekanizması

MA işlemi, tozların doğru oranda karıştırılması ve öğütme ortamıyla (genellikle çelik bilyeler) birlikte değirmene yüklenmesiyle başlar. Bu karışım, arzu edilen süre uzunluğunda kararlı hale geçinceye kadar yani her toz partikülünün element oranı başlangıç toz karışım oranıyla aynı olana kadar öğütülür. Sonrasında tozlar sıkıştırılarak bir yığına dönüştürülür ve istenen mikroyapı ve özelliklere sahip olması için ısıtma işlemi uygulanır(Suryanarayana, 2001).

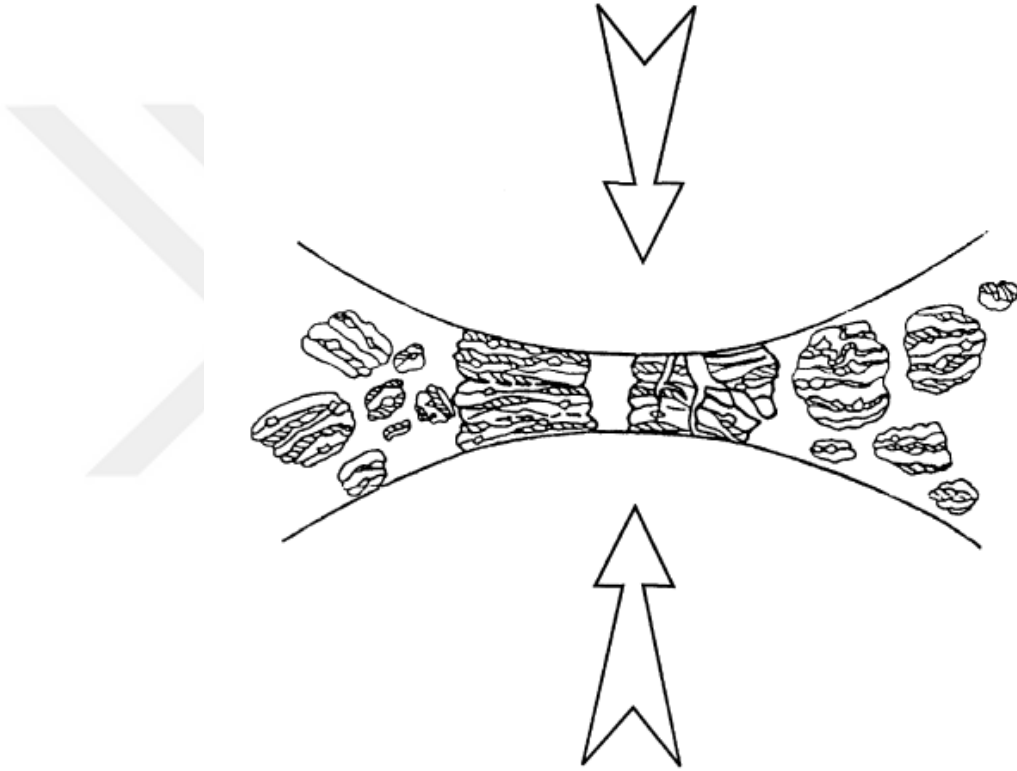
MA ve mekanik öğütme (MÖ), toz karışımını öğütme ortamıyla birlikte hazneye yüklemeyi ve onları ağır bir deformasyona maruz bırakmayı içerir. İşlem sırasında toz partikülleri tekrarlayan bir şekilde yassılaştır, soğuk kaynak olur, kırılır ve yeniden kaynak olur. Tek bir çarpışmanın her bir tipteki toz bileşenine etkisi Şekil 4.1’de görülmektedir. Öğütücü bilyenin ilk etkisi sünek metal tozunun yassılaşmasına ve deformasyonla sertleşmesine neden olmaktadır. Ağır plastik deformasyon partikülün yüzey/hacim oranını artırırken, yüzeydeki absorbe olmuş kirlilik filmini kırmaktadır. Gevrek intermetalik toz partikülleri ise kırılarak ufalanmaktadır. Dağıtılmış oksit partiküller daha şiddetli bir şekilde parçalanırlar(Suryanarayana, 2004a2).



Şekil 4.1: Toz bileşimlerinin mekanik alaşımlama sırasında deformasyon karakteristiklerinin gösterimi(Suryanarayana, 2001)

MA sırasında tek bir bilye-toz-bilye çarpışması, toz karışımının 0,0002 g'ını, 1000 civarında toz partikülünü etkilemekte ve iki şekilde toz morfolojisini değiştirebilmektedir (Şekil 4.2). Metal tozları yassılaşılarak üst üste binerler. Atomik olarak temiz ara yüzeyler ilk temas için bir araya gelerek soğuk kaynaklar oluşur ve başlangıç tozların içeriğinden oluşan tabakalı kompozit toz partikülleri meydana gelir. Daha kırılğan olan bileşenler sünek bileşenler tarafından emilme eğilimindedirler ve kompozit yapı içerisine gömülürler. Eş zamanlı olarak deformasyonla sertleşen elementel ya da kompozit partiküller kırılabilir. Birbiriyle

yarışan soğuk kaynak ve kırılma olayları, bütün bir işlem boyunca devam eder. Kaynak (plastik deformasyon ve aglomerasyon) ve kırılma (boyut azalması) etkileşimi içyapıyı yoğunlaştırarak partiküllerin homojenleşmesini ve incelmelerini sağlar. Toz partikülleri birbirine soğuk kaynak olurken aynı zamanda bilye ve değirmen iç yüzeylerini de kaplayabilir. Kaplamanın oluşumu ve tabaka kalınlığı alaşım sistemine ve proses kontrol ajanlarının (PKA) kullanılmasına bağlıdır. Genellikle tozların ağırlıkça %3-4'ü kaplamaya harcanır. İnce bir kaplama bilyelerin işlem sırasında aşınmasını engelleyerek fayda sağlayabilir.



Şekil 4.2: Mekanik alaşımlama sırasında bilye-toz-bilye çarpışması(Gilman and Benjamin, 1983).

İşlemin ilk aşamasında partiküller başlangıç bileşenlerinin tabakalı kompozitleridir ve kompozit partikül boyutları birkaç mikron ile yüzlerce mikro arasında değişebilir. Bu aşamada tozların bir kısmı soğuk kaynak olmamış olabilir. Orijinal başlangıç tozları kompozit içerisinde ayırt edilir. Sert çökelti partikülleri kaynak boyunca birbirlerine yakın olarak dizilirler. Kompozit partiküllerin kimyasal kompozisyonu partikülden partiküle değişmektedir.

Ara aşamada, soğuk kaynak ve kırılmaların devam etmesiyle kompozit partiküllerin boyutları azalır. Bu aşamanın başlamasıyla, hafif ısınma, kafes hataları

ve kısa difüzyon mesafeleri ile matris partiküllerinde çözelti elementlerinin çözünmesi ve katı çözelti alanlarının oluşumu kolaylaşır. Proses esnasında, bilyelerin kinetik enerjisini tozların absorbe etmesiyle ısı meydana gelir. MA işleminde yoğun soğuk deformasyon, düşük aktivasyon enerjili difüzyon bölgeleri sağlayarak difüzyona da yardımcı olur. kompozit partiküller kırılıp yoğuruldukça oksit sert çökelti partiküllerinin dağılımı da daha üniform hale gelir.

Prosesin son aşamasında tabakalı yapı daha ince ve daha birbirine karışmış hale gelir. Her bir kompozit partikülün bileşimi, başlangıç toz karışımının genel bileşimine yaklaşır. Toz partikülleri hala belli bir bileşenin konsantrasyonunun fazla olduğu alanlar içerir. Denge fazlarının çökmesi olasıdır çünkü bileşenlerin karıştırılması işlemi neredeyse tamamlanmıştır. Bu aşamada partiküllerin sertlik artışı doyuma ulaşır.

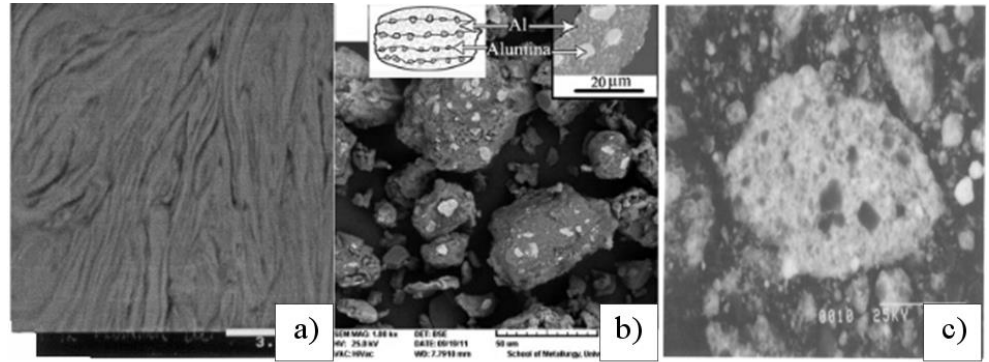
Mekanik alaşımlamanın sonlandığında toz partikülleri, sert çökelti partikülleri içeren çok fazla deforme olmuş metastabil yapıya ulaşır ve tozlardaki tabakalar optik mikroskop ile ayırt edilemez hale gelir. Sert çökelti partikül dağılımı doyuma ulaşır ve her bir kompozit toz partikülü başlangıç toz karışımına eş hale gelir(Gilman and Benjamin, 1983). Şekil 4.3'te MA aşamalarında toz partiküllerinin evrimi görülebilmektedir.



Şekil 4.3: Toz partiküllerinin mekanik alaşımlama aşamalarıyla dönüşümü(Gilman and Benjamin, 1983)

Mekanik alaşımlama 3 farklı malzeme kombinasyonuna uygulanabilir. Bu kombinasyonlar sünek-sünek, sünek-kırılgan, kırılgan-kırılgan olarak adlandırılırlar. Sünek-sünek kombinasyonunda, ilk olarak mikro dövme işleminde sünek tozlar yassılaşılarak levha haline gelir. Sonrasında yoğun soğuk kaynakla plakalar tabakalı yapıyı oluşturur. Uzun öğütme sürelerinde partiküller inceliyor, tabakalar arası boşluklar azalıyor ve tabakalar birbirine karışıyor. Bu şekilde alaşımlama gerçekleşir. Sünek-kırılgan sistemde, kırılgan tozlar öğütme ile parçalanıyor ve bu parçalar sünek tozların arasındaki sınırlara sıkışıyor. Devam eden öğütme ile

kompozit partiküller soğuk kaynak ve kırılmalarla inceler. Kırılğan fazlar sünek yapı içerisinde çözünebilir değil ise homojen olarak dağılır, çözünebilir ise alaşımlama gerçekleşir. Kırılğan-kırılğan kombinasyonunda, alaşımlamanın oluşmaması sadece tozların boyutunun ufalanma limitine inmesi beklense de, homojen alaşımlar elde edilmiştir. Bu sistemde oluşan metal transferi için olası mekanizmalar şunlardır: lokal sıcaklık artışı, hatasız hacimlerde mikro deformasyon, yüzey deformasyonu ve/veya tozlardaki hidrostatik gerilmeler(Koch, 1989). Her kombinasyon için örnek mikroyapılar Şekil 4.4’de görülmektedir.



Şekil 4.4: a) Cu-Al (sünek-sünek), b) Al- Al_2O_3 (sünek-kırılğan), c) Ge-Si (kırılğan-kırılğan)(Ying and Zhang, 2000; Thamtan et al., 2013; Davis et al., 1988)

4.2. Proses Parametreleri

Mekanik alaşımlama karmaşık bir işlemdir. Dolayısıyla istenilen fazı ve/veya mikroyapıyı elde etmek için birçok değişkenin optimizasyonunu gerektirir. Tozların son yapısına etki eden bazı önemli parametreler şunlardır:

- Değirmen tipi
- Öğütücü hazne
- Öğütme hızı
- Öğütme süresi
- Öğütme ortamının tipi, boyutu ve boyut dağılımı
- Bilye-toz ağırlık oranı
- Hazne doluluğu
- Öğütme atmosferi
- Proses kontrol ajanı tipi ve miktarı

- Öğütme sıcaklığı

Bütün bu parametreler birbirinden tamamen bağımsız değildir. Örneğin optimum öğütme süresi, öğütme tipi, öğütme ortamı boyutu, öğütme sıcaklığı, bilye toz ağırlık oranı gibi parametrelere bağlıdır. Bu kadar fazla parametrenin oluşu istenilen ürünü elde etmek için kolaylık sağlar(Surynarayana and Aqeeli, 2013).

MA/MÖ işlemleri için birçok değirmen tipi mevcuttur. Bu değirmenler kapasiteleri, çalışma hızları, sıcaklık kontrolü bakımından farklılıklar göstermektedir. Öğütülecek toz tipine, miktarına ve istenen son bileşene bağlı olarak uygun bir değirmen seçilebilir.

Öğütücü hazne malzemesinin öğütülecek malzemeye uygun bir şekilde seçilmesi gerekmektedir. Değirmen haznesinin ve öğütücü ortamın kontaminasyon kaynağı olması dolayısıyla, hazne ve öğütücü ortam malzemesinin öğütülen toz malzemesiyle mümkün olduğu müddetçe aynı olması arzu edilir. Paslanmaz çelikler, takım çelikleri, tungsten karbür ya da seramikler yaygın olarak kullanılmaktadır(Seminari, 2007).

Öğütme ortamının kinetik enerjisi sebebiyle öğütme hızındaki artış tozlara daha yüksek enerji girdisi sağlayacaktır. Fakat değirmen tipine bağlı olarak uygulanabilecek maksimum hızda birtakım kısıtlamalar vardır. Örneğin konvansiyonel bilyalı değirmende, kritik hızın üzerine çıkıldığında bilyalar merkezkaç kuvvetleri etkisinde haznenin iç duvarlarına tutunacaktır ve çarpışma için gerekli olan darbe kuvvetini üretmek için düşmeyecektir. Bu sebeple maksimum hızın bu kritik değerin altında olması gerekir ki, bilyeler de maksimal çarpışma enerjisi üretebilmeleri için maksimal yükseklikten düşsün. Maksimum hız için bir diğer kısıtlama ise yüksek hızlarda haznenin sıcaklığının yüksek değerlere çıkmasıdır. Bu durum alaşımlama gibi difüzyon gerektiren uygulamalarda avantaj olabilirken, nanokristalin malzeme üretiminde ortalama kristal boyutunu artırması dolayısıyla dezavantajdır. Ayrıca artan öğütme hızı hazne ve öğütme ortamında aşınmalara neden olabilir, bu da toz karışımında kontaminasyon oluşturabilir. Bütün bu durumlar göz önüne alınarak uygun öğütme hızı seçilmelidir(Suryanarayana, 2004a3).

Bu parametreler arasında öğütme süresi en önemli olanıdır. Partikül boyutundaki önemli ölçüdeki azalış öğütme süresiyle oluşur ve parçalanma exponansiyel formda gerçekleşir(Gorrasi and Sorrentino, 2014). İstenilen sonuçların elde edilebilmesi için öğütme süresi optimal olmak zorundadır. Eğer tozlar gereğinden fazla öğütülürse, istenmeyen kontaminasyonlar ve faz dönüşümleri gerçekleşebilir. Gerekli olan öğütme süresi; değirmen tipi, bilye-toz oranı, öğütme sıcaklığı ve öğütme şiddeti gibi parametreler baz alınarak bulunabilir(Ullah et al., 2014).

Sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, paslanmaz çelik, rulman çeliği, wolfram karbür-kobalt en yaygın öğütme ortamı malzemeleridir. Bilyelerin darbe etkisini gösterebilmesi için öğütme ortamının yeterli yoğunlukta olması gereklidir. Bilyelerin boyutunun da öğütme verimliliği etkisi vardır. Genel olarak, büyük boyutlu bilyeler kullanışlıdır çünkü daha ağır bilyeler tozlara daha fazla darbe enerjisi transfer eder. Diğer taraftan bilyelerin çapı büyüdükçe çarpışma frekansı azalmaktadır. Öğütmenin ilk aşamalarında sünek tozların bilyaları ve haznenin iç cidarlarını kaplaması aşınma açısından avantaj oluştururken, kaplama kalınlığının fazla olması homojen olmayan final ürüne sebep olabilir. Büyük ve küçük bilyelerin kombinasyonunun kullanılması soğuk kaynak oluşumunu ve yüzeye kaplanan toz miktarını minimize eder(Suryanarayana, 2001).

Mekanik alaşımlamada önemli bir şekilde seçilmesi gereken bir diğer önemli parametre de bilye-toz ağırlık oranıdır. Genel olarak, yüksek ağırlık oranı, daha hızlı mekanik alaşımlama işlemi sağlar çünkü bilye sayısının artmasıyla birim zamanda oluşacak çarpışma sayısı da artacaktır. Çarpışma frekansının artması aynı zamanda sıcaklığı da artıracığından daha hızlı difüzyon prosesine yol açar. Bilye - toz ağırlık oranları genellikle 10:1 ve 20:1 arasında değişmektedir. SPEX çalkalayıcı tipte değirmenlerde 5:1 ve daha az ağırlık oranları kullanılmaktadır. Yatay tipte değirmenler genel olarak yüksek ağırlık oranları kullanılırken, planet değirmenlerde 20:1 oranı oldukça sık kullanılmaktadır(Lü and Lai, 2013a1).

Haznenin bilye ve tozlarla doluluğu önemlidir. Toz ve bilye miktarı az olursa üretim hızı düşük olur fakat miktar gereğinden fazla olursa da, bilyelerin hareket edeceği yeterli alan olmayacağı için darbe enerjisi az olur. Bu sebeple hazne

gereğinden fazla doldurulmamalıdır. Genellikle haznenin %50'si boş bırakılır(Aliofkhazraei, 2015).

Magnezyum, alüminyum gibi reaktif malzemelerin öğütülmesinde atmosfer önemli bir sorundur. Öğütme sırasında atmosfer tozlarla reaksiyona girerek kontaminasyona sebep olabilir. Dolayısıyla oksidasyon/kontaminasyondan kaçınmak için, öğütmenin gerçekleştiği hazneler vakumlanmalı ya da argon gibi inert bir gazla doldurulmalıdır(He, 2013).

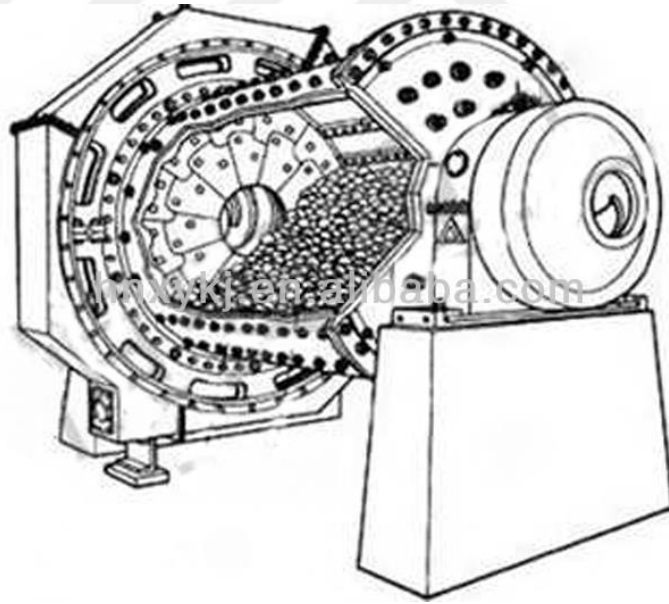
Toz karışımı özellikle yüksek oranda sünek bileşen içerdiğinde, karışım içerisine proses kontrol ajanları eklenir. Yüzey aktif ajanlar olarak davranan bu proses kontrol ajanları çoğunlukla organik bileşiklerdir. PKA'lar toz partikül yüzeylerine absorbe olarak toz partikülleri arasındaki soğuk kaynak oluşumunu minimize ederek aglomerasyonu engeller. Pratikte, stearik asit, hekzan, oksalit asit, metanol, etanol, aseton, heptan gibi birçok PKA, ağırlıkça ~ %1-4 aralığında kullanılmaktadır. PKA'ların seçimi öğütülecek tozların yapısına ve son üründe istenilen saflığa bağlıdır. PKA kullanımı toz karışımında bir miktar kirlilik oluşturur. Dolayısıyla yüksek saflıkta alaşımların üretiminde PKA kullanımından kaçınılmalıdır. PKA seçiminde öğütülecek tozlarla etkileşimlerine bakılarak karar verilmelidir(ASM International, 2001a2).

Tozlara aktarılan enerji, tozların mikroyapılarında değişiklikler yapar fakat bu enerjinin bir kısmı tozların ve öğütme ortamının sıcaklığının artmasına sebep olur. Öğütme sırasında sıcaklık bilyelerin kinetik enerjisine ve tozların malzeme karakteristiğine bağlıdır. Sıcaklık, tozların difüzyon kabiliyetini ve hata konsantrasyonunu etkilemektedir, dolayısıyla öğütme işlemi tarafından indüklenen faz dönüşümlerini de etkilemektedir. Yüksek sıcaklıkların, yüksek atomik mobilite gerektiren fazların (intermetalik) oluşumuna yol açması beklenirken, düşük sıcaklıkların yeterli enerji olması durumunda amorf fazların oluşumuna yol açması beklenir. Düşük sıcaklıklar nanokristalin fazların oluşumunu da artırır(Murty and Ranganathan, 1998).

4.3. Değirmen Tipleri

Mekanik alaşımlama için farklı tiplerde değirmenler bulunmaktadır. Dizayn, kapasite ve öğütme verimliliği bakımından farklılıklar gösterirler. Tambur, SPEX çalkalayıcı, planet ve atritör değirmenler mekanik alaşımlamanın laboratuvar araştırmaları için en yaygın olarak kullanılan değirmen tipleridir. Tambur ve atritör değirmenler daha büyük miktarlarda üretim yapabilirler ve ticari amaçlar için uygundur.

Tambur tipi değirmenlerde silindirik bir hazne yatay ekseninde kendi ekseninde döner (Şekil 4.5). İçerisinde bulunan bilyeler öğütme ortamı olarak görev yapar. Bu değirmenler birçok çeşit tozun mekanik alaşımlama işlemini başarıyla gerçekleştirebilir. Fakat bu değirmenler düşük enerjilidir, dolayısıyla MA işleminin gerçekleşmesi için daha uzun süreler gerektirirler. Tambur tipi değirmenler homojen ve üniform tozlar üretebilirler ve yüksek enerjili değirmenlere kıyasla daha ucuzdur, ayrıca daha az bakım gereksinimleri vardır(El-Eskandarany, 2001).



Şekil 4.5: Tambur tipi değirmen

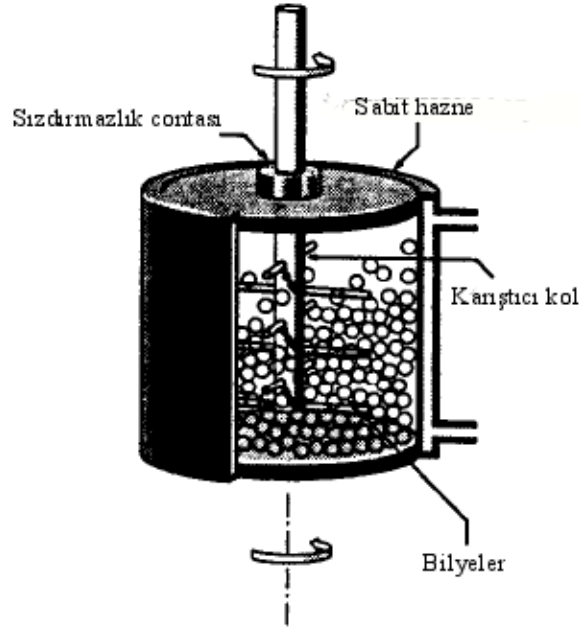
SPEX çalkalayıcı tipte değirmenler laboratuvarlarda en çok kullanılan değirmenlerdir (Şekil 4.6). Bu tip değirmenler numune ve öğütme ortamı içeren hazne kullanırlar ve hazneyi yatay ve dikey yönlerde sekiz çizir gibi çalkalayarak MA/MÖ işlemini gerçekleştirirler. Hız (~1200 rpm) ve titreşim genliği (~5 cm) sebebiyle bilyelerin hızı 5m/s civarındadır dolayısıyla ortamın darbe yoğunluğu çok yüksektir. Bu sebeple bu değirmenler yüksek enerjili değirmenler olarak bilinirler.

Bu değirmenlerde farklı miktarlarda öğütmeler yapılabilmesi için farklı boyutlarda hazneler kullanılabilir ama en fazla 20-30 g toz üretim kapasitesi vardır. Ayrıca farklı malzemede bilye ve hazneler kullanılabilir(Sneed, 2011).



Şekil 4.6: SPEX çalkalayıcı değirmen(Ebrahimi-Kahrizsangi, 2015)

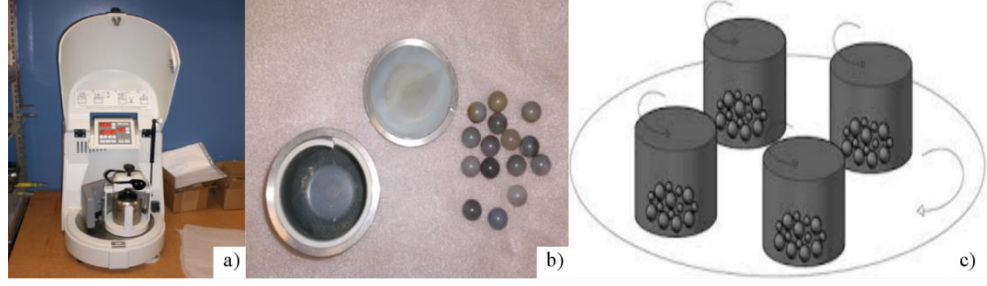
Atritör tipi değirmenlerde içi bilye dolu sabit bir hazne ve bir motorla tahrik edilen karıştırıcı bulunur (Şekil 4.7). Bu değirmende bilye hızları yaklaşık 0.5 m/s civarındadır. Bilye hızları göreceli olarak düşük olmasına rağmen toz üretim kapasitesi aralığı oldukça geniştir. Bu aralık 100 g ve daha azdan yüzlerce kilolara (endüstriyel değirmenler) ulaşmaktadır. Düşük enerjiden dolayı tozların kararlı hale geçmesi süresi daha uzundur. Örneğin bir işlemin tamamlanması SPEX değirmen ile dakikalar alırken küçük bir atritör değirmende saatler, endüstriyel atritörlerde günler almaktadır(Groza et al., 2007).



Şekil 4.7: Atritör değirmen(Rydin et al., 1993)

Araştırma çalışmalarında çok kullanılan bir diğer değirmen tipi de planet değirmenlerdir(Şekil 4.8). Bu değirmenlerde dönen bir temel disk ve hazneler bulunur. Hazneler temel diskin çevresinde konumlandırılmıştır ve özel bir tahrik mekanizmasıyla kendi eksenleri etrafında dönmeleri sağlanır. Diskin ve haznelerin kendi eksenleri etraflarında dönmelerinin sonucunda ortaya çıkan merkezkaç kuvvetleri, haznelerin içerisindeki öğütme ortamı ve toz karışımına etki ederek öğütmeyi sağlar. Diskin ve haznelerin zıt yönlerde dönmesi ters yönlerde merkezkaç kuvvetleri oluşmasına sebep olur. Bu durum, tozlar öğütülürken bilyelerin hazne içerisinde hareket ederken iç duvarlara çarpması esnasında, bilyelerin hazne iç duvarlarında aşağıya doğru hareket etmesine yol açar ve sürtünme ve sürtünmeyi takip eden darbe etkilerini uyarır(Neikov et al., 2009).

Bu değirmenlerde darbe enerjisi, dönen diskin hızını değiştirerek değiştirilebilir. Bu değirmenin tek avantajı yüksek darbe enerjisi değildir, aynı zamanda yüksek darbe frekansı vererek öğütme sürelerini de kısaltabilir. Fakat yüksek darbe frekanslarının hazneyi çok kısa sürelerde (30-60 dakika) 398 K'e varan sıcaklıklara ulaştırabileceği göz önünde bulundurulmalıdır(Lü and Lai, 2013a2).

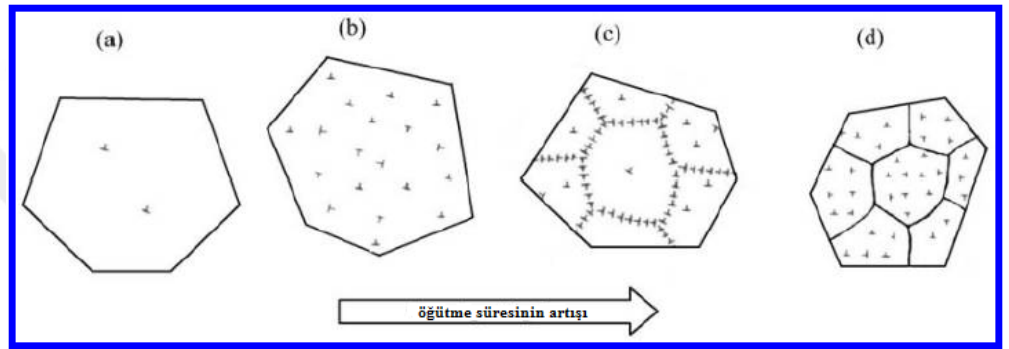


Şekil 4.8: a) Planet tipi değirmen b) planet değirmende kullanılan hazne ve bilyeler c) planet değirmenin şematik gösterimi(Khan et al., 2009; Kavussi and Barghabany, 2015)

4.4. Nanokristalin Toz Üretimi

Kristal boyutu 100 nm'nin altında olan malzemeler genel olarak nanokristalin malzemeler olarak bilinmektedir. Bu 100 nm'lik limit, malzeme özelliklerinin (mekanik/fiziksel kimyasal) bu noktadan sonra değişmeye başlamasına dayanmaktadır. Yine de bu değişimin daha küçük veya daha büyük kristal boyutlarında oluşabileceği birçok araştırma tarafından ortaya konulmuştur. Malzemelerin plastik davranışı tane boyutundan önemli ölçüde etkilenmektedir ve bu etkilenme 100 nm'nin oldukça üzerinde değerlerde bile (ultra ince) görülmektedir. Nanokristalin malzemelerde atomların büyük bir bölümü tane sınırlarında bulunur. 10 μm ortalama tane boyutuna sahip bir polikristalde atomların hacmen 10^{-4} 'lük bir kısmı tane sınırlarında bulunur. Tane boyutu 10 nm veya daha altına düştüğünde ise tane sınırı yoğunluğu 10^{18} - 10^{21} cm^{-3} değerlerine çıkmaktadır. Bu da, atomların %50'sinin tane sınırlarında bulunması anlamına gelmektedir. Dolayısıyla bu malzeme grubunun özellikleri önemli ölçüde tane sınırı yapısı ve özelliklerinde etkilenmektedir. Beklendiği üzere nano kristal yapı, fiziksel ve mekanik özelliklerin değişimine yol açar. Yüksek tane sınırı miktarı, difüzyon hızlarını ve katı çözünürlüğü artırır. Ayrıca kompakt tozların daha düşük sıcaklıklarda sinterlenmesini sağlar. Nano kristal yapıli malzemeler kaba taneli malzemelere kıyasla daha yüksek elektriksel direnç, üstün yumuşak manyetik özellikler, daha yüksek kimyasal aktivite ve daha yüksek termal genleşme katsayısı özellikleri göstermektedir(Enayati and Mohamed, 2014). Nanokristal yapının deformasyon davranışına olan etkileri ile ilgili araştırmalar bir önceki kısımda ayrıntı olarak irdelenmiştir. İyi bilindiği üzere mekanik alaşımlama/öğütme, nano kristal yapıda toz üretme ana metotlarından biridir. Tek fazlı elementel toz veya

intermetalik bileşikler öğütüldüklerinde, tane boyutu 3-25 nm arasında değişen minimum değere ulaşana kadar sürekli bir biçimde azalır. Öğütme sırasında toz partiküllerinde, yüksek oranda dislokasyon içeren kayma bantları formunda plastik deformasyon lokalizasyonları gerçekleşir. Devamında dislokasyonların yok olmasıyla dar açılı tane sınırlarına sahip alt taneler/hücreler meydana gelir. Bu alt taneler yönlenmiş durumdadır. İşlemin ilerleyen aşamasında alt tane sınırlarının kayması ve tanelerin dönmesiyle rastgele yönlenmiş geniş açılı tane sınırlarına sahip nanokristal yapı oluşur(Zhang, 2004). Şekil 4.9'da mekanik alaşımlamada nanokristalin yapı oluşumu şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 4.9: Nano kristal yapı oluşumunun şematik gösterimi. a) düşük dislokasyon yoğunluklu orijinal tane b) ağır deformasyon sonucu yüksek dislokasyon yoğunluğu oluşumu c) dislokasyonların yönlenmesi ve dar açılı tane sınırlarının oluşumu d) geniş açılı tane sınırı dönüşümü(Enayati and Mohamed, 2014)

Mekanik öğütme ile elde edilen minimal tane boyutu malzemeye ve öğütme koşullarına göre değişmektedir. Minimal tane boyutu, plastik deformasyon ile gerçekleşen dislokasyon hareketlerinin tane boyutunu düşürme eğilimi ile malzemenin tane boyutunu artıran toparlanma ve rekristalizasyon arasındaki rekabetin dengeye ulaşması ile elde edilir. Bu denge, saf metal ve alaşımların tane boyutu alt sınırını verir. Malzemenin ergime sıcaklığı arttıkça elde edilen minimum tane boyutu azalmaktadır. Yüzey merkezli kübik ve sıkı paket hegzagonal yapıları malzemelerde düşük ergime sıcaklıklarında bu durum açık olarak görülmekte iken yüksek ergime sıcaklıklarına sahip metallerde minimum tane boyutu ergime sıcaklığı ile çok fazla değişmemektedir. Hacim merkezli kübik metallerde böyle bir korelasyon bulunmamaktadır. Öğütme enerjisinin minimum tane boyutuna çok fazla etkisi bulunmazken, düşük sıcaklıklarda öğütme daha küçük tane boyutu elde etme olanağı sağlar(Suryanarayana, 2004a4).

Lai et al. (2004), Mg5Al matrisli TiH₂ takviyeli kompozit malzeme üretmek için mekanik öğütme, sinterleme, sıcak ekstrüzyon ve tavlama işlemleri uygulamıştır. Mekanik öğütmeler sonucunda ortalama tane boyutunun 24 nm civarında olduğunu göstermiştir. Bu kadar küçük tanelerin elde edilebilmesini alaşımın tane büyümesi aktivasyon enerjisini artırmasına ve ikinci faz partiküllerin sıkıştırma etkisiyle tane büyümesine engel oluşturmaya atfetmektedir. Hwang et al. (2001) saf magnezyumun mekanik öğütme sırasında geçirdiği mikroyapısal evrimi inceledikleri çalışmalarında, tane boyutu azalımının tanelerde oluşan ikizlenmeler ve yeniden ikizlenmelerin alt taneleri oluşturmasıyla gerçekleştiğini ileri sürmüştür. 42 nm civarında minimum tane boyutu elde etmişlerdir. Diğer metallere kıyasla elde ettikleri görece büyük minimum tane boyutunu Mg'nin düşük ergime sıcaklığıyla ilgili yüksek toparlanma eğilimine atfetmektedirler. Yamazaki et al. (2004), AZ91 magnezyum alaşımı matris ve farklı takviyeler (TiSi₂, CrSi₂, WSi₂) kullanarak kompozit malzemeler oluşturdukları çalışmada mekanik öğütme sonrasında matris tane boyutunun TiSi₂'li takviyeli kompozitlerde 32 nm'ye CrSi₂'li kompozitlerde 28 nm'ye ve WSi takviyeli kompozitlerde de 23 nm'ye indiğini göstermişlerdir. Mekanik öğütme sonrası sıcak presleme ve sıcak ekstrüzyon gibi termomekanik işlemler sonucunda çok fazla bir tane büyümesi oluşmadığı ve tanelerin nano kristal aralıkta olduğunu gözlemlemişlerdir. Bu durumu ikincil fazların sıkıştırma etkisine atfetmektedirler. Kawamori and Machida (2007), farklı oranlarda α -Al₂O₃ takviye ve Mg matris içeren toz karışımlarının mekanik öğütülmesi sonucunda matris tane boyutunun 20 nm'ye düştüğünü bildirmişlerdir. Tozların konsolidasyonu sonucu yapılan incelemelerde bir miktar tane büyümesi gözlemlemişlerdir. Bu durumun yüksek presleme sıcaklığından kaynaklandığını ifade etmişlerdir. Thein and Lai (2009), %1-5 arasında değişen oranlarda AlN takviye içeren Mg tozlarının tane boyutunu mekanik öğütme ile 30-21 nm aralığında değişen değerlere indirmişlerdir. Faruqi et al. (2012), SiC takviyeli Mg matrisli tozların mekanik öğütmeleri sonucunda, artan öğütme süreleriyle XRD peak şiddetlerinin azaldığını ve genişliklerinin arttığını gözlemlemişlerdir. Bu durumun kristal boyut azalmasını gösterdiğini ifade etmektedirler. Benzer durum Chaubey et al. (2014)'ün yaptıkları çalışmada gözlemlenmiştir. Mg-7.4Al alaşımının mekanik alaşımlama sonrası yapılan sıcak presleme ve sıcak ekstrüzyon işlemleri sonrası XRD peaklerinde daralmalar gerçekleştiği ve bu daralmaların tane büyümesini gösterdiği bildirilmiştir. Zhou et

al. (2016) AZ31 magnezyum alařımına ağırlıkça %9-18-27 oranlarında Ti ekleyerek mekanik alařımlama iřlemi uygulamıřlardır. XRD peaklerinin geniřlemelerine gre yaptıkları hesaplamalarına gre MA sonunda %9 Ti ieren tozlarda 109 nm, %18 Ti ieren tozlarda 86 nm ve %27 Ti ieren tozlarda ise 66 nm matris tane boyutu elde etmiřlerdir.



5. SPARK PLAZMA SİNERLEME

Spark plazma sinterleme (SPS), tozları yüksek hızlarda konsolide etmek için düşük atmosferik basınçlar altında tek eksenli kuvvet ve darbeleri (açık-kapalı) doğru akım kullanan bir sinterleme tekniğidir. Çok yüksek hızlarda ısıtma ve soğutma imkânı sağlayan bu doğrudan ısıtma yöntemi, tane büyümesinden daha çok yoğunluğu artırarak tam yoğunluktaki ürünlerde nano tozların özelliklerinin korunmasına olanak sağlar. Hızlı bir sinterleme metodu olan bu yöntemde ısıtma gücü toz kompaktın hacminde homojen bir biçimde sadece makroskopik olarak dağıtılmaz, mikroskobik ölçekte de yani sinterleme için enerji ihtiyacı olan toz partiküllerinin temas noktalarında da dağıtılır. Bu durum daha az tane büyümesi ve toz bileşiminin bozunumunun baskılanması ile sonuçlanır(Suárez et al., 2013).

SPS sisteminin; sıcak presleme, sıcak izostatik presleme ya da atmosferik fırınlarda sinterlerme gibi konvansiyonel sistemlere göre, uygulama kolaylığı, sinterleme enerjisinin hassas kontrolü, yüksek sinterleme hızı, yeniden üretilebilirlik, güvenlik ve güvenilirlik gibi birçok avantajı bulunmaktadır(Tokita, 1999). Bu sinterleme metodunun sağladığı ana avantaj kısa süre ve daha düşük sıcaklıklarda yüksek yoğunlukların elde edilmesidir(Mamedov, 2002). Düşük sıcaklıklar ve daha kısa sinterleme süreleri nanometrik tozları teorik değerlerine yakın, çok az tane büyümesi ile sinterlemeyi mümkün hale getirmektedir(Munir et al., 2006). Muhammad et al. (2010), SPS ve basınçsız sinterleme metodlarını karşılaştırdığı çalışmada basınçsız sinterlemenin sonunda elde ettiği numunelerde SPS'e göre daha yüksek tane boyutları elde etmişlerdir. Ayrıca SPS ile basınçsız sinterlemeye kıyasla daha yüksek yoğunluklar elde etmişlerdir. Das and Harimkar (2014), Mg matrisli, grafen ve SiC takviyeli kompozit malzemeler ile yaptıkları çalışmada SPS sonrası neredeyse tam yoğunluk değerleri elde ettiklerini göstermişlerdir. Pareskesar et al. (2016), Saf Mg ve AZ31 Mg alaşımı talaşların SPS ile katı hal geri dönüşümü ile ilgili çalışmalarında SPS ile tam yoğunluk elde etmişlerdir, porozite miktarı ve yapısının döküm külçelerle kıyaslanabilir olduğunu belirtmişlerdir. Koo et al. (2016), mekanik öğütmelerle elde ettikleri nanokristalin magnezyumun SPS ile sinterlenmesinde gaz giderme parametrelerini inceledikleri çalışmada sinterleme sonrası TEM incelemelerine göre sinterleme sonucunda mikroyapısal bir evrimin açıkça görülmediği ve

dominant nanokristalin yapı gözlemlediklerini belirtmişlerdir. Zhang et al. (2005), birkaç nanometre boyutlu sementit dispersoidler içeren 150 nm civarında tane boyutuna sahip nanokristalin Fe-C alaşımları kütelleri, mekanik alaşımlanmış Fe ve grafit tozlarından SPS ile üretmişlerdir. Ye et al. (2006), 5083 Al alaşımları tozları kriyojenik öğütme ile ortalama tane boyutunu yaklaşık 25 nm'ye düşürmüşlerdir. SPS ile sinterleme sonrası elde ettikleri tam yoğun katı malzemenin nanokristal yapısını koruduğunu ve ortalama 50 nm tane boyutuna sahip olduğunu göstermişlerdir. Holland et al. (2010), nanometrik tane boyutlu nikel malzemenin yüksek ısıtma hızı, düşük sıcaklık ve yüksek basınçlı SPS ile yoğunlaştırılabileceğini ve işlem sonrasında başlangıç tane boyutunun çok az bir tane irileşmesi ile korunduğunu göstermişlerdir. Matsugi et al. (1996), Titanyum aluminid ile yaptıkları araştırmada SPS'in konvansiyonel sinterleme yöntemlerine göre daha kısa sürede yüksek yoğunluk elde ettiği ve denge konumuna yaklaştığını göstermiş, kısa sinterleme sürelerine maruz kalmanın tane büyümesinden koruyacağını belirtmişlerdir.

5.1. Çalışma Prensipleri

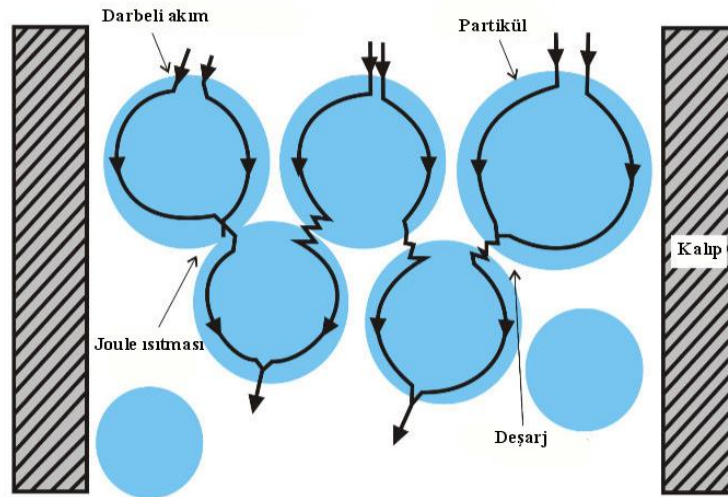
SPS, yüksek güçlü elektrik akımıyla kontrollü atmosfer altında eş zamanlı çalışan mekanik yükleme sistemi içerir. Ekipman yapımında kullanılan malzemeler sayesinde, düşük voltajlarda (tipik olarak 10 V altı) yüksek akımlar üretilebilmektedir. Bu da etkili joule ısıtmasına yol açmaktadır. Elektriksel olarak iletken olmayan tozların sinterlenmesinde bile ısı, etkili ve hızlı bir biçimde numuneye iletilebilmektedir. Kullanılan donanımına bağlı olarak, darbe ve bekleme sürelerini tanımlamak ve darbe modelini özelleştirmek mümkündür. Tipik darbe süreleri birkaç milisaniye civarındadır. SPS metodunda 1000 °C/dk'ya varan hızlarda ısıtma mümkündür ve işlemin toplam süresini ve enerji maliyetini önemli ölçüde düşürmektedir. Dominant yoğunlaşma mekanizmasının (tane sınırı difüzyonu gibi) aktivasyon enerjisi tane irileşmesi mekanizmasının (yüzey difüzyonu gibi) aktivasyon enerjisinden büyük olduğu zaman, hızlıca yüksek sinter sıcaklıklarına çıkılması yoğunlaşma hızını artırmaya yardımcı olabilirken mikroyapısal büyümeyi yavaşlatabilir. Üstelik metallerde sıcaklığın hızlı yükselmesi, dislokasyon sürünmesini ivmelendirebilir. Sinterleme metodundan bağımsız olarak, bütün ısıtma hızları göz önüne alındığında, bazı istisnalar olsa da

neredeyse bütün numunelerde yüksek ısıtma hızlarında sinterlenmiş olanlar yavaş sinterlenenlere nazaran daha düşük tane boyutlarına sahiptir(Guillon et al., 2014). Bu istisnalara örnek olarak; Weston et al. (2015) titanyum alaşımı tozlarını farklı SPS koşullarında sinterledikleri çalışmalarında, ısıtma hızı artışının tane boyutunda büyümeye neden olduğunu ileri sürmüşlerdir. Bu durumu yüksek ısıtma hızlarında partiküllerin hızlı bir şekilde yumuşamasıyla deforme olması ve yeniden düzenlenmesi ve gözeneklerin kapanmasıyla sinterlemenin ilk aşamasında gerçekleşen gözenek ağları oluşumu ve gözeneklerin tane irileşmesini durdurma etkisinin atlanmış olmasına atfetmektedirler.

Standart soğuma hızları 150 °C/dk'ya kadar mümkündür, ek olarak gaz akışı altında aktif soğutma, 400 °C/dk'lara varan su verme hızlarına ulaşmayı sağlamaktadır. Aynı zamanda, tek eksenli mekanik basıncın uygulanması yoğunlaşmayı artırmaktadır (maksimum yük 50-250 kN arasındadır). Proses vakum ya da koruyucu atmosfer altında gerçekleşebilir. Tüm ısınan parçalar su soğutmalı çemberde tutulmaktadır. Proses döngüsünün kontrolü genellikle sıcaklık ölçümleriyle yapılır (termokupl veya eksenel/radyal pirometre kullanılarak) fakat güç, akım ya da basitçe deplasman kontrolü gibi diğer yöntemlerle de yapılabilir. Standart grafit ekipmanla elde edilen sıcaklık 2400 °C'ye kadar ulaşmaktadır. Numune ya da kalıbın ısınması, numune ve ekipmanın elektriksel direncine bağlıdır. Numune malzemesi iletken olduğunda, en iyi sonuçlar elektriksel olarak yalıtılmış kalıplar kullanıldığı zaman elde edilebilir, çünkü akım numune içerisinden geçmeye zorlanmasıyla olası en yüksek akım yoğunluğu oluşturulur. İletken olmayan malzemeleri de, hızlı sıcak presleme döngüsünde benzer şekilde sinterlemek mümkündür (akım destekli sinterleme mekanizması olmaksızın)(Guillon et al., 2014).

İletken tozlar joule etkisi ile ısınmaktadır. Joule ısıtması elektrik akımına olan dirençten dolayı oluşur. Elektrik akımı yolunda oluşan maksimum direnç partikül-partikül temas noktalarından gelmektedir. Fakat bu temas noktaları yoğunlaşmayla beraber gözeneklerin kapanmaya başlamasından dolayı azalmaktadır. Sonuç olarak da elektriksel direnç azalmaktadır. Elektriksel dirence ayrıca grafit kalıp zımba sistemi ve grafit folyo-toz teması da katkıda bulunur(Chawake et al., 2014). Yalıtkan tozlarda ısıtma, kalıp ve zımbalardan ısı

transferiyle gerçekleşir. Bu durumda kalıp ve zımbalar kendi rezistansları ile ısınmaktadır. SPS işleminde açık kapalı darbeli akım tozlara uygulanmaktadır. Akım minimum direncin olduğu yolu seçmeye zorlanır. Yol, genellikle temas noktaları boyunca gider. Partikül temas noktalarında, partikül yüzeylerindeki oksit tabakalarından dolayı küçük kapasitörler oluşur. Elektrik deşarjları bu kapasitör boşlukları boyunca üretilir. Numunede oluşan elektriksel deşarjlar; kıvılcım (spark)/plazma (toz partikülleri arasındaki iyonize gaz) oluşturabilir. Toz partiküllerinin yüzeyi, plazma ortamında kompozisyonel modifikasyonlara maruz kalır. Bu işlem oksit tabakalarının, impüritelerin, absorbanların ortadan kaldırılması ve elimine edilmesini artırır. Aktive edilmiş toz partiküllerine darbeli deşarj ile birlikte dış basınç uygulanması, partiküller arası difüzyon bağı ve densifikasyonu sağlar. Fakat plazma oluşumu sadece bazı durumlarda gerçekleşir ve henüz tam tanımlanamamıştır. Plazma oluşumu bazı özel koşulları gerektirmektedir(Mamedov, 2002). Hulbert et al. (2009), farklı tozlarla ve farklı SPS koşullarıyla yaptıkları çalışmada, SPS işlemi sırasında herhangi bir plazma, spark ve ark oluşumu gözlemlemediklerini ifade etmektedirler. Diğer taraftan Zhang et al. (2014) çalışmalarında SPS sırasında spark oluşumu gözlemlediklerini bildirmişleridir. Toz partiküllerinden darbeli akımın geçişi Şekil 5.1’de şematik olarak gösterilmektedir.

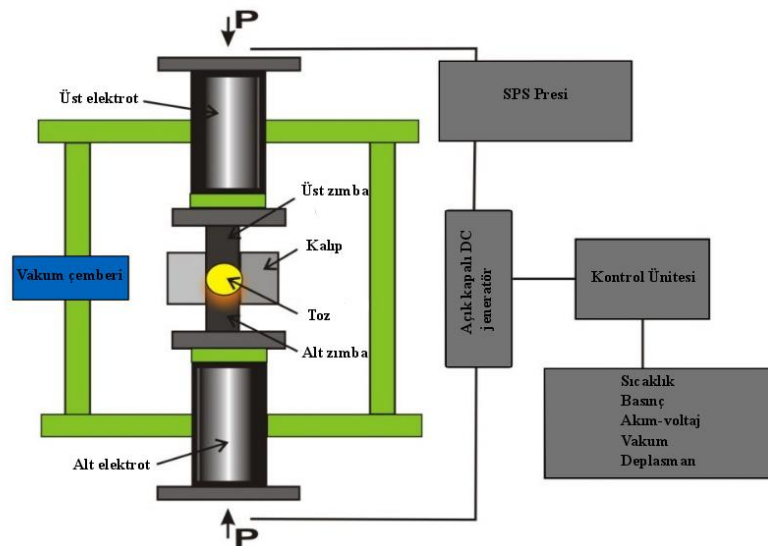


Şekil 5.1: Toz partiküllerinden akım geçişi(Sulima, 2015)

Toz partikülleri basınç altında sinterlendiğinde, aynı sıcaklıkta daha yüksek yoğunluklar elde edilir. SPS sırasında yarı statik bası gerilmesi uygulanması,

partiküller arasında daha iyi kontak oluşumuna yol açar. Bu temas noktalarındaki miktar ve morfolojik değişimler, serbest sinterlemedeki var olan yoğunlaşma mekanizmalarını artırır (tane sınırı difüzyonu, kafes difüzyonu, viskoz akış) ya da plastik deformasyon veya tane sınırı kayması gibi yeni mekanizmalar aktive eder. SPS’te basıncın birkaç yüz MPa artırılmasıyla toz kümeleri kırılabilir. Bu, düşük sıcaklıklarda partiküllerin yeniden düzenlenmesini, paketlenmeyi artırır, gözenek boyutlarını azaltır ve yeterli homojen yoğunlaşmaya izin verir. İkinci olarak da daha yüksek sıcaklıklarda plastik deformasyon ve dislokasyon sürünmesi gibi ek yoğunlaşma mekanizmaları aktif olabilir. Sonuç olarak daha düşük sıcaklıklarda tam yoğunlaşma gerçekleşebildiği için tane büyümesi önemli ölçüde kısıtlanır. Uygulanan basınç miktarı presleme ekipmanının yüksek sıcaklık dayanımıyla sınırlıdır (grafit için 100-150 MPa). Çok yüksek basınçlar için yüksek sürünme dirençli, tok, silisyum nitrür ve tungsten karbür gibi pahalı ekipmanlar gerektirmektedir(Guillon et al., 2014). Yüksek sinterleme basıncının yoğunlaşmaya olan olumlu etkisini gösteren çalışmalar bulunmaktadır. Son et al. (2007), $Mg_{97}Zn_1Y_2$ alaşımı tozları 30-250 MPa basınç ve 300-500°C aralığında sıcaklıklarda SPS ile sinterledikleri çalışmalarında yüksek basınçta sinterledikleri numunelerde düşük sıcaklıklarda bile tam yoğunluk değerleri elde etmişlerdir. Sweet et al. (2014), saf alüminyum ve alüminyum %0,4 magnezyum alaşımının SPS ile sinterlenmesinde, sinterleme basıncının artışının yoğunluğu artırdığını gözlemlemişlerdir.

Şekil 5.2’de tipik bir SPS sisteminin konfigürasyonu görülmektedir. Sistem, dikey tek eksenli basınçlandırma mekanizmalı SPS makinesi, özel dizayn edilmiş su soğutucuyla ortak çalışan zımba elektrotlar, su soğutmalı vakum çemberi, vakum/gaz atmosfer kontrol mekanizması, DC-darbe güç jeneratörü, soğutma suyu kontrol ünitesi, pozisyon ölçüm ünitesi, sıcaklık ölçüm ünitesi, basınç gösterge ünitesi ve çeşitli kilitleme emniyet ünitesi içermektedir(Tokita, 1999).



Şekil 5.2: SPS cihaz şeması(Sulima, 2015)

Das and Harimkar (2014), saf Mg matrisli, grafen ve SiC takviyeli kompozitleri (ağırlıkça %1-5) SPS metoduyla; 450 °C sinterleme sıcaklığı, 5 dk. sinterleme süresi, 50°C/dk ısıtma hızı, 50 MPa basınç parametrelerinde üretmişlerdir. Neredeyse bütün numunelerde tam yoğunluk elde ettiklerini bildirmişlerdir. Mikrosertlik ve aşınma dayanımlarının takviye oranı %2'ye kadar artan takviye ile attığını, %2 üzeri oranda takviye miktarında ise kümelenme dolayısıyla düştüğünü gözlemlemişlerdir.

Fujiwara et al. (2014), hacmen %0-20 oranında Al₂O₃ takviye içeren saf Mg matrisli kompozitleri 575 °C'de, 40 MPa basınç altında, 10 dk. sürede sinterleyerek üretmişlerdir. Sertlik ölçümleri sonucunda %0-10 oranında takviye içeren numunelerde SPS sonrası ve mekanik alaşımlama sonrası sertliklerde bir değişim oluşmadığı fakat %20 oranında takviye içeren numunelerde SPS sonrası sertliklerin mekanik alaşımlama sonrası sertliklere kıyasla oldukça arttığını gözlemlemişlerdir. Bu durumu MgO ve M₁₇Al₁₂ oluşumuna atfetmektedirler.

Sunil et al. (2014), ağırlıkça %8-10-15 oranlarında hidroksi apatit içeren saf Mg matrisli kompozit malzemeleri mekanik öğütme sonrası SPS ile üretmişlerdir. SPS işlemini 50 MPa basınç altında, 450 °C'de, 10 dk'da ve vakum altında gerçekleştirmişlerdir. Araştırmacılar en iyi korozyon dayanımı ve sertlik değerlerini %10 takviye oranında, en yüksek Young modülü ve kırılma tokluğu değerlerinin ise %8 takviye oranında elde ettiklerini bildirmektedirler.

Kim et al. (2014b), Mg₆Al alaşımı ile yaptıkları çalışmalarında SPS işleminde, gaz giderim basıncı, sıcaklığı, süresi ve sinterleme basıncı parametrelerinin etkilerini incelemişlerdir. Gaz giderim parametre değerleri arttıkça ve sinterleme basıncı arttıkça yoğunlukların arttığını gözlemlemişlerdir.

Liu et al. (2015), hacmen %10 oranında β-SiC takviyeli saf Mg matrisli kompozitleri mekanik öğütme ve sonrasında SPS işlemleriyle üretmiştir. SPS işlemini 575 °C'de, 100 °C/dk ısıtma hızında, 50 MPa basınç altında ve 5 dk sürede gerçekleştiren araştırmacılar, saf magnezyuma kıyasla oldukça yüksek dayanım değerleri elde etmişlerdir.

Kim et al. (2014a), saf magnezyumun tane boyutunun korozyon davranışına olan etkilerini inceledikleri çalışmalarında SPS işlemini 500 °C’de, 45 MPa basınç altında ve 5 dk. sürede gerçekleştirmişlerdir. Tane boyutu azalışının korozyon eğilimini artırdığını gözlemlemişlerdir.

Mondet et al. (2016), AZ91 magnezyum alaşımı tozları farklı sıcaklıklarda sinterleyerek, sinterleme sıcaklığının tane boyutu ve $Al_{12}Mg_{17}$ fazı çökmesine etkilerini inceledikleri çalışmalarında SPS sıcaklığı 310-500 °C arasında değişmektedir. Optimal mikroyapıyı elde ettikleri sinterleme sıcaklığı olan 380 °C’de de en yüksek basma dayanımı elde etmişlerdir.



6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada, toz formunda saf magnezyum metali mekanik öğütme yöntemi ile öğütülerek farklı tane boyutlarında tozlar elde edilmiştir. Elde edilen tozlar SPS metodu ile sinterlenerek katı numuneler oluşturulmuştur. Mekanik öğütme ile tozlara uygulanan deformasyona bağlı olarak ortaya çıkan farklı tane boyutu ve içyapıda oluşan impürityelerin mekanik özelliklere olan etkileri araştırılmıştır.

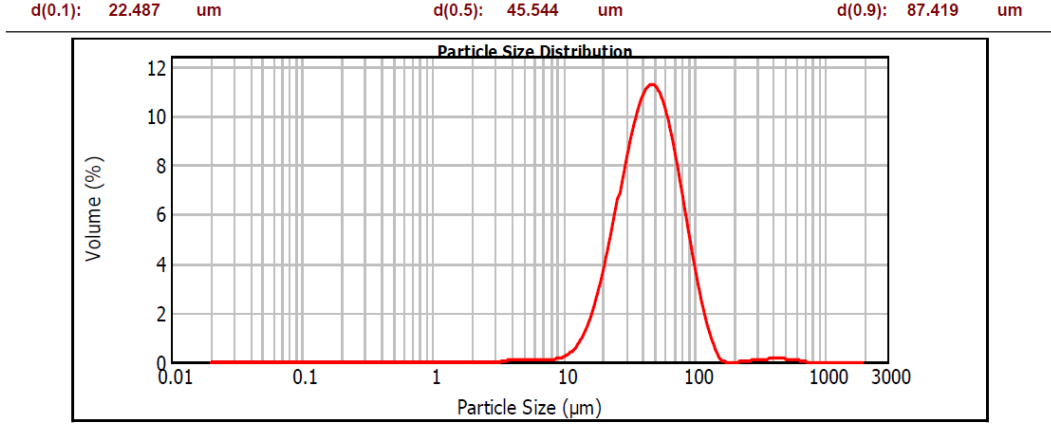
6.1. Malzeme

Magnezyum ve Metal Tozları Endüstri ve Ticaret A.Ş. tarafından üretilen 1001 ürün kodlu MGP-0/75 magnezyum tozları kullanılmıştır. Kullanılan tozlara karakterizasyon amacıyla ark/plazma optik emisyon spektrometre (OES) analizi, lazer kırınımı ile partikül dağılımı analizi ve x ışını kırınımı (XRD) ile faz analizi yapılmıştır. OES analizi Spektromax OES analiz cihazı ile yapılmıştır. Analize göre tozlar %99.1 saflıktadır. Analizle belirlenen yüzdesel element içeriği Çizelge 6.1’de görülmektedir.

Çizelge 6.1: Spektral analiz sonuçları

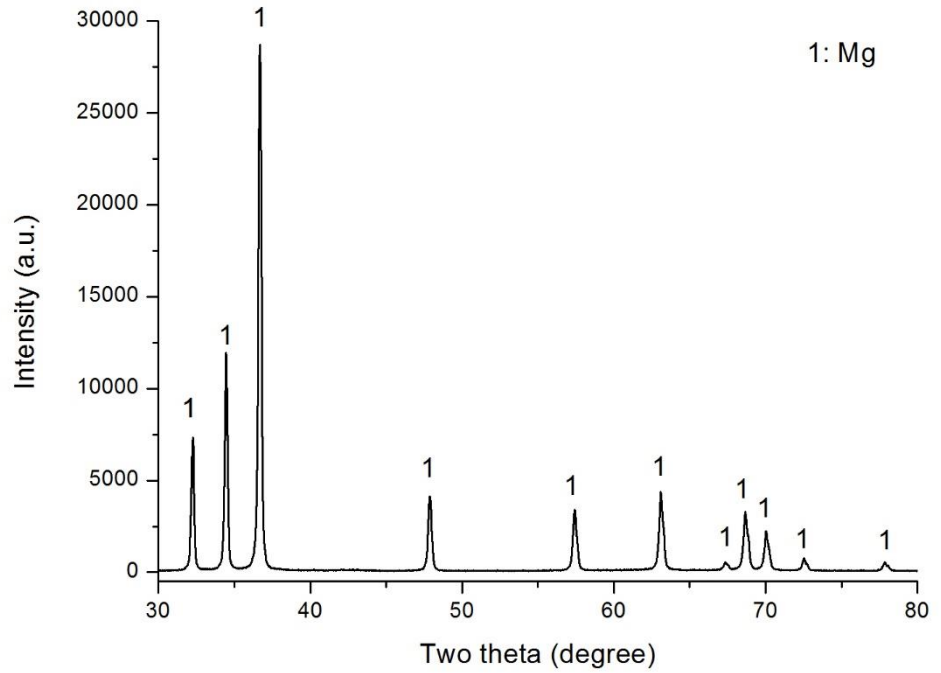
Element	Oran (%)
Mn	0.0249
Ca	0.142
Al	0.108
Fe	0.0067
Zn	0.006
Th	0.510
Si	0.0633
Pr	0.0022
Na	> 0.002
Mg	99.1

Lazer kırınımı ile partikül boyut analizi Malvern Mastersizer 2000 cihazıyla yapılmıştır. Analiz sonuçlarına göre Mg tozlarının ortalama partikül boyutu 45,544 µm’dur. Analiz sonucu Şekil 6.1’de görülmektedir.



Şekil 6.1: Partikül boyutu analizi sonucu

XRD analizleri Rigaku Miniflex 600 cihazıyla yapılmıştır. Analiz 40 kV ve 15 mA tüp voltaj ve amper değerlerinde gerçekleştirilmiştir. 30°-80° aralığı 0.5°/dk hızda taranmıştır. Analizde magnezyum dışında bir faza rastlanılmamıştır. Şekil 6.2’de XRD analiz sonucu görülmektedir.



Şekil 6.2: Kullanılan Mg tozunun XRD faz analizi sonucu

6.2. Numune Üretimi

6.2.1. Mekanik Öğütme

Magnezyum tozlarının öğütmeleri Fritsch Pulverisette 6 planet tipi değirmende gerçekleştirilmiştir (Şekil 6.3). Öğütmelerde 15 mm çapında rulman bilyeleri kullanılmıştır. Bilya toz oranı ağırlıkça 20:1 olarak seçilmiştir. Proses sırasında aşırı soğuk kaynak oluşumunu engellemesi için tozlara ağırlıkça %4 oranında proses kontrol elemanı olarak stearik asit karıştırılmıştır. Proses kontrol elemanları mekanik proses esnasında toz partiküllerinin kaynak ve kırılmaları arasındaki dengeyi sağlar (Gilman and Benjamin, 1981). Değirmenin öğütme hızı 300 dev/dk olarak ayarlanmıştır. 0.5-1-2.5-5-10-20-30 saatlik öğütme süreleri uygulanmıştır. Öğütmeler argon atmosferi altında gerçekleşmiştir. Cihazın öğütme hazneleri atmosfer korumasına uygun olmadığından atmosfer korumasına imkân veren yeni hazneler dizayn edilmiştir (Şekil 6.3). Kullanılan hazneler paslanmaz çelikten talaşlı imalat yöntemiyle imal edilmiştir.



Şekil 6.3: Kullanılan değirmen, hazne ve bilyeler

6.2.2. Sinterleme

Sinterlemeler, FCT Systeme GmbH marka ve SE-607 model SPS fırınında gerçekleştirilmiştir. Öğütülen bütün toz grupları 550 °C sıcaklıkta, 100°C/dk ısıtma hızında, 10 dk. sürede ve 50 MPa basınç altında sinterlenmiştir.

6.3. Karakterizasyon ve Analizler

6.3.1. XRD ile Kalitatif Faz Analizleri ve Tane Boyutu Belirleme

Hem mekanik öğütme sonrası toz numunelere hem de SPS sonrası yığın numunelere işlem sonrası yapıda farklı bir faz oluşup oluşmadığını tayin edebilmek ve tane boyutunda gerçekleşen değişimleri hesaplayabilmek için XRD analizleri uygulanmıştır. Bütün analizler 40 kV ve 15mA tüp voltaj ve amper değerlerinde 30°-80° aralığı, 0.5°/dk hızda taranarak gerçekleştirilmiştir.

Polikristalin malzemelerde kristaller ideal boyut aralığından (500nm-10µm) küçük olduğunda mevcut paralel düzlemlerin sayısı maksimum keskin kırınım oluşturmak için çok küçüktür ve kırınım deseninde tepelerde genişlemeler olur(Suryanarayana and Norton, 1998). Bu prensibe dayanarak yapılan tane boyutu hesaplamalarında Scherer eşitliği kullanılmıştır(Choi et al., 2010).

$$B_g(2\theta) = \frac{0.9\lambda}{d * \cos\theta} \quad (12)$$

$B_g(2\theta)$: Pik yarım yüksekliğindeki genişlik

λ : X ışını dalga boyu

d : Ortalama tane boyutu

6.3.2. Yoğunluk Ölçümü

Sinterleme sonrası yoğunluklar Arşimet prensibiyle ölçülmüştür. Yoğunluk ölçümlerinde Ohaus marka Explorer Pro model cihaz kullanılmıştır. Ölçümler için numuneler önce hava ortamında tartılmıştır. Sonrasında numuneler ergimiş stearic asite daldırılarak dış yüzeyleri kaplanmıştır. Dış yüzeyler kaplandıktan sonra tekrar hava ortamında ağırlıkları tartılmıştır. En son aşamada ise numuneler saf su ortamında tartılmıştır. Yoğunluk hesaplamaları aşağıdaki denkleme göre yapılmıştır(Clyne and Withers, 1993a2).

$$\rho = W_h \left[\left(\frac{W_y - W_s}{\rho_s - \rho_h} \right) - \left(\frac{W_y - W_h}{\rho_y - \rho_h} \right) \right]^{-1} + \rho_h \quad (13)$$

W_h : Kaplanmamış numunenin hava ortamındaki ağırlığı

W_y : Kaplanmış numunenin hava ortamındaki ağırlığı

W_s : Kaplanmış numunenin saf su ortamındaki ağırlığı

ρ_h : Havanın yoğunluğu

ρ_y : Stearik asidin yoğunluğu

ρ_s : Saf suyun yoğunluğu

6.3.3. Metalografi

Numuneler içyapı incelemeleri için önce Struers marka Labopress-3 model sıcak kalıba alma cihazında kalıplara alınmıştır. Kalıplanan numunelerin yüzeylerinin mikroskop incelemelerine uygun hale gelmesi için zımparalama işlemleri Buehler marka Alpha model manuel zımparalama ve parlatma cihazında, parlatma işlemleri için Struers marka Tegrapol-25 otomatik parlatma cihazında yapılmıştır.

Tane boyutu incelemeleri için numunelere parlatma sonrası dağlama işlemi uygulanmıştır. Dağlama amaçlı kullanılan solüsyon; 10 ml nitrik asit, 30 ml asetik asit, 40 ml saf su ve 120 ml etanolün karıştırılması ile hazırlanmıştır(Barnet, 2007a).

Metalografik incelemeler Zeiss marka Primotech model optik mikroskop ve Phenom marka ProX model taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılmıştır. SEM görüntüleri geri yansıyan elektron (BSE) modunda alınmıştır. Elde edilen mikroyapı görüntülerinden tane boyutu ölçümleri ImageJ görüntü analizi programı kullanılarak yapılmıştır.

6.3.4. Basma Testleri

Basma deneyleri American Society for Testing and Materials (ASTM) E-9 standardına uygun olarak yapılmıştır. Deneyler 0.003m/m.dk hızında gerçekleştirilmiştir. Numuneler test öncesi dikdörtgenler prizması geometrisinde, 5x5x10 mm boyutlarında, talaşlı imalat yöntemi ile işlenmiştir. Numunelerin talaşlı imalat işlemleri Proxxon marka MF 70 model mini frezede gerçekleştirmiştir.

Basma testleri, 35 kN kapasiteli, Instron marka 5967 model masaüstü tipi genel amaçlı test sisteminde yapılmıştır.

6.3.5. Sertlik Ölçümü

Sertlik ölçümleri ASTM E92-17 standardına uygun olarak Emcotest marka M1C 010 model sertlik ölçüm cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Testler Vickers HV3 skalasında yapılmıştır, ölçümlerde 3000 gf yük ve 15 sn bekleme süresi uygulanmıştır. Her bir numuneden 3 ölçüm alınmıştır.

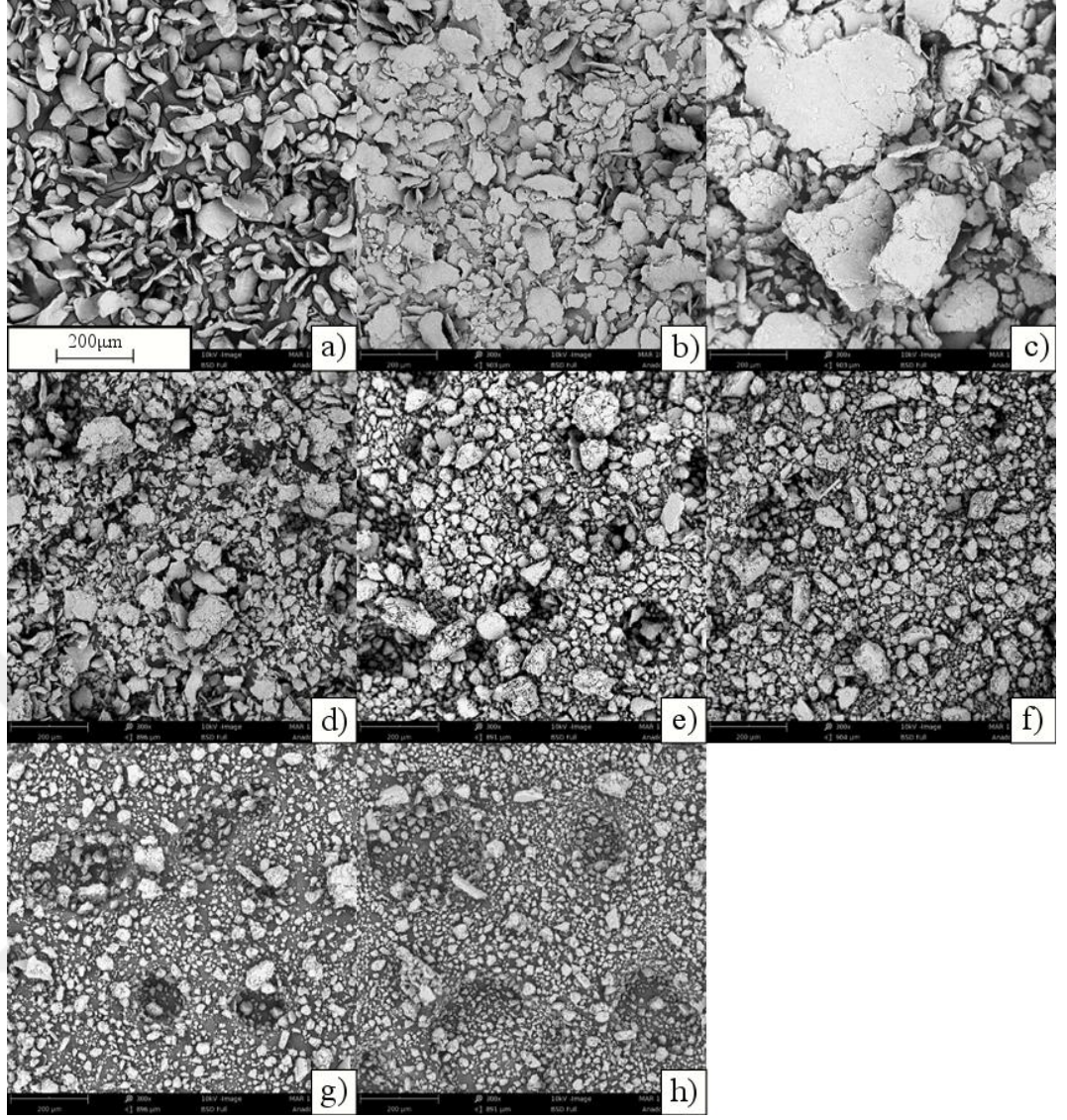


7. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

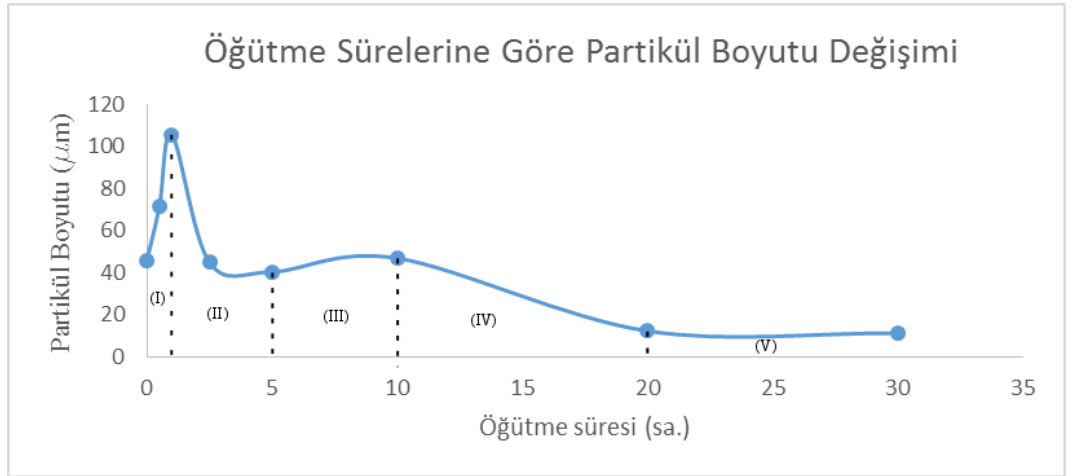
7.1. Öğütme Sonrası Toz Partiküllerinin Boyut Değişimi ve Morfolojik Dönüşümleri

Öğütme sonrasında alınan toz partiküllerinin SEM görüntüleri Şekil 7.1’de görülmektedir. SEM görüntüleri üzerinden yapılan görüntü analizleri sonuçlarına göre öğütülmemiş tozların ortalama partikül boyutu $45.79\ \mu\text{m}$ ’dır. Öğütülmemiş tozların lazer kırınımı metoduyla ölçülen partikül boyutu sonuçlarıyla oldukça tutarlıdır ($45,544\ \mu\text{m}$). Öğütülmemiş tozların düzensiz bir morfolojide olduğu, hem yassı hem ince uzun hem de küresel formda partiküllerin bulunduğu görülmektedir.

Öğütmenin ilk aşamalarında (0.5-1 sa.) partikül boyutunda artış gözlemlenmektedir. 0.5 sa. sonra ortalama partikül boyutu $71.74\ \mu\text{m}$ ’a, 1 sa. sonunda $105,65\ \mu\text{m}$ ’a çıkmıştır. Bu durum, prosese bu aşamada soğuk kaynak mekanizmasının domine ettiğini göstermektedir (Şekil 7.2, I. bölge). Toz partikülleri bu kademedeki deformasyonun etkisiyle birleşip yassılaşılarak morfolojik olarak ince pul görünümünü almıştır. Artan öğütme süresiyle 2.5 sa. sonunda ortalama partikül boyutu $44.92\ \mu\text{m}$ ’a, 5 sa. sonunda $40.42\ \mu\text{m}$ ’a düştüğü gözlemlenmiştir. Prosesin bu safhasında toz partiküllerinin ağır deformasyon ile pekleşerek parçalanma eğilimine girdiği, kırılma mekanizmalarının baskın hale geldiği görülmektedir (Şekil 7.2, II. bölge). Bu aşamada tozlar pul morfolojisinden çıkarak küreselleşme eğilimine girmiştir. 10 sa. sonunda ortalama partikül boyutunda gözlemlenen bir miktar artış, bu aşamada soğuk kaynak mekanizmasının tekrar baskın konumda olduğunu işaret etmektedir (Şekil 7.2, III. bölge). 20 sa. sonunda toz partiküllerinin tane boyutu $12.38\ \mu\text{m}$ ’a düşmüştür ve kırılma mekanizmalarının egemen olduğu görülmektedir (Şekil 7.2, IV. bölge). 30 sa. sonunda ortalama partikül boyutu $11.3\ \mu\text{m}$ ’a inmiştir. 20 ve 30 saat öğütülmüş tozlar arasında partikül boyutu ve morfoloji olarak çok fark olmaması prosesin 20 saat sonunda doyuma ulaştığını işaret etmektedir (Şekil 7.2, V. bölge). Faruqi et al. (2012), %30 oranda SiC içeren Mg tozlarının mekanik öğütülmesinde farklı öğütme koşullarının etkilerini inceledikleri çalışmalarında benzer morfolojik dönüşüm ve boyutsal evrim trendini elde etmişlerdir.



Şekil 7.1: Öğütme sürelerine göre tozların 300x büyütmede alınmış SEM görüntüleri a) Öğütülmemiş b) 0.5h c) 1h d) 2.5h e) 5h f) 10h g)20h h)30h



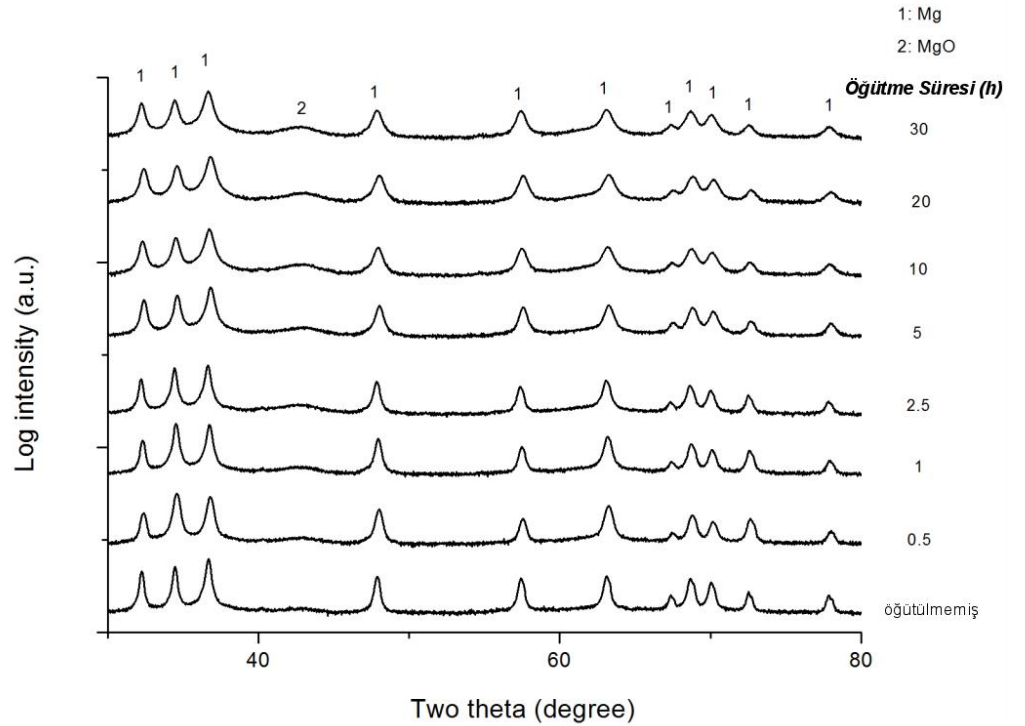
Şekil 7.2: Öğütme sürelerine göre partikül boyut değişimi grafiği

7.2. Öğütme Sonrası Tozların Tane Boyutları

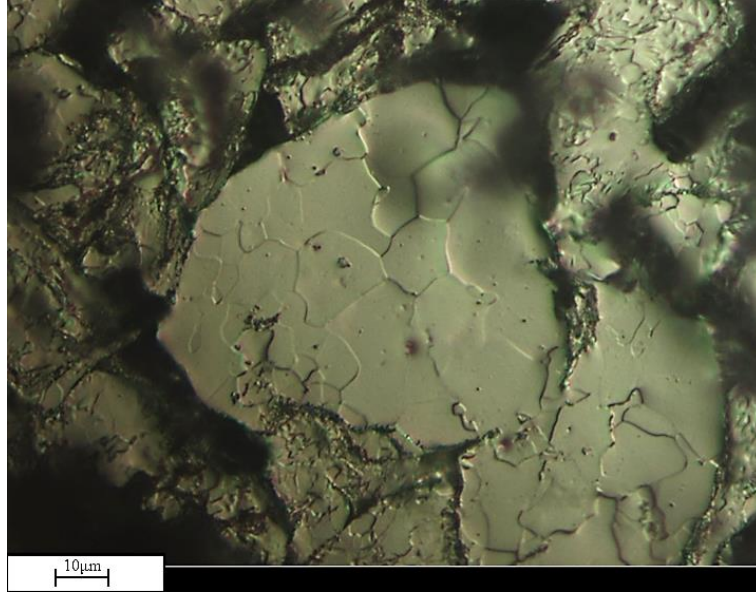
Tane boyutunun küçülmesiyle XRD piklerinin genişlemesi presibine göre hesaplanan öğütme sonrası tane boyutları Çizelge 7.1’de, XRD piklerinin değişimi Şekil 7.3’te görülmektedir. Hesaplamalarda enstrüman kaynaklı genişlemelerin oluşturacağı hatayı ortadan kaldırmak için referans olarak öğütülmemiş Mg tozu kullanılmıştır. Referans olarak kullanılacak olan malzeme piklerde genişleme oluşturamayacak kadar kaba taneli, deformasyona maruz kalmamış olmalıdır(Suryanarayana and Norton, 1998). Bu sebeple öğütülmemiş Mg tozunun mikroyapısı incelenmiş ve mikroyapı görüntülerinden görüntü analizi metoduyla ortalama tane boyutu hesaplanmıştır. Öğütülmemiş Mg’nin ortalama tane boyutu 8,85 μm olarak hesaplanmıştır ve sonuç olarak referans numunesi olmaya uygun görülmüştür. Referans tozun mikroyapı görüntüsü Şekil 7.4’te görülmektedir.

Çizelge 7.1: Öğütme sürelerine göre öğütme sonrası tozların tane boyutları

Öğütme süresi (sa.)	2.5	5	10	20	30
Tane boyutu (nm)	123	40	30	29	29



Şekil 7.3: Öğütme sürelerine göre XRD sonuçları



Şekil 7.4:Öğütülmemiş Mg tozunun mikroyapı görüntüsü

Tane boyutunu hesaplamada kullanılan yöntem 500 nm'den büyük tane boyutlarını hesaplayamadığı için 0.5 ve 1 saat öğütülen numunelerin tane boyutları hesaplanamamıştır. Hesaplamalara göre 2.5 sa. öğütme sonunda ortalama tane boyutu 123 nm'ye, 5 sa. sonunda 40 nm'ye, 10 sa. sonunda 30 nm'ye, 20 sa. sonunda 29 nm'ye 30 sa. sonunda ise 29 nm'ye indiği görülmektedir. Sonuçlardan, 20 saat öğütmede minimum tane boyutunun elde edildiği ve limite ulaşıldığı anlaşılmaktadır. Mekanik öğütme ile elde edilebilen minimum tane boyutu, plastik deformasyon ve metalin toparlanma hızı arasındaki rekabetle ilişkilidir(Eckert, 1995). Hwang et al. (2001), saf magnezyumun oda sıcaklığında öğütülmesi ile ilgili yaptıkları çalışmada öğütme sonrasında 42 nm tane boyutuna ulaşmışlardır. Göreceli olarak yüksek buldukları bu değeri, Mg'nin düşük ergime sıcaklığıyla ilgili olan yüksek toparlanma hızına atfetmişlerdir. Pouzelo et al. (2011), yaptıkları çalışmada, $Mg_{70}Al_{30}$ tozlarının kriyojenik öğütülmesi sonucunda ortalama 27 nm tane boyutuna ulaşmışlardır. Zheng et al. (2011), AZ80 magnezyum alaşımını kriyojenik ortamda öğüterek 40 nm ortalama tane boyutu elde etmişlerdir. Thein et al. (2009), farklı oranlarda AlN takviye içeren Mg_5Al tozlarıyla yaptıkları mekanik öğütmeler sonucunda 21-31 nm arasında değişen tane boyutları elde ettiklerini belirtmektedirler. XRD sonuçlarına göre 1 saat ve üzeri öğütmelerde MgO oluştuğu görülmektedir. Fakat MgO'ya ait pik şiddetinin oldukça düşük olması, bu faza ait tek bir pik tezahür etmesi (Şekil 7.3) ve oluşan pikin belli belirsiz oluşu MgO

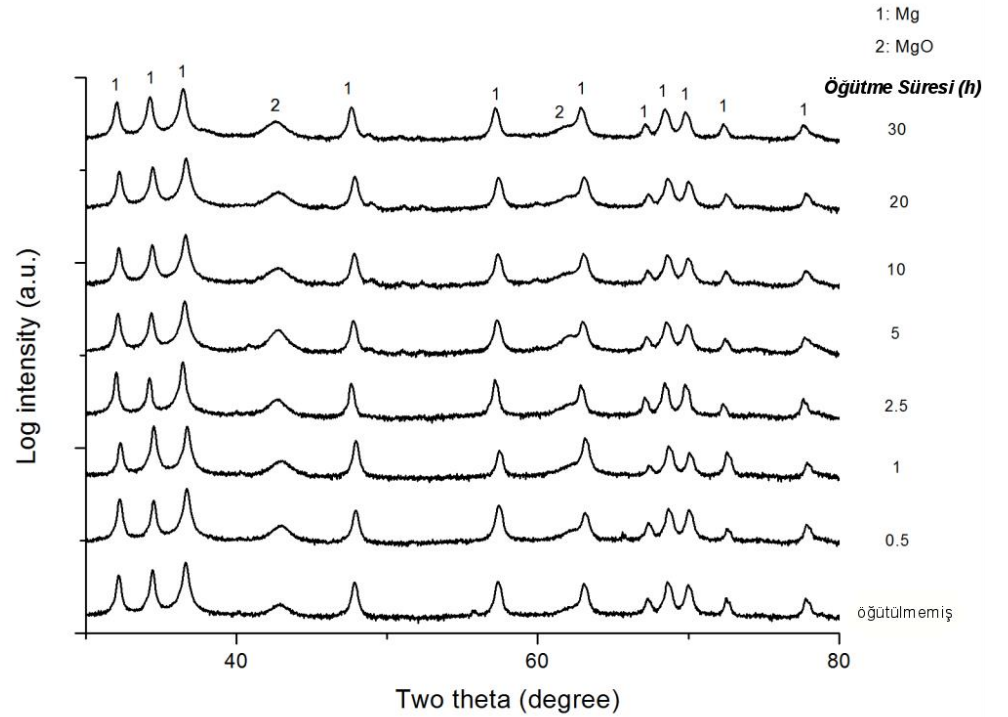
içeriğinin oldukça az olduğunu göstermektedir. Oksidasyonun tozların taşınması sırasında oluştuğu düşünülmektedir.

7.3. Sinterleme Sonrası Numunelerin Tane Boyutu

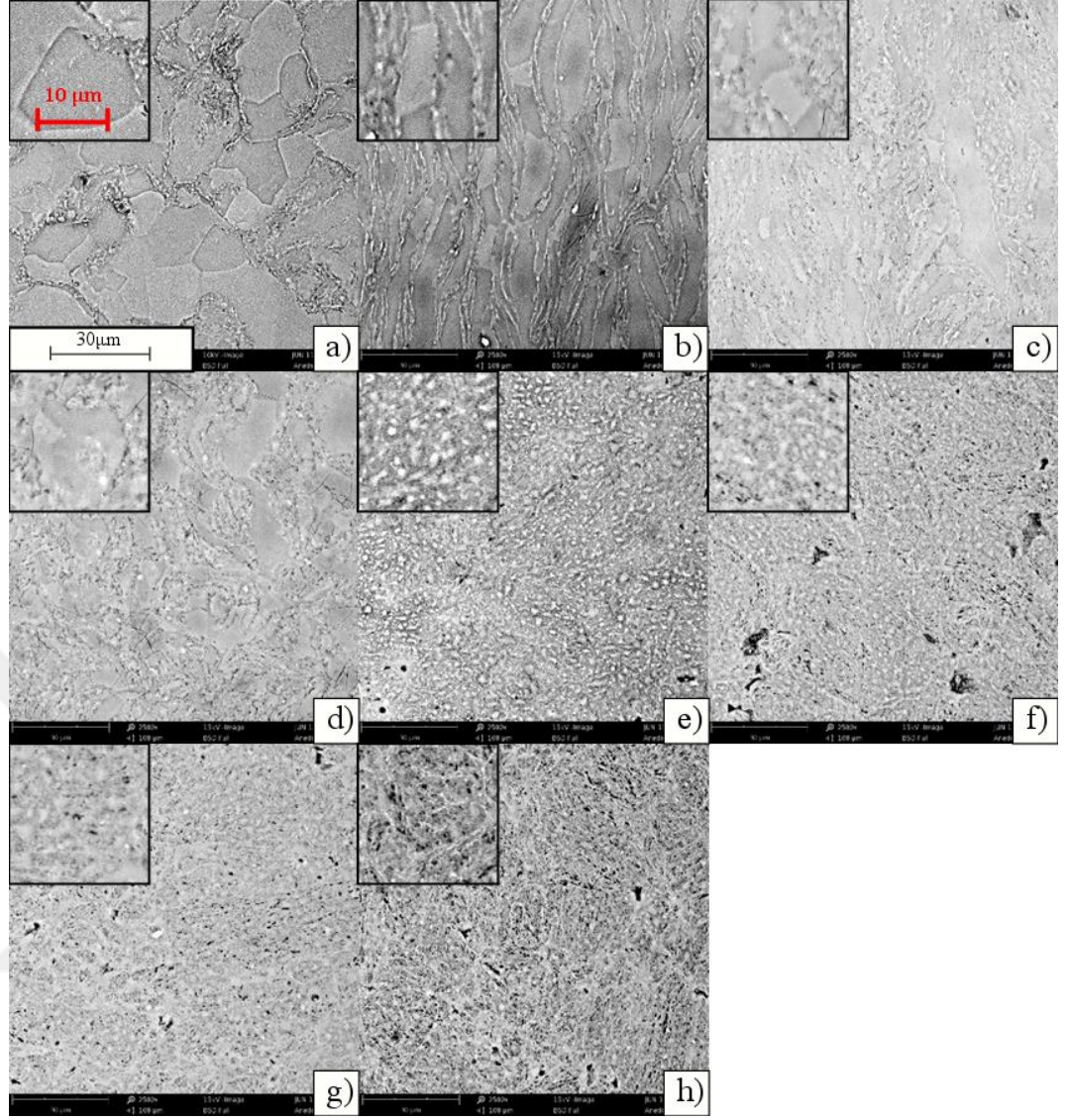
Sinterleme sonrası tane boyutu değerleri Çizelge 7.2’de verilmiştir. 2.5 saat ve altı sürelerde öğütülmüş numunelerin tane boyutları Scherer metodunun hesaplayabildiği aralıkta olmadığı için görüntü analizi ile mikroyapı görüntülerinden ölçülmüştür. Numunelerin XRD sonuçları Şekil 7.5’te, ölçümlerin yapıldığı dağlanmış mikroyapı görüntüleri Şekil 7.6’da gösterilmektedir.

Çizelge 7.2: Sinterleme sonrası tane boyutları.

Öğütme Süresi (sa.)	0	0.5	1	2.5	5	10	20	30
Tane Boyutu (nm)	11300	5000	3800	2800	90.6	80.1	78.5	65.9



Şekil 7.5: Sinterleme sonrası XRD sonuçları



Şekil 7.6: Sinterleme sonrası dağlanmış mikroyapıların 2500x büyütmede SEM görüntüleri a) öğütülmemiş b) 0,5h c) 1h d) 2,5h e) 5h f) 10h g)20h h) 30h

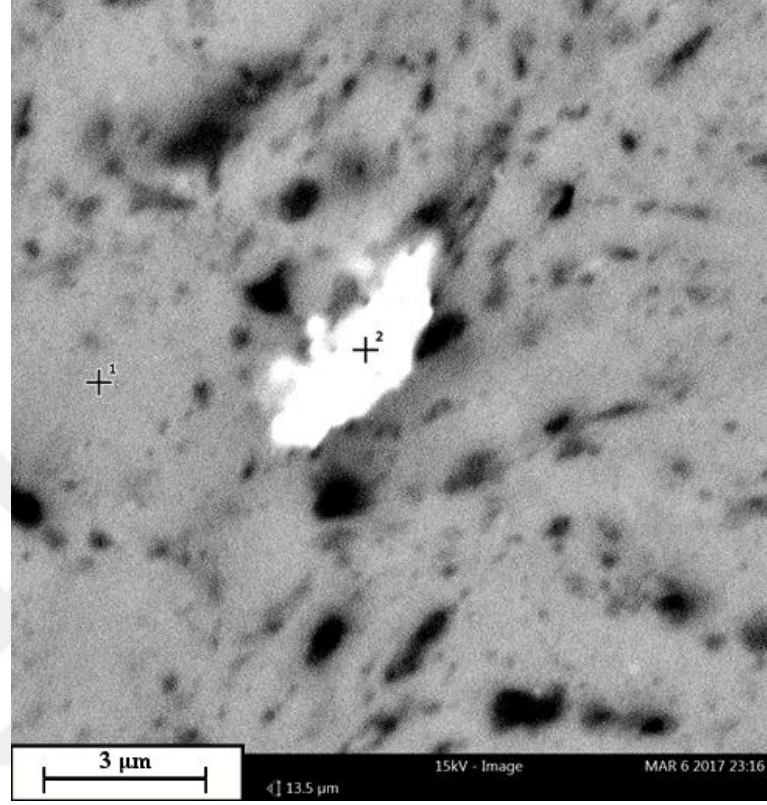
Sinterleme sonrası numunelerde bir miktar tane büyümesi olduğu görülmektedir. Fakat sinterleme sonrası oluşan bu tane büyümesi SPS işleminin doğası gereği oldukça kısıtlıdır. Öğütme sonrası tane boyutu nanokristalin aralıkta olan numunelerin (100 nm altı), nanokristalin yapılarını korudukları görülmektedir. Kim et al. (2014b), Mg6Al alaşımı tozları farklı parametrelerde SPS metoduyla sinterledikleri çalışmalarında, 450 °C’de gaz giderim işlemi uyguladıkları numunelerde sinterleme sonrası tane irileşmesi gözlemlemediklerini belirtmişlerdir. Muhammad et al. (2010), SPS ve konvansiyonel basınçsız sinterleme metotlarını kıyasladığı çalışmasında SPS ile ürettiği numunelerin tane boyutlarının daha küçük olduğunu gözlemlemişlerdir. Sinterleme metodunun

avantajının yanında, öğütme sonrası gözlemlenen MgO fazı, sinterleme esnasında Zener sıkıştırma etkisi göstererek tanelerin aşırı büyümelerini engellemiş olabilir. Lai et al., (2004), Mg5Al matrisli, TiH₂ ile yerinde takviyelendirerek ürettikleri kompozit malzemelerle yaptıkları çalışmada elde ettikleri küçük tane boyutunu iç yapıdaki MgO fazının sıkıştırma etkisiyle tane büyümesine engel oluşturmaya atfetmişlerdir. Yamazaki et al. (2004), Farklı metal silikat takviyelerle oluşturduğu nanokristalin MgAl alaşımı matrisli kompozitlerin ekstrüzyon sonrası matrisin kısıtlı tane büyümelerinin, ikincil fazların sıkıştırma etkisinden kaynaklandığını göstermişlerdir. Benzer şekilde Mondet et al. (2016), farklı sıcaklıklarda SPS metoduyla sinterlediği AZ31 magnezyum alaşımı tozlarda, düşük sıcaklık sinterlemelerinde Al₁₂Mg₁₇ ikincil fazının Zener sıkıştırma etkisiyle tane büyümesine engel oluşturduğunu belirtmiştir.

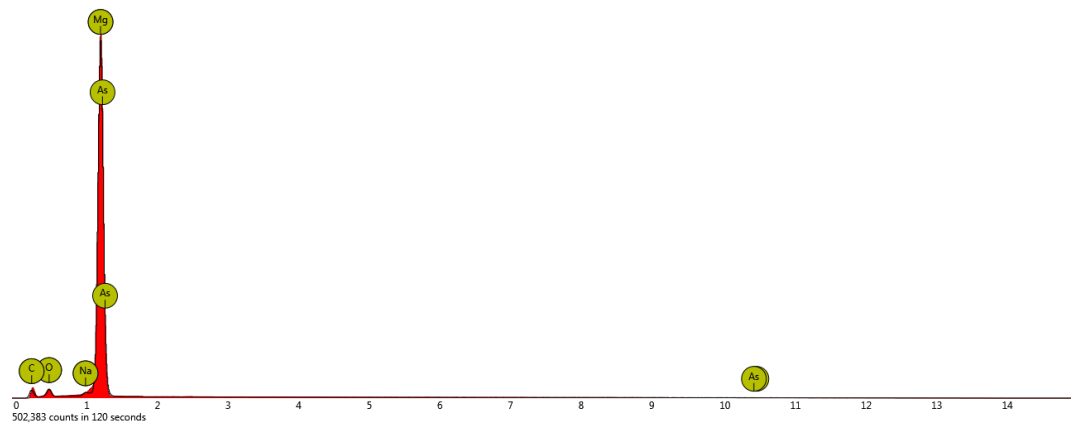
Dağlanmış mikroyapı görüntüleri incelendiğinde öğütülmemiş numunelerde beklendiği üzere eş eksenli iri taneler gözlenmektedir. Öğütülmüş numuneler incelendiğinde ise öğütmenin erken aşamalarında partiküllerin deformasyona uğramasıyla, tanelerin de partiküllerle beraber yassılaşılarak ince uzun yönelmiş bir form aldığı, dar açılı alt tanelerin olduğu görülmektedir. İlerleyen öğütme süreleriyle bu yönelmiş dar açılı alt tanelerin küçülerek azaldığı ve tane boyutunun SEM ile görülemeyecek ölçüde küçüldüğü görülmektedir. Bu durum literatürdeki mekanik öğütme ile tane yapısındaki dönüşüm modeliyle oldukça uyumludur(Zhang, 2004).

Sinterleme sonrası XRD sonuçları incelendiğinde ve öğütme sonrası XRD sonuçlarıyla kıyaslandığında, öğütme sonrası MgO piki oluşmamış tozlarda sinterlemeden sonra MgO piki olduğu, öğütme sonrası zaten MgO'ya ait pik içeren tozlarda ek MgO'ya ait pik olduğu ve var olan MgO pik şiddetini artırdığı görülmektedir. Bu durum sinterleme esnasında oksidasyon oluştuğuna işaret etmektedir. Sinterleme esnasında oksidasyonun, SPS fırını tankının vakumunda gerçekleşmiş olası kaçak ve sızıntılardan kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir. Öğütme sırasında çelik bilye ve hazne kullanılması dolayısıyla bilye ve haznelerin aşınması sonucu toz karışımının Fe partikülleri ile kontamine olduğu Şekil 7.7'de ve Çizelge 7.3-7.4'teki EDX analizinde görülmektedir. Öğütme sırasında Fe partiküllerinin matris içerisinde muhafaza edilmiş olması

Fe elementinin Mg içerisinde neredeyse hiç katı çözünürlüğünün olmaması, bu iki element arasında alaşım oluşumunun mümkün olmamasıyla açıklanabilir (Şekil 7.10).



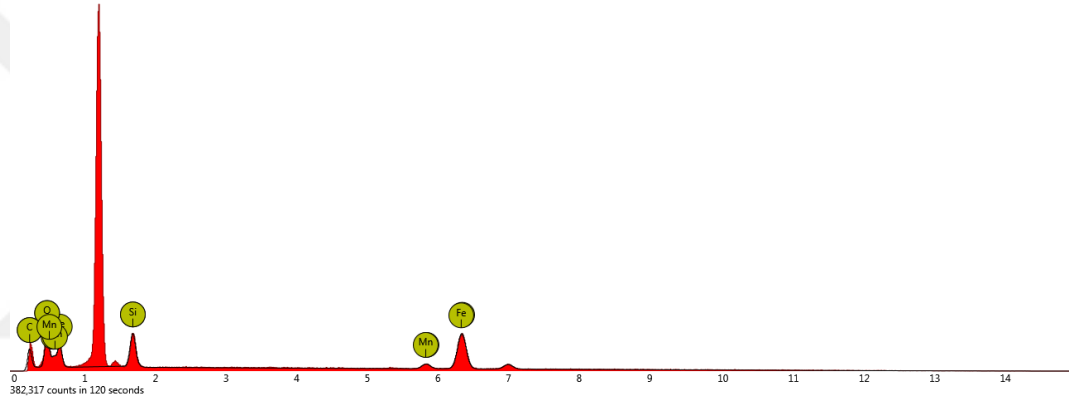
Şekil 7.7: 20 saat öğütülmüş numunenin EDX analizi için alınan mikroyapı görüntüsü



Şekil 7.8: Şekil 7.7’de görülen 1. noktanın elementel spektrumu

Çizelge 7.3: 1. Noktanın elementel konsantrasyonu

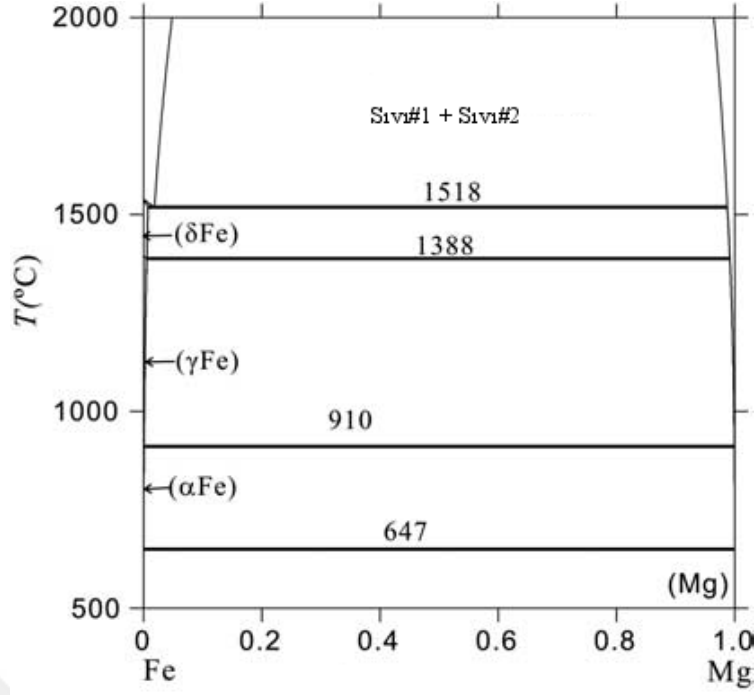
Element Numarası	Element Sembolü	Element Adı	Konsantrasyon	Hata
12	Mg	Magnezyum	77.1	0.2
33	As	Arsenik	12.2	1.6
8	O	Oksijen	7.3	1.6
6	C	Karbon	2.3	1.7
11	Na	Sodyum	1.1	2.7



Şekil 7.9: Şekil 7.7’de görülen 2. noktanın elementel spektrumu

Çizelge 7.4: 2. Noktanın elementel konsantrasyonu

Element Numarası	Element Sembolü	Element Adı	Konsantrasyon	Hata
26	Fe	Demir	52.7	0.7
14	Si	Silikon	11.1	1.0
8	O	Oksijen	27.0	1.1
6	C	Karbon	3.7	1.6
25	Mn	Manganez	5.4	2.5



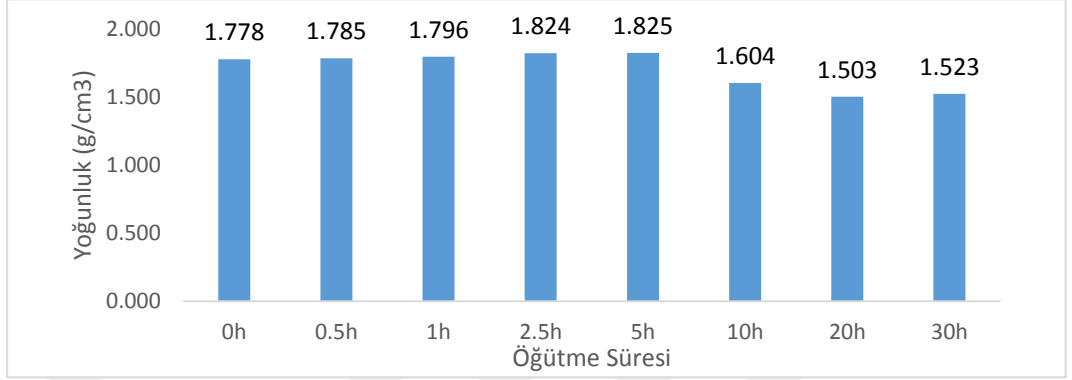
Şekil 7.10: Fe-Mg faz diyagramı (Ansara et al., 1998; Wang et al., 2011)

7.4. Sinterleme Sonrası Yoğunluklar

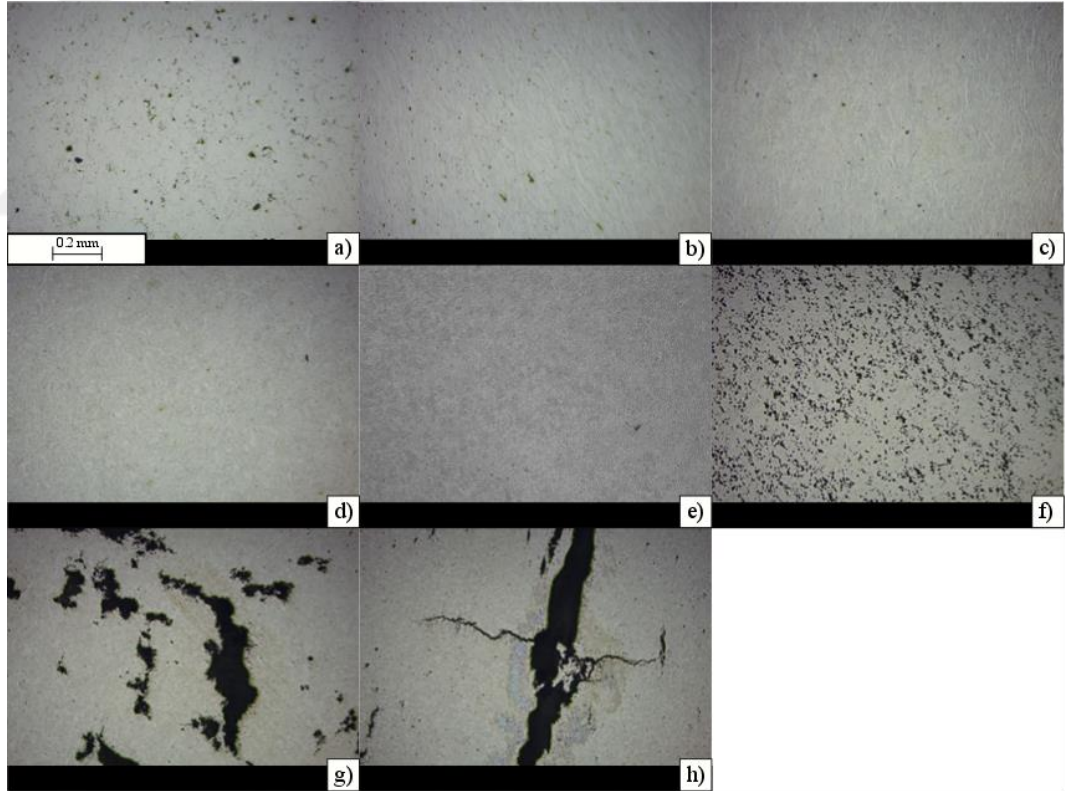
Sinterleme sonrası nispi yoğunluklar Çizelge 7.5'te, öğütme sürelerine göre yoğunluk değişimi grafiği Şekil 7.11'de görülmektedir. Öğütülmemiş ve 0,5 sa. öğütülmüş numunelerde nispi yoğunluğun %99 değerine ulaşması yaklaşık tam yoğunluk değerinin elde edildiğini, dolayısıyla sinterlemenin başarılı olduğunu göstermektedir. 1 sa., 2.5 sa. ve 5 sa. öğütülmüş numunelerde ise teorik yoğunluğun üzerine çıkıldığı görülmektedir. Bu durumun, öğütme sırasında hazne ve bilyelerden gelen kontaminasyon ve hem öğütme hem de sinterleme sırasında oluşan oksidasyondan kaynaklandığı düşünülmektedir. MgO'nun yoğunluğunun 3.58 g/cm^3 , Fe'nin yoğunluğunun 7.874 g/cm^3 oluşu ve XRD, EDX analizlerinde MgO ve Fe'ye rastlanması hipotezi destekler niteliktedir. Zheng et al. (2011), yaptıkları çalışmada SPS sonrası AZ80 alaşımı numunelerin yoğunluklarının teorik yoğunluklarının üzerinde olmalarını oksidasyon ve kontaminasyona atfetmişlerdir. 5 saat ve altı öğütmelerde elde edilen yüksek yoğunluk değerlerini Şekil 7.12'deki sinterleme sonrası dağlanmamış mikroyapı görüntüleri de desteklemektedir.

Çizelge 7.5: Sinterleme sonrası öğütme sürelerine göre nispi yoğunluklar

Öğütme Süresi (sa.)	0	0.5	1	2.5	5	10	20	30
Nispi yoğunluk (%)	99.27	99.67	100.28	101.84	101.87	89.57	83.89	85.04



Şekil 7.11: Öğütme süresine göre sinterleme sonrası yoğunluk değişimi grafiği



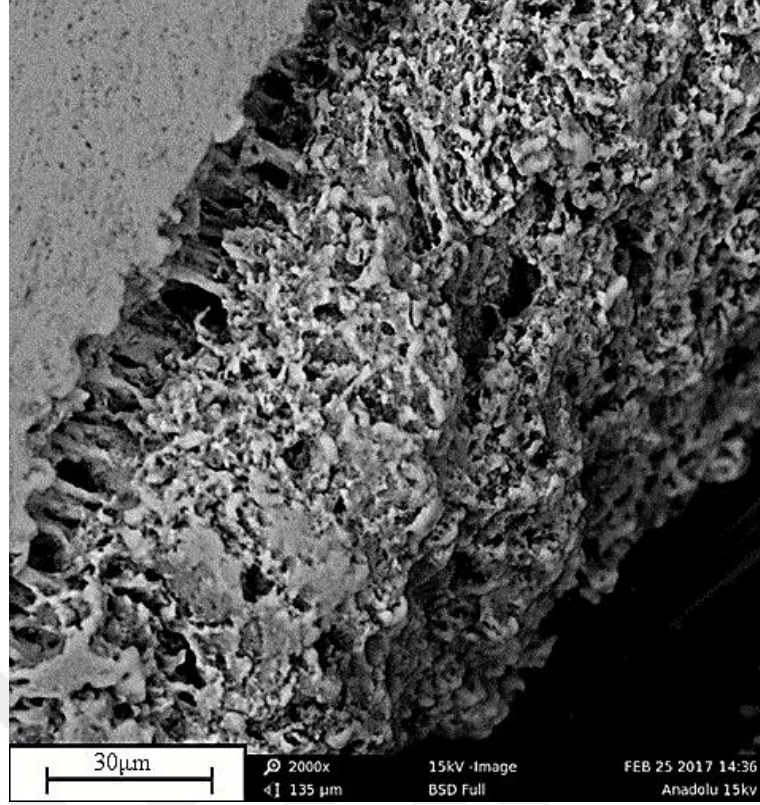
Şekil 7.12: Sinterleme sonrası optik mikroskop ile 5x büyütmede alınmış mikroyapı görüntüleri a) öğütülmemiş b)0.5h c)1h d)2.5h e)5h f)10h g)20h h)30h

10 saat ve üzeri öğütmelerde yüksek miktarda yoğunluk düşüşü ve porozite gözlenmektedir. Şekil 7.13'te 20 sa. öğütülmüş numunenin gözenek bölgesinden

alınmış SEM görüntüsü incelendiğinde, toz partiküllerinin sinterleme öncesi morfolojilerini korudukları ve toz partikülleri arasında boyun verme mekanizmasının oluşmadığı görülmektedir. Bu durum yetersiz sinterlenme izleri taşımaktadır. Mekanik öğütülmüş tozlar ağır deformasyon sertleşmesine uğrarlar, dolayısıyla sıkıştırılabilirlikleri azdır(Enayati and Mohamed, 2013). Artan öğütme süreleriyle birlikte tozlarda artan deformasyon sertleşmesiyle sıkıştırılabilirliğin azalması, sinterleme sırasında sinterleme parametrelerinin (özellikle basıncın) yetersiz kalmasına sebep olmuş olabilir. Bu durum sinterleme için gerekli olan metal metal temasının oluşamamasına neden olarak yüksek porozitelere neden olmuş olabilir.

Sinterlemeler sırasında oksidasyon meydana geldiği XRD analizlerinden anlaşılmaktadır. Yüksek öğütme sürelerine sahip tozların daha küçük ortalama partikül boyutlarına, dolayısıyla daha geniş yüzey alanına sahip olmaları bu tozların sinterleme sırasında oluşan oksidasyondan daha fazla etkilenmelerine ve aşırı miktarda okside olmalarına sebep olmuş olabilir. Partikül yüzeyinde oluşan oksit tabakası, komşu partiküller arasında boyun oluşumunu engelleyen difüzyon bariyeri olarak davranabilir, bu da düşük mekanik özelliklere sebep olabilir(Blais, 2011). Čapek and Vojtěch, (2014), gözenekli magnezyumun sinterlenmesinde argon atmosferinin saflığının gözenek oluşumuna etkisini inceledikleri çalışmalarında yüksek saflıkta argonun gözenek oluşumunu azaltarak mekanik özellikleri iyileştirdiğini gözlemlemişlerdir. Araştırmacılar bu durumu yüzey oksidasyonuna atfetmektedirler. Yüksek öğütme sürelerine sahip numunelerin düşük yoğunluklarını daha fazla oksidasyona maruz kalmalarıyla açıklayabilmek için detaylı kantitatif XRD analizleri gerekmektedir.

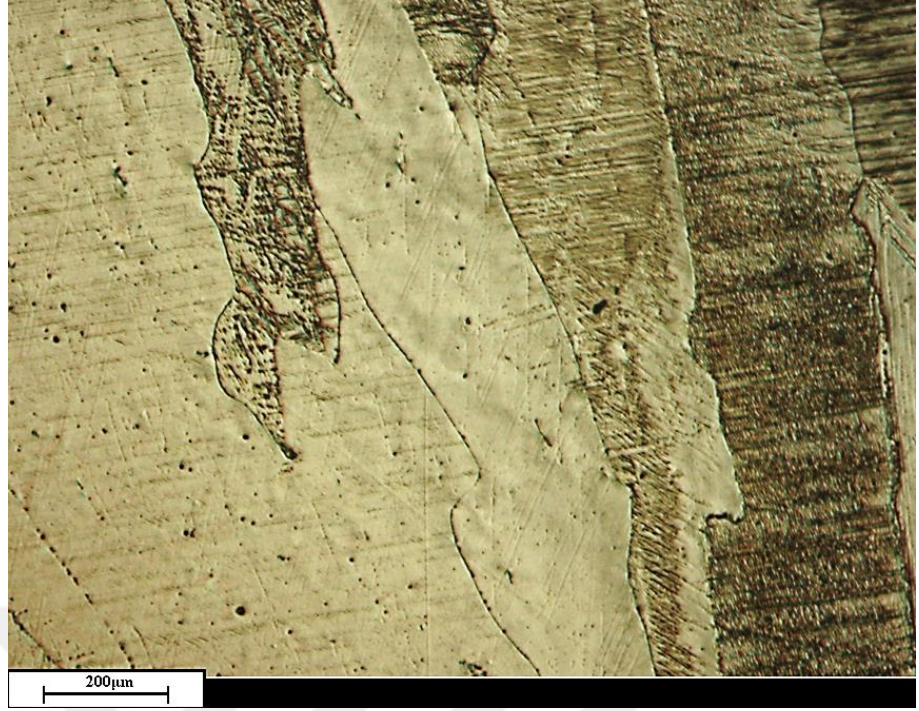
Yüksek öğütme süreli tozların sinter yoğunluklarının iyileştirilmesi; sinterleme parametreleri, vakum şartlarının iyileştirilmesi, yüksek saflıkta farklı atmosferlerin kullanımı (argon, azot), kalsiyum ve itriyum gibi MgO indirgeyici eklentilerin etkileri gibi ileriki çalışmalar için potansiyel araştırma fırsatları yaratmaktadır.



Şekil 7.13: 20 saat öğütülmüş numunenin sinterleme sonrası gözenek bölgesinden alınmış SEM görüntüsü

7.5. Basma Testi Sonuçları

Sinterleme sonrası yapılan basma eğrileri Şekil 7.15'te, öğütme sürelerine göre basma akma gerilmeleri ve öğütme sürelerine göre değişimi grafiği Şekil 7.16'da görülebilmektedir. Kıyaslama amaçlı ticari saflıkta bir magnezyum külçesinden de basma numuneleri kesilerek basma testleri yapılmış ve sonuçlara eklenmiştir. İngot numunelerin basma testi öncesi mikroyapısı incelenmiştir (Şekil 7.14). İnceleme sonucunda içyapıdaki tanelerin oldukça büyük olduğu görülmektedir. Mikroyapı görüntüsü optik mikroskopta en düşük büyütmede alınmış olmasına rağmen taneler fotoğraf karesine sığmadığı için ortalama tane boyutu hesaplanamamıştır fakat ölçek bar göz önüne alınarak tanelerin 100μm'dan büyük olduğu söylenebilir.

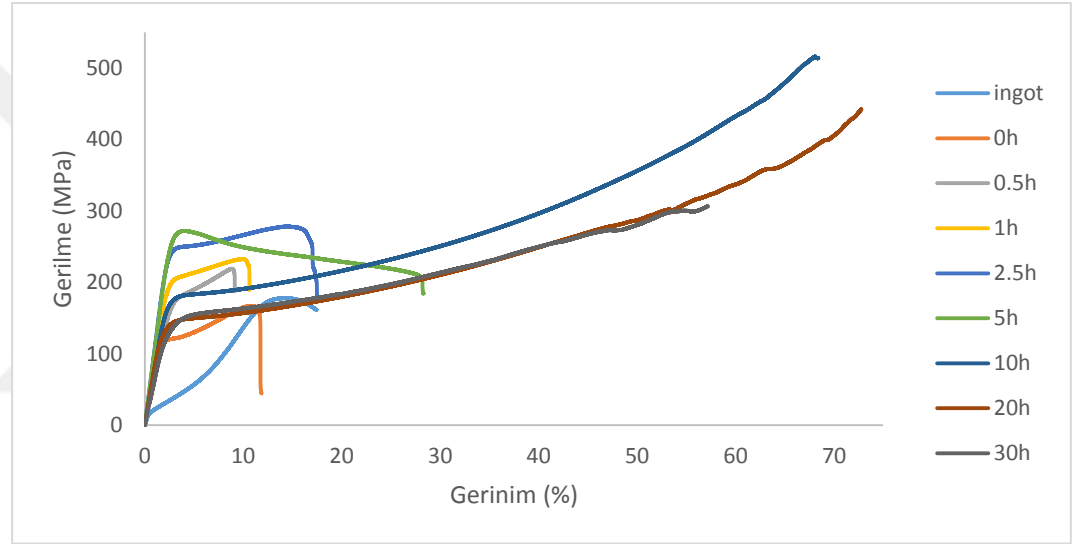


Şekil 7.14: İngot malzemenin mikroyapı görüntüsü

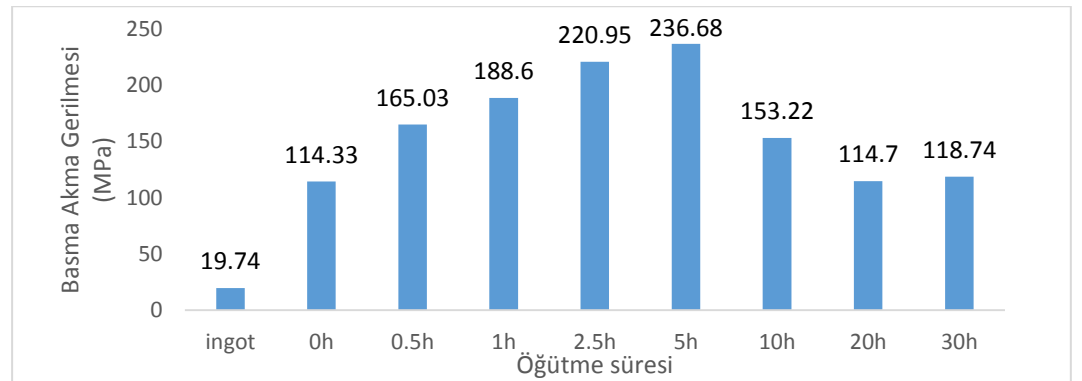
Külçe malzemenin ortalama basma akma gerilmesi 19.74 MPa olduğu sonuçlardan görülmektedir. Bu değerin literatürle kıyaslandığında tutarlı olduğu görülmektedir(Frederich and Mordike, 1990). Öğütülmemiş numunelerin ortalama basma akma gerilmesi 114.33 MPa'dır. Öğütme süresi ve basma akma grafiği incelendiğinde 5 saat öğütme süresine kadar akma gerilmelerinde monotonik bir artış söz konusu olduğu görülmektedir. 5 saatin sonunda ortalama basma akma gerilmesi 236.68 MPa değerine ulaşarak en yüksek değeri vermektedir. 5 saat öğütülmüş numunelerin akma dayanımının öğütülmemiş numunelerin iki katının daha fazlasına ulaştığı görülmektedir. Bu artış ikincil fazların ve tane boyutunun etkisiyle açıklanabilir. İç yapıdaki ikincil fazların; matrisle aralarındaki termal genleşme ve elastisite modülü uyumsuzluğu ile dislokasyon oluşturması, yük taşıma etkisi ve Orowan mukavemetlendirme mekanizmalarıyla dayanım artırdığı bilinmektedir(Gupta and Sharon, 2011a4). XRD ve EDX analizleri ile tespit edilen ikincil fazlar bu hipotezi destekler niteliktedir. Dislokasyonların tane sınırlarında yığılması hareket kabiliyetlerinin engellenmesine dayanan ve tane sınırlarının artmasıyla dislokasyon hareketine daha çok engel oluşması ile tane boyutu küçülmesinin dayanımı artırmasını açıklayan Hall-Petch teorisi, 5 saate kadar artan öğütme süreleriyle dayanım artışını açıklamak için ışık tutmaktadır. XRD

hesaplamaları ve görüntü analizleri vasıtasıyla elde ettiğimiz verilere göre artan öğütme süreleriyle tane boyutu düşmektedir (Çizelge 7.2) ve basma testi sonuçlarının bu teoriyle oldukça uyumlu olduğu görülmektedir.

10 saat ve üzeri öğütmelerde akma gerilmelerinde ciddi bir düşüş olduğu gözlemlenmektedir. Bu durumun yoğunluklar ile ilişkili olduğu düşünülmektedir. 10 saat ve üzeri öğütmelerde yaşanan önemli ölçüdeki yoğunluk kaybı, akma gerilmelerine yansımaktadır. Öğütme süresi yoğunluk grafiği (Şekil 7.11) ve öğütme süresi basma akma gerilmeleri grafiği (Şekil 7.16) beraber incelendiğinde sonuçların tutarlılığı görülmektedir.



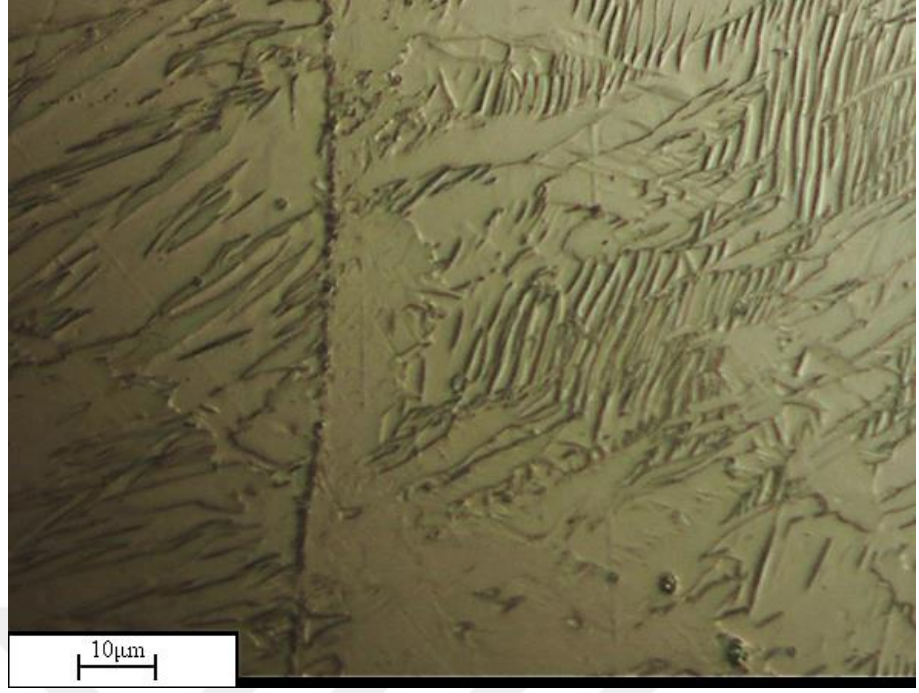
Şekil 7.15: Basma testi eğrileri



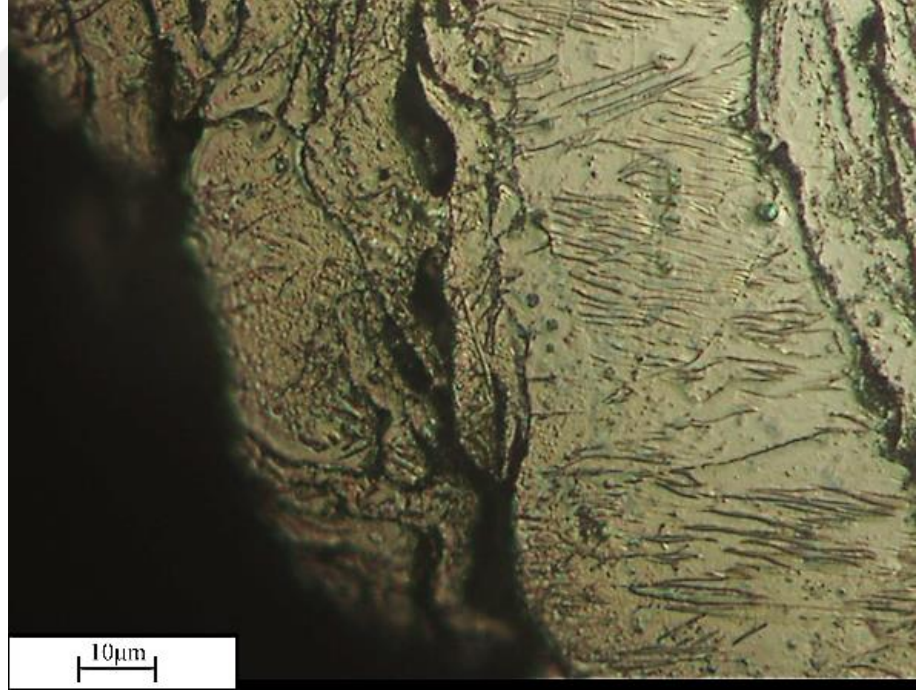
Şekil 7.16: Öğütme sürelerine göre basma akma gerilmeleri değişimi grafiği

Basma eğrileri dikkatli bir şekilde incelendiğinde artan öğütme süreleriyle deformasyon sertleşme eğilimlerinde azalma olduğu, 2.5 saat ve sonrası öğütmelerde süneklik kabiliyetinin arttığı görülmektedir. Birçok araştırmacı bu durumu azalan tane boyutunun ikizlenme oluşumunu engellemesi ve deformasyon mekanizmasının değişimiyle açıklamaktadır. Chino et al. (2008), tane boyutunun azalmasıyla ikiz oluşumunun baskılandığını belirtmişlerdir. Yang and Gosh (2006), tane incelmesinin uniform deformasyon ve deformasyon sertleşmesini azalttığını, postuniform deformasyonu ve deformasyon hızı hassasiyetini artırdığını göstermişlerdir. Tane boyutunun düşmesiyle gerçekleşen tane sınırı miktarı artışının tane sınırı hareketlerini artırmış olabileceğini, böylece artan postuniform uzamayı ve deformasyon hızı hassasiyetini açıklayabileceğini belirtmişlerdir. Choi et al. (2010), yaptıkları çalışmada nanokristalin malzemelerde dislokasyon hareketinin çok kısıtlı olduğunu, ikizlenme oluşumlarının önemli ölçüde baskılandığını, ihmal edilebilir ölçüde deformasyon sertleşmesi ve yüksek deformasyon hızı hassasiyeti meydana geldiğini belirtmişlerdir. Bu durumu deformasyonun tane sınırlarında atomik hareketlerle gerçekleşmesine atfetmektedirler.

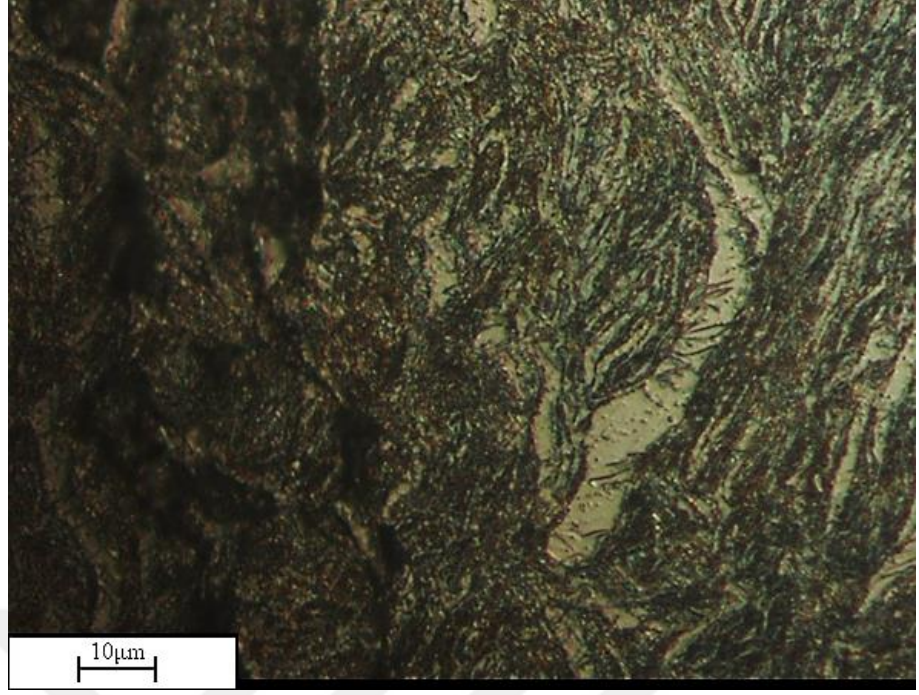
Deformasyon sonrası; ingot, öğütülmemiş, 2.5 sa., 5 sa. ve 20 sa. öğütülmüş numunelerin mikroyapı incelemeleri yapılmıştır (Şekil 7.17-7.21). 20 sa. hariç diğer numunelerin mikroyapı görüntüleri çatlak kenarından alınmıştır. 20 sa. öğütülmüş numunede çatlak oluşmadığı için numune merkezinden görüntü alınmıştır. Görüntüler incelendiğinde ingot ve öğütülmemiş numunelerde önemli ölçüde ikizlenmelerin olduğu görülmektedir. Öğütme süresi 2.5 sa olan numunede ise ikizlenmelerin önemli ölçüde baskılandığı ve sadece öğütmeler sırasında muhtemelen daha az deformasyona uğrayarak iri taneli yapısını korumuş olan partikülde meydana geldiği görülmektedir. 5 ve 20 saat öğütülmüş numunelerde ise herhangi bir ikizlenme oluşumuna rastlanılmamıştır. Mikroyapı sonuçları tane boyutları ile değerlendirildiğinde, azalan tane boyutuyla ikizlenme oluşumunun baskılandığı görülmektedir. Literatürü destekleyen bu sonucun ışığında tane boyutunun azalması ile, bazal olmayan düzlemlerin aktivasyonu ve tane sınırı hareketleri gibi farklı mekanizmaların aktive olma ihtimali yorumu yapılabilir. Fakat bu mekanizmaların varlığına dair izlerin sürülebilmesi için deformasyon sonrası detaylı geçirimli elektron mikroskobu (TEM) analizlerine ihtiyaç vardır.



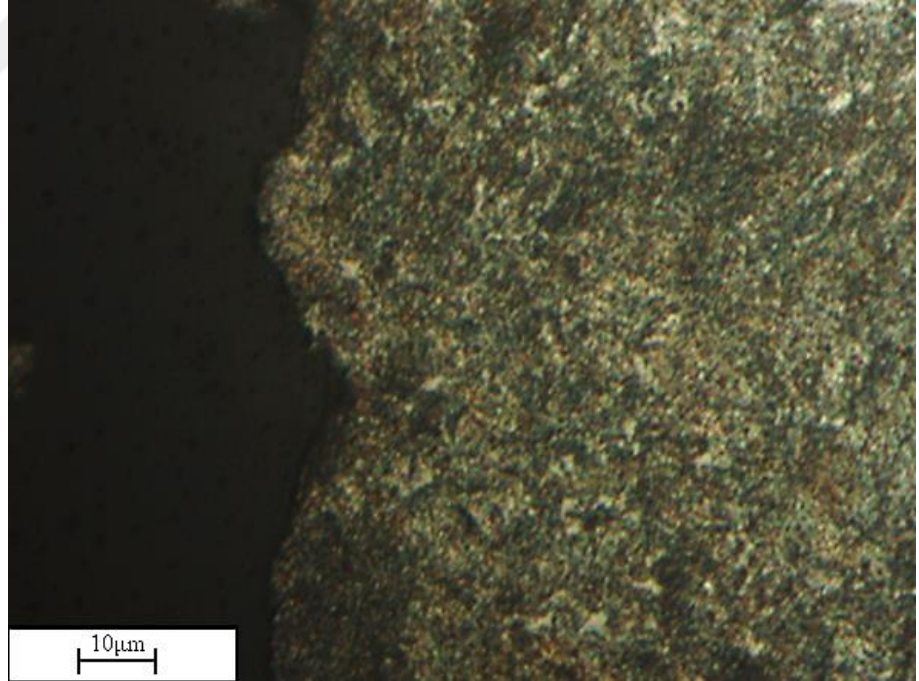
Şekil 7.17: İngot numunenin basma testi sonrası 50x büyütmede optik mikroskop görüntüsü



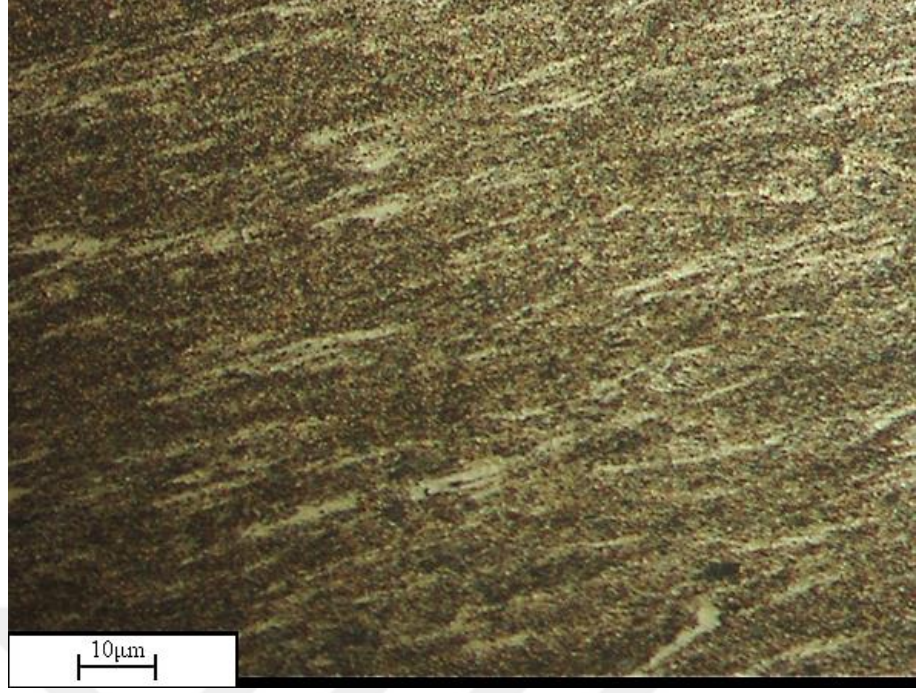
Şekil 7.18: Öğütülmemiş numunenin basma testi sonrası 50x büyütmede optik mikroskop görüntüsü



Şekil 7.19: 2.5 sa. öğütülmüş numunenin basma testi sonrası 50x büyütmede optik mikroskop görüntüsü



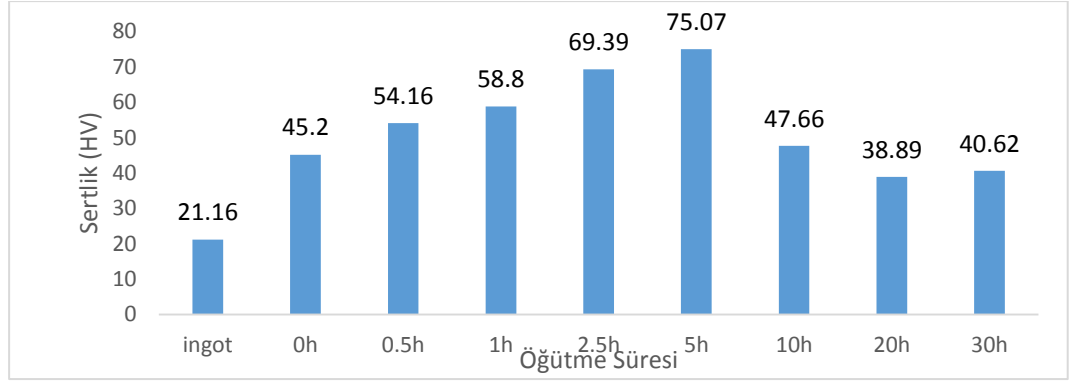
Şekil 7.20: 5 sa. öğütülmüş numunenin basma testi sonrası 50x büyütmede optik mikroskop görüntüsü



Şekil 7.21: 20 sa. öğütülmüş numunenin basma testi sonrası 50x büyütmede optik mikroskop görüntüsü

7.6. Sertlik Sonuçları

Sertlik sonuçları ve öğütme sürelerine göre sertlik değişimi grafiği Şekil 7.22’de görülmektedir. Sertlik değişim grafiği incelendiğinde 5 saate kadar öğütme süresine kadar basma testi sonuçlarına benzer şekilde monotonik artış gözlenmektedir. 10 saat ve üzeri öğütülmüş numunelerde ise sertliklerde düşüş gözlenmektedir. Veriler incelendiğinde yoğunluk ölçümleri ve basma testi sonuçlarıyla oldukça uyumlu olduğu görülmektedir. Basma testi sonuçlarını açıklayan mekanizmaların sertlik testi sonuçlarında da kendini gösterdiği görülmektedir. 5 saat öğütme süresine kadar oluşan sertlik artışının, öğütme ve sinterleme sırasında oluşan sert ikincil fazların etkisiyle ve tane küçülmesi ile meydana geldiği düşünülmektedir. 10 saat ve üzeri öğütme sürelerinde ise yoğunluklardaki düşüş sertlikteki düşüşü açıklamaktadır.



Şekil 7.22: Öğütme sürelerine göre sertlik değişimi grafiği

8. GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada elde edilen sonuçlar aşağıda maddeler halinde özetlenmiştir.

- 1- Mekanik öğütmeler sırasında toz partiküllerinde soğuk kaynak ve kırılma mekanizmalarının varlığı gözlemlenmiş ve bu mekanizmaların dengeye gelmesi ile eş eksenli homojen partiküller elde edilmiştir.
- 2- Mekanik öğütmeler ile ortalama tane boyutu 29 nm'ye kadar düşürülmüştür.
- 3- Öğütme sonrası yapılan XRD analizleriyle 1 sa. ve üzeri öğütmelerde kısıtlı miktarda MgO fazı oluştuğu gözlemlenmiştir.
- 4- Sinterleme sonrası yapılan XRD analizleri sonucunda, oksit içermeyen tozların sinterleme ile oksitlendiği, öğütmeler sırasında oksitlenen tozlarda ise ek MgO piklerinin oluşmasından bu tozlarda oksidasyonun arttığı görülmüştür.
- 5- EDX analizleriyle Fe fazı gözlemlenmiştir. Bu durumun çelik bilye ve haznelerden gelen kontaminasyondan kaynaklandığı düşünülmektedir.
- 6- Sinterleme sonrası yapılan tane boyutu analizleri sonucunda, sinterleme ile tane boyutlarında kısıtlı bir artış olduğu, nano boyutlu tozların nano kristalin özelliklerini koruduğu görülmüştür. Bu durum SPS yönteminin sağladığı avantajla daha az termal etkilere maruz kalmasına ve içyapıdaki ikincil fazların Zener sıkıştırma etkisine atfedilmiştir.
- 7- Sinterleme sonrası, öğütme süresi 5 saate kadar olan numunelerde yüksek yoğunluklar elde edilmiştir. 10 saat ve üzeri öğütme süresine sahip numunelerde yoğunlukların düştüğü gözlemlenmiştir.
- 8- Basma testleri sonucunda, basma akma gerilmelerinin 5 saat öğütme süresine kadar arttığı gözlemlenmiştir. En yüksek akma gerilmesi değeri 5 saat öğütülmüş numunelerde 236,68 MPa olarak gözlemlenmiştir. Öğütülmemiş numunelere kıyaslandığında akma gerilmesinin iki katının üzerine çıktığı görülmüştür. Mukavemet artışı ikincil fazlar ve tane boyutu ile ilişkilendirilmiştir.
- 9- 10 saat ve üzeri öğütme sürelerine sahip numunelerde düşük basma akma dayanımı gözlemlenmiştir. Meydana gelen düşüşün, bu numunelerin düşük yoğunlukları ile ilgili olduğu düşünülmektedir.
- 10- Sertlik sonuçlarının basma testi sonuçları ile benzer bir eğilim sergilediği görülmüştür.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- Agnew, S.R. and Duygulu, Ö.**, 2005, Plastic anisotropy and the role of non-basal slip in magnesium alloy AZ31B, *International Journal of Plasticity*, 21:1161–1193 pp.
- Aikin, R.M. and Christodoulou, L.**, 1991, The Role of equiaxed particles on the yield stress of composites, *Scripta Metallurgica Materialia*, 4:9-14 pp.
- Akovali, G.**, 2001, Handbook of Composite Fabrication, Rapra Technology Ltd., 2-3 pp.
- Aliofkhazraei, M.**, 2015, Handbook of Mechanical Nanostructuring, 2 Volume Set. Vol.1, John Wiley & Sons, Weinheim, 272 p.
- Aluminum Association.**, 1984, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, ASM International, 1-19 pp.
- Ando, D., Koike, J. and Sutou, Y.**, 2010, Relationship between deformation twinning and surface step formation in AZ31 magnesium alloys , *Acta Materialia*, 58:4316–4324 pp.
- Ansara, I., Rand, M.H. and Dinsdale, A.T.**, 1998, Al-Mg COST 507 thermochemical database for light metal alloys
- Ansary Yar, A., Montazerian, M., Abdizadeh, H. and Baharvandi, H. R.**, 2009, Microstructure and mechanical properties of aluminum alloy matrix composite reinforced with nano-particle MgO, *Journal of Alloys and Compounds*, 484:400-404 pp.
- ASM International.**, 2001a1, ASM Handbook-Vol07-Powder Metal Technologies, 194 p.
- ASM International.**, 2001a2, ASM Handbook-Vol07-Powder Metal Technologies, 196 p.
- ASM International.**, 2001b1, ASM Handbook-Vol21-Composites, 1 p.
- ASM International.**, 2001b2, ASM Handbook-Vol21-Composites, 3-5 pp.
- ASM International.**, 2001b3, ASM Handbook-Vol21-Composites, 343 p.
- ASM International.**, 2001b4, ASM Handbook-Vol21-Composites, 93 p.
- ASM International.**, 2001b4, ASM Handbook-Vol21-Composites, 94-95 pp.
- ASM International.**, 2001b4, ASM Handbook-Vol21-Composites, 361 p.
- ASTM International**, 2009, ASTM E9-09 Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken
- ASTM International**, 2017, ASTM E92-17 Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Baghchesera, M. A., Abdizadeh, H. and Baharvandi, H. R.,** 2012, Effects of MgO Nano Particles on Microstructural and mechanical properties of aluminum matrix composite prepared via powder metallurgy route, *International Journal of Modern Physics: Conference Series*, 5:607-614 pp.
- Bahl, S., Suwas, S. and Chatterjee, K.,** 2014, The control of crystallographic texture in the use of magnesium as a resorbable biomaterial, *RSC Adv*, 4: 55677-55684 pp.
- Bajaj, P.,** 2011, Mechanical Behaviour of Aluminum Based Metal Matrix Composites Reinforced with SiC and Alumina, MSc Thesis, Thapar University, 14p.
- Barnett, M.R,** 2007a, Twinning and the ductility of magnesium alloys part I: “tension” twins, *Materials Science and Engineering A*, 464:1–7 pp.
- Barnett, M.R,** 2007b, Twinning and the ductility of magnesium alloys part II: “contraction” twins, *Materials Science and Engineering A*, 464:8–16 pp.
- Berghezan, A., Fordeux, A. and Amelinckx, S.,** 1961, Transmission electron microscopy studies of dislocations and stacking faults in a hexagonal metal: zinc, *Acta Metallurgica*, 9:464–490 pp.
- Bettle, C. and Barnett, M.,** 2012, Advances in Wrought Magnesium Alloys, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, 112p.
- Blais, C.,** 2011, Atmosphere sintering, *ChemInform*, 42:22
- Biber, R., Pauser, J., Geßlein, M. and Bail, H.J.,** 2016, Magnesium-based absorbable metal screws for intra-articular fracture fixation, *Hindawi Publishing Corporation Case Reports in Orthopedics*, vol. 2016
- Burke, P., Kipouros, G.J., Fancelli, D. and Laverdiere, V.,** 2009, Sintering fundamentals of magnesium powders, *Canadian Metallurgical Quarterly*, 48:2, 123-132pp.
- Callister, W.D.Jr.,** 2007, Materials Science and Engineering: An Introduction, John Wiley & Sons, Inc., New York, 578p.
- Čapek, J. and Vojtěch, D.,** 2014, Effect of sintering conditions on the microstructural and mechanical characteristics of porous magnesium materials prepared by powder metallurgy, *Materials Science and Engineering C*, 35: 394-416 pp.
- Cenciotti, D.** 2014. “Russian Tu-95 Bomber Launches Six Cruise Missiles during Exercise”, <https://theaviationist.com/2014/05/15/tu-95-launches-6-aclms/> (Erişim tarihi 27 Mart 2017)
- Cepeda-Jime'nez, C.M., Molina-Aldareguia, J.M. and Pe'rez-Prado, M.T.,** 2015, Effect of grain size on slip activity in pure magnesium polycrystals, *Acta Materialia*, 84:443–456 pp.
- Chakkedath, A. and Boehlert, C.J.,** 2015, In situ scanning electron microscopy observations of contraction twinning and double twinning in extruded Mg-1Mn (wt.%), *Trans. JIM*, 4:1748-1760 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Chaubey, A.K., Scudino, S., Khoskhoo, M.S., Prashant, P.S., Mukhopadhyay, N.K., Mishra, B.K. and Eckert, J.,** 2014, High-strength ultrafine grain Mg–7.4%Al alloy synthesized by consolidation of mechanically alloyed powders, *Journal of Alloys and Compounds*, 610:456-461 pp.
- Chawake, N., Pinto, L.D., Srivastav, A.K., Akkiraju, K., Murty, B.S. and Kottada, R.S.,** 2014, On joule heating during spark plasma sintering of metal powders, *Scripta Materialia*, 93:52-55 pp.
- Chawla, N. and Chawla K.K.,** 2006a1, Metal Matrix Composites, Springer Science+Business Media, Inc.,New York, 1p.
- Chawla, N. and Chawla K.K.,** 2006a2, Metal Matrix Composites, Springer Science+Business Media, Inc.,New York, 2-3pp.
- Chawla, N. and Chawla K.K.,** 2006a3, Metal Matrix Composites, Springer Science+Business Media, Inc.,New York, 53p.
- Chen, Y., Xu, Z., Smith, C. and Sankar, J.,** 2014, Recent advances on the development of magnesium alloys for biodegradable implants, *Acta Biomaterialia*, 10 :4561–4573pp.
- Chino, Y., Hoshika, T., Lee, J.S. and Mabuchi, M.,** 2005, Mechanical properties of AZ31 Mg alloy recycled by severe deformation, *J. Mater. Res.*, 21(3), 754-760 pp.
- Chino, Y., Kimura, K. and Mabuchi, M.,** 2008, Twinning behavior and deformation mechanisms of extruded AZ31 Mg alloy, *Materials Science and Engineering A*, 486:481–488 pp.
- Choi, H.J., Kim, Y., Shin, J.H. and Bae, D.H.,** 2010, Deformation behavior of magnesium in the grain size spectrum from nano- to micrometer, *Materials Science and Engineering A*, 527:1565–1570 pp.
- Cizek, P. and Barnett, M.,** 2008, Characteristics of the contraction twins formed close to the fracture surface in Mg–3Al–1Zn alloy deformed in tension, *Scripta Materialia*, 59:959-962 pp.
- Clyne, T.W. and Withers P.J.,** 1993a1, an Introduction to Metal Matrix Composites, Cambridge University Press, Cambridge, 3p.
- Clyne, T.W. and Withers P.J.,** 1993a2, an Introduction to Metal Matrix Composites, Cambridge University Press, Cambridge, 442p.
- Coupling, S.L., Pashak, J.F. and Sturkey, L.,** 1959, Unique deformation and aging characteristics of certain-magnesium based alloys , *Trans of ASM*., 51:94–107 pp.
- Czerwinski, F.,** 2008, Magnesium Injection Molding, Springer Science+Business Media, New York,1p.
- Dai, L.H., Ling, Z., and Bai, Y.L.,** 2001, Size dependent inelastic behaviour of particle-reinforced metal-matrix composites , *Composite Science and Technology*, 61:1057–1063 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Das, A. and Harimkar, S.P.**, 2014, Effect of graphene nanoplate and silicon carbide nanoparticle reinforcement on mechanical and tribological properties of spark plasma sintered magnesium matrix composites, *Journal of Materials Science & Technology*, 30(11):1059-1070 pp.
- Davis M.R., McDermott, B. and Koch, C.C.**, 1988, Mechanical alloying of brittle materials, *Material Transactions A*, 19(12):2867-2874 pp.
- Devine, V.** 2013. “Sikorsky Product History”, <http://www.sikorskyarchives.com/S+56%20HR2S-1H-37.php> (Erişim tarihi 26 Mart 2017)
- Dziubińska, A., Gontarz, A., Dziubiński, M. and Barszcz, M.**, 2016, The forming of magnesium alloy forgings for aircraft and automotive applications, *Advances in Science and Technology Research Journal*, 10(31):158-168pp.
- Ebrahimi-Kahrizsangi, R., Abdellahi, M. and Bahmanpour, M.**, 2015, Self-ignited synthesis of nanocomposite powders induced by spex mills; modeling and optimizing, *Ceramics International*, 4(12):3137-3151 pp.
- Eckert, J.**, 1995, Relationships governing the grain size of nanocrystalline metals and alloys, *Nanostructured Materials*, 6(1):279–300 pp.
- Edgar, J.** 2001. “Magnesium - Coming Soon to a Car Near You”, <http://www.autospeed.com/cms/article.html?A=1103> (Erişim tarihi 26 Mart 2017)
- El-Eskandarany, M.S.**, 2001, Mechanical Alloying: for Fabrication of Advanced Engineering Materials, William Andrew, New York, 10-11 pp.
- Enayati, M.H. and Mohamed, F.A.**, 2014, Application of mechanical alloying/milling for synthesis of nanocrystalline and amorphous materials, *International Materials Reviews*, 59(7):394-416 pp.
- Erbel, R., Mario, C.D., Bartunek, J., Bonnier, J., Bruyne, B., Eberli, F.R., Erne, P., Haude, M., Heublein, B., Horrigan, M., Ilsley, C., Böse, D., Koolen, J., Lüscher, T.F., Weissman, N. and Waksman, R.**, 2007, Temporary scaffolding of coronary arteries with bioabsorbable magnesium stents: a prospective, non-randomised multicentre trial, *Lancet*, 369:1869–1875pp.
- Faruqui, A.N., Manikandan, P., Sato, T., Mitsuno, Y. and Hokamoto, K.**, 2012, Mechanical milling and synthesis of Mg-SiC composites using underwater shock consolidation, *Metals and Materials International*, 18(1):157-163 pp.
- Feng, J., Sun, H., Li, X., Zhang, J., Fang, W. and Fang, W.**, 2016, Microstructures and Mechanical properties of the ultrafine-grained Mg-3Al-Zn alloys fabricated by powder metallurgy, *Advanced Powder Technology*, 27:550–556 pp.
- Ferkel, H. and Mordike, B.L.**, 2005, Magnesium strengthened by SiC nanoparticles, *Materials Science and Engineering A*, 298(1):193–199 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Frederich, H.E. and Mordike, B.L.**, 2006, Magnesium Technology, Springer, Berlin, 147p.
- Gibbs, Y.** 2014. “NASA Armstrong Fact Sheet: SR-71 Blackbird”, NASA, <https://www.nasa.gov/centers/armstrong/news/FactSheets/FS-030-DFRC.html> (Erişim tarihi 26 Mart 2017)
- Gilman, P.S. and Benjamin, J.S.**, 1983, Mechanical alloying, *Annual Review of Materials Research*, 13:279–300 pp.
- Goh, C. S., Gupta, M., Wei, J., and Lee, L.C.**, 2007, Characterization of high performance Mg/MgO nanocomposites, *Journal of COMPOSITE MATERIALS*, 41(19):2325-2335 pp.
- Gorrasi, G. and Sarrentino, A.**, 2015, Mechanical milling as a technology to produce structural and functional bio-nanocomposites, *Green Chemistry*, 17(5):2610-2625 pp.
- Gottstein, G. and Samman, T.Al.**, 2005, Texture development in pure Mg and Mg alloy AZ31, *Materials Science Forum*, 495:623-632 pp.
- Gökçe, A. and Fındık, F.**, 2008, Mechanical and physical properties of sintered aluminum powders, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 30(2):157-164pp.
- Groza, J.R., Shackelford, J.F., Lavernia, E.J. and Powers, M.T.**, 2007, Material Processing Handbook, CRC press, New York, 295 p.
- Guillon, O., Gonzales-Julian, J., Dargatz, B., Kessel, T., Schierner, G., Räthel, J. and Herrmann, M.**, 2014, Field-assisted sintering technology/spark plasma sintering: mechanisms, Materials, and Technology Developments, *Advanced Engineering Materials*, 16(7):830-849 pp.
- Gupta, M. and Sharon, N.M.L.**, 2011a1, Magnesium, Magnesium Alloys, and Magnesium Composites, John Wiley & Sons, Inc., New Jersey, 3p.
- Gupta, M. and Sharon, N.M.L.**, 2011a2, Magnesium, Magnesium Alloys, and Magnesium Composites, John Wiley & Sons, Inc., New Jersey, 6-7pp.
- Gupta, M. and Sharon, N.M.L.**, 2011a3, Magnesium, Magnesium Alloys, and Magnesium Composites, John Wiley & Sons, Inc., New Jersey, 8p.
- Gupta, M. and Sharon, N.M.L.**, 2011a4, Magnesium, Magnesium Alloys, and Magnesium Composites, John Wiley & Sons, Inc., New Jersey, 103p.
- Gupta, M., Luong, D.D., and Cho, K.**, 2012, Magnesium Matrix Composite Foams—Density, Mechanical Properties, and Applications, *Metals*, 2: 238-252 pp.
- Gwynne, B. and Lyon, P.** 2007. “Magnesium Alloys in Aerospace Applications, Past Concerns, Current Solutions”, https://www.fire.tc.faa.gov/2007conference/files/Materials_Fire_Safety/We_dAM/GwynneMagnesium/GwynneMagnesiumPres.pdf (Erişim tarihi 27 Mart 2017)

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Han, B.Q. and Dunand D.C.** 2000, Microstructure and mechanical properties of magnesium containing high volume fractions of yttria dispersoids, *Materials Science and Engineering: A*, 227:297-304 pp.
- Harris, B.,** 1999, Engineering Composite Materials, The Institute of Materials, London, 578p.
- Hart, W.H. and Red-Hill, R.E.,** 1968, Internal deformation and fracture of second order {1011}-{1012} twin in magnesium , *AIME Trans. Metall. Soc.*, 242: 1127 p.
- Hassan, S.F. and Gupta, M.,** 2005, Development of high performance magnesium nano-composites using nano-Al₂O₃ as reinforcement, *Materials Science and Engineering A*, 392:163–168 pp.
- He, J.J., Liu, T.M., Chen, H.B., Lu, L.W. and Pan, S.P.,** 2017, Effects of prior compression on ductility and yielding behaviour in extruded magnesium alloy AZ31 , *Materials Science and Technology*, 30(12):1488–1494 pp.
- He, P.,** 2013, On The Structure-Property Correlation and The Evolution of Nanofeatures in 12-13.5% Cr Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steels, PhD Thesis, Karlsruhe Instituts für Technologie, 35p.
- Holland, T.B., Ovid'ko, I.A., Wang, H. and Mukherjee, A.K.,** 2010, Elevated temperature deformation behavior of spark plasma sintered nanometric nickel with varied grain size distributions, *Materials Science and Engineering A*, 528:663-671 pp.
- Hosford, W.F.,** 2010, Mechanical Behaviour of Materials, Cambridge University Press, New York, 166p.
- Hulbert, D.M., Anders, A., Andersson, J., Lavernia, E.J. and Mukherjee, A.K.,** 2009, A Discussion on the absence of plasma in spark plasma sintering, *Scripta Materialia*, 60:835-838 pp.
- Hutchinson, W.B. and Barnett, M.R.,** 2010, Effective values of critical resolved shear stress for slip in polycrystalline magnesium and other HCP metals, *Scripta Materialia*, 63:737–740 pp.
- Hwang, S., Nishimura, C. and McCormick, P.G.,** 2001, Mechanical milling of magnesium powder, *Materials Science and Engineering A*, 318(1):22-33 pp.
- Jafari, S., Harandi, S.E. and Singh Raman, R.K.,** 2015, A review of stress-corrosion cracking and corrosion fatigue of magnesium alloys for biodegradable implant applications, *The Minerals, Metals & Materials Society*, 67(5):1143–1153pp.
- Jain, J.,** 2010, The Deformation Behaviour of a Mg-8Al-0.5Zn Alloy, PhD Thesis, The University of British Columbia, 4-6pp.
- Jain, J., Poole, W.J., Sinclair, W.C. and Gharghouri, M.A.,** 2010, Reducing the tension–compression yield asymmetry in a Mg–8Al–0.5Zn alloy via precipitation, *Scripta Materialia*, 62:301–304 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Ji, Z.S., Wu, S.Y., Li, H.B., Hu, M.L. and Wu, M.Z.**, 2013, Morphology of oxide and interface structure in AZ31B magnesium alloy prepared by solid state recycling, *Materials Science and Technology*, 29(7):877-882 pp.
- Jiang, L., Jonas, J.J., Luo, A.A., Sachdev, A.K. and Godet, S.**, 2006, Twinning-induced softening in polycrystalline AM30 Mg alloy at moderate temperatures, *Scripta Materialia*, 54:771–775 pp.
- Kainer, K.U.**, 2003, Magnesium –Alloys and Technology, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KG aA, Weinheim, 1p.
- Kainer, K.U.**, 2006, Metal Matrix Composites, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA., Weinheim, 6p.
- Kavussi, A. and Barghabany, P.**, 2015, Investigating fatigue behavior of nanoclay and nano hydrated lime modified bitumen using LAS test. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 28(3): 04015136.
- Kawamori, S. and Machida, T.**, 2007, Microstructure and mechanical properties of alumina-dispersed magnesium fabricated using mechanical alloying method, *Materials Transactions*, 48(3):373-379 pp.
- Kelly, E.W. and Hosford, W.F.**, 1968, The deformation characteristics of textured magnesium, *AIME Trans. Metall. Soc.*, 242: 654–661 pp.
- Kerr, J.** 2005. “Best New Technology Award, Part 3: BMW's 3.0 Litre engine magnesium/aluminium composite engine block”, <http://www.canadiandriver.com/articles/jk/051123.htm> (Erişim tarihi 26 Mart 2017)
- Khan, M.M.R., Chen, Y., Wang, O. and Raghavan, J.**, 2009, Fineness of hemp (cannabis sativ l.) fiber bundle after post-decortication processing using a planetary ball mill, *Applied Engineering in Agriculture*, 25(6):827-834 pp.
- Kheder, A. R. I., Marahleh, G.S., and Al-Jamea, D.M.K.**, 2011, Strengthening of aluminum by SiC, Al₂O₃ and MgO, *Jordan Journal of Mechanical and Industrial Engineering*, 5(6):533-541 pp.
- Kim, D. G., Kaneko, J. and Sugamata, M.**, 1995, Preferential oxidation of Mg in mechanically alloyed Al-Mg-O based systems, *Material Transactions, JIM*, 5(2):305-311 pp.
- Kim, K. R., Ahn, J. W., Kim, G. H., Han, J. H., Cho, K. K., Roh, J. S., Kim, W. J. and Kim, H. S.**, 2014a, Corrosion behavior of magnesium powder fabricated by high-energy ball milling and spark plasma sintering. *Metals and Materials International*, 20(6):1095-1101.
- Kim, K.R., Kim, H.S., Kwon, S.H. and Hwang, D.Y.**, 2014b, The effect of sintering pressure on the microstructure and properties of a nanocrystalline magnesium alloy in spark plasma sintering, *Journal of the Korean Physical Society*, 65(10):1669-1674 pp.
- Koch, C.C.**, 1989, Mechanical alloying, *Annual Review of Materials Research*, 19, 121–143 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Koike, J., Kobayashi, T., Mukai, T., Watanabe, H., Suzuki, M., Maruyama, K. and Higashi, K.**, 2003, The activity of non-basal slip systems and dynamic recovery at room temperature in fine-grained AZ31B magnesium alloys, *Acta Materialia*, 51:2055–2065 pp.
- Koike, J.**, 2005, Enhanced deformation mechanisms by anisotropic plasticity in polycrystalline Mg alloys at room temperature, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36(1):1689–1696 pp.
- Koike, J., Sato, Y. and Ando, Y.**, 2008, Origin of the anomalous $\{10\bar{1}2\}$ twinning during tensile deformation of Mg alloy sheet, *Materials Transactions*, 49(12):2792–2800 pp.
- Koo, S.M., Kim, K.R., Yang, Y.S., Kim, H.S. and Hwang, D.Y.**, 2016, Effect of degassing parameters on the microstructure and properties of nanocrystalline magnesium alloys in spark plasma sintering, *Journal of the Korean Physical Society*, 69(3):354-360 pp.
- Kurtoğlu, A.**, 2004, Aluminum Oxide and Titanium Diboride Reinforced Metal Matrix Composite and Its Mechanical Properties, MSc Thesis, Middle East Technical University, 7p.
- Lai, M.O., Lu, L. and Laing, W.**, 2004, Formation of magnesium nanocomposite via mechanical milling, *Composite Structures*, 66:301–304pp.
- Lei, T., Tang, W., Cai, S.H., Feng, F.F. and Li, N.F.**, 2012, On the corrosion behaviour of newly developed biodegradable Mg-based metal matrix composites produced by in situ reaction, *Corrosion Science*, 54:270–277pp.
- Liao, J. S., Hotta, M. and Koshi, A.**, 2011, Effect of oxygen content on impact toughness of a fine-grained magnesium alloy, *Materials Letters*, 65:2995–2999 pp.
- Lio, J., Hotta, M., Kaneko, K. and Kondoh, K.**, 2009, Enhanced impact toughness of magnesium alloy by grain refinement, *Scripta Materialia*, 61:208-211 pp.
- Liu, J., Zhao, K., Zhang, M., Wang, Y., & An, L.**, 2015, High performance heterogeneous magnesium-based nanocomposite, *Materials Letters*, 143:287-289.
- Lü, L. and Lai, M.O.**, 2013a1, Mechanical Alloying, Springer Science & Business Media, 12-13 pp.
- Lü, L. and Lai, M.O.**, 2013a2, Mechanical Alloying, Springer Science & Business Media, 25 p.
- Ma, N.G., Wang, G.Z., and Ng, D.H.L.**, 2005, Configuration of nanostructures reinforced Mg–MgO–Mg₂Cu composite, *Composites: Part A*, 36: 1222-1228 pp.
- MacAskill, I.A., Hexemer JR, R.L., Donald, I.W. and Bishop, D.P.**, 2010, Effects of magnesium, tin and nitrogen on the sintering response of aluminum powder, *Journal of Materials Processing Technology*, 210:2252–2260 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Mamedov, V.**, 2002, Spark plasma sintering as advanced pm sintering method, *Powder Metallurgy*, 45(4): 322-328 pp.
- Matsugi, K., Ishibashi, N., Hattayama, T. and Yanagisawa, O.**, 1996, Microstructure of spark sintered titanium-aluminide compacts, *Intermetallics*, 4(6):457-467 pp.
- Maupin, H., Nyberg, E. and Mathaudhu, S.N.** 2010. “Magnesium Alloys in Army Applications: Past, Current and Future Solutions”, https://www.fire.tc.faa.gov/2010conference/files/magnesium_use_in_aircraft/mathaudhuarmyapplications/mathaudhuarmyapplicationspres.pdf (Erişim tarihi 27 Mart 2017)
- Meyers, M.A.**, 2009, Mechanical Behaviour of Materials, Cambridge University Press, New York, 345-348 pp.
- Mondet, M., Barraud, E., Lemmonier, S., Guyon, J., Allain, N. and Grossdidier, T.**, 2016, Microstructure and mechanical properties of AZ91 magnesium alloy developed by spark plasma sintering, *Acta Materialia*, 119:55-67 pp.
- Muhammad, W.N.A.W., Mutoh, Y. and Miyashita, Y.**, 2010, Microstructure and mechanical properties of magnesium prepared by spark plasma sintering, *Advanced Materials Research*, 129:764-768 pp.
- Muhammad, W. N. A. W., Sajuri, Z., Mutoh, Y., & Miyashita, Y.**, 2011, Microstructure and mechanical properties of magnesium composites prepared by spark plasma sintering technology, *Journal of Alloys and Compounds*, 509(20): 6021-6029.
- Munir, Z.A., Anselmi-Tamburini, U. and Ohyangi, M.**, 2006, The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: a review of the spark plasma sintering method, *Journal of Materials Science*, 41(3):763-777 pp.
- Murty, B.S. and Ranganathan, S.**, 1998, Novel materials synthesis by mechanical alloying/milling, *International Materials Reviews*, 43(3):101-141 pp.
- Nguyen, Q.B. and Gupta, M.**, 2010, Enhancing compressive response of AZ31B using nano-Al₂O₃ and copper additions, *Journal of Alloys and Compounds*, 490:382–387pp.
- Oh, M.C., Ahn, B.**, 2013, The effect of Mg composition on sintering behaviors and mechanical properties of Al-Cu-Mg alloy, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 24:53–58pp.
- Ostrovsky, I. and Henn, Y.**, 2007, Present state and future of magnesium application in aerospace industry, *International Conference “NEW CHALLENGES IN AERONAUTICS” ASTEC*
- Pareskevas, D., Dadbakhsh, S., Vleugels, J., Vanmeensel, K., Dewulf, W. and Duflou, J.R.**, 2016, Solid state recycling of pure Mg and AZ31 Mg machining chips via spark plasma sintering, *Materials & Design*, 109:520-529 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Partridge, P.G.**, 1967, The crystallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals, *Metallurgical Reviews*, 12:169–194 pp.
- Patel, H.A., Rashidi, N., Chen, D.L., Bhole, S.D. and Luo, A.A.**, 2012, Cyclic deformation behavior of a super-vacuum die cast magnesium alloy, *Materials Science and Engineering A*, 546: 72–81 pp.
- Praveen, G., Girisha, K.B., and Yogeesh, H.C.**, 2014, Synthesis, characterization and mechanical properties of A356.1 aluminium alloy matrix composite reinforced with Mgo nano particles, *International Journal of Engineering Science Invention*, 5(6):53-59 pp.
- Puezelo, M., Melnyk, C., Kao, W.H. and Yang, J.M.**, 2011, Cryomilling and spark plasma sintering of nanocrystalline magnesium-based alloy, *Journal of Materials Research*, 26(7):904-911 pp.
- Pul, M., Çalin, R. and Gül, F.**, 2014, Investigation of abrasion in Al–MgO metal matrix composites, *Materials Research Bulletin*, 60:634–639 pp.
- Rauber, C., Löhmüller, A., Opel, S. and Singer, R.F.**, 2011, Microstructure and mechanical properties of SiC particle reinforced magnesium composites processed by injection molding, *Materials Science and Engineering A*, 528:6313–6323 pp.
- Red-Hill, R.E. and Robertson, W.D.**, 1957, Additional modes of deformation twinning in magnesium, *Acta Metallurgica*, 5:717-727 pp.
- Rydin, R.W, Maurice, D. and Courtney, T.H.**, 1993, Milling dynamics: part I. attritor dynamics: results of a cinematographic study, *Metallurgical transactions A*, 24:175-185 pp.
- Sanuja, S., Agalya, S. and Umapaty, M. J.**, 2014, Studies on magnesium oxide reinforced chitosan bionanocomposite incorporated with clove oil for active food packaging application, *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials*, 63(14):733-740 pp.
- Savaşkan, T.**, 2009, Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, Derya Kitabevi Tic. Ltd. Şti., Trabzon, 79.
- Seminari, U.**, 2007, Production of Nanocrystalline Aluminum Alloy Powders Through Cryogenic Milling and Consolidation by Dynamic Magnetic Compaction, MSc Thesis, McGill University, 18-19pp.
- Shen, J., Imai, H., Chen, B., Ye, X., Umeda, J. and Kondoh, K.**, 2016, Deformation mechanisms of pure mg materials fabricated by using pre-rolled powders, *Materials Science and Engineering A*, 658:309–320 pp.
- Sneed, B.D.**, 2011, Synthesis and Characterization of Al-Nanodiamond Composite Powders by High-Energy Ball Milling , MSc Thesis, Naval Postgraduate School, 9-10 pp.
- Soni, C.**, 2004, Mechanical Alloying, Cambridge International Science Publishing, Cambridge, 114-140 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Straffelini, G., Dione Da Costa, L., Menapace, C., Zanella, C., & Torralba, J. M.,** 2013, Properties of AZ91 alloy produced by spark plasma sintering and extrusion. *Powder Metallurgy*, 56(5): 405-410.
- Suárez, M., Fernández, A., Menéndez, J.L., Torrecillas, R., Kessel, H.U., Hennicke, J., Kircher, R. and Kessel, T.,** 2013, Challenges and opportunities for spark plasma sintering: a key technology for a new generation of materials, *In: Sintering Applications*, Intech
- Sulima, I.,** 2015, Consolidation of AISI316L austenitic steel—TiB₂ composites by SPS and HP-HT technology, *Sintering Techniques of Materials*, InTech.
- Sunil, B. R., Ganapathy, C., Kumar, T. S., & Chakkingal, U.,** 2014, Processing and mechanical behavior of lamellar structured degradable magnesium-hydroxyapatite implants. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 40:178-189.
- Suryanarayana, C.** 2001, Mechanical Alloying and Milling, *Progress in Materials Science*, 46, 1-184 pp.
- Suryanarayana, C.,** 2004a1, Mechanical Alloying and Milling, Marcel Dekker, New York, 4-14 pp.
- Suryanarayana, C.,** 2004a2, Mechanical Alloying and Milling, Marcel Dekker, New York, 83-84 pp.
- Suryanarayana, C.,** 2004a3, Mechanical Alloying and Milling, Marcel Dekker, New York, 61 p.
- Suryanarayana, C.,** 2004a4, Mechanical Alloying and Milling, Marcel Dekker, New York, 338-346 pp.
- Suryanarayana, C. and Al-Aqeeli, N.,** 2013, Mechanically Alloyed Nanocomposites, *Progress in Materials Science*, 58:383-582 pp.
- Suryanarayana, C. and Norton, M.G.,** 2013, X-ray Diffraction: A Practical Approach, Springer Science & Business Media, New York, 207p.
- Suryanarayana, C. and Norton, M.G.,** 2013, X-ray Diffraction: A Practical Approach, Springer Science & Business Media, New York, 211p.
- Sweet, G.A., Brochu, M., Hexemer, R.L., Donaldson, I.W. and Bishop, D.P.,** 2014, Microstructure and mechanical properties of air atomized aluminum powder consolidated via spark plasma sintering, *Materials Science and Engineering: A*, 608:273-282 pp.
- Şahin, Y.,** 2000a1, Kompozit Malzemelere Giriş, Gazi Kitabevi Tic. Ltd. Şti., Ankara, 1-2s.
- Şahin, Y.,** 2000a2, Kompozit Malzemelere Giriş, Gazi Kitabevi Tic. Ltd. Şti., Ankara, 3s.
- Şahin, Y.,** 2000a3, Kompozit Malzemelere Giriş, Gazi Kitabevi Tic. Ltd. Şti., Ankara, 39s.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Şahin, Y.**, 2000a4, Kompozit Malzemelere Giriş, Gazi Kitabevi Tic. Ltd. Şti., Ankara, 58s.
- Şahin, Y.**, 2000a5, Kompozit Malzemelere Giriş, Gazi Kitabevi Tic. Ltd. Şti., Ankara, 67-68.
- Thamtan, S., Halvae, A., Emamy, M. and Zabihi, M.S.**, 2013, Fabrication of Al/A206–Al2O3 nano/micro composite by combining ball milling and stir casting technology, *Materials & Design*, 49:347-359 pp.
- Thein, M.A., Lu, L., and Lai, M.O.**, 2009, Effect of milling and reinforcement on mechanical properties of nanostructured magnesium composite, *Journal of Materials Processing Technology*, 209:4439-4443 pp.
- Tokita, M.**, 1999, Mechanism of spark plasma sintering, *Proceeding of NEDO International Symposium on Functionally Graded Materials*, 22:1-13 pp.
- Tomblin, J.**, “Overview of Composite Material Trends in Aviation Manufacturing”, Wichita State University, http://webfiles.wichita.edu/cedbr/WIRED_comp_ov_5_14_08.pdf (Erişim tarihi 22 Mart 2017)
- Trojanová, Z. and Lukáč, P.**, 2005, Compressive deformation behaviour of magnesium alloys AZ31, *Journal of Materials Processing Technology*, 162:416-421 pp.
- Ullah M., Ali, M.E. and Hamid, S.B.A**, 2014, Surfactant-assisted ball milling: a novel route to novel materials with controlled nanostructure-a review, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 37:1-14 pp.
- Wang, P., Zhao, J., Du, Y., Xu, H., Gang, T., Fen, J., Zhang, L., He, C., Liu, S. and Ouyang, H.**, 2011, Experimental investigation and thermodynamic calculation of the Fe–Mg–Mn and Fe–Mg–Ni systems, *International Journal of Materials Research*, 102(1):6-16 pp.
- Wang, X., Jiang, L., Luo, A., Song, J., Liu, Z., Yin, F., Han, Q., Yue, S. and Jonas, J.J.**, 2014, Deformation of twins in a magnesium alloy under tension at room temperature, *Journal of Alloys and Compounds*, 594:44–47 pp.
- Weston, N.S., Derguti, F., Tudbal, A. and Jackson, M.**, 2015, Spark plasma sintering of commercial and development titanium alloy powders, *Journal of Materials Science*, 50(14):4860-4878 pp.
- Wonsiewicz, B.C. and Backofen, W.A.**, 1967, Plasticity of magnesium crystals, *AIME Trans. Metall. Soc.*, 239:1422-1431 pp.
- Yamashita, A., Horita, Z. and Langdon, T.G.**, 2000, Improving the mechanical properties of magnesium and a magnesium alloy through severe plastic deformation, *Materials Science and Engineering*, A300:142–147pp.
- Yamazaki, A., Kaneko, J. and Sugamata, M.**, 2004, Mechanical alloying of Mg–Al alloy with addition of metal silicides, *Materials Transactions*, 45(7):2410-2416 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Yang, Q. and Gosh, A.K.**, 2006, Deformation behavior of ultrafine-grain (UFG) AZ31B Mg alloy at room temperature, *Acta Materialia*, 54:5159–5170 pp.
- Ye, J., Ajdelsztajn, L. and Schoenung, J.M.**, 2005, Bulk nanocrystalline aluminum 5083 alloy fabricated by a novel technique: cryomilling and spark plasma sintering, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(8):2569–2579 pp.
- Yi, S.B., Zaeferer, S. and Brokmeier, H.G.**, 2006, Mechanical behaviour and microstructural evolution of magnesium Alloy AZ31 in tension at different temperatures, *Materials Science and Engineering A*, 424:275–281 pp.
- Ying D.Y. and Zhang, D.L.**, 2000, solid-state reactions between Cu and Al during mechanical alloying and heat treatment, *Journal of Alloys and Compounds*, 311(2):275–282 pp.
- Yoo, M.H.**, 1981, Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals, *Metallurgical Transactions A*, 12(3):409–418 pp.
- Yoshinaga, H. and Horiuchi, R.**, 1963, Deformation mechanisms in magnesium single crystals compressed in the direction parallel to hexagonal axis, *Trans. JIM*, 4:1–8 pp.
- Yu, Q.**, 2012, Size-related Mechanical Properties of Pure Magnesium, PhD Thesis, The University of California, Berkeley, 5–6pp.
- Zhang, D.L.**, 2004, Processing of advanced materials using high-energy mechanical milling, *Progress in Materials Science*, 49(3):537–560 pp.
- Zhang, H.W., Gopalan, R., Mukai, T. and Hono, K.**, 2005, Fabrication of bulk nanocrystalline Fe–C alloy by spark plasma sintering of mechanically milled powder, *Scripta Materialia*, 53(7):863–868 pp.
- Zhang, Z. and Chen, D.L.**, 2006, Consideration of orowan strengthening effect in particulate-reinforced metal matrix nanocomposites: a model for predicting their yield strength, *Scripta Materialia*, 54:1321–1326 pp.
- Zhang, Z.H., Liu, Z.F., Lu, J.F., Shen, V.B., Wang, F.C. and Wang, Y.D.**, 2014, The sintering mechanism in spark plasma sintering—proof of the occurrence of spark discharge, *Scripta Materialia*, 81:56–59 pp.
- Zheng, B., Ertorer, O., Li, Y., Zhou, Y. and Mathaudhu, S.N.**, 2011, High strength, nano-structured Mg–Al–Zn alloy, *Materials Science and Engineering: A*, 528(4):2180–2191 pp.
- Zhong, X.L., Wong, W.L.E. and Gupta, M.**, 2010, Enhancing strength and ductility of magnesium by integrating it with aluminum nanoparticles, *Acta Materialia*, 55:6338–6344pp.
- Zhou, H., Hu, L., Sun, Y., Zhang, H., Duan, C. and Yu, H.**, 2016, Synthesis of nanocrystalline AZ31 magnesium alloy with titanium addition by mechanical milling, *Materials Characterization*, 113:108–116 pp.

ÖZGEÇMİŞ

Mutlu Karaşoğlu, 1987 yılında Aydın’da doğdu. Ortaöğrenimini Ankara’da Nermin Mehmet Çekiç Anadolu Lisesi’nde tamamladı. 2013 yılında Ege Üniversitesi Makina Mühendisliği Bölümü’nden mezun oldu. 2015 yılından bu yana, Anadolu Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü’nde araştırma görevlisi olarak çalışmaktadır.



