

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**ALÜMİNYUM MATRİSLİ SERAMİK TAKVİYELİ MİKRON ALTI
KOMPOZİTLERİN MEKANİK ALAŞIMLANDIRMA YOLU İLE
ÜRETİM VE KARAKTERİZASYONU**

**Hazırlayan
Esen DAĞAŞAN**

**Danışman
Prof. Dr. Sebahattin ÜNALAN**

Doktora Tezi

**Ekim 2014
KAYSERİ**

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**ALÜMİNYUM MATRİSLİ SERAMİK TAKVİYELİ MİKRON ALTI
KOMPOZİTLERİN MEKANİK ALAŞIMLANDIRMA YOLU İLE
ÜRETİM VE KARAKTERİZASYONU
(Doktora Tezi)**

**Hazırlayan
Esen DAĞAŞAN**

**Danışman
Prof. Dr. Sebahattin ÜNALAN**

**Bu çalışma; Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından
FBD-11-3450 kodlu proje ile desteklenmiştir.**

**Ekim 2014
KAYSERİ**

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK

Bu çalışmadaki tüm bilgilerin, akademik ve etik kurallara uygun bir şekilde elde edildiğini beyan ederim. Aynı zamanda bu kural ve davranışların gerektirdiği gibi, bu çalışmanın özünde olmayan tüm materyal ve sonuçları tam olarak aktardığımı ve referans gösterdiğimi belirtirim.

Adı-Soyadı: Esen DAĞAŞAN

İmza :



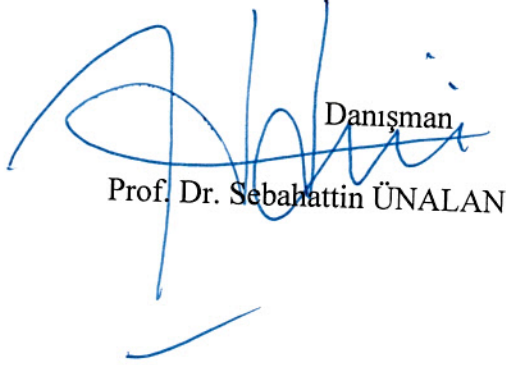
YÖNERGEYE UYGUNLUK

“Alüminyum Matrisli Seramik Takviyeli Mikron Altı Kompozitlerin Mekanik Alaşımlandırma Yolu İle Üretim ve Karakterizasyonu” adlı Doktora tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi’ne uygun olarak hazırlanmıştır.

Tezi Hazırlayan


Esat DAĞAŞAN

Danışman


Prof. Dr. Sebahattin ÜNALAN


Makine Mühendisliği ABD Başkanı

Prof. Dr. Necdet ALTUNTOP

Prof. Dr. Sebahattin ÜNALAN danışmanlığında **Esen DAĞAŞAN** tarafından hazırlanan “**Alüminyum Matrisli Seramik Takviyeli Mikron Altı Kompozitlerin Mekanik Alaşımlandırma Yolu İle Üretim ve Karakterizasyonu**” adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalında **Doktora** tezi olarak kabul edilmiştir.

02/10/2014

(Tez savunma sınav tarihi yazılacaktır.)

JÜRİ:

Danışman : Prof. Dr. Sebahattin ÜNALAN

Üye : Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI

Üye : Prof.Dr. S. Orhan AKANSU

Üye : Doç. Dr. Fehmi NAİR

Üye : Yrd. Doç. Dr.. Eyyup GERÇEKÇİOĞLU

ONAY:

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun 04/11/2014 tarih ve 2014/50-07 sayılı kararı ile onaylanmıştır.

Prof. Dr. Kâzım KEŞLİOĞLU

Enstitü Müdürü

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca bilimsel katkılarıyla bana yardımcı olan, her konuda destek olan tez danışmanım sayın Prof. Dr. Sebahattin ÜNALAN'a ve deneysel çalışmalarım sırasında karşılaştığım zorlukları aşmamda yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen sayın hocam Yrd. Doç. Dr. Eyyup GERÇEKÇİOĞLU'na teşekkür ederim. Ayrıca Tez İzleme Komite Üyesi olan ve kıymetli fikirlerini ve katkılarını esirgemeyen hocam Prof. Dr. S. Orhan AKANSU'ya da teşekkürlerimi iletirim.

Son olarak bütün hayatım boyunca yanımda olan, maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen annem, babam ve kardeşlerime sabır ve iyi niyetlerinden dolayı teşekkür ederim.

Esen DAĞAŞAN

Kayseri, Ekim 2014

ALÜMİNYUM MATRİSLİ SERAMİK TAKVİYELİ MİKRON ALTI KOMPOZİTLERİN MEKANİK ALAŞIMLANDIRMA YOLU İLE ÜRETİM VE KARAKTERİZASYONU

Esen DAĞAŞAN

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü

Doktora Tezi, Ekim 2014

Danışman: Prof. Dr. Sebahattin ÜNALAN

ÖZET

Bu çalışma, alüminyum matrisli ve seramik parçacık takviyeli mikron altı kompozit tozların mekanik öğütme yöntemi ile üretimini ve karakterizasyonunu kapsamaktadır. Matris malzemesi olarak yüksek saflıkta Al tozu ve takviye elemanı olarak ise Al_2O_3 , SiC ve B_4C seramik tozları ağırlıkça değişen oranlarda kullanılmıştır. Öğütme işlemleri için gezegen tip bilyalı değirmen kullanılmış ve bütün deneysel çalışmalarda Toplam Bilya Ağırlığı:Toplam Toz Ağırlığı 10:1 olarak sabit tutulmuştur. Öğütme aracı olarak 20 mm ve 10 mm çapında tungsten karbür bilyalar ve 250 ml hacminde WC hazne kullanılmıştır. Öğütme ortamı olarak spektrometrik argon gazı kullanılmıştır. Süreç kontrol etkeni olarak stearik asit kullanılmıştır. Hazırlanan toz karışımları 250 devir/dakikalık sabit dönme hızı ile 120 saat boyunca öğütülmüştür.

Toz karışımlarından belirli aralıklarla alınan numunelere SEM, X-RD ve BET yüzey alanı analizleri yapılmıştır. Alınan SEM görüntüleri üzerinden gerçekleştirilen tane boyutu analizlerinden bütün toz karışımları için tane boyutunun artan öğütme süresi ile azaldığı gözlenmiştir. Öğütme sonrası en küçük tane boyutu değerleri Al-SiC toz karışımlarında görülmüştür. Öğütülen toz karışımlarının X-RD grafikleri incelendiğinde alüminyuma ait piklerin hâkim halde olduğu görülmektedir. Ancak artan takviye elemanı oranları ve öğütme süreleri ile piklerin şiddeti azalmış ve takviye elemanlarına ait pikler ortaya çıkmıştır. BET yüzey alanı sonuçları değerlendirildiğinde en büyük yüzey alanı değeri Al-% 20 SiC toz karışımında gözlenirken en küçük yüzey alanı değeri ise Al-% 10 Al_2O_3 toz karışımında gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Mekanik Öğütme, Alüminyum Matrisli Seramik Takviyeli Kompozitler, Bilyalı Değirmenle Öğütme, Gezegen Tip Öğütücü

**PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF ALUMINIUM MATRIX
CERAMIC REINFORCED SUB-MICRON COMPOSITES BY MECHANICAL
ALLOYING**

Esen DAĞAŞAN

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences

PhD. Thesis, October 2014

Supervisor: Prof. Dr. Sebahattin ÜNALAN

ABSTRACT

This study consists of production and characterization of aluminium matrix and ceramic particle reinforced composites via ball milling. High purity Al powder was used as matrix material and high purity Al_2O_3 , SiC and B_4C ceramic particles were used as reinforcing materials at different weight ratios. A planetary type ball mill was used for the milling process and at all experimental studies ball to powder ratio was kept constant as 10:1. 20 mm and 10 mm diameter tungsten carbide balls and 250 ml WC vial were used as milling equipment. High purity argon gas was used as media. Prepared powder mixtures were milled by a constant rotation speed of 250 rpm for 120 hours.

SEM, X-RD and BET surface area analyses were applied to the samples taken from powder mixtures by fixed time intervals. From the particle size analyses realized on taken SEM images it was observed that for all powder mixtures particle size decreases by increasing milling time. After milling the smallest particle size values were seen at Al-SiC powder mixtures. When X-RD graphics of the milled powders were explored it was seen that aluminium peaks were dominant. However by increasing weight fraction of the reinforcing material and milling time intensity of the peaks decreased and peaks of the reinforcing materials appeared. When BET surface area results were evaluated the biggest surface was observed at the Al-% 20 SiC powder mixture and the smallest value was observed at the Al-% 10 Al_2O_3 powder mixture.

Keywords: Mechanical Milling, Aluminium Matrix Ceramic Reinforced Composites, Ball Milling, Planetary Ball Mill

İÇİNDEKİLER

ALÜMİNYUM MATRİSLİ SERAMİK TAKVİYELİ MİKRON ALTI KOMPOZİTLERİN MEKANİK ALAŞIMLANDIRMA YOLU İLE ÜRETİM VE KARAKTERİZASYONU

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK	ii
YÖNERGEYE UYGUNLUK.....	iii
KABUL VE ONAY SAYFASI	iv
TEŞEKKÜR.....	v
ÖZET.....	vi
ABSTRACT	vii
İÇİNDEKİLER	viii
TABLolar LİSTESİ.....	xi
ŞEKİLLER LİSTESİ	xii
GİRİŞ	1

1. BÖLÜM

MEKANİK ALAŞIMLANDIRMA VE LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

1.1. Mekanik Alaşımlandırma ve Proses Değişkenleri	4
1.1.1. Öğütülen Malzemeler.....	5
1.1.2. Öğütücü Türü	6
1.1.3. Öğütücü Kap	9
1.1.4. Öğütme Hızı.....	9
1.1.5. Öğütme Süresi	10
1.1.6. Öğütme Araçları (Öğütücü Bilyalar)	11
1.1.7. Bilya/Toz Oranı (Şarj Oranı).....	12
1.1.8. Öğütme Kabının Dolum Seviyesi.....	13
1.1.9. Öğütme Atmosferi.....	13
1.1.10. Süreç Kontrol Etkeni (PCA)	14
1.1.11. Öğütme Sıcaklığı	17

1.2. Mekanik Alaşımlandırma Mekanizması.....	18
1.2.1. Sünek-Sünek Bileşenler	19
1.2.2. Sünek-Gevrek Bileşenler	20
1.2.3. Gevrek-Gevrek Bileşenler	21
1.3. Toz Karakterizasyonu	22
1.3.1. Parçacık Boyutu Tespiti	22
1.3.2. Parçacık Şekli	25
1.3.3. Yüzey Alanı.....	25
1.3.4. Kimyasal Karakterizasyon.....	27
1.4. Öğütme Esnasında Sıcaklık Artışı.....	27
1.5. Literatür Araştırması	28

2. BÖLÜM

GEREÇ VE YÖNTEM

2.1. Mekanik Alaşımlandırma ve Proses Değişkenleri	52
2.1.1. Öğütülen Malzemeler.....	52
2.1.2. Öğütücü Türü	55
2.1.3. Öğütücü Hazne, Öğütücü Araçlar ve Şarj Oranı	55
2.1.4. Öğütme Atmosferi ve Süreç Kontrol Etkeni (PCA).....	56
2.1.5. Öğütme Hızı, Öğütme Süresi ve Öğütme Sıcaklığı	58
2.2. Karakterizasyon İşlemleri	59
2.2.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile Görüntüleme	59
2.2.2. Tane Boyutu Analizi	60
2.2.3. X-RD Analizleri.....	60
2.2.4. Yüzey Alanı (BET) ve Gözeneklilik Analizleri.....	60

3. BÖLÜM

BULGULAR

3.1. SEM Görüntüleri	61
3.2. Tane Boyutu Analizleri.....	71

3.3. X-RD Analizleri.....	88
3.4. BET Yüzey Alanı ve Gözeneklilik Analizleri.....	127

4. BÖLÜM

SONUÇLAR VE ÖNERİLER

4.1. Sonuçlar	134
4.2. Öneriler	137
KAYNAKLAR	139
ÖZGEÇMİŞ.....	150

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 1. 1. SIP/SVP Teknikleri ile Üretilmiş Kompozitlerin Mekanik Özellikleri	30
Tablo 1. 2. 25 Saat Boyunca Öğütülen Tozların Tane Boyutu ve Mikrosertlik Değerleri.....	34
Tablo 1. 3. Ekstrüze Edilmiş Çubukların Mekanik Özelliklerinin Değişimi.....	41
Tablo 1. 4. Farklı Öğütme Süreleri için Bileşim ve Tane Boyutu Değerleri	50
Tablo 2. 1. Kullanılan Tozların Özellikleri.....	52
Tablo 2. 2. Hesaplanan Matris ve Takviye Elemanı Miktarları.....	56
Tablo 2. 3. Öğütme İşlemleri Deney Planı.....	59
Tablo 3. 1. Al-Al ₂ O ₃ Toz Karışımları için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişimi	73
Tablo 3. 2. Al-SiC Toz Karışımları için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişimi	78
Tablo 3. 3. Al- B ₄ C Toz Karışımları için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişimi	84
Tablo 3. 4. Öğütülmemiş Al, Al ₂ O ₃ , SiC ve B ₄ C' e ait Yüzey Alanı ve Gözenek Boyutu Değerleri.....	128
Tablo 3. 5. 120 Saat Öğütülmüş Al-Al ₂ O ₃ Toz Karışımlarının Yüzey Alanı ve Gözenek Boyutu Değerleri.....	129
Tablo 3. 6. 120 Saat Öğütülmüş Al-SiC Toz Karışımlarının Yüzey Alanı ve Gözenek Boyutu Değerleri.....	130
Tablo 3. 7. 120 Saat Öğütülmüş Al-B ₄ C Toz Karışımlarının Yüzey Alanı ve Gözenek Boyutu Değerleri.....	132

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1. 1. Mekanik Alaşımlandırma Prosesinin Şematik Gösterimi.....	4
Şekil 1. 2. SPEX Tip Çalkalamalı Öğütücü	7
Şekil 1. 3. Planetary Tip Bilyalı Değirmen	8
Şekil 1. 4. Attritör Öğütücü.....	9
Şekil 1. 5. Mekanik Alaşımlandırma Esnasında Bilya-Toz Çarpışması	19
Şekil 1. 6. Sünek-Gevrek Bileşenler Öğütülürken Tozların Mikroyapısal Değişimi	21
Şekil 1. 7. Muhtemel Parçacık Şekilleri.....	26
Şekil 1.8. Al Matris İçerisinde Takviye Elemanının Dağılımını Gösteren TEM Mikrografları.....	31
Şekil 1. 9. Al-B ₄ C Tozlarının SEM Görüntüleri (a) 0 Saat (b) 2 Saat (c) 4 Saat (d) 8 Saat Öğütmeden Sonra	32
Şekil 1. 10. 25 Saat öğütme sonrasında tozların morfolojisi (a) Al (b) Al-% 2,5 AlN (c) Al- % 5 AlN (d) Al-% 10 AlN	34
Şekil 1. 11. 10 Saat Öğütülmüş (a) Al/SiC _N (b) Al/SiC Partiküllerinin TEM ve SADP Görüntüleri	39
Şekil 1. 12. Tozların Mikrosertlik Değerlerinin Öğütme Süresi ile Değişimi	46
Şekil 1. 13. Al'un Tane Boyutunun Öğütme Süresi ile Değişimi	48
Şekil 1. 14. (a) Öğütülmemiş Fe'nin (b) Fe ₅₀ Co ₅₀ bileşiğinin SEM Mikrografı.....	49
Şekil 2. 1. Öğütülmemiş Al Tozunun SEM Görüntüsü	53
Şekil 2. 2. Öğütülmemiş Al ₂ O ₃ Tozunun SEM Görüntüsü	53
Şekil 2. 3. Öğütülmemiş SiC Tozunun SEM Görüntüsü	54
Şekil 2. 4. Öğütülmemiş B ₄ C Tozunun SEM Görüntüsü.....	54
Şekil 2. 5. Planetary Öğütücünün Çalışma Prensibi	55
Şekil 2. 6. Öğütücü Bilyaların ve Öğütülen Tozların Hazneye Yüklenme Şekli.....	57
Şekil 2. 7 Kontrollü Atmosfer Kutusunun Şematik Gösterimi	57
Şekil 3. 1. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 5 Al ₂ O ₃ Toz Karışımının SEM Görüntüsü.....	61
Şekil 3. 2. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 10 Al ₂ O ₃ Toz Karışımının SEM Görüntüsü	62
Şekil 3. 3. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 15 Al ₂ O ₃ Toz Karışımının SEM Görüntüsü	63

Şekil 3. 4. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 20 Al ₂ O ₃ Toz Karışımının SEM Görüntüsü	64
Şekil 3. 5. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 5 SiC Toz Karışımının SEM Görüntüsü.....	65
Şekil 3. 6. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 10 SiC Toz Karışımının SEM Görüntüsü.....	66
Şekil 3. 7. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 15 SiC Toz Karışımının SEM Görüntüsü.....	67
Şekil 3. 8. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 20 SiC Toz Karışımının SEM Görüntüsü.....	68
Şekil 3. 9. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 5 B ₄ C Toz Karışımının SEM Görüntüsü	69
Şekil 3. 10. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 10 B ₄ C Toz Karışımının SEM Görüntüsü	70
Şekil 3. 11. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 15 B ₄ C Toz Karışımının SEM Görüntüsü	71
Şekil 3. 12. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 20 B ₄ C Karışımının SEM Görüntüsü	72
Şekil 3. 13. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 5 Al ₂ O ₃ 'ün Tane Boyutu Analizi.....	72
Şekil 3. 14. Al-% 5 Al ₂ O ₃ için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişim Grafiği	73
Şekil 3. 15. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 10 Al ₂ O ₃ Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.....	74
Şekil 3. 16. Al-% 10 Al ₂ O ₃ için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişim Grafiği	74
Şekil 3. 17. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 15 Al ₂ O ₃ Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.....	75
Şekil 3. 18. Al-% 15 Al ₂ O ₃ için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişim Grafiği	76
Şekil 3. 19. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 20 Al ₂ O ₃ Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.....	76
Şekil 3. 20. Al-% 20 Al ₂ O ₃ için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişim Grafiği	77
Şekil 3. 21. Al- Al ₂ O ₃ Toz Karışımlar için Tane Boyutunun Takviye Elemanı Oranı ile Değişimi	78
Şekil 3. 22 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 5 SiC Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.....	79

Şekil 3. 23. Al-% 5 SiC için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişim Grafiği.....	79
Şekil 3. 24. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 10 SiC Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.....	80
Şekil 3. 25. Al-% 10 SiC için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişim Grafiği.....	80
Şekil 3. 26. Al-% 15 SiC için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişim Grafiği.....	81
Şekil 3. 27. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 15 SiC Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.....	81
Şekil 3. 28. Al-% 20 SiC için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişim Grafiği.....	82
Şekil 3. 29. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 20 SiC Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.....	82
Şekil 3. 30. Al- SiC Toz Karışımları için Tane Boyutunun Takviye Elemanı Oranı ile Değişimi	83
Şekil 3. 31. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 5 B ₄ C Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.....	84
Şekil 3. 32. Al-% 5 B ₄ C için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişim Grafiği	85
Şekil 3. 33. Al-% 10 B ₄ C için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişim Grafiği	85
Şekil 3. 34. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 10 B ₄ C Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.....	86
Şekil 3. 35. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 15 B ₄ C Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.....	86
Şekil 3. 36. Al-% 15 B ₄ C için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişim Grafiği	87
Şekil 3. 37. Al-% 20 B ₄ C için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişim Grafiği	87
Şekil 3. 38. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 20 B ₄ C Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.....	88
Şekil 3. 39. Al- B ₄ C Toz Karışımları için Tane Boyutunun Takviye Elemanı Oranı ile Değişimi	88
Şekil 3. 40. Öğütülmemiş Saf Al' a ait X-RD Grafiği	89
Şekil 3. 41. Öğütülmemiş Saf Al ₂ O ₃ ' e ait X-RD Grafiği	90
Şekil 3. 42. Öğütülmemiş Saf SiC' e ait X-RD Grafiği.....	90
Şekil 3. 43. Öğütülmemiş Saf B ₄ C' e ait X-RD Grafiği	91
Şekil 3. 44. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 5 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	92
Şekil 3. 45. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 5 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	92
Şekil 3. 46. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 5 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	93

Şekil 3. 47. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 5 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	93
Şekil 3. 48. Al-% 5 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği	94
Şekil 3. 49. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 10 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	95
Şekil 3. 50. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 10 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	95
Şekil 3. 51. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 10 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	96
Şekil 3. 52. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 10 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	96
Şekil 3. 53. Al-% 10 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği	97
Şekil 3. 54. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 15 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	98
Şekil 3. 55. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 15 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	98
Şekil 3. 56. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 15 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	99
Şekil 3. 57. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 15 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği ...	100
Şekil 3. 58. Al-% 15 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği	100
Şekil 3. 59. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 20 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	101
Şekil 3. 60. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 20 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	102
Şekil 3. 61. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 20 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	102
Şekil 3. 62. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 20 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği ...	103
Şekil 3. 63. Al-% 20 Al ₂ O ₃ Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği	103
Şekil 3. 64. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 5 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	104
Şekil 3. 65. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 5 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	105
Şekil 3. 66. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 5 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	105
Şekil 3. 67. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 5 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	106
Şekil 3. 68. Al-% 5 SiC Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.....	107
Şekil 3. 69. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 10 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	107
Şekil 3. 70. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 10 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	108
Şekil 3. 71. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 10 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	108
Şekil 3. 72. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 10 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	109
Şekil 3. 73. Al-% 10 SiC Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.....	109
Şekil 3. 74. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 15 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	110
Şekil 3. 75. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 15 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	111
Şekil 3. 76. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 15 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	111
Şekil 3. 77. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 15 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	112
Şekil 3. 78 Al-% 15 SiC Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.....	113
Şekil 3. 79 30 Saat Öğütülmüş Al-% 20 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	113

Şekil 3. 80. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 20 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	114
Şekil 3. 81. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 20 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	114
Şekil 3. 82. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 20 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.....	115
Şekil 3. 83. Al-% 20 SiC Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.....	116
Şekil 3. 84. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 5 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	116
Şekil 3. 85. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 5 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	117
Şekil 3. 86. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 5 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	117
Şekil 3. 87. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 5 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	118
Şekil 3. 88. Al-% 5 B ₄ C Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği	119
Şekil 3. 89. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 10 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	119
Şekil 3. 90. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 10 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	120
Şekil 3. 91. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 10 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	120
Şekil 3. 92. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 10 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	121
Şekil 3. 93. Al-% 10 B ₄ C Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği	122
Şekil 3. 94. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 15 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	122
Şekil 3. 95. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 15 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	123
Şekil 3. 96. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 15 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	123
Şekil 3. 97. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 15 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	124
Şekil 3. 98. Al-% 15 B ₄ C Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği	124
Şekil 3. 99. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 20 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	125
Şekil 3. 100. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 20 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	126
Şekil 3. 101. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 20 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	126
Şekil 3. 102. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 20 B ₄ C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği	127
Şekil 3. 103. Al-% 20 B ₄ C Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği	127
Şekil 3. 104. Stearik Asite ait X-RD Grafiği	128
Şekil 3. 105. 120 Saat Öğütülmüş Al-Al ₂ O ₃ Toz Karışımlarının Yüzey Alanı Grafikleri	129
Şekil 3. 106. 120 Saat Öğütülmüş Al-Al ₂ O ₃ Toz Karışımlarının Gözenek Boyutu Grafikleri	130
Şekil 3. 107. 120 Saat Öğütülmüş Al-SiC Toz Karışımlarının Yüzey Alanı Grafikleri	131
Şekil 3. 108. 120 Saat Öğütülmüş Al-SiC Toz Karışımlarının Gözenek Boyutu Grafikleri	131

Şekil 3. 109. 120 Saat Öğütülmüş Al-B ₄ C Toz Karışımlarının Yüzey Alanı	
Grafikleri	132
Şekil 3. 110. 120 Saat Öğütülmüş Al-B ₄ C Toz Karışımlarının Gözenek	
Boyutu Grafikleri	133

GİRİŞ

Toz metalurjisi (TM), yüksek kaliteli ve karmaşık parçaların ekonomik olarak üretilmesini sağlayan bir üretim tekniği olup farklı boyut, şekil ve sıkıştırılabilirlik özelliklerine sahip metal tozlarını hassas ve yüksek performanslı parçalara dönüştürmesi açısından avantajlı bir üretim yöntemidir [1]. Toz metalurjisi, dökümde olduğu gibi net şekilli parça üretimine imkân tanır. Fakat sadece düşük sıcaklıklarda eriyen metallere uygulanan dökümden farklı olarak toz metalurjisi hemen hemen bütün malzemelere uygulanabilir [1]. Ancak tozların üretilmesi için seçilen yöntem, maliyet, tepkimeler ve istenilen özelliklere bağlıdır. Toz üretiminde kullanılan 5 temel yöntem mevcuttur. Bunlar; mekanik öğütme, elektrolitik biriktirme, kimyasal indirgeme, buhar yoğunlaştırma ve atomizasyon yöntemleridir [1].

Son yıllarda malzeme biliminin araştırma konuları arasında mekanik toz üretme yöntemleri olarak bilinen mekanik alaşımlandırma (MA) ve mekanik öğütme (MÖ) yöntemleri önem kazanmaktadır. Mekanik Alaşımlandırma (MA), homojen mikroyapılar üretmek için malzemelerin genellikle asal bir ortamda yoğun öğütme işlemi ile sürekli olarak tekrarlanan kırılma ve soğuk kaynaklanma süreçlerine maruz bırakıldığı düşük sıcaklıklarda alaşım üretme yöntemidir [2-4]. Yüksek enerjili mekanik alaşımlandırma tekniği, bilya-toz-bilya çarpışmalarının neden olduğu tekrarlanan mekanik deformasyonlar ile başlangıçtaki toz karışımının bileşenleri arasındaki katı hal reaksiyonlarını içerir. Çarpışmaların etkisiyle kristal yapı içerisindeki yayının artması sonucunda kristal yapı kusurları meydana gelir. Kristal kafes içerisinde gerinme meydana gelir ve sonuç olarak kristal daha küçük parçalara ayrılır [2, 3]. Bu tekniğe artan ilgi daha üstün fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklere sahip malzemelerin daha düşük bir maliyetle ve kolayca elde edilebilir olmasından kaynaklanır [2]. Yöntem, ilk olarak 1960'lı yılların sonunda International Nickel Company (INCO) tarafından Ni esaslı süper alaşımlar oluşturmak için geliştirilmiştir [5]. 1960-1985 yılları arasındaki

ilk süreç, çoğunlukla uçak endüstrisindeki uygulamalar için geliştirilmiş, oksijen dağılımı yoluyla mukavemeti artırılmış (ODS) alaşımları kapsamaktadır. Bu süreç boyunca aralarında MA 754, MA 760, MA 956, MA 957 ve MA 6000 gibi alaşımların bulunduğu Ni ve Fe esaslı, üstün mekanik özelliklere sahip alaşımlar geliştirilmiş ve yararlı kullanım alanları bulmuştur [2,5]. 1986 ile 2000 yılları arasını kapsayan 2. dönem ise mekanik alaşımlandırma esnasında rol alan süreçlerin anlaşılmasında büyük gelişmelere tanık olmuştur. Bu dönemde, mekanik alaşımlandırma ile hızlı katılaştırma başta olmak üzere diğer alaşımlandırma yöntemleri arasında karşılaştırma yapılmıştır [2,3,5]. 2001'de başlayan 3. dönemde ise öğütülen tozların kirlenmesinin MA uygulamaları için sınırlayıcı bir faktör olduğunun anlaşılması ile yöntem, yeni uygulamalar için kullanılabilir hale gelmiştir [5, 6]. Bu süreç boyunca ayrıca, mekanik alaşımlandırılmış tozlardan yarı kararlı ve nanoyapıların üretilmesi için de yeni teknikler geliştirilmiştir. Bu çerçevede mekanik alaşımlandırma yönteminin yoğunlaştığı 3 temel araştırmadan söz edilebilmektedir;

1. Metalik camların elde edilmesi (amorf faz oluşumu)
2. Yanma odasında metal parçacıkların kullanımı
3. Nanokompozitler

Öte yandan nanoteknoloji, maddeyi atomik ve moleküler seviyede kontrol etme bilimi olup birçok alanı kapsayan bir bilim dalıdır. Fizik, elektronik, kimya, biyoloji ve malzeme bilimi gibi birçok bilim dallarından araştırmacılar, nanomalzemeler üzerinde çalışmalar yapmaktadır. Nanomalzemeleri ilginç kılan temel unsur, malzemelerin nano boyutta makro boyuttakinden farklı davranışlarıdır. Kuantum etkileri yüzünden maddeler, nano boyutta farklı özellikler göstermektedir. Bu özellik yüzünden, bilim adamları malzemelerin nano boyuttaki hallerini araştırıp, sorunlara çözüm bulmaya çalışmaktadırlar. Klasik malzeme davranışı kanunları yerine, atom fiziği kanunlarını sergileyen nano malzemeler; metal, seramik, polimer veya kompozit türde olabilir.

Son yıllarda nanoteknolojideki gelişmeler göz önüne alındığında, mekanik alaşımlandırmadaki gelişim en çok nano tozların üretilmesi ve üretilen tozlardan kompozit yapıların elde edilmesi konusunda ilgi çeken bir yöntem olmaktadır. Mekanik alaşımlandırma yöntemiyle özellikle nanokompozitlerin ve amorf yapıların elde

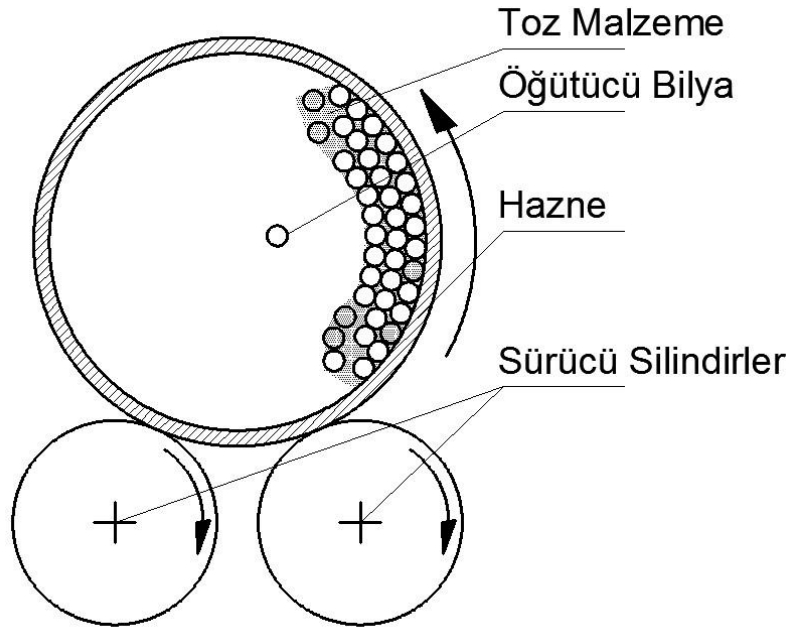
edilmesi alanında nano ve mikron altı boyutlarda toz üretimine ilgi giderek artmaktadır. Ancak, mevcut çalışmalar incelendiğinde özellikle nano ve mikron altı yapılı kompozit tozların üretimi alanında Türkiye kaynaklı çalışmaların çok az olduğu görülmektedir. Bu noktadan hareketle söz konusu tez çalışmasında, MA/MÖ yöntemi ile üretilen alüminyum matrisli seramik takviyeli mikron altı kompozitlerin özelliklerinin tespit edilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla planetary tip öğütücü kullanılarak farklı bileşimlerde alüminyum matrisli seramik takviyeli kompozit malzemeler üretimi gerçekleştirilmiş ve elde edilen kompozit tozlar karakterize edilmiştir.

1. BÖLÜM

MEKANİK ALAŞIMLANDIRMA VE LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

1.1. Mekanik Alaşımlandırma ve Proses Değişkenleri

Mekanik Alaşımlandırma/Mekanik Öğütme işleminin asıl prosesi, tozların uygun oranda karıştırılmasıyla ve bu toz karışımının öğütücü bilyalarla birlikte öğütücüye beslenmesi ile başlar [2]. Daha sonra bu karışım denge haline ulaşmaya kadar öğütmeye devam edilir. Prosesin temel mekanizması Şekil 1.1’de şematik olarak gösterilmiştir. Mekanik alaşımlandırma karmaşık bir proses olup, istenilen faz ve/veya mikroyapıyı elde etmek için farklı değişkenlerin uygun bir şekilde optimizasyonunu gerektirmektedir.



Şekil 1. 1. Mekanik Alaşımlandırma Prosesinin Şematik Gösterimi.

Tozun son bileşiminde etkisi olan önemli parametreler şunlardır;

- Öğütülen Malzemeler
- Öğütücü Türü
- Öğütücü Kap (Hazne)
- Öğütme Hızı
- Öğütme Süresi
- Öğütücü Ortamın Türü, Boyutu ve Boyut Dağılımı
- Bilya/Toz Oranı (Şarj Oranı)
- Öğütme Kabı Dolum Seviyesi
- Öğütme Araçları (Öğütücü Bilyalar)
- Süreç/Proses Kontrol Etkeni (PCA)
- Öğütme Sıcaklığı

Bu proses değişkenlerinin hepsi bağımsız değildir. Örneğin, optimum öğütme süresi, öğütücü türü, öğütücü ortamın büyüklüğü, öğütme sıcaklığı, şarj oranı gibi diğer öğütme parametrelerine bağlıdır.

1.1.1. Öğütülen Malzemeler

Mekanik alaşımlandırma için kullanılan öğütülmemiş malzemeler 1-200 µm tane boyutu aralığına sahip, rahatlıkla temin edilebilen, ticari, saf elementel tozlardır. Ancak, parçacık boyutu, öğütücü bilya boyutundan büyük olmamak kaydıyla çok kritik değildir [2, 3]. Çünkü toz parçacık boyutu, öğütme süresine bağlı olarak eksponansiyel olarak değişir ve birkaç dakikalık bir öğütmeden sonra bile birkaç mikrometreye inebilir. Öğütülmemiş malzemeler; saf metaller, master alaşımlar, ön alaşımlandırılmış tozlar ve refrakter bileşikler olarak geniş kategorilere ayrılabilirler. Dağılım yoluyla mukavemeti artırılmış malzemeler genellikle karbür, nitrit ve oksit katkıları içerirler. Oksitler en yaygın olarak kullanılanlarıdır ve alaşımlar oksijen dağılımı yoluyla mukavemeti artırılmış (ODS) alaşımlar olarak bilinirler. Mekanik alaşımlandırmanın ilk zamanlarında toz bileşimi, bağlayıcı olarak görev yapabilmesi için en az % 15 oranında sünek, sıkıştırılabilir metal tozlarından oluşmaktadır [2]. Bununla birlikte, son yıllarda

tamamıyla gevrek malzemelerin karışımları da alaşım oluşturacak şekilde başarıyla öğütülmüştür. [2-4].

Genellikle, metal tozları ıslak ortamda öğütülürler ve bu durum ıslak öğütme olarak adlandırılır [2]. Eğer öğütme ortamına sıvı eklenmemişse öğütme işlemi kuru öğütme olarak adlandırılır. Daha ince taneli yapılar elde etmek için ıslak öğütme kuru öğütmeden daha uygun bir yöntemdir. Çünkü solvent molekülleri parçacıkların yeni oluşan yüzeylerine tutunarak yüzey enerjilerini düşürürler [3]. Ayrıca ıslak öğütme esnasında daha az kümeleşme olması da bir diğer önemli etkidir. Ancak ıslak öğütmenin dezavantajı tozda artan kirlenmedir. Bu yüzden mekanik alaşımlandırma (MA) ve mekanik öğütme (MÖ) işlemlerinin çoğu kuru olarak gerçekleştirilir.

1.1.2. Öğütücü Türü

Farklı öğütücüler kapasite, çalışma hızı ve öğütme sıcaklığındaki değişimi ve tozların yapışmasını en aza indirecek işlemi kontrol edebilme kabiliyeti açısından farklılık gösterirler. Genellikle mekanik alaşımlandırma ve mekanik öğütme çalışmalarında kullanılan 3 farklı tipte öğütücü vardır. Bunlar, SPEX çalkalamalı öğütücü, Planetary (Gezegen Tip) öğütücü ve Attritör öğütücülerdir. Uygun öğütücü tipi, öğütülecek tozun türü, miktarı ve istenilen son bileşime bağlı olarak seçilebilir. Bununla birlikte alaşım tarama (alloy screening) işlemlerinde genellikle SPEX çalkalamalı tip öğütücüler tercih edilir. Planetary (Gezegen Tip) bilyalı öğütücüler ve attritörler ise daha büyük miktarlarda toz öğütmek için kullanılırlar. Ayrıca özel amaçlar için tasarlanmış özel öğütücü tipleri de mevcuttur.

1.1.2.1. SPEX Çalkalamalı Öğütücüler

Yaygın olarak kullanılan bu tip öğütücüde, içerisinde numune ve öğütücü bilyaların bulunduğu öğütme kabı (hazne, vial) mengene ile sıkıştırılır ve dakikada birkaç bin kez ileri ve geri salınım hareketine maruz bırakılır. Bu hareket haznenin uç kısımlarındaki yatay hareketlerle birleştiğinde hazne, “8” şeklinde hareket eder. Haznenin her hareketinde bilyalar numuneye çarpar ve haznenin uç kısmında öğütme ve karıştırma bir arada gerçekleşir. Bu tip öğütücülerde bilya hızı oldukça yüksek olduğundan bilyaların darbe kuvveti de oldukça yüksektir. Bu nedenle bu öğütme türü “yüksek enerjili

öğütme” olarak bilinir. Şekil 1.2’de gösterilen Spex tip çalkalamalı öğütücüler bir seferde 10-20 gr toz öğütebilmektedir.



Şekil 1. 2. SPEX Tip Çalkalamalı Öğütücü.

1.1.2.2. Planetary (Gezegen Tip) Öğütücüler

Planetary tip öğütücü, ismini haznelerin gezegensel hareketlerinden almaktadır. Cihaz, dönen destekleyici bir disk üzerinde yer alan haznelerin kendi etraflarında da dönmesini sağlayan özel bir çalışma mekanizmasına sahiptir. Haznelerin kendi eksenleri etrafında dönmesiyle merkezkaç kuvveti üretilir ve destekleyici diskin dönmesiyle de hazne içerisinde bilya ve malzemelerin hareket etmesi sağlanır. Hazne ve destekleyici diskin dönüş yönleri zıt olduğunda merkezkaç kuvvetleri sırasıyla aynı ve zıt yönlerde etki ederler. Bu, öğütücü bilyaların haznenin iç duvarlarına çarparak yere düşmesine neden olur. Bu durumda sürtünme etkisi ortaya çıkar, malzeme zemini oluşturur ve öğütücü bilyalar havalanarak haznenin iç kısmında bir yerden bir yere serbestçe hareket ederler ve karşılıklı cidarlar arasında çarpışarak darbe enerjisi üretirler.

Planetary tip öğütücü için hazne ve bilyalar 8 farklı malzemeden imal edilebilirler. Bunlar agat, SiN, Sinterlenmiş Korundum, Cr Çeliği, Zirkonya, Cr-Ni Çeliği, Tungsten Karbür (WC) ve plastik poliamiddir. Bu tip öğütmede bilyaların hızı Spex’tekinden

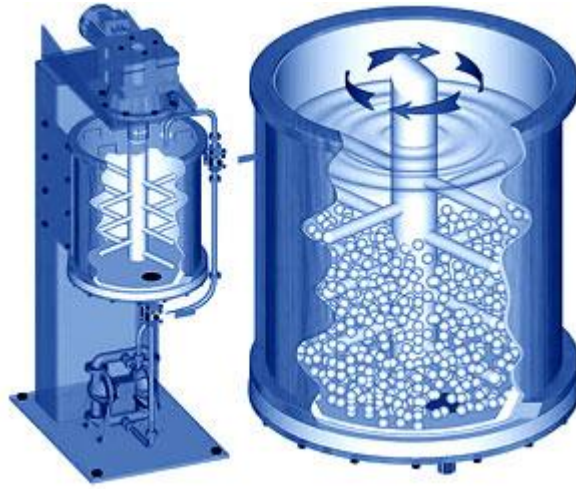
oldukça yüksektir. Ancak Spex ile öğütmede darbelerin frekansı çok daha yüksektir. Şekil 1.3'te Fritsch Planetary tip öğütücü görülmektedir.



Şekil 1. 3. Planetary Tip Bilyalı Değirmen.

1.1.2.3. Attritör Öğütücüler

Küçük çelik bilyalarla yarı dolu olarak kullanılan ve yatay döner bir tamburdan oluşan geleneksel bilyalı öğütücüdür. Şekil 1.4'te gösterildiği gibi tamburun dönmesi ile bilyalar metal tozlarının üzerine düşerler ve böylelikle tozlar zemini oluştururlar. Dönme hızı arttıkça öğütme hızı da artar. Ancak, yüksek hızlarda oluşan merkezkaç kuvvetinin etkisi nedeniyle yerçekimi kuvvetinin bilyalar üzerindeki etkisi azalır ve bilyalar tamburun duvarlarına tutunurlar. Bu noktada öğütme işlemi durur. Daha yüksek enerjili attritörler ise içerisinde seri iticiler bulunan dikey tamburlardan oluşurlar. Birbirlerine göre uygun açılarda ilerleyecek şekilde kurulan iticiler bilyaları iterek enerji verirler. Attritörlerin öğütme hızı diğer iki tipteki öğütücüden daha düşüktür. Ancak bir defada çok daha yüksek miktarlarda (0,5-40 Kg) toz üretebilirler.



Şekil 1. 4. Attritör Öğütücü.

1.1.3. Öğütücü Kap

Öğütme kabının (öğütme aracı, hazne, havan, kavanoz veya kâse olarak da adlandırılabilir) imalatı için kullanılan malzeme, kabın duvarlarına gelen darbelere bağlı olarak malzemenin bir kısmının yerinden oynamasına ve toza yapışmasına neden olabileceği için önemlidir. Bu durum tozu kirletip kimyasal özelliklerini değiştirebilir. Eğer öğütme kabının malzemesi tozdan farklıysa toz, öğütme kabının malzemesi ile kirlenebilir. Diğer taraftan, iki malzeme aynı ise toz içerisine karışan miktar ilavelerle elimine edilmedikçe kimyasal bileşim ve tane boyutu değişecektir. Öğütme kapları çoğunlukla sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş kromlu çelik, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, WC-Co, WC-saf çelik, rulman çeliği vb. malzemelerden yapılırlar. Ayrıca literatürde bakır [6], titanyum [7], sinterlenmiş korondum ve safir [8,9] gibi bazı özel amaçlar için kullanılan özel malzemelerden yapılmış hazneler de mevcuttur. Öğütücü haznenin şekli ise ikinci önemli etkidir. SPEX çalkalamalı tip öğütücüye ait öğütme kapları hem düz hem de yuvarlak kenarlı olabilirler. Alaşımlandırmanın düz kenarlı kaplarda yuvarlak kenarlı kaplara oranla daha yüksek hızlarda gerçekleştiği tespit edilmiştir [10].

1.1.4. Öğütme Hızı

Öğütme hızı doğrudan öğütücünün dönme hızına bağlı olup proseste en etkin faktörlerden biridir. Öğütücünün dönme hızı arttıkça tozlara aktarılan enerji de doğru

orantılı olarak artmaktadır. Ancak öğütücünün tasarımına bağlı olarak ulaşılabilecek en yüksek hızla ilgili bazı sınırlamalar vardır. Örneğin, geleneksel bir bilyalı öğütücüde dönme hızını artırmak bilyaların hareket hızını artıracaktır. Ancak dönme hızı kritik hızın üzerine çıktığında bilyalar haznenin iç duvarına tutunur ve bir darbe kuvveti uygulayacak şekilde düşmezler. Bu nedenle maksimum hız bilyaların maksimum yükseklikten düşerek maksimum çarpışma enerjisini üretmesine izin verecek şekilde kritik hızın altında seçilmelidir.

Maksimum hızla ilgili diğer bir sınırlama ise yüksek hızlarda artan darbe sayısı ve sürtünme nedeniyle hazne sıcaklığının da yüksek bir değere ulaşmasıdır. Bu durum alaşımlandırmayı sağlamak için difüzyonun gerekli olduğu bazı durumlarda avantajlı olabilir. Ancak genellikle dezavantaj oluşturur çünkü artan sıcaklık dönüşüm prosesini hızlandırır ve öğütme sırasında aşırı doymuş katı çözeltilerin veya diğer metastabil fazların bozunmasına neden olur [11]. Sonuç olarak, ortaya çıkan yüksek sıcaklık tozların yapışmasına da neden olabilir. Nanokristal oluşumu esnasında daha yüksek öğütme şiddetlerinde artan dinamik yeniden kristalleşmeye bağlı olarak ortalama kristal boyutunun arttığı bildirilmiştir [12]. Ulaşılan maksimum sıcaklık farklı öğütücüler için oldukça farklılık gösterir.

Calka ve arkadaşları [13], vanadyum ve karbon atomlarını farklı enerji seviyelerinde öğüttüklerinde tozun son bileşiminin de farklı olduğunu tespit etmişlerdir. Benzer olarak, Ni-Zr toz karışımında düşük ve orta öğütme enerjilerinde kristal ve amorf fazların karışımı oluşurken yüksek enerjili öğütmede tamamen amorf faz oluşmaktadır [14].

1.1.5. Öğütme Süresi

Öğütme süresi en önemli parametredir çünkü toz parçacıklarının soğuk kaynaklanması ve kırılması arasında bir denge sağlayacak şekilde seçilmelidir. Gerekli zaman, kullanılan öğütücüye, öğütme şiddetine, bilya/toz oranına ve öğütme sıcaklığına bağlı olarak değişir. Öğütme sürelerine yukarıdaki parametrelerin her biri ve toz sistemleri göz önünde bulundurularak karar verilmelidir. Ancak öğütülmeye gereğinden daha uzun süre devam edilirse kirlenmenin artacağı ve bazı istenmeyen fazların oluşabileceği de dikkate alınmalıdır [2].

1.1.6. Öğütme Araçları (Öğütücü Bilyalar)

Öğütücü bilyalar için en sık kullanılan malzemeler, sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş kromlu çelik, WC-Co ve rulman çeliğidir. Bununla birlikte öğütücü kaplarda olduğu gibi öğütücü araçlar için de literatürde bakır [7], titanyum [15], niyobyum [16], zirkonya [17, 18], agat [19, 20], safir [8, 9] ve Si_3N_4 [21] gibi bazı özel malzemeler mevcuttur. Öğütücü bilya malzemesi seçimi oldukça önemlidir çünkü bilyaların yoğunluğu tozun üzerinde gerekli darbe kuvvetini sağlayacak kadar yüksek olmalıdır. Ayrıca öğütme sırasındaki olası kirliliği önleyebilmek için havan ile öğütücü bilyaların mümkün oldukça aynı malzemeden olması tercih edilir.

Öğütücü bilyaların büyüklüğünün de öğütme verimliliği üzerinde etkisi vardır. Genel olarak, daha ağır bilyalar daha fazla toz parçacığına daha fazla enerji transfer edeceği için daha büyük boyuttaki (daha yüksek yoğunluğa sahip bilyalar) daha uygundur. Ayrıca tozların son bileşiminin de bilya boyutuna bağlı olduğu bildirilmiştir. Örneğin, Ti-Al toz karışımının öğütülmesi sırasında 15 mm çapında bilyalar kullanıldığında alüminyumun titanyum içerisinde bir katı çözeltilisi oluşmuştur. Diğer taraftan, 20 ve 25 mm çapındaki bilyaların kullanımı uzun süre öğütme sonrasında bile sadece titanyum ve alüminyum fazlarının bir karışımı oluşmuştur [2, 3]. Bir dizi başka araştırmada [22, 23], Ti-Al alaşımlarında amorf fazın 3/16 inç boyutunda kullanılırken 3/4 inç bilyaların kullanıldığı duruma oranla daha hızlı oluştuğunu bildirilmiştir. Aslında, büyük çapta çelik bilyalarla öğütme yapılırken bazı durumlarda amorf faz oluşmamış ve yalnızca stabil kristalin bileşik oluşmuştur. Mevcut başka bir araştırmada da Ti-Al sistemi öğütülürken amorf fazın yalnızca 5 ve 8 mm çapındaki bilyalar kullanılırken oluştuğu 12 mm çapında bilyalar kullanılırken ise oluşmadığı görülmüştür [23]. Pd-Si sistemi için de küçük çapta bilyaların amorf faz oluşumuna neden olduğu benzer bir durum gözlemlenmiştir [24]. Küçük boyutlu bilyaların amorf faz oluşumunu artıran şiddetli sürtünmeli hareket ürettikleri düşünülmektedir. Gerçekte, küçük bilya çapı, düşük enerji ve daha düşük Bilya/Toz ağırlık oranı gibi “yumuşak” öğütme koşulları amorf ve metastabil faz oluşumunu desteklediği düşünülmektedir [25, 26].

Araştırmaların çoğunda tek büyüklükte bilya kullanılırken farklı çapta bilyaların karışık olarak kullanıldığı çalışmalar da vardır [27]. En yüksek çarpma enerjisinin farklı çaplarda bilyalar kullanılarak elde edilebileceği tahmin edilmektedir [28]. Öğütmenin

ilk aşamalarında öğütülen toz öğütücü bilyaların yüzeyine kaplanır ve soğuk kaynaklanır. Bu durum bilyaların aşınmasını ve öğütülen tozların aşınan bilyalar nedeniyle kirlenmesini önlediği için avantajlıdır. Bununla birlikte bu tabakanın kalınlığı heterojen son ürünleri engellemek için minimum tutulmalıdır [29]. Ayrıca tozu bilya yüzeyinden ayırmanın zor olması nedeniyle toz miktarında azalmalar meydana gelebilir. Büyük ve küçük çapta bilyalar bir arada kullanıldığında soğuk kaynaklanmanın ve bilyaların yüzeyine yapışan toz miktarının azaldığı gözlenmiştir [2, 4]. Bu duruma özel bir açıklama getirilememesine rağmen, farklı çaptaki bilyaların neden olduğu kesme kuvvetlerinin tozların bilya yüzeyinden ayrılmasına yardım ettiği düşünülmektedir.

Aynı boyutta bilya kullanılmasının hem düz hem de dairesel tabanlı hazne kullanılmasında iz bıraktığı gözlenmiştir. Sonuç olarak, bilyalar öğütme esnasında yüzeylere rastgele çarpmak yerine iyi tanımlanmış bir yörüngeyi izlemektedirler [2]. Bundan dolayı, farklı bilyaları genellikle büyük ve küçük çaplardaki bilyaların kombinasyonunu kullanmak bilyaların hareketini rastgele hale getirmek açısından önemlidir [2-4].

1.1.7. Bilya/Toz Oranı (Şarj Oranı)

Şarj oranı olarak da adlandırılan bilyaların ağırlığının tozların ağırlığına oranı öğütme prosesinde önemli bir parametredir. Literatürde şarj oranı, farklı araştırmacılar tarafından 1:1'den [30] 220:1 [31] gibi yüksek değerlere kadar değiştirilmiştir. Genel olarak, 10:1 oranı SPEX mill gibi düşük kapasiteli öğütücüler kullanılırken en sık kullanılan orandır. Ancak öğütme, attritör gibi yüksek kapasiteli öğütücülerle gerçekleştiriliyorsa 50:1 veya 100:1 gibi yüksek şarj oranları kullanılır.

Bilya/Toz ağırlık oranının öğütülen tozlarda özel bir faz elde etmek için gereken zaman üzerinde belirgin bir etkisi vardır. Şarj oranı arttıkça gereken zaman da kısalır. Örneğin, Ti-%33 Al sisteminde SPEX öğütücü ile öğütme sırasında amorf bir fazın oluşumu şarj oranı 10:1 iken 7 saat, 50:1 iken 2 saat ve 100:1 iken 1 saatte gerçekleşmiştir [32]. Yüksek şarj oranlarında bilyanın ağırlık oranı arttığı için birim zaman başına düşen çarpma artar ve sonuç olarak parçacıklara daha fazla enerji aktarılır ve alaşımlandırma daha hızlı gerçekleşir. Bununla birlikte daha yüksek enerjiye bağlı olarak daha fazla

ısının oluşması ve ürünün bileşiminin değişmesi de olasıdır [2]. Eğer sıcaklık artışı yüksekse oluşan amorf faz kristalize olabilir.

Daha önce de belirtildiği gibi, genellikle “sert” öğütme koşulları denge fazları üretirken “yumuşak” öğütme koşulları (düşük şarj oranları, düşük dönme hızları gibi) metastabil fazlar üretir. Bu durum “yumuşak” öğütme koşullarında amorf fazın “sert” öğütme koşullarında ise denge kristalin fazların bir karışımının oluştuğu Zr-Co sisteminde açıkça gözlenmiştir [25].

1.1.8. Öğütme Kabının Dolum Seviyesi

Toz parçacıkları arasında öğütme, tozların üzerlerine etki eden darbe kuvvetleri ile oluştuğu için bilyalar ve bilyaların çevresinde hareket eden tozlar için yeterli alanın bulunması gerekmektedir. Bundan dolayı, haznenin toz ve bilyalarla dolum seviyesi önemlidir. Eğer bilyaların ve tozun miktarı az ise üretim hızı da düşük olur. Diğer taraftan eğer miktar fazlaysa bilyaların hareket etmesi için yeterli alan kalmaz ve darbe enerjisi oldukça azdır. Bundan dolayı, haznenin tamamını doldurmamaya genellikle % 50’sini boş bırakmaya dikkat edilmelidir [2, 3].

1.1.9. Öğütme Atmosferi

Öğütme atmosferi belirlenirken temel etken tozun kirlenmesidir. Bundan dolayı, tozlar boşaltılabilen ya da argon veya helyum gibi asal gazlarla doldurulabilen kaplarda öğütülür. Azot metal tozları ile reaksiyona girer bu nedenle nitrit üretmek istenmediği sürece öğütme esnasında kirlenmeyi önlemek için kullanılamaz. Tozun kirlenmesini ve/veya okside olmasını engellemek için en yaygın kullanılan atmosfer yüksek saflıkta argon gazıdır. Azot katkısı ile oksidasyonun genel olarak engellendiği veya minimize edildiği de ayrıca belirtilmiştir. Ancak bu durum, Ti veya alaşımları gibi reaktif tozların öğütülmesi sırasında geçerli değildir. Ti-48Al-2W tozlarının oksijen atmosferi altında 20 saat öğütülme sonrasında ağırlıkça % 1,5 oranında oksijen topladığı bildirilirken aynı süre boyunca öğütülen aynı karışımdaki tozların azot atmosferi altında % 4,7 oksijen topladığı ileri sürülmektedir [2].

Genellikle tozların hazneye yüklenmesi ve boşaltılması atmosfer kontrollü glove boxlar içerisinde gerçekleştirilir. Bu glove boxlar genellikle periyodik olarak argon gazı ile doldurulup boşaltılır. Bazı araştırmacılar, öğütme işlemini boşaltılmış glove boxların içerisine yerleştirilen öğütücüler yardımıyla gerçekleştirmişlerdir.

Özel amaçlar için öğütme sırasında farklı atmosferler kullanılmıştır. Nitrit üretmek için azot ve amonyak atmosferi [33, 34], hidrit üretmek için hidrojen atmosferi [35] kullanılmıştır. Öğütücü kapta havanın varlığının özellikle tozlar reaktifse oksit ürettiği gösterilmiştir. Bundan dolayı, öğütme sırasında asal gaz atmosferi kullanmaya dikkat edilmelidir.

Öğütme atmosferi de elde edilen son fazı etkilemektedir. Örneğin, Cr-Fe toz karışımları farklı atmosferlerde öğütüldüklerinde son toz yapısının farklı olduğu belirtilmiştir [36]. Tozlar argon atmosferi altında herhangi bir amorf faz oluşmamış ve X-RD desenlerinde Cr pikleri kalmıştır. Diğer taraftan, tozlar argon içeren hava veya nitrojen atmosferinde öğütüldüğünde ise tozlar tamamen amorf yapıya ulaşmıştır. Benzer şekilde, oksijen Ni-Nb sisteminde de amorfizasyon kinetiklerini hızlandırmıştır [37].

1.1.10. Süreç Kontrol Etkeni (SKE)

Tozlar, özellikle de sünek özellik gösteriyorlarsa öğütme sırasında etkiyen yüksek plastik deformasyon nedeniyle birbirlerine soğuk kaynaklanırlar. Ancak, gerçek öğütme işlemi parçacıkların soğuk kaynaklanması ve kırılması arasında bir denge sağlandığında oluşur. Soğuk kaynaklanma etkisini azaltmak için toz karışımlarına öğütme sırasında süreç kontrol etkeni (yağlayıcı veya yüzey-aktif madde olarak da bilinen) ilave edilir. Süreç kontrol etkenleri, katı, sıvı veya gaz olabilir. Gerekli olmamakla birlikte genellikle yüzey aktifleyici olarak görev yapan organik maddelerdir. Bu maddeler toz parçacıklarının yüzeylerine tutunur ve toz parçacıkları arasında soğuk kaynaklanmayı en aza indirerek topaklanmayı engeller. Toz parçacıklarının yüzeyine tutunan yüzey aktif etkenler, soğuk kaynaklanmaya engel olur ve katı malzemenin yüzey gerilimini azaltır. Yüzey enerjisindeki azalma, daha kısa öğütme sürelerine ve/veya daha küçük tane boyutuna sahip tozlara neden olur.

E, tane boyutu küçülmesine neden olan fiziksel proses için ihtiyaç duyulan enerjiyi, γ yüzey enerjisini, ΔS yüzey alanındaki artışı göstermek üzere,

$$E = \gamma \cdot \Delta S \text{ tir.}$$

1.1.

Pratikte toplam toz oranının % 1-% 5'i oranında kullanılan oldukça fazla çeşitte süreç kontrol etkeni mevcuttur. Bunların en önemlileri, stearik asit, hegzan, metanol, etanol, benzen, toluen, heptan, grafit ve etil asetattır. İlave olarak okzalik asit, borik asit, boraks, alumina, alüminyum nitrat gibi farklı süreç kontrol etkenleri de mevcuttur. Bu bileşiklerin çoğu öğütme sırasında bozunur, tozlarla etkileşir, bileşik oluşturur ve öğütme esnasında tozların içerisinde inklüzyonlar ve dispersoidler olarak yer alırlar. Bundan dolayı, hidrojen ve karbon içeren hidrokarbonlar ile hidrojen, karbon ve oksijen içeren karbonhidratlar, toz parçacıkları içerisinde oksijen sokarak matris içerisinde üniform olarak dağılmış oksitlerin oluşumuna neden olurlar. Bunlar, artan mukavemet ve daha yüksek sertlik değerleri ile sonuçlanan dağılım ile mukavemetlendirilmiş malzemelere neden olduklarından alaşım sistemine zarar vermezler [2]. Hidrojen daha sonra ısıtma veya sinterleme esnasında ya gaz olarak sistemden uzaklaşır ya da metal kafese emilir. Hidrojen gazı öncelikli olarak yüzey aktifleyici görevi yapmasına ve alaşımlandırma prosesinde genellikle görev almamasına rağmen [38] bazı araştırmalar, titanyum açısından zengin alaşımlarda hidrojenin amorf faz oluşumu için bir katalizör gibi davrandığını belirtmişlerdir [39, 40]. Ayrıca süreç kontrol etkenlerinin son faz oluşumunu etkilediği, katı çözünebilirlik sınırlarını değiştirdiği [41], cam oluşum aralığını düzenlediği [41-43] ve kirlenme seviyelerini değiştirdiği de bildirilmiştir.

Öğütme kabında havanın varlığının ya da çok düşük sıcaklıklarda öğütmenin (cryomilling) de büyük ihtimalle toz parçacıklarının böyle düşük sıcaklıklarda artan gevrekleşmesine bağlı olarak kaynaklanmayı azalttığı da gösterilmiştir [43, 44]. Hidrojen atmosferinde öğütülen YMK yapıdaki metal tozlarının büyük ihtimalle oluşan hidrit faza bağlı olarak gevrekleşerek hem birbirlerine hem de öğütme kabına yapışmadıkları tespit edilmiştir [2].

Kullanılan süreç kontrol etkeninin yapısı ve miktarı ile öğütülen toz, toz parçacıklarının son boyutunu, şeklini ve saflığını belirler. Daha fazla süreç kontrol etkeni kullanımı

parçacık boyutunu normal olarak 2-3 katı büyüklüğünde azaltır. Örneğin Lu ve Lai [45], süreç kontrol etkeni olarak %1 oranında stearik asit kullanıldığında 5 saat öğütmenin alüminyumun tane boyutunu 500 μm 'a düşürdüğünü bildirmişlerdir. Yine aynı araştırmacılara göre stearik asit % 3 oranında kullanıldığında ise parçacık boyutu 10 μm civarına inmektedir. Benzer sonuçlar farklı süreç kontrol etkenleri için de gözlenmiştir. Ayrıca belirli bir öğütme süresi için artan süreç kontrol etkeni içeriğinin toz boyutunda ekspanansiyel azalmaya neden olduğu da bildirilmiştir. Örneğin süreç kontrol etkeni kullanılmadan 1000 μm 'a kadar inebilen tane boyutu ağırlıkça % 2,3 süreç kontrol etkeni kullanıldığında 18 μm 'a inmiştir [46].

Gevrek malzemeler öğütülürken yukarıdakine benzer sonuçlar gözlenmeyebilir. Küçük miktarda süreç kontrol etkeni kullanıldığında bile yapışma nedeniyle oluşan büyük parçacıklar gözlenmez.

Öğütme için uygun süreç kontrol etkeninin seçimi, tozun yapısına ve son ürün için istenilen saflığa bağlıdır. Süreç kontrol etkeninin yapısı ve miktarı son toz boyutunu ve toz verimini belirler. Aslında, süreç kontrol etkeninin etkinliğinin tanımlamanın bir yolu mekanik alaşımlandırma sonrasında toz verimini belirlemektir. Eğer toz verimi yüksekse süreç kontrol etkeni etkilidir. Eğer toz verimi yüksek değilse ya kullanılan süreç kontrol etkeni miktarı yeterli değildir ya da kullanılan süreç kontrol etkeni uygun değildir. 15 saat öğütme sonrasında % 2 oranında polietilen glikol kullanıldığında tozun yalnız % 50 si korunurken, stearik asit kullanıldığında tozun neredeyse tamamının korunduğu bildirilmiştir [45].

Her malzeme için uygun gelen bir süreç kontrol etkeni yoktur. Süreç kontrol etkeninin miktarı, toz parçacıklarının soğuk kaynaklanma özelliklerine, süreç kontrol etkeninin kimyasal ve termal stabilitesine ve kullanılan tozun miktarına bağlıdır. Eğer süreç kontrol etkeninin toza oranı kritik bir değerin altında ise toz parçacık boyutu artma eğilimindedir. Ancak bu kritik değerin üzerinde toz parçacık boyutu azalma eğilimindedir. Kullanılacak olan süreç kontrol etkenine metal ve süreç kontrol etkeninin bileşenlerinin muhtemel etkileşimleri göz önünde bulundurularak karar verilmelidir.

1.1.11. Öğütme Sıcaklığı

Öğütülecek tozların yapısı hakkında karar verebilmek için öğütme sıcaklığı da diğer bir önemli parametredir. Son ürünün katı çözelti, intermetalik, nanoyapılı ya da amorf bir faz oluşundan bağımsız olarak alaşım fazlarının oluşumunda difüzyon prosesleri gerektiğinde öğütme sıcaklığının alaşım sisteminde önemli bir etkiye sahip olması beklenir. Öğütme sıcaklıklarının kasıtlı olarak değiştirildiği çok az sayıda çalışma mevcuttur. Bu çalışmalarda sıcaklık değişimi ya sıcaklığı düşürmek için öğütme kabı üzerine sıvı azot damlatılarak ya da sıcaklığı artırmak için hazneyi elektriksiz olarak ısıtarak gerçekleştirilmiştir. Söz konusu çalışmalar, öğütme sıcaklığının katı çözünürlük seviyeleri üzerindeki etkisini belirlemek veya farklı sıcaklıklarda amorf bir fazın ya da nanokristal yapının oluşup oluşmadığını belirlemek için yapılmıştır [2].

Nanokristallerin oluşumu esnasında daha yüksek sıcaklıklarda öğütülen malzemeler için tane boyutunun daha büyük olduğu bildirilmiştir [2, 3]. Yüksek öğütme sıcaklıklarında katı çözünürlük derecesinin arttığı bildirilmiştir. Örneğin, Cu-%37 Ag toz karışımının gezegen tip öğütücü ile öğütülmesi esnasında oda sıcaklığında öğütme yapılırken amorf ve kristalin (aşırı doymuş katı çözelti) fazların karışımı, 200 °C’de öğütme yapılırken ise sadece Cu-%8 Ag katı çözeltisi elde edilmiştir [47] .

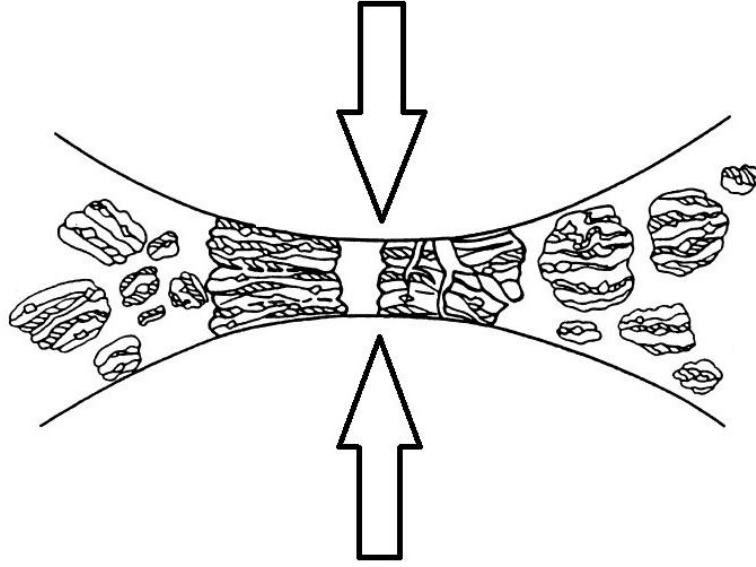
Amorf bir fazın sıcaklığın fonksiyonu olarak oluşumu ile ilgili farklı görüşler vardır. Mekanik alaşımlandırma esnasında amorfizasyon, mevcut tozların katı hal amorfizasyon reaksiyonları ile takip edilen mikro-difüzyon çiftlerinin oluşmasını gerektirir. Bundan dolayı, daha yüksek öğütme sıcaklıkları amorfizasyon kinetiklerini artırabilir. Bu durum, Ni-Ti [48] ve Ni-Zr [49] sistemlerinde de gözlenmiştir. Ni-%50 Zr toz karışımı titreşimli öğütücüler ile öğütülürken tozlar sıvı azot sıcaklığında 15 saat öğütüldüğünde amorf faz oluşumu gözlenmiştir. Diğer taraftan, aynı tozların 200 °C’de öğütülmesi tamamen amorf, oda sıcaklığında öğütülmesinde ise kısmen amorf bir faz oluşturmuştur.

Amorf fazların mekanik öğütme sırasında oluşumu mekanik alaşımlandırma sırasında oluşumundan farklı bir mekanizma ile gerçekleşir. Kristal fazın serbest enerjisinde, nanokristalin faz oluşurken ortaya çıkan kimyasal düzensizlik veya artan tane sınırı alanı gibi kusurlardan kaynaklanan artışın mekanik öğütme sırasındaki amorfizasyonun

temel nedeni olduğu düşünülmektedir. Bundan dolayı, daha düşük öğütme sıcaklıklarının amorfizasyonu artırdığı düşünülmektedir. Bununla birlikte, literatürde hem artan hem de azalan amorfizasyon kinetiklerinden bahsedilmiştir. Örneğin, NiTi sistemi öğütülürken 170 °C’de 60 °C’de olduğundan daha kısa amorfizasyon süresi tespit edilmiştir [48]. NiZr₂ intermetalliği için de geliştirilmiş amorfizasyon kinetikleri gözlenmiştir [49]. Bu gözlemlerin tersine Ni₁₀Zr₇ ve Ni₁₁Zr₉ intermetalikleri için azalan amorfizasyon kinetiklerinden bahsedilmiştir [50, 51]. Koch ve arkadaşları [52, 53], NiTi intermetalığının öğütülmesi esnasında da azalan amorfizasyon kinetiklerinden söz ederek amorfizasyonun sıvı azot sıcaklığında 2 saat alırken, 220 °C’de 18 saat aldığını bildirmişlerdir. CoZr ve NiZr₂ intermetalikleri için de benzer sonuçlar gözlenmiştir. Bu sonuçlar, bu sistemde amorfizasyonun nanokristal yapının artan tane sınırı enerjisine bağlı olarak oluştuğu ve düşük sıcaklıkların nanokristal yapının oluşumunu hızlandırdığı temeline dayanır.

1.2.Mekanik Alaşımlandırma Mekanizması

Yüksek enerjili öğütme sırasında toz parçacıkları tekrarlanan şekilde yassılaşıp, soğuk kaynaklanır, kırılır ve tekrar kaynaklanır. İki öğütücü bilya birbiriyle çarpıştığında aralarında bir miktar toz sıkışır ve darbe kuvveti, pekleşme ve kırılmaya öncülük edecek şekilde toz parçacıklarını plastik deformasyona uğratar (Şekil 1.5). Oluşan yeni yüzeyler parçacıkların birlikte kaynamasına izin verir ve bu durum parçacık boyutunda artışa neden olur [2]. Öğütme işleminin başlangıç aşamalarında parçacıklar yumuşak olduğundan birlikte kaynama ve daha büyük boyutlu parçacıklar oluşturma eğilimleri yüksektir. Bu aşamadaki kompozit parçacıklar başlangıç malzemelerinin çeşitli bileşimlerinden oluşan karakteristik bir tabakalı yapıya sahiplerdir. Devam eden deformasyon ile parçacıklar pekleşir ve kırılır. Bu mekanizma ile üretilen parçacıklar, yüksek kümeleşme kuvvetlerinin de etkisiyle kırılmaya devam ederler. Bu aşamada kırılma eğilimi soğuk kaynaklanma eğilimine hakim hale gelir [2, 3]. Devam eden darbeler nedeniyle parçacıkların yapısı sürekli inceler ancak tane boyutu sabit kalır. Sonuç olarak tabakalar arası mesafe azalır ve bir parçacık içerisindeki tabaka sayısı artar.



Şekil 1. 5. Mekanik Alaşımlandırma Esnasında Bilya-Toz Çarpışması [2].

Öğütme işlemine belirli bir süre devam edildikten sonra ortalama tane boyutunun artmasına neden olan soğuk kaynaklanmanın hızı ile ortalama tane boyutunu azaltma eğiliminde olan kırılma hızı arasında denge sağlandığında nispeten kararlı hale ulaşılır. Daha küçük parçacıklar deformasyona kırılmadan dayanabilirler ve genel anlamda daha büyük parçacıklara kaynama eğilimindedirler [54]. Bu aşamada parçacık boyut dağılımı dar bir aralıktadır çünkü ortalamadan daha büyük parçacıkların tane boyutu azalırken ortalamadan daha küçük kırılan parçalar kümeleşerek büyür [55].

Mekanik Alaşımlandırma prosesi boyunca parçacıklara yüksek oranda deformasyon uygulanmaktadır. Bu durum, dislokasyonlar, atom boşlukları ve artan tane sınırları ile kendini gösterir. Bu atom yapısında bu kusurların ortaya çıkması ve öğütme esnasında ortaya çıkan ısı nedeniyle sıcaklıktaki küçük artışlar difüzyona yardımcı olur [2]. Sonuç olarak bileşenler arasında alaşımlama gerçekleşir. Mekanik alaşımlandırma yöntemini metal ve alaşımlarının sünek-sünek, sünek-gevrek ve gevrek-gevrek sistemler olmak üzere 3 farklı kombinasyonuna uygulamak mümkündür.

1.2.1. Sünek-Sünek Bileşenler

Sünek-sünek bileşenler, mekanik alaşımlandırma prosesi için ideal bileşimlerdir. Yapılan bazı çalışmalara göre [54], alaşımlandırmayı gerçekleştirebilmek için en az %

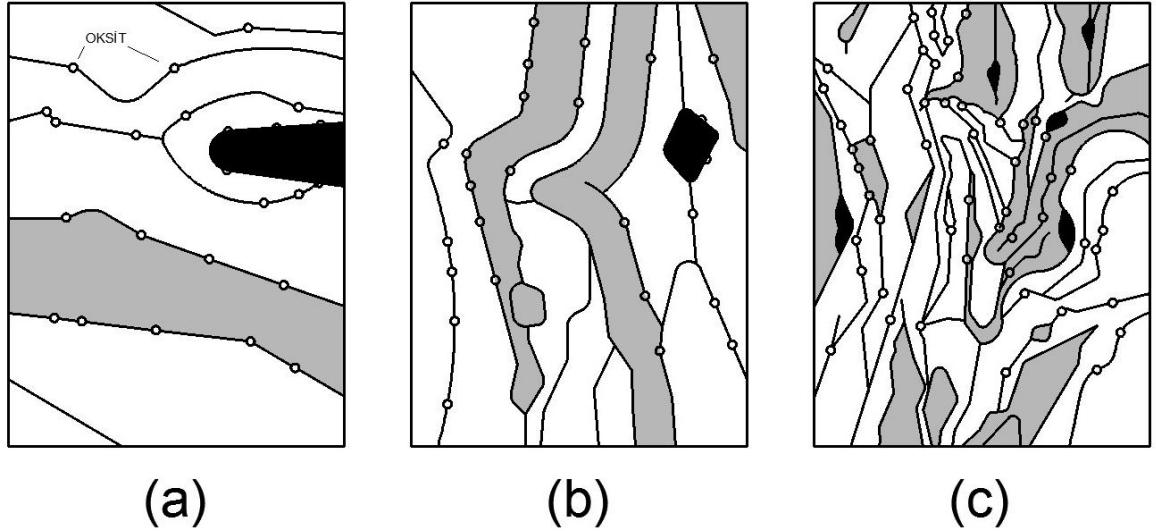
15 oranında sünek bileşen gereklidir. Çünkü gerçek alaşımlandırma toz parçacıklarının tekrarlanan soğuk kaynaklanması ve kırılması sonucunda oluşur ve parçacıklar sünek değilse sistemde soğuk kaynaklanma gerçekleşmez [2].

Alaşımlandırma mekanizması ilk olarak iki farklı sünek bileşen içeren bir sistem yardımıyla açıklanmıştır [55]. Prosesin ilk aşamalarında sünek bileşenlerin mikro ölçekte gerçekleşen bir dövme mekanizması ile yassılaştığı fikri ortaya atılmıştır. Böylece çok az miktarda toz da öğütücü bilyaların yüzeyine kaplanmış. Tozun öğütücü ortama böyle kaplanması öğütücü bilyaların aşınmasına engel olduğu için başlangıçta avantajlıdır. Ancak, homojen tane boyutunu sağlayabilmek için öğütme araçları üzerindeki kalınlık belirli bir seviyede tutulmalıdır [29]. Sonraki aşamada yassılaştıran parçacıklar birlikte soğuk kaynaklanır ve bileşen metallerden oluşan bir kompozit yapı oluştururlar. Alaşımlandırma süresi arttıkça kompozit toz parçacıkları pekleşir, sertlikleri artar. Artan sertlik değerlerine bağlı olarak gevreklikleri artan parçacıklar sonraki aşamada daha küçük ve boyutları birbirlerine daha yakın parçacıklara parçalanırlar. Prosesin tamamlanmasının ve öğütülen tozlarda homojen bir yapıya ulaşıldığının bir işareti tozun öğütücü ortamdan kolayca uzaklaştırılabilmesidir. Benjamin [54], elementel tozlardan başlayarak gerçek bir Ni-Cr alaşımı üretmenin mümkün olduğunu mekanik alaşımlandırılmış Ni-Cr toz karışımının magnetik davranışının ergime ve katılaştırma ile üretilmiş homojen Ni-Cr alaşımı ile aynı olduğunu kanıtlayarak göstermiştir.

1.2.2. Sünek-Gevrek Bileşenler

Oksijen dağılımı yoluyla mukavemeti artırılmış (ODS) alaşımlar bu kategoriye girerler. Çünkü gevrek oksit parçacıkları sünek matris içerisine dağılmıştır. Öğütmenin ilk aşamalarında gevrek oksit veya intermetalik parçacıkları kırılırken sünek metal toz parçacıkları bilya-toz-bilya çarpışmaları ile yassılaşır [29]. Kırılan bu gevrek parçacıklar sünek bileşenler tarafından çevrelenir ve sünek parçacıklar içerisine hapsedilir. Böylece gevrek bileşen tabakalararası boşluğa yerleşir. Şekil 1.6' da Sünek-Gevrek bileşenler öğütülürken tozların mikroyapısal değişimi gösterilmiştir. Devam eden öğütme ile sünek toz parçacıkları pekleşir, lameller kıvrılır ve incelir. Bu aşamadan sonra öğütme işlemine devam edilirse tabakalar daha da incelir, tabakalararası mesafe daralır ve

gevrek parçacıklar eğer çözünebilir değilse Şekil 1.6.c' de gösterildiği gibi sünek matris içerisinde uniform bir şekilde dağılırlar [2].



Şekil 1. 6. Sünek-Gevrek Bileşenler Öğütülürken Tozların (a) Öğütme başlangıcında, (b) Öğütmenin ilerleyen aşamalarında ve (c) Öğütme sonrasında Mikroyapısal Değişimi [2].

Diğer taraftan eğer gevrek faz çözünebilir ise sünek ve gevrek bileşenler arasında da alaşımlama olur ve kimyasal homojenlik sağlanır [57]. Sünek-Gevrek bir sistemde alaşımlamanın oluşması gevrek bileşenin sünek bileşen içerisindeki katı çözünürlüğüne bağlıdır. Eğer bir bileşen diğeri içerisinde ihmal edilebilir düzeyde bir çözünürlüğe sahipse alaşımlama oluşmaz.

1.2.3. Gevrek-Gevrek Bileşenler

İlk bakışta iki veya daha fazla gevrek bileşen içeren sistemlerde alaşımlamanın oluşmayacağı düşünülmektedir. Çünkü sistemde sünek bir bileşenin olmaması soğuk kaynaklanma olayını engeller. Bununla birlikte yapılan bazı çalışmalarda Si-Ge ve Mn-Bi gibi gevrek-gevrek bileşen sistemlerinde alaşımlamanın gözlemlendiği bildirilmiştir [58, 59]. Ayrıca gevrek intermetalik karışımların birlikte öğütülmesinin amorf fazlar ürettiği de bildirilmiştir [60].

Daha önce de ifade edildiği gibi gevrek bileşenler öğütme işlemi esnasında parçalanır ve parçacık boyutları sürekli olarak azalır. Bununla birlikte, çok küçük boyutlarda toz parçacıkları sünek davranış gösterirler ve bu parçacık boyutundan daha küçük boyutlara inmek mümkün değildir [2]. Gevrek-gevrek sistemler öğütülürken daha sert olan bileşenin parçalanarak nispeten daha az gevrek olan bileşenin içerisine gömüldüğü tespit edilmiştir [2].

1.3. Toz Karakterizasyonu

Mekanik alaşımlandırma/öğütme işlemleri gerçekleştirilirken işlem kontrolünün sürdürülebilmesinde toz özelliklerinin belirlenmesi önemlidir. Bu nedenle bu işlemlerden sonra elde edilen tozlar boyut, şekil, yüzey alanı, faz içeriği ve mikroyapısal özellikler açısından karakterize edilmelidir. Prensip olarak ticari tozların karakterizasyonu için kullanılan yöntemler mekanik alaşımlandırılmış tozların karakterizasyonu için de kullanılabilir [2]. Üretilen tozlar, genellikle aşağıdaki açılardan karakterize edilir,

- Parçacık boyutu tespiti
- Parçacık şekli
- Yüzey alanı
- Kimyasal karakterizasyon

1.3.1.Parçacık Boyutu Tespiti

Parçacık boyutu toz metalurjisinin en önemli özelliklerinden birisidir ve bir tek parçacığın boyutlarının belirlenmesi işlemidir [2]. Parçacık boyutu analizi mikroskopla inceleme, eleme, sedimentasyon, ışık saçılımı ve kırınımı, X-ışını teknikleri ve elektriksel alan algılaması ile ölçme gibi çeşitli yöntemlerle gerçekleştirilebilir. Ancak ölçülen parametrelerdeki farklılıklar nedeniyle çeşitli analiz tekniklerinden aynı sonuçlar alınamayabilir [1].

Toz parçacıklarının boyut ve şekilleri büyük boyutlu parçacıklar için SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu), küçük boyutlu parçacıklar için TEM (Transmisyon Elektron Mikroskobu) gibi doğrudan metotlar kullanılarak hesaplanabilir [1]. Parçacıkların şekli

küreselse boyutları parçacık çapı yardımıyla kullanılabilir. Ancak mekanik alaşımlandırılmış tozlar çok nadir olarak mükemmel küresel şekle sahiptir. Öğütmenin ilk aşamalarında toz ince plakalardan oluşan yapraksı bir şekle sahiptir [1, 2]. Böyle durumlarda eşdeğer küresel çap; hacim, yüzey alanı veya izdüşüm alanı ölçümlerinden Eşitlik 1.2, Eşitlik 1.3 ve Eşitlik 1.4 yardımıyla hesaplanabilir [1, 2].Örneğin eğer ölçülen parçacık hacmi V ise eşdeğer küresel çap D_v ;

$$D_v = \sqrt[3]{\frac{6V}{\pi}} \quad 1.2$$

olarak verilir. Alternatif olarak ölçülen bir S yüzey alanı için eşdeğer küresel çap D_s ;

$$D_s = \sqrt{\frac{S}{\pi}} \quad 1.3$$

şeklinde ifade edilir. Parçacıkların şekli çoğu durumda küresel olmayabilir. Böyle bir durumda eşdeğer küresel izdüşüm çapı D_A dairenin alanına eşit olarak hesaplanır ve;

$$D_A = \sqrt{\frac{4A}{\pi}} \text{ dir.} \quad 1.4$$

Günümüzde bu ölçümler mikroskoplara bağlı otomatik görüntü analiz yazılımları ile gerçekleştirilebilmektedir.

Elek analizi olarak da bilinen eleme yöntemi ise boyut dağılımı tespitinde kullanılan eski bir yöntemdir. Yöntemde eşit aralıklı tellerden oluşan bir ızgara ile oluşturulan eleklerden faydalanılır. Elek boyutu mesh olarak adlandırılır ve birim uzunluktaki tellerin sayısı ile belirlenir. Açıklık boyutu elek boyutu ile ters orantılı olarak değişir. Elek analizi yapılırken farklı boyutlardaki elekler en küçük açıklık boyutuna sahip elek en altta olacak şekilde alt alta dizilirler. Toz en üstteki eleğe konularak sistem 15 dakika süreyle sarsılır. Titreşimden sonra her bir boyut aralığındaki toz miktarı tartılır ve aralıktaki yüzde, her bölüm için hesaplanır. Bir elekten geçen tozlar“-“ işareti ile eleğin üzerinde kalanlar ise “+” işareti ile belirtilir. Yöntem yaygın olarak kullanılmasına

rağmen önemli bir hata eğilimine sahiptir. Mekanik alaşımlandırılmış tozların parçacık boyut dağılımı genellikle Gaussiandır [2].

Sedimentasyon yöntemi küçük parçacıklara uygulanabilen bir yöntemdir. Bir sıvı veya bir gaz içerisinde çöken tozlar, parçacık boyut ve akışkan viskozitesine bağlı olarak bir son hıza ulaşırlar. Bu esasa göre parçacık boyutu çökme hızından hesaplanabilir [1].

Işık saçılımı ve kırınımı yönteminde ise parçacıklar hareketli bir akışkan içerisinde dağıtılır ve bir dedektörün önünden geçirilir. Dedektör, parçacık boyutu ile orantılı olan ışık saçılımı, elektrik iletkenliği gibi değerleri ölçer. Akışkan içerisinde kabarcıklar gibi yapay süreksizliklerin bulunması ölçümlerde hatalara neden olur. Bu tarz sistemlerin en büyük yeniliği aynı anda ölçülebilen en büyük parçacıkların en küçüklere oranı olarak tanımlanabilen dinamik orandır [1]. Çoklu dedektör kullanan lazer cihazlarında bu oran 7000-8000'e kadar yükselebilir. Yöntemin farklı bir uygulamasında hareketli parçacıkların hızlarındaki değişimi ölçmek için lazer kullanılır. Yöntem kullanılan akışkan ve tane boyutu ölçülen parçacıkların optik özellikleri, akışkan viskozitesi ve sıcaklığı ile ilgili ek bilgiler gerektirmektedir ve iletken olmayan, topaklanmamış parçacıklara yüksek doğrulukla uygulanabilir [1].

Tane boyutu ölçümünde kullanılan bir diğer yöntem olan elektriksel alan algılaması yöntemi parçacıkların tuzlu suda dağılması ve tuzlu suyun elektrik iletkenliğinin ölçülmesi esasına dayanır. Tuzlu suyun iletkenliği yalıtkan malzeme içerisindeki açıklıktan geçerken ölçülür. Parçacıklar bu açıklıktan geçerken elektrik iletkenliği değişir. Elektrik iletkenliğindeki bu değişiklikler akışkan içerisinde askıda duran parçacıkların sayısını ve boyutunu belirlemek için kullanılır. Analiz sonuçları gürültüden ve akışkanın geçtiği açıklığın tıkanmasından etkilenmektedir. En iyi sonuçlar seramikler ve polimerler gibi düşük yoğunluklu malzemelerde elde edilmektedir.

Çok küçük parçacıkların tane boyutlarını ölçmek için kullanılan iki farklı X-Işını tekniği vardır. Pik genişlemesi bunlardan daha yaygın kullanılanıdır. Çoğunlukla kristalik boyutu şiddeti en yüksek olan pikin şiddetinin yarısındaki genişliği ölçerek ve Eşitlik 1.5' te verilen Scherrer eşitliğini kullanarak hesaplanır [1, 2].

$$D = \frac{0,9 \lambda}{B \cdot \cos \theta} \quad 1.5$$

D: Parçacık boyutu

λ : Kullanılan X-Işını dalga boyu

B: Maksimum şiddetin yarısındaki pik genişliği

θ : Bragg (Kırınım) açısı

İkinci X-Işını tekniği ise küçük açı saçılımı yöntemi olarak bilinir ve boyut 50 nm' den küçük parçacıkların ölçümünde oldukça kullanışlıdır.

X-Işını pik genişletme çalışmaları ile ve elektron mikroskopi teknikleri ile elde edilen kristalit boyutları her zaman tam olarak uyum sağlamayabilir. Çünkü elektron mikroskopi teknikleri neredeyse her kristalit boyutunu hesaplamak için kullanılırken X-Işını pik genişletme metotları 10-100 nm aralığında kristalit boyutları için en uygundur [1].

Toz parçacıkların özellikle tane boyutu küçüldükçe kümelenme eğiliminde olduğu bilinmektedir. Ayrıca bir toz parçacığı birçok bireysel parçacıktan oluşabilir. Bu nedenle parçacık boyutu tespit edilirken bu faktörler göz önünde bulundurulmalıdır [1, 2].

1.3.2. Parçacık Şekli

Parçacık şekli, paketleme ve sıkıştırılabilirliği etkilediği için toz metalürjisinde önemli bir parametredir. Ancak parçacık şeklini sayısal olarak ölçmek ve ifade etmek mümkün değildir. Bu nedenle niteliksel tamamlayıcılar kullanılır. Şekil 1.7' de sıklıkla karşılaşılan parçacık şekilleri ve bunlara uygun niteliksel tamamlayıcılar gösterilmiştir [1]. Basit bir tamamlayıcı ifade en büyük parçacık boyutunun en küçük parçacık boyutuna bölümü olarak tanımlanabilir.

1.3.3. Yüzey Alanı

Yüzey alanı çok sayıdaki parçacığın dış yüzeyinin ortalama ölçüsüdür. Bu parametre malzemenin kimyasal tepkimeye girebilirlik, paketleme, katalitik davranış ve sinterleme

davranışlarıyla ilgili bilgi verebilmesi açısından önemlidir [1]. Özgül yüzey alanı birim kütle başına düşen alan olarak tanımlanır ve gaz adsorpsiyonu ve gaz geçirgenliği olarak iki farklı yöntemle tespit edilebilir. Ayrıca mikroskop yardımıyla da yüzey alanı tahmin edilebilir.



Şekil 1. 7. Muhtemel Parçacık Şekilleri.

Gaz adsorpsiyonu ile yüzey alanı ölçümü temiz bir yüzey elde etmek için tozun vakumda ısıtılması esasına dayanır. Vakumlanmış toz daha sonra farklı basınçlardaki adsorpsiyon buharlarına maruz bırakılır. Toz yüzeyinde adsorbe edilen gaz miktarına karşı kısmi basınç ölçümü yapılır. Her bir gaz molekülünün belirli bir alanı kapsadığı kabul edilerek tozun yüzey alanı adsorpsiyon davranışından hesaplanabilir [1]. Ölçüm genellikle BET özgül yüzey alanı olarak tanımlanır. Yöntemde sıvı içeren cam bir kap sıvı azot gibi bir akışkan içerisine daldırılır. Adsorpsiyonu başlatmak için sıcaklık ayarlanır. Gaz test hanesine girerken gerekli basınç kontrol edilir. Adsorpsiyon işlemi için azot, karbon monoksit ve karbon dioksit gibi gazlar kullanılabilir.

Gaz geçirgenliği ile yüzey alanı analizi yöntemi ise çoğunlukla Fisher Elek Altı Boyutu (FSSS) olarak tanımlanır. Ağırlığı bilinen bir miktar toz sabit bir akış hızına maruz

bırakılır ve geçirgenliği belirlemek için basınçtaki düşme tespit edilir. Gözeneklilik ve teorik yoğunluk biliniyorsa özgül yüzey alanı hesaplanabilir [1]. 0,5-50 μm aralığındaki parçacıklara uygulanır ve elde edilen sonuçlar eşdeğer küresel çapa çevrilir. Kapalı gözeneklerin hesaba katılmaması yöntemin dezavantajıdır.

1.3.4. Kimyasal Karakterizasyon

Tozlar kimyasal açıdan elementel tozlar, ön karışımli tozlar ve tamamen bileşik haline getirilen tozlar olarak üç gruba ayrılır. Elementel tozlar nispeten daha yüksek saflıktaki malzemelerdir ve yapılan kimyasal analiz bunların safsızlıkları üzerine yoğunlaşır. Öncelikli olarak analiz edilen karbon, oksijen ve azot seviyeleri yanma teknikleri ile kolaylıkla ölçülebilir. Ön karışımli tozlar, iki veya daha fazla tozun birleştirilmiş halidir. Safsızlık seviyeleri ve karışımın uygun şekilde bir bileşik hale getirilmesi bu tozlarla ilgili kimyasal analizlerin temelini oluşturur. Tamamen bileşik haline getirilen tozlar ise tek bir parçacığı oluşturan bileşenlerin tamamını içerirler ve bileşimin bütünlüğü ve safsızlık açısından test edilmeleri önemlidir.

Klasik analitik kimya teknikleri bütün tozların karakterizasyonu açısından uygundur. Bir tozun kimyasal karakterizasyonu istenilen hassasiyete bağlı olarak yaş analiz, emisyon spektroskopisi, atomik absorpsiyon, X-Işını kırınımı veya X-Işını floresan teknikleri ile gerçekleştirilebilir [1].

1.4. Öğütme Esnasında Sıcaklık Artışı

Mekanik alaşımlandırma/öğütme prosesi boyunca tozlara uygulanan şiddetli ve sürekli deformasyon kristal hatalarının oluşmasına neden olur. Ayrıca buna ek olarak parçacıkların soğuk kaynaklanması ve kırılması arasındaki denge de tozlardaki yapısal değişimi etkilemektedir. Sürece etki eden diğer bir önemli parametre olan sıcaklık ise bilyaların kinetik enerjisine bağlıdır ve nihai ürünün yapısını belirler. Eğer oluşan sıcaklık yüksekse daha yüksek atomik hareketlilik, yeniden kristalleşmeyle sonuçlanan proseslere yol açar [2]. Böyle bir durumda bir intermetalik gibi stabil bir faz oluşabilir. Diğer taraftan eğer sıcaklık düşükse toparlanma daha az olur ve amorf ya da nanokristalin faz oluşur [2].

Tozların öğütme sırasındaki sıcaklıkları farklı nedenlere bağlı olarak artış gösterebilir. Daha önce de belirtildiği gibi öncelikli olarak öğütme araçlarının kinetik enerjisine bağlıdır. Ayrıca öğütme prosesi sırasında oluşan egzotermik prosesler de sıcaklık artışına neden olabilmektedir. Pratikte öğütücü haznenin sıcaklık artışı bu iki faktörün birleşimine bağlı olacaktır.

Sistemde sıcaklık artışına en büyük katkıyı bilyaların kinetik enerjisinin yaptığı düşünüldüğünde öğütücü türü, öğütücü ortamın boyutu, sayısı ve dağılımı, öğütme hızı, öğütücü haznenin boyutu, şekli ve malzemesi ile öğütme süresi gibi kinetik enerjiye etki eden parametreler önem kazanmaktadır. Yapılan çalışmalarda [61, 62], sıcaklığın artan öğütme hızı ile eksponansiyel olarak arttığı, öğütme işlemi için planetary tip öğütücü kullanıldığında SPEX çalkalamalı öğütücü ile elde edilen sıcaklıktan oldukça yüksek olduğu ve yuvarlak tabanlı hazne kullanıldığında da düz tabanlı hazneye göre daha yüksek olduğu bildirilmiştir. Ayrıca sıcaklığın artan öğütme hızı ile arttığı da bilinmektedir. Ancak çok yüksek devir sayılarında sıcaklıkta düşüş gözlenebileceği öngörülmüştür. Çünkü yüksek devir sayılarında öğütücü bilyalar hazne duvarına yapışık olarak daha uzun süre kalırlar ve bu da öğütme verimini düşürür [62].

1.5. Literatür Araştırması

Alüminyum matrisli kompozitler, özgül mukavemet ve katılık, aşınma direnci ve elektrik ve termal iletkenlik gibi mekanik ve fiziksel özelliklerin ideal kombinasyonunu sağlar. Bu nedenle, özellikle parçacık takviyeli Al matrisli kompozitlerin üretimlerini mekanik alaşımlandırma/öğütme yönteminin avantajları ile birleştirildiği birçok çalışma yapılmıştır [63-76]. Kubota [63], yaptığı çalışmada Al matrisli nanokompozitlerde matris olarak kullanılmak üzere hava atomizasyonu ile üretilmiş saf Al parçacıklarını MA yöntemi ile öğütmüştür. Öğütme işlemi, 100 µm boyutundaki saf Al tozlarına Ar atmosferi altında stearik asit ($C_{17}H_{35}COOH$) ile SPEX çalkalamalı tip öğütücü yardımıyla oda sıcaklığında uygulanmıştır. Öğütme süresi 4 ila 64 saat arasında değişmektedir. Öğütülen tozlar daha sonra farklı sıcaklıklarda ısıtılma işlemine tabi tutulmuşlar ve bu sıcaklık değişimi sırasında meydana gelen katı hal reaksiyonları uygulanan X-RD (X- Işınları Difraktometresi) analizleri ile tespit edilmiştir.

Yapılan X-RD analizleri sonucunda, γ - Al_2O_3 ve/veya Al_4C_3 intermetalik bileşiklerinin oluşumunun, saf Al ile stearik asit arasındaki katı hal reaksiyonları sonucunda meydana geldiği görülmüştür. Öğütme zamanı kısa olduğunda γ - Al_2O_3 oluşurken öğütme zamanı daha uzun olduğunda Al_4C_3 oluşmaktadır. Bu durum, öğütme zamanı nispeten kısa olduğunda katı hal reaksiyonlarını sağlamak için daha yüksek ısı işlem sıcaklıklarına gerek olduğunu ortaya koymaktadır.

Braphu ve Suryanarayana [64], alüminyum matrisli kompozitlerde parçacık boyutunun ve hacim oranının etkisini gözlemleyebilmek amacıyla boyutları 50 nm-5 μm ve hacim oranı % 5-50 olan Al_2O_3 takviyeli Al- Al_2O_3 kompozitlerin sentezlenmesi ve karakterizasyonu üzerine çalışmalar yapmışlardır. Söz konusu tozlar, SPEX tip çalkalamalı öğütücü ile 20 saat boyunca öğütülmesi, 50 nm boyutundaki Al_2O_3 tozların % 50 hacim oranına kadar oldukça homojen bir şekilde dağılımına imkân sağlamaktadır.

Benzer üniform dağılım ve hacim oranları 5 μm tane boyutundaki Al_2O_3 için de gözlenmiştir. Elde edilen bu sonuçlar, X-RD elementel analiz sonuçları ile doğrulanmıştır. Mekanik alaşımlandırma ile elde edilen mekanik tozlar, sıcak izostatik (SIP) ve sıcak vakum presleme (SVP) teknikleri ile kompozit hale getirilerek hazırlanan numunelere basma testleri uygulanmış ve elde edilen akma dayanımı, basma dayanımı ve elastiklik modülü değerleri kıyaslanmıştır. Buna göre, dayanım ve elastiklik modülü değerleri artan hacim oranıyla ve azalan tane boyutu değerleri ile artmaktadır. Ayrıca deneysel olarak ölçülen değerlerle, eş gerilme ve eş uzama koşulları ile hesaplanan değerlerin kıyaslanması sonucu küçük tane boyutuna sahip kompozitler eş uzama koşullarına yakın davranırken daha büyük parçacık yapısına sahip kompozitlerin ise eş gerilim şartına yakın davrandığını tespit etmiştir. Bu durumda, uygun parçacık boyutu ve hacim oranı ile kompozitin mekanik özelliklerini ayarlamak mümkündür.

Morazzah A.H., Simchi A., Relhani S.M.S [65], tarafından gerçekleştirilen çalışmada da benzer şekilde Al- Al_2O_3 kompozitlerinin sürünme özellikleri üzerinde yoğunlaşmıştır. Deneysel çalışmalar için $\approx 49 \mu\text{m}$ boyutundaki Al tozları ile % 1,5 oranında stearik asit ($\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOH}$) 20 dakika karıştırılarak elde edilen karışım gezegen tip öğütücü kullanarak oda sıcaklığında 12 saat öğütmüşlerdir.

Ar atmosferi altında glove box yardımı ile gerçekleştirilen öğütme işlemi sonrasında elde edilen yapı, 723 K'de 60 dakika süreyle gaz giderme tavlama sırasında tabi tutulmuştur. 220 MPa basınç altında sıkıştırılan numuneler 723 K'de 16:1 oranı ile ekstrüze edilmişlerdir. Elde edilen numuneler üzerinde sırasıyla parçacık boyut analizi, TEM, yoğunluk ölçümü ve sürünme testleri gerçekleştirilmiştir. TEM görüntüleri üzerinde yapılan incelemede ≈ 100 nm boyuta sahip, % 2 oranındaki Al_2O_3 partiküllerinin Al matris içerisinde dağılımı gözlenmiştir. Şekil 1.8'de ekstrüze edilmiş numunelerin farklı bölgelerinden alınmış görüntüler verilmiştir.

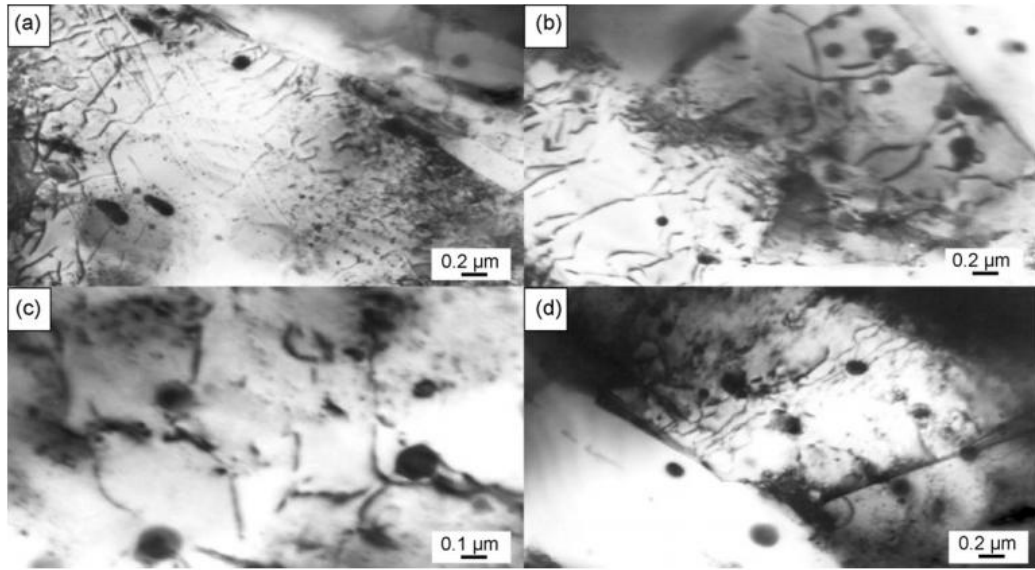
Tablo 1. 1. MA ve SIP/SVP Teknikleri ile Üretilmiş Kompozitlerin Mekanik Özellikleri [64].

Al_2O_3 Parçacık Boyutu/Hacim Oranı	Akma Dayanımı (MPa)	Basma Dayanımı (MPa)	Elastiklik Modülü (GPa)	Karışımlar Kuralı ile Hesaplanan Elastiklik Modülü* (GPa)
50 nm/%5	488	605	78	83
50 nm/%10	515	628	90	95
150 nm/%5	409	544	75	83
150 nm/%10	461	600	77	95

Al_2O_3 parçacıkları, yüzeydeki oksit tabakalarının mekanik öğütme yoluyla kırılması sonucu oluşmuştur. Ayrıca ekstrüzyonun neden olduğu yüksek deformasyon da oksit tabakasını parçalamış ve partiküllerin Al matris içerisinde tekrar dağılımına neden olmuştur. Ayrıca ekstrüzyonun neden olduğu yüksek deformasyon da oksit tabakasını parçalamış ve partiküllerin Al matris içerisinde tekrar dağılımına neden olmuştur. Sonuç olarak elde edilen Al- Al_2O_3 nanokompozitin sürünme davranışı incelendiğinde sürünme deformasyonunun bir eşik gerilimi ile ilişkili olduğu vurgulanmıştır.

Eşik geriliminin değeri artan sıcaklık ile azalmaktadır. Eşik geriliminin sıcaklıkla değişiminin detaylı olarak incelenmesi esnasında 765 K'nin üzerinde herhangi bir eşik gerilimi değerinin olmadığı görülmüştür. Eşik geriliminin kaybolduğu sıcaklık değeri mikrokompzitlere ait değerlerden yüksektir. Bu durum mikroyapıda mevcut Al_2O_3 parçacıklarının Al matrisin deformasyonuna engel olmasından kaynaklandığı belirtilmektedir.

Alüminyum Matrisli Kompozitler (Al-MMK), yüksek katılık/yoğunluk oranlarına ek olarak iyi yüksek sıcaklık özellikleri ve yüksek aşınma dirençleri nedeniyle de sıklıkla tercih edilirler [66-76]. Khakbiz ve Akhlaghi [66] de Al-B₄C nanokompozit tozların sentezlenmesi ve yapısal karakterizasyonu üzerine çalışmışlardır.

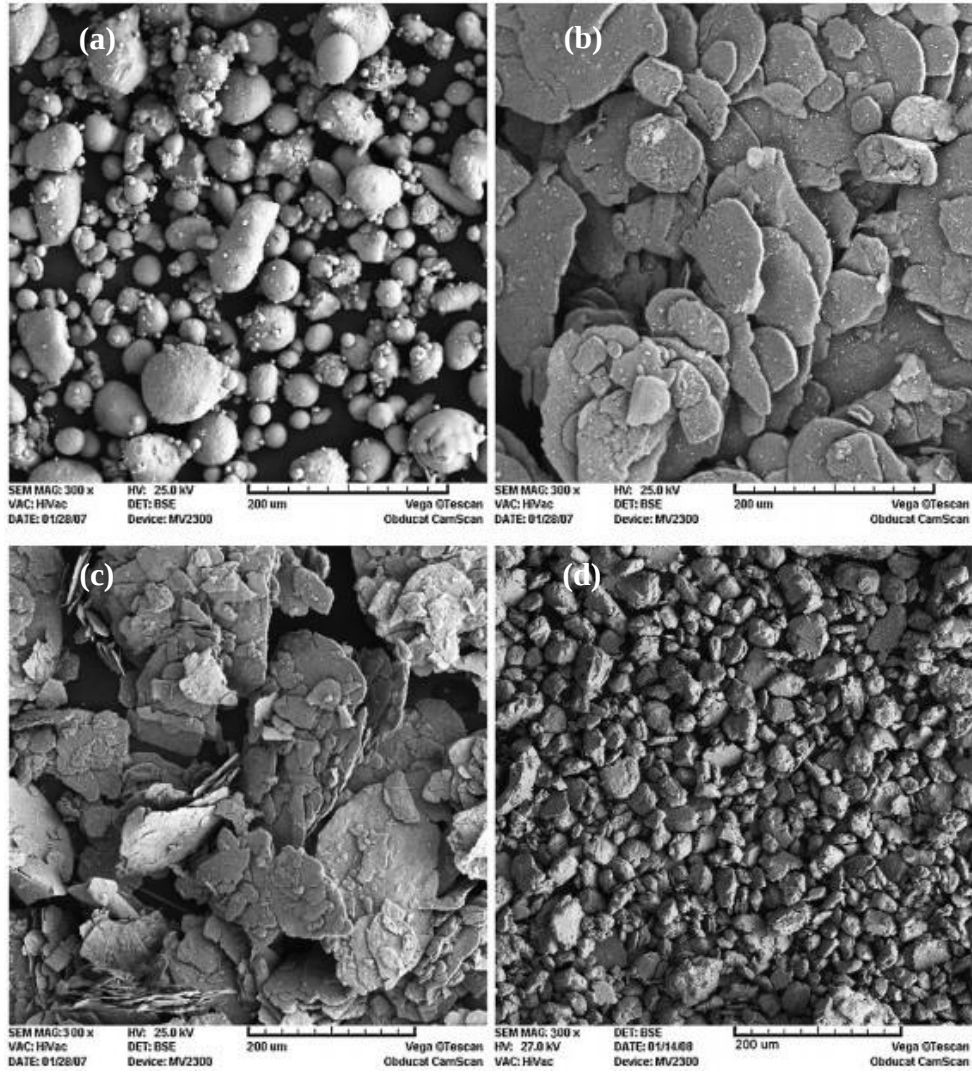


Şekil 1. 8. Al Matris İçerisinde Takviye Elemanının Dağılımını Gösteren TEM Mikrografları [65].

Deneysel çalışmalar esnasında matris malzemesi olarak nitrojen gaz atomizasyonu ile elde edilmiş olan % 1,12 Mg, % 0,64 Si, % 0,04 Cr, % 0,33 Cu, % 0,48 Fe içeren Al 6061 alaşımı, takviye malzemesi olarak ise 0,7 µm boyutundaki B₄C tozları kullanılmıştır. Söz konusu B₄C tozları, hem tek başlarına hem de Al tozları ile farklı miktarlarda karıştırılarak farklı süreler boyunca öğütme işlemine tabi tutulmuşlardır.

Öğütme işlemi Ar gaz atmosferi altında, paslanmaz çelik havan ve bilyalara sahip atritör öğütücü yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Başlangıçta B₄C parçacıklarının boyutları oldukça geniş bir aralıkta değişim gösterirken 110 saatlik öğütme sonrası oldukça homojen bir yapı elde edilmiştir. B₄C parçacıklarının öğütme sonrası boyutu ortalama 57 nm olarak hesaplanmıştır. Şekil 1.9'da 71 nm boyutundaki Al tozları ile 90 nm boyutundaki B₄C tozlarının farklı sürelerde öğütülmesi sonrası elde edilen mikroyapıları gösterilmektedir. Buradan görülebileceği gibi, öğütülmemiş Al tozları nispeten daha küreseldir. Ancak karışımın 2 saat öğütülmesi ile elde edilen yapı plaka şeklindedir.

Ayrıca Şekil 1.9.c’den görülebileceği gibi 4 saat öğütmeden sonra düzlemselleşmiş Al parçacıkları birbirlerine soğuk kaynaklanmış haldedir. Son olarak, 16 saat öğütme işlemi sonrasında soğuk kaynaklanma ile kırılma arasında dengenin oluşması nedeniyle tane boyutu hemen hemen eşitlenmiş parçacıklar halinde görülmektedir.



Şekil 1. 9. Al-B₄C Tozlarının SEM Görüntüleri (a) 0 Saat, (b) 2 Saat, (c) 4 Saat ve (d) 8 Saat Öğütmeden Sonra [67].

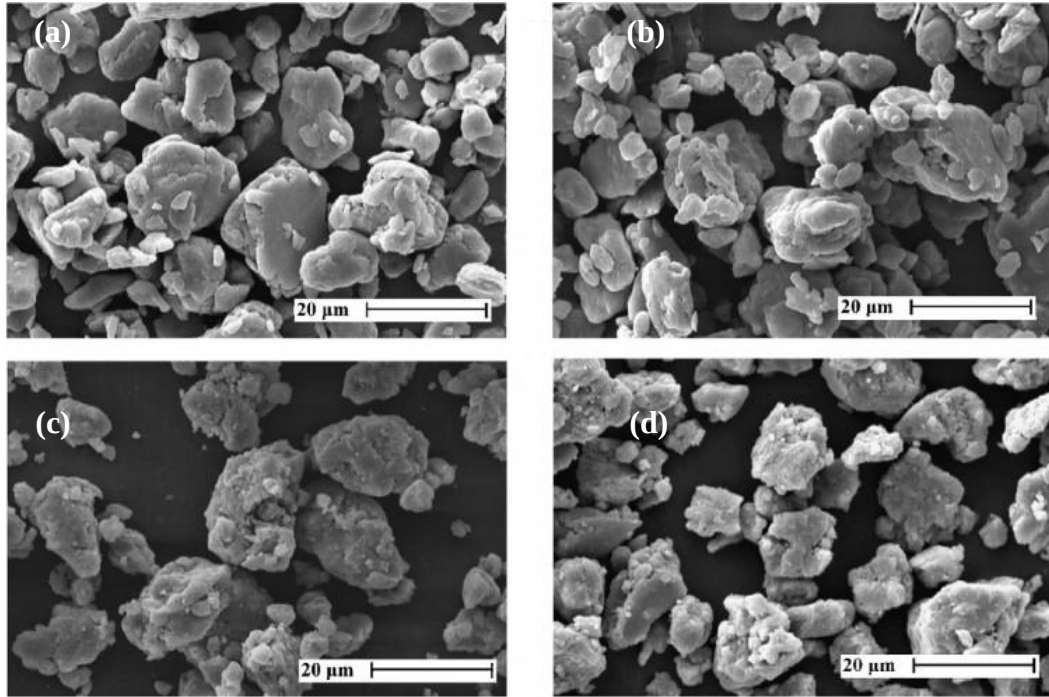
Al-B₄C sisteminin öğütme işlemi altındaki davranışı tipik bir sünek-gevrek malzeme çiftine örnektir. B₄C parçacıkları öğütmenin ilk aşamalarında Al parçacıklarına yapışırlar. Söz konusu B₄C’li Al parçacıklar da diğer yüzeylerle soğuk kaynak bağları oluştururlar. Sonuç olarak, B₄C parçacıkları Al matris içerisinde hapsolurlar. Öğütme sırasında Al matris içerisinde tutulan bu B₄C parçacıkları, matris içerisinde öğütme

sırasında oluşan değişken yüklerin neden olduğu çatlakların daha kolay yayılmasına neden olurlar. Ayrıca mekanik alaşımlandırma sürecinin neden olduğu soğuk şekillendirme de bu çatlakların yayılmasını kolaylaştırır. Bu nedenle parçacıkların mümkün olduğunca homojen dağılmasını sağlamak için öğütme süresi artırılarak tekrarlanan soğuk kaynaklanma ve kırılma işlemleriyle tane boyutunun küçültülmesi sağlanır.

Abdoli, Asgharzadeh ve Salahi [67], yüksek enerjili öğütme ve takip eden sinterleme işlemi ile Al-AlN nano yapıli kompozit malzemeler elde etmişlerdir. Çalışmada, yüksek saflıktaki Al tozları ağırlıkça % 2,5, % 5 ve % 10 oranlarında AlN tozları ile karıştırılmışlardır. Öğütme işlemi, gezegen tip öğütücü ile sertleştirilmiş çelik havan ve paslanmaz çelik bilyalar kullanılarak oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir.

Tozlar, kararlı hale ulaşmak için 25 saat boyunca öğütülmüşlerdir. Şekil 1.10' da görüldüğü gibi öğütmeden sonra hemen hemen aynı şekle sahip parçacıkların gözlemlenmesi 25 saatlik öğütme süresinin kararlı yapıya ulaşmak için yeterli olduğunu ispat etmektedir. Tablo 1.2'de ise farklı bileşimdeki tozların tane boyutları ve mikrosertlik değerleri görülmektedir. Görüldüğü gibi Al matrisin tane boyutu yüksek enerjili öğütme işlemi boyunca artmaktadır. Çalışmanın ilgi çekici bir başka sonucu ise öğütülmüş Al'un mikrosertliğinin öğütülmemiş Al'a göre yaklaşık 3.5 kat artmış olmasıdır. Ayrıca kompozit malzemelerin mikrosertlik değerleri de artan AlN oranı ile artış göstermiştir.

Abdoli ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen benzer bir çalışmada ise [68], benzer özelliklerdeki Al-AlN nanokompozitlerinin sinterlenme davranışlarına basıncın ve takviye elemanının etkisi incelenmiştir. Öğütme işlemi önceki çalışmaya [67] benzer koşullarda ve hacim oranlarında gerçekleştirildikten sonra sıkıştırılmış numuneler, 62.5, 125, 250, 375, 500, 625, 750 ve 875 MPa basınç altında hazırlanmıştır. Sıkıştırılan numunelerin mikro sertlik ölçümleri 10 g yük altında gerçekleştirilirken yoğunluk ölçümleri ise Arşimet prensibi ile yapılmıştır. Çalışmada AlN içeriğinin artması ile akma mukavemetinin de arttığı açıkça görülmektedir.



Şekil 1. 10. 25 Saat öğütme sonrasında tozların morfolojisi (a) Al (b) Al-% 2,5 AlN (c) Al-% 5 AlN (d) Al-% 10 AlN [67].

Tablo 1. 2. 25 Saat Boyunca Öğütülen Tozların Tane Boyutu ve Vickers Mikrosertlik Değerleri [67].

Malzeme	Tane Boyutu (nm)	Mikrosertlik (HV _{0,01})
Al (Öğütülmemiş)	343	23
Al (Öğütülmüş)	97	108
Al-%2,5 AlN	66	133
Al-%5 AlN	60	140
Al-%10 AlN	43	149

El-Eskandarany [69], Alüminyum matrisi % 2, % 5, % 7 ve % 10 gibi farklı oranlarda SiC ile takviyelendirilerek argon atmosferi altında mekanik alaşımlandırma yöntemi ile karıştırmıştır. Öğütülen tozlar daha sonra planetary tip öğütücü ile paslanmaz çelik hazne ve bilyalar kullanılarak 20:1 şarj oranı ve 200 d/d devir sayısı ile öğütülmüşlerdir. Sistemde herhangi bir süreç kontrol etkeni kullanılmamıştır. Sistem her 30 dakikada bir durdurularak öğütme işlemine devam etmek için hazne sıcaklığının oda sıcaklığına

düşmesi beklenmiştir. Sonuç olarak yaklaşık 24 saat boyunca öğütülen tozlar, 19,6-38,2 MPa basınç aralığında 550 °C’de 5 dakika boyunca sinterlenmişlerdir.

Sinterleme, Plazma ile Aktive Edilmiş Sinterleme (PAS) yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Hem öğütülmüş tozlar hem de sinterlenmiş numuneler SEM, TEM, X-RD analizlerine tabi tutulmuşlardır. Elde edilen yapının yoğunluğu Arşimet prensibi yardımıyla değerlendirilirken sertlik ölçümleri ise 10 Kg yük altında Vickers metodu kullanılarak ölçülmüştür. X-RD sonuçları değerlendirildiğinde başlangıçta Al ve SiC’e ait kaba çok kristalli sınırlardan kaynaklanan keskin piklerin öğütme prosesi sonrasında genişlediği görülmüştür. Bu durum öğütme prosesi sonrasında Al/SiCp nanokompozitinin oluşmasının bir sonucudur. SEM görüntüleri incelendiğinde, mekanik alaşımlandırma prosesinin başlangıç aşamalarında tozların hem şekil hem de boyut açısından rastgele dağılım gösterdiği görülmektedir. Başlangıç mikroyapısındaki yumuşak Al toz parçacıkları, öğütme araçlarının neden olduğu darbe ve kesme kuvvetlerinden kaynaklanan pekleşme nedeniyle ilk 1 saatlik öğütme sonrasında kümeleşme ve daha büyük boyutta ($\approx 1000 \mu\text{m}$) taneler oluşma eğilimindedir. Öğütmenin bu aşamasında sert SiC parçacıkları yumuşak Al matrise rastgele gömülmüş halde bulunurlar. Al parçacıklarının tersine, SiC partikülleri küresele yakın geometrideki daha küçük partiküllere ayrılma eğilimindedirler. Takip eden süreçte (6-12 Saat) kümeleşen parçacıkların da ayrışmasıyla tane boyutunun oldukça geniş bir aralıkta değişmeye başladığı görülmüştür. Mikroyapı konusunda daha detaylı bilgi edinebilmek için numunelerden TEM görüntüleri de alınmıştır. TEM analizleri sonucunda öğütme boyunca Al_4C_3 ya da Si gibi reaktif bir ürünün oluşmadığı, 24 saat öğütme sonrasında elde edilen yapının ise Al matris ve SiC takviye elemanı içeren tipik bir nanokompozit olduğu bildirilmiştir. Toz halindeki malzemeler sıkıştırıldıktan sonra hem yoğunlukları hem de sertlik değerleri takviye elemanının hacim oranının bir fonksiyonu olarak ölçülmüştür. Sonuç olarak her iki değerin de artan SiC hacim oranı ile arttığı ifade edilmiştir.

Abenojar ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen çalışmada [70]; alüminyum ana fazı %10 oranında B_4C ile takviye ederek planetary tip öğütücü ile 12 saat boyunca öğütmişlerdir. Çalışma esnasında 10:1 şarj oranı ile öğütülen tozlar farklı basınç ve sıcaklıklarda sinterlenerek basınç ve sıcaklığın eğilme mukavemeti üzerindeki etkisi

incelenmiştir. Tozlar, sinterleme işlemi öncesi 500, 600 ve 700 MPa basınç altında sıkıştırılmış ve yoğunlukları ölçülmüştür. Beklendiği gibi en yüksek yoğunluk değerleri en yüksek sıkıştırma basıncında (700 MPa) elde edilmiştir. Daha yüksek sıkıştırma basıncı değerleri malzemede daha iyi sıkışmaya neden olduğundan malzemenin eğilme dayanımı da artmaktadır. Bu nedenle sinterleme sıcaklığının etkisini tespit etmek için yapılacak çalışmalarda sıkıştırma basıncı 700 MPa olarak sabit tutularak tozlar 600 °C, 610 °C, 620 °C, 635 °C ve 650 °C’de sinterlenmişlerdir. Sinterleme atmosferi $N_2/10H_2/0.1CH_4$ ’ten oluşmaktadır. Sonuç olarak farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş numuneler arasında yoğunluk açısından belirgin bir fark görülmezken en iyi mekanik özellikler 635 °C’de sinterlenmiş numunede tespit edilmiştir.

Nie ve arkadaşları ise yaptıkları çalışmada [71], 27 µm boyutundaki Al matris ile yaklaşık 7 µm boyutundaki elementel tozlar, paslanmaz çelik hazne ve 10 mm çapında paslanmaz çelik bilyalar kullanılarak gezegen (planetary) tip öğütücü ile öğütmüşlerdir. Öğütme sırasında şarj oranı ve devir sayısı parametreleri sırasıyla 20:1 ve 250 d/d olarak belirlenmiştir. Öğütme işlemi Argon gazı atmosferi altında, süreç kontrol etkeni olara % 2 stearik asit ilavesi ile gerçekleştirilmiştir. 5 saat boyunca öğütülen elementel tozlar, 400 MPa basınç altında soğuk preslendikten sonra 300 MPa basınç ve 570 °C sıcaklık altında sıcak preslenmişlerdir. Elde edilen numuneler daha sonra 480 °C’de 10:1 oranı ile ekstrüze edilmişlerdir. İşlemler sonrasında elde edilen yapı TEM ve optik mikroskop yardımıyla mikroyapı incelemesine tabi tutulmuştur. Alınan görüntüler üzerinde yapılan incelemeler sonrasında mekanik alaşımlandırma ve sıcak ekstrüzyon işlemleri ile B_4C parçacıklarının Al matris içerisinde üniform olarak dağılmasının sağlandığı bildirilmiştir. Mekanik alaşımlandırma tekniği, yaygın olarak kullanılan alaşımlandırma teknikleri ile kıyaslandığında takviye elemanlarının matris içerisinde daha üniform dağılımına yardım eder. Çalışmada ayrıca mekanik alaşımlandırma yöntemi, ara fazın durumu açısından da değerlendirilmiş ve yöntemin takviye elemanı ile anafazın birbirine daha güçlü tutunmasını sağladığı belirtilmiştir.

Kubota tarafından gerçekleştirilen bir başka çalışmada [72], takviye elemanı olarak % 12,5, 37,5 ve 62,5 oranlarında B_4C içeren Al matrisli kompozitin katı hal reaksiyonları incelenmiştir. Başlangıç malzemeleri % 99,9 saflıkta Al ve % 99,5 saflıkta B_4C olup tane boyutları sırasıyla 100 µm ve 45 µm’dur. Öğütme işlemi Ar atmosferi altında

stearik asit katkısı ile gerçekleştirilmiştir. Şarj oranı 7:1 olarak seçilmiş olup SPEX çalkalamalı tip öğütücü kullanılmıştır. Öğütülen tozlar, 873 K'de 49 MPa basınç altında SPS (Kıvılcım Plazma Sinterleme) yöntemi ile sinterlenmiştir. X-RD analizleri ve mikrosertlik ölçümleri hem elde edilen tozlar hem de SPS (Kıvılcım Plazma Sinterleme) yöntemi ile sinterlenen numuneler üzerinde gerçekleştirilmiştir. Mikrosertlik ölçümleri yapılırken toz numunelere 98 mN, sinterlenmiş numunelere ise 9,8 N yük uygulanmıştır. Farklı takviye oranlarına sahip numunelerin hepsinin mikrosertlik değerlerinin 4 saat öğütmeden sonra arttığı görülmüştür. Sertlikteki bu artışın yalnızca mekanik alaşımlandırma yönteminin neden olduğu gerilimden değil aynı zamanda takviye elemanının Al matris içerisindeki homojen dağılımından da kaynaklandığı düşünülmektedir. 4 saat boyunca öğütülen ve sonra 573-873 K sıcaklık aralığında 24 saat ısıtılma tabii tutulmuş numuneler incelendiğinde sıcaklık arttıkça sertlik değerinin de arttığı görülmüştür. Ancak Al-% 62,5B₄C bileşimine sahip numunenin mikrosertlik değerinin sıcaklık 873 K'e kadar çıkarken çok daha fazla artış gösterdiği görülmüştür

Topçu ve arkadaşları, yaptıkları çalışmada ağırlıkça % 5-20 arasında farklı oranlarda B₄C içeren Al matrisli kompozitin mekanik özelliklerini incelemişlerdir [73]. B₄C partiküllerinin öğütme öncesi tane boyutu yaklaşık olarak 10 µm'dur. Öğütme süresi, şarj oranı ve devir sayısı parametreleri ise sırasıyla 8 saat, 6:1 ve 400 d/d olarak belirlenmiştir. Elde edilen kompozit yapının mikroyapı ve faz incelemeleri SEM ve XRD analizleri yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Sinterlenme işlemi ise 250 MPa basınç altında 600, 625 ve 640 °C gibi 3 farklı sıcaklıkta gerçekleştirilmiştir. Sinterlenen tozların mekanik özellikleri sertlik ölçümü, darbe testleri ve sürünme testleri yardımıyla tespit edilmiştir. SEM incelemeleri, önceki çalışmalara benzer şekilde mekanik alaşımlandırma prosesinin B₄C parçacıklarının alüminyum matris içerisinde homojen dağılmasına yardımcı olduğunu ortaya koymuştur. Ancak, bununla birlikte B₄C partiküllerinin etrafında boşluklar da gözlenmiştir. Farklı bileşimlerde olan ve farklı sıcaklıkta sinterlenen numunelerin Vickers sertlik değerleri ölçülmüştür. Artan takviye elemanı hacim oranının ve artan sinterleme sıcaklığının numunelerin sertlik değerlerinin artmasına neden olduğu görülmüştür. Ancak % 15 ve daha fazla B₄C içeren numunelerde 625 °C'nin üzerinde sinterleme sıcaklığının etkisini kaybettiği gözlenmiştir. Sertlik ölçümlerine benzer şekilde darbe enerjileri de değişen hacim

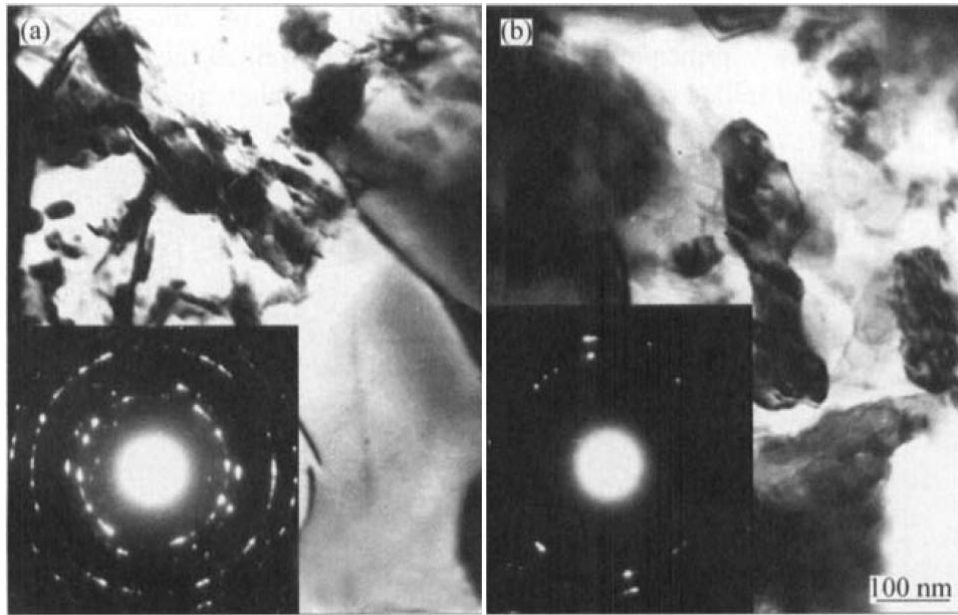
oranının ve değişen sinterleme sıcaklığının bir fonksiyonu olarak verilmiştir. Artan hacim oranı ve artan sinterleme sıcaklığı darbe direncinde azalmaya neden olmuştur. Ancak, sertlik değerlerine benzer şekilde % 15 oranından sonra sinterleme sıcaklığının etkisini kaybettiği gözlenmiştir. Sürünme testleri, 650 °C’de 1 saat boyunca sinterlenmiş numuneler üzerinde; 400 ve 450 °C sıcaklıklar altında 6 saat boyunca gerçekleştirilmiştir. Sürünme testlerine ait sonuçlar incelendiğinde gerilimin uygulanmasından hemen sonra lineer bir bölge ile takip edilen ani bir nonlinear deformasyon görülmüştür.

Wan-Li gerçekleştirdiği çalışmada [74], bilyalı öğütme ve sıcak presleme metotlarıyla Al/SiC nanokompozitlerinin elde edilmesini incelemiştir. Yapılan çalışmada yüksek saflıktaki Al tozları ile birlikte tane boyutları sırasıyla 45 µm ve 20-50 nm olan iki farklı SiC tozundan faydalanılmıştır. Öğütme işlemi için gezegen tip öğütücü kullanılmış olup öğütme Ar atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. 10 saat süren öğütme işlemleri sırasında sistem periyodik olarak öğütme işlemine devam etmeden önce hazne sıcaklığının oda sıcaklığına düşmesi beklenmiştir. Öğütme işlemi sonrasında elde edilen numuneler Ar atmosferi altında 10-100 MPa arasında değişen basınçlarla ve 723-873 K arasında değişen sıcaklıklarda sıcak preslenmişlerdir. Farklı süreler boyunca öğütülen tozlar ve sinterlenmiş kompozit yapılar daha sonra FE-SEM (Field Emission Scanning Electron Microscopy) ve TEM analizlerine tabi tutulmuşlardır. Öğütme esnasında mikroyapı değişimini daha detaylı inceleyebilmek için ise söz konusu karışımın SADP (Selected Area Diffraction Pattern) görüntüleri alınmıştır (Şekil 1.11).

Al/SiC(45 µm) ve Al/SiC_N (20-50 nm) tozlarının her ikisi de %10 oranında kullanılmış olup tane boyutu incelemeleri için her iki gruptan da farklı süreler boyunca öğütülen numuneler alınmıştır. Sonuç olarak, öğütmenin başlangıç aşamalarında (2 saat), boyutları 5-200 µm arasında değişen toz kümelerinin olduğu görülmüştür. Bu durum, parçacıkların tekrarlanan soğuk kaynak mekanizmasının sonucu olarak yapışmasının bir sonucudur. Her iki yapıdan öğütme sonrası alınan görüntüler kıyaslandığında Al/SiC_N’ün tane boyutunun Al/SiC’den daha büyük olduğu görülmüştür. Bununla birlikte daha yüksek büyütme oranlarında alınan resimlerde 20-50 nm boyutundaki oldukça fazla sayıda parçacığın Al matris içerisinde homojen olarak dağıldığı

gözenlenmektedir. İki mikroyapı arasındaki bu fark, SiC_N (nano boyutlu) partiküllerinin Al matris içerisine çok daha kolay gömüldüğünü göstermektedir.

SiCp/Al üzerinde yoğunlaşmış başka bir çalışmada Zhang ve arkadaşları [75], 6 μm boyutundaki Al tozlarını matris olarak ve 5 μm boyutundaki SiC partiküllerini ise takviye elemanı olarak kullanmışlardır. Al tozlarının % 20 hacim oranındaki SiC parçacıkları ile karıştırılması iki ayrı karıştırma tekniği kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yöntemlerden ilki Al-SiC partiküllerini mekanik bir karıştırıcı kullanarak konik bir kapta, diğer yöntem ise gezegen tip öğütücü yardımıyla WC hazne içerisinde MA prosesi ile 8:1 şarj oranı ile çapları 3-8 mm arasında değişen Al_2O_3 bilyalar kullanılmıştır. Her iki karıştırma işlemi de Ar atmosferi altında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 1. 11. 10 Saat Öğütülmüş (a) Al/SiCN (b) Al/SiC Partiküllerinin TEM ve SADP Görüntüleri [74].

Elde edilen tozlar, 40 mm çapındaki grafit kalıp yardımıyla SPS (Spark Plasma Sintering-Kıvılcım Plazma Sinterleme) yöntemiyle 25 MPa basınç altında sinterlenmişlerdir. İlk yöntemle karıştırılan tozlar 570 ve 590 $^{\circ}\text{C}$ 'de; MA yöntemi ile karıştırılan kompozitler ise 590 $^{\circ}\text{C}$ 'de 5 dakika sinterlenmişlerdir. Elde edilen kompozitlerin yoğunlukları Arşimed prensibi ile tespit edilirken mikroyapı incelemeleri ise SEM vasıtasıyla yapılmıştır. Kompozitler ayrıca dinamik ve statik basma testlerine

tabi tutulmuşlardır. Yapılan testler neticesinde, sinterleme sıcaklığının kompozitin yoğunluğunu belirgin olarak etkilediği görülmüştür. Tam olarak sıkıştırılmamış kompozitlerin zayıf mekanik özelliklere sahip olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, söz konusu özelliklerin toz karışımı oluşturulurken MA prosesinin kullanımı ile geliştirilebileceği sonucuna varılmıştır. Bunun nedeni, hem kompozitlerin mikroyapılarının hem de Al matrisin pekleşme davranışının MA prosesi ile iyileştirilebilmesidir.

Esrada-Guel ve arkadaşları [76], alüminyum matris içerisinde grafit nanoparçacıkların dağılımını inceledikleri çalışmada elementel tozlarla hazırlanmış %5.6Zn, % 2.5 Mg, %1.6 Cu, % 0.23 Cr kimyasal bileşimine sahip Al 7075 alaşımından faydalanmış ve bu alaşımı % 0-2 oranında grafit nano parçacıklar (GNP) ile kuvvetlendirmişlerdir. Kullanılan grafit nano tozlar, 20-30 nm boyutunda olup SPEX çalkalamalı tip öğütücü ile mekanik alaşımlandırma ile elde edilmişlerdir. Al 7075 ve nano grafit parçacıkların karışımı 30 dakika boyunca ön karışım işlemine tabi tutulduktan sonra argon atmosferi altında 3 farklı süre boyunca (2.5, 5 ve 10 saat) öğütülmüşlerdir. Öğütme işlemi için 20:1 bilya/toz oranı ile paslanmaz çelik hazne ve bilyalar kullanılmıştır.

Toz halindeki numunelerin 465 MPa basınç altında preslenmesiyle elde edilen ara ürünler Ar gazı altında 523 K'de 1 saat süreyle ve 773 K'de 2 saat süreyle sinterlenmişlerdir. Sinterlenmiş numuneler, 800 K sıcaklıkta 30 dakika bekletildikten sonra sıcak olarak ekstrüze edilmişlerdir. Ekstrüze edilmiş numuneler daha sonra çekme testlerine ve sertlik ölçümlerine tabii tutulmuşlardır.

Elde edilen sonuçlar Tablo 1.3'te gösterilmiştir. Çekme testi sonuçlarında da görülebileceği gibi öğütme işlemi, saf numunelerle kıyaslandığında çekme gerilmesinde yaklaşık olarak % 40'lık bir artışa ve toplam şekil değişiminde ise kayda değer bir azalmaya neden olmaktadır. Bu sonucun muhtemel nedeninin alüminyum matris içerisindeki sert fazların varlığından kaynaklanan gerilme birikimi olduğu düşünülmektedir.

Mekanik olarak alaşımlandırılmış ve ekstrüze edilmiş numunelerin sertlik değerleri, başlangıçta basit olarak karıştırılmış numunelerden yaklaşık olarak % 20 daha fazladır.

Ayrıca, yalnızca mekanik alaşımlandırılmış kompozitlerin çekme özelliklerinin eklenen grafit ile azaldığı görülmüştür.

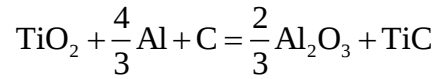
Tavoosi ve arkadaşları [77], Al-%13,8 Zn/% 5 Al₂O₃ nanokompozit elde etmek için 50-70 µm boyutundaki Al ile % 13,8 hacim oranında 250 nm boyutundaki ZnO bileşimini gezegen tip öğütücü kullanarak farklı sürelerde öğütmüşlerdir. Öğütülen tozlar, 400 ve 500 °C’de ve 400 MPa sabit basınç altında HIP yöntemi ile kompozit hale getirilmişlerdir. Diğer çalışmalardan farklı olarak öğütülen tozlar, HIP’den önce 200 MPa basınç altında soğuk preslenerek 10 mm çapındaki diskler haline getirilmişlerdir. Yapısal değişimleri gözlemleyebilmek için öğütülen tozlara X-RD ve SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) analizleri uygulanmıştır. Ayrıca, Al-ZnO yer değiştirme reaksiyonuna öğütmenin etkisini gözlemek için DTA (Diferansiyel Termal Analiz) yönteminden faydalanılmıştır. 60 saatlik öğütme sonrasında elde edilen Al₂O₃ taneciklerinin boyutlarının yaklaşık olarak 25 nm olduğu görülmüştür.

Tablo 1. 3. Ekstrüze Edilmiş Çubukların Mekanik Özelliklerinin Değişimi [76].

GNP (%)	Öğütme Süresi (saat)	Akma Dayanımı (MPa)	Çekme Dayanımı (MPa)	Sertlik (HB)
0	0	185,25	283,71	101,0
0	2,5	225,46	351,48	99,2
1	2,5	229,97	352,92	100,8
2	2,5	238,01	364,59	97,0
0	5	182,56	352,66	108,5
1	5	197,17	380,28	111,7
2	5	214,82	410,50	100,3
0	10	211,97	400,86	108,8
1	10	167,40	236,94	125,2

Zakeri ve arkadaşları [78], Al₂O₃-TiC seramik matrisli nanokompoziti, TiO₂’in alüminyum ve grafitle mekano-kimyasal indirgenmesi ile elde etmişlerdir. Çalışma sırasında öğütme süresinin, başlangıç bileşiminin ve ısıtma işlem sıcaklığının etkisi araştırılmıştır. Öğütme, gezegen tip öğütücü kullanılarak 500 d/d dönme hızı ile

gerçekleştirilmiştir. Kullanılan Al, TiO₂ ve grafit tozlarının tane büyüklükleri sırasıyla 200, 50 ve 50 µm olup tozlar, aşağıdaki temel reaksiyonu gerçekleştirmektedir;



Öğütme işlemi sırasında 10:1 şarj oranı korunarak 20 mm, 15 mm ve 10 mm çaplarında olmak üzere 3 farklı tipte bilya kullanılmıştır. Bilya boyutundaki dağılım, bilya-bilya ve bilya-cidar arasındaki çarpışmaların frekansını artırdığından öğütme işleminin enerjisinde artış sağlamaktadır. Öğütme sonrası elde edilen karışım, 600, 700 ve 800 °C’de 2 saat bekletilerek ısıtılma işlemine tabi tutulmuştur. Elde edilen tozlara uygulanan X-RD sonuçları TiC bileşiğinin 20 saatlik öğütme sonrasında başladığını ve 35 saatlik öğütme sonrasında tamamlandığını göstermektedir.

Al ve alaşımlarının yanı sıra Al’un ikili ve üçlü bileşikler de nanokompozitlerin üretimi için ana faz olarak sıkça kullanılmaktadır. Özellikle Al-Mg alaşımları yüksek korozyon dirençlerine ek olarak yüksek özgül mukavemetleri nedeniyle son yıllarda oldukça ilgi çekmektedirler ve otomotiv ve uçak endüstrisinin de içerisinde olduğu çoğu alanda kullanılmaktadırlar. Al-Aqueeli ve arkadaşları [79] tarafından yapılan çalışmada 45 µm boyutundaki Al, Mg ve Zr tozları x= % 0, 5, 20 ve 35 olmak üzere Al_{90-x}Mg₁₀Zr_x bileşimini sağlayarak Spex 8000D çalkalamalı tip öğütücü yardımıyla Ar atmosferi altında öğütülmüşlerdir. Öğütme işlemi, paslanmaz çelik havan ve bilyalarla argon atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Öğütme süresi bütün bileşimler için 9 saat olarak sabit tutulmuştur. Öğütme işlemine her 1,5 saatte bir ara verilerek havanda aşırı ısınma engellenmiştir. Öğütme işlemi ayrıca her üç saatte bir durdurularak hazne iç yüzeyine yapışan tozlar kazınmıştır. Öğütme işlemi sonrasında elde edilen tozlar 400 °C’de 1 saat tavlandıktan sonra faz karakterizasyonu için XRD ve TEM analizlerine tabi tutulmuşlardır. TEM çalışmaları, alaşımlarda elde edilen nanoyapıların parçacık boyutlarının ve kristal yapılarının karakterize edilmesinde kısmen faydalıdır. Söz konusu analizler için TEM çalışmalarına ek olarak Eşitlik 1.5’ te verilen Scherrer eşitliğinden faydalanılmıştır. Öğütülen tozlar son olarak 1 GPa basınç altında 10 dakika soğuk olarak sıkıştırıldıktan sonra mikro sertlik ölçümüne tabi tutulmuşlardır. X-RD analiz sonuçları ve Scherrer eşitliği ile hesaplanan sonuçlar değerlendirildiğinde

alaşımın Zr içeriği arttıkça kristalin boyutunun azaldığı görülmektedir. Söz konusu alaşımların mikro sertlik değerleri göz önüne alındığında ise artan Zr içeriğinin mikro sertliği artırdığı gözlenmiştir.

Mevcut Al alaşımlarının büyük çoğunluğu yüksek sıcaklıklarda tatmin edici sonuçlar göstermez ve kullanılabilirlik sınırı olarak 598 K gibi bir değer sahiptirler. Bunun nedeni Al alaşımları içerisindeki takviye elemanlarının bu sıcaklıkta çok hızlı kabalaşmaları sonucu mukavemet ve sürünme dirençlerinin azalmasıdır [80]. Nayak S.B., Pabi S.K., Murty B.S. [80] bu düşünceden yola çıkarak gerçekleştirdikleri çalışmalarında, Al_3Ni , Al_3Fe , Al_3Ti ve Al_3Zr gibi alüminatlarla takviye edilen Al alaşımlarının yüksek sıcaklıklarda da yüksek özgül dayanım gösterdiğini belirterek diğer alüminatlara göre hem daha yüksek ergime noktasına hem de daha düşük yoğunluğa sahip Al_3Ti 'u tercih etmişlerdir. Çalışmada 45 μm tane boyutuna sahip Al ve sünger şeklindeki farklı bileşimlerdeki (% 5, 10, 15, 20) Ti tozları WC hazne ve tozlar yardımıyla 20 saat boyunca öğütülmüşlerdir. Öğütme sırasında oksidasyonu engellemek için öğütme hazneleri toluen ile doldurulmuştur. Alaşımlandırılmış tozları soğuk olarak sıkıştırmak için 12 mm çapındaki kümeler 375 MPa'lık bir kuvvet uygulanmıştır. Soğuk olarak sıkıştırılan bu kümeler daha sonra Ar atmosferi altında 573-673 K arasında 2 saat sinterlenmişlerdir. Mekanik alaşımlandırılmış ve soğuk sıkıştırılmış numuneler daha sonra X-RD analizleri yardımıyla karakterize edilmişlerdir. Bu numuneler ayrıca 300 g yük altında mikro sertlik ölçümüne tabi tutulmuşlardır. X-RD sonuçları değerlendirildiğinde tane boyutunun 5 saat öğütme sonrasında 81 nm, 20 saat öğütme sonrasında ise 23 nm'ye düştüğü görülmüştür. Farklı bileşimlerdeki Al-Ti alaşımlarının 20 saat öğütme işlemi sonrasındaki tane boyutu 19-23 nm arasında değişmektedir.

Nanokompozit yapının oluşumu için gerekli olan Al_3Ti intermetalik bileşiği öğütme sonrasında ısıtıl işlem ile oluşturulmak istenmiştir. Bu nedenle bileşiğin oluşum sıcaklığının tespit edilmesi için 20 saat öğütülmüş numunelerin DSC analizlerinden faydalanılmış ve numuneler elde edilen sonuçlara göre 573 K'de ve 673 K'de 2 saat tavllanmışlardır. Söz konusu yapıların mekanik özelliklerini tespit etmek için soğuk olarak sıkıştırılmış numunelerin sertlikleri ölçülmüş ve elde edilen sonuçlar Ti içeriğinin bir fonksiyonu olarak tespit edilmiştir.

Krassen ve Suryanarayana [5] tarafından gerçekleştirilen çalışmada Ti, Al ve Si tozlarından mekanik alaşımlandırma yöntemi ile sentezlenen Ti_5Si_3 ve γ -TiAl fazlarından kompozitin çekme dayanımları üzerinde çalışmışlardır. Sıcak izostatikpresleme (HIP) ile üretilen 400 nm tane boyutuna sahip kompozit numunelerin çekme testleri, farklı sıcaklık ve farklı şekil değiştirme hızları için tespit edilmiştir. Sonuç olarak, söz konusu kompozitlerin süperplastik özelliği $4.10^{-5} s^{-1}$ şekil değiştirme hızı altında 950 °C'nin altındaki sıcaklıklarda sergilediklerini bildirmişlerdir. Uygulanan şekil değiştirme hızının düşük olmasına rağmen süperplastik davranışın 950 °C'de gözlenmiş olması ilgi çekicidir.

Mekanik alaşımlandırma esnasında gerçekleşen faz dönüşümleri ve intermetalik (ara bileşikler) de oldukça ilgi çekmektedir [81-85]. Forouzanmehr, Karimzadeh ve Enayati tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada [81], nanokristal TiAl intermetalik bileşiği Ti-%50 Al toz karışımından mekanik alaşımlandırma ve takip eden ısıtma işlemi ile sentezlenmiştir. Ortalama tane boyutları 400 ve 70 μm olan Ti ve Al tozları gezegen tip öğütücü yardımı ile sertleştirilmiş krom çelik havan ve bilyalar kullanılarak oda sıcaklığında mekanik alaşımlandırma işlemine tabi tutulmuşlardır. Tozlar, X-RD, SEM, DTA ve mikrosertlik ölçümleri aracılığıyla karakterize edilmişlerdir. Sonuç olarak, öğütmenin ilk aşamalarında Ti(Al) katı çözeltisi oluşurken daha uzun öğütme süreleri için bunu amorf faz oluşumunun takip ettiği ortaya konulmuştur. Eğer öğütmeye devam edilirse, amorf yapının aşırı doymuş Ti(Al) katı çözeltisine dönüştüğü görülmüştür.

Amorf ve aşırı doymuş Ti(Al) katı çözelti yapılarının ayrı ayrı tavlama işlemi 50 nm tane boyutuna ve 1190 HV gibi yüksek bir mikrosertlik değerine sahip TiAl intermetalik bileşiğinin oluşması ile sonuçlanmıştır. Amorf yapının ısıtılması sırasında gerçekleşen faz dönüşümleri şu şekilde sıralanabilir;

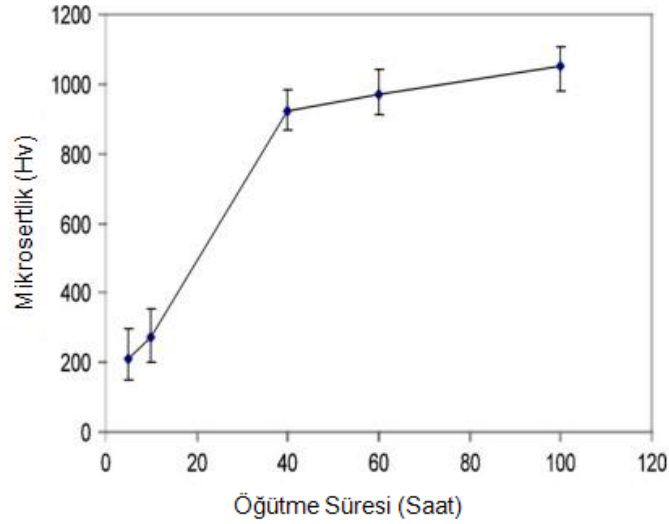
Amorf yapı → Yarı kararlı SDH yapı → Düzensiz YMK TiAl → TiAl intermetalik bileşiği

Aşırı doymuş Ti(Al) katı çözeltisi, tavlama işlemi ile TiAl intermetalik bileşiğine dönüşürken ise yarı kararlı YMK bir faz oluşur. Benzer sonuçlar Farhang, Kamali ve Samani tarafından gerçekleştirilen çalışmada da ortaya konmuştur [82].

Rafiei, Enayati ve Karimzadeh tarafından gerçekleştirilen diğer bir çalışmada [83] ise $(\text{Fe,Ti})_3\text{Al}$ intermetalik bileşiğinin MA yöntemi ile sentezlenmesi incelenmiştir. Deneysel çalışma için sırasıyla ortalama 100 μm , 50-100 μm ve 400-500 μm tane boyutlarına sahip Fe, Al ve Ti tozları $\text{Fe}_{50}\text{Al}_{25}\text{Ti}_{25}$ nominal bileşimi ile karıştırılmışlardır. Oda sıcaklığında, Ar gazı atmosferi altında gezegen tip öğütücü kullanılarak gerçekleştirilen öğütme işlemi sonucunda meydana gelen yapısal değişiklikleri tespit etmek için X-RD, SEM ve mikrosertlik ölçümlerinden faydalanılmıştır. Yapı, öğütmenin ilk aşamalarında (5 saat) Fe/Al/Ti tabakalı yapısına daha sonra ise Fe(Ti,Al) katı çözeltisine dönüşmektedir. Bu esnada tabakalar büyük ve üniform olmayan bir şekilde dağılmışlardır. Ancak 100 saatlik öğütme sonrasında tabakalar arasındaki dislokasyonların yüksek yoğunluğu $(\text{Fe,Ti})_3\text{Al}$ intermetalik bileşiminin oluşmasına öncülük eder. $(\text{Fe,Ti})_3\text{Al}$ fazı 1050 HV gibi yüksek bir mikrosertlik değerine sahiptir. Şekil 1.12’de tozların mikrosertliği öğütme süresinin fonksiyonu olarak verilmiştir. Görüldüğü gibi öğütme süresi 0’dan 40 saate artarken sertlikte belirgin bir yükselme olmakta ancak öğütme süresi 40 saatten 100 saate artarken bu artış çok daha yavaş gerçekleşmektedir.

Roy ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada [84], $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Ti}_{15}$ ortalama bileşimine sahip yüksek mukavemetli, amorf veya kısmen nanokristalli çok fazlı intermetalik bileşikler elementel tozlardan mekanik alaşımlandırma ve bunu takip eden sinterleme işlemi ile elde edilmiştir. Başlangıçta 50-100 μm tane boyutuna sahip elementel tozlar, gezegen tip öğütücü yardımıyla farklı süreler boyunca öğütülmüşlerdir. Öğütmenin ilk aşamalarında oksidasyonu ve tozların kümelenmesini önlemek için toluen kullanılarak yağ öğütme yapılmıştır. Tozlar, 8 GPa’lık yüksek basınç altında sıkıştırıldıktan sonra 300-450 $^{\circ}\text{C}$ ’de sinterlenerek numunelere basma testleri uygulanmıştır. Uygulanan X-RD ve SEM analizleri sonrasında elde edilen sonuçlar, 450 $^{\circ}\text{C}$ ’de preslenme sırasında amorf matristen sentezlenen Al_2Cu , Al_4Cu_9 ve Al_5CuTi_2 intermetalik fazları nanokristallen 400 $^{\circ}\text{C}$ ’de preslenen alaşımın amorf olduğunu ortaya koymuştur. Ayrıca, 400 $^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta preslenen numunelerde gözenekliliğin ihmal edilebilir olduğu gözlenmiştir. Bu nedenle bu numunelerin basma mukavemetleri de 1490 MPa gibi yüksek bir değerde olup 400 $^{\circ}\text{C}$ ’de preslenen numunelerin basma mukavemetlerine

oranla daha yüksektir. Bu durumun nedeni, mikroyapıda mevcut kristalin fazların gevrekliğidir.



Şekil 1. 12. Tozların Mikrosertlik Değerlerinin Öğütme Süresi ile Değişimi [83].

Manna ve arkadaşları [85] ise ≈ 50 -100 μm boyutundaki Al, Cu ve Zr elementel tozlarından faydalanarak $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{35-x}\text{Zr}_x$ ($x=5, 15$ ve 25) bileşimine sahip amorf ve/veya nanokristal ürünleri sentezlemişlerdir. Öğütme, gezegen tip öğütücülerle, WC havan ve bilyalar kullanılarak 1, 10, 30 ve 50 saatlik süreler boyunca gerçekleştirilmiştir. Öğütmenin farklı sürelerinde alınan numunelerin mikroyapıları X-RD, TEM (Transmisyon Elektron Mikroskobu) ve EDS (Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi) ile analiz edilmiştir. MA ile sentezlenen farklı alaşımlar arasında $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Zr}_{15}$ çoğunlukla amorf bir yapı sergilerken $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{30}\text{Zr}_5$ intermetalik bileşiğin nanokristalin yapı ve $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Zr}_{25}$ intermetalik bileşiği ise hem nanokristalin hem de amorf yapılardan oluşan karmaşık bir yapı sergilemektedir.

Bilindiği gibi otomotiv ve uçak endüstrisinde ağırlığı azaltıcı olarak yüksek mukavemetli, hafif alaşımlara ilgi gittikçe artmaktadır. Bu fikirden yola çıkan Sasaki T.T., Mukai T. ve Hono K. [86], yaptıkları çalışmada tane boyutu 53-106 μm arasında değişen yüksek saflıktaki Al-Fe tozlarını Al- % 5 Fe bileşiminde gezegen tip öğütücü kullanarak öğütmüşlerdir. Öğütme sırasında paslanmaz çelik havan ve bilyalar

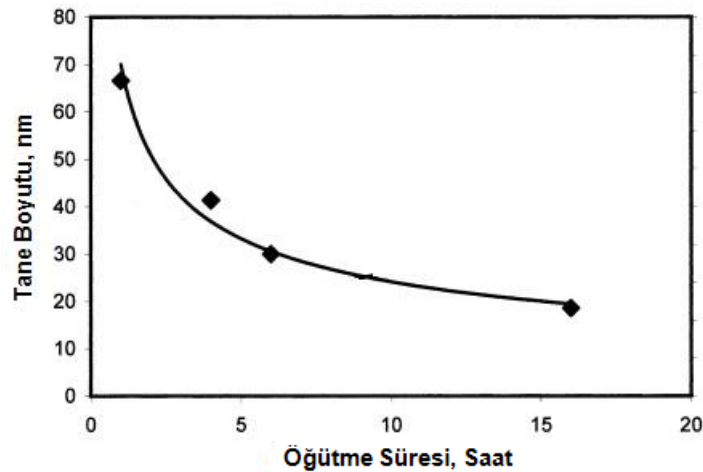
kullanılmış olup şarj oranı 10:1dir. Öğütme kabına süreç kontrol elemanı olarak % 4 etanol eklenmiştir. Öğütme işlemi sonrasında elde edilen tozlar, kıvılcım plazma sinterleme (Spark PlasmaSintering (SPS)) yöntemi ile 10 mm WC kalıp içerisinde sinterlenmişlerdir. Sinterlenen numuneler üzerinde, sertlik ölçümü, Basma testleri X-RD, SEM ve TEM analizleri gerçekleştirilmiştir.

Al-% 5 Fe için basma testleri sonrasında gerilme değerlerinin akma noktasından sonra artan uzama değerleri ile azaldığı gözlenmiştir. Söz konusu alaşım, 992 MPa gibi yüksek bir akma gerilmesi ile birlikte 1045 MPa gibi oldukça yüksek bir maksimum basma gerilmesi de göstermektedir. Elde edilen bu değer nanokristal Al-Mg alaşımlarıyla kıyaslandığında oldukça yüksektir.

Al-Fe alaşımları üzerine bir başka çalışma ise Zawrah ve Shaw tarafından yapılmış olup nanoyapılı $Al_{93}Fe_3Ti_2Cr_2$ alaşımı sentezlenmiştir [87]. Söz konusu alaşım, sırasıyla 70, 50, 30 ve 30 μm tane boyutuna sahip Al, Fe, Cr ve Ti elementel tozlarından MA prosesi ile sentezlenerek alaşımın mikroyapısı ve sertliği araştırılmıştır.

SPEX çalkalamalı tip öğütücü ile gerçekleştirilen öğütme işlemi sırasında paslanmaz çelik havan ve bilyalar kullanılmıştır. Farklı tane boyutuna sahip tozları üniform olarak öğütmek için iki ayrı çapta (5 mm ve 10 mm) bilyadan faydalanılmıştır. Oksidasyonu önlemek için öğütme işlemi glove box yardımıyla Ar gazı atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. 1, 5, 8 ve 16 saat boyunca öğütülen tozlar üzerinde SEM, X-RD ve EDS analizleri yapıldıktan sonra sertlik ölçümü için bakalite alınmışlardır.

Şekil 1.13' te tane boyutu öğütme zamanının fonksiyonu olarak verilmiştir. Sonuç olarak, sentezlenen $Al_{93}Fe_3Ti_2Cr_2$ alaşımı, nanokristalli aşırı doymuş Al esaslı katı çözeltilerinin mekanik alaşımlandırma yolu ile oluşabileceğini göstermiştir. MA yolu ile üretilen nanokristalli $Al_{93}Fe_3Ti_2Cr_2$ alaşımı üzerinde bir başka çalışma Shaw ve arkadaşları tarafından yapılmış olup alaşımın termal (ısı) kararlılığı incelenmiş ve alaşımın nano-taneciklerinin ısı kararlılığının oldukça yüksek olduğu gözlenmiştir [88].



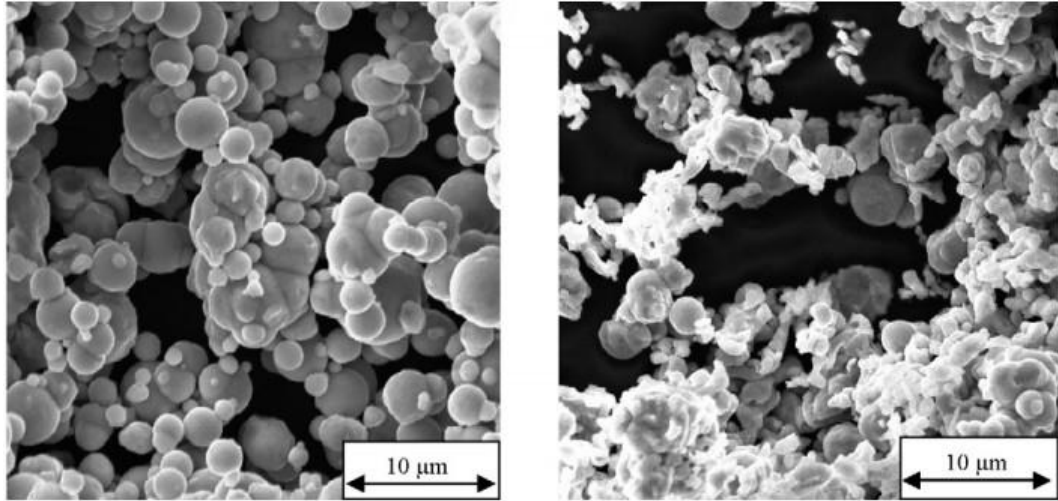
Şekil 1. 13. Al'un Tane Boyutunun Öğütme Süresi ile Değişimi [87].

Çalışmalar incelendiğinde [86-93], mekanik alaşımlandırma sistemlerinde Al'dan sonra en sık kullanılan elementin demir (Fe) olduğu görülmektedir. Özellikle nanokristalli yumuşak ferromagnetik alaşımlar üstün magnetik özellikleri nedeniyle ilgi çekmektedir [86, 87].

Hosseini ve Bahrami [89], Fe-Si-Ni nanokristalli yumuşak magnetik tozlarını MA yoluyla elde etmişlerdir. Tozlar, gezegen tip öğütücü kullanılarak 700 d/d hızla Ar atmosferi altında sürekli rejimle 35 saat boyunca öğütülmüşlerdir. % 99.9 saflıktaki tozlar farklı bileşimlerde karıştırılarak $Fe_{87}Si_{10}Ni_3$, $Fe_{79}Si_{18}Ni_3$, $Fe_{72}Si_{25}Ni_3$, $Fe_{85}Si_{10}Ni_5$, $Fe_{77}Si_{18}Ni_5$, $Fe_{70}Si_{25}Ni_5$ ve $Fe_{80}Si_{10}Ni_{10}$ bileşikleri sentezlenmiştir. Ek olarak, öğütme zamanının mikroyapı ve magnetik özellikler üzerindeki etkisini belirlemek için $Fe_{87}Si_{10}Ni_3$ sisteminin öğütülmesine 100 saat boyunca devam edilmiştir. Öğütme sonrasında ortalama 8-19 nm tane boyutuna sahip olan bileşikler, X-RD ve SEM ile karakterize edilmişlerdir. Sentezlenen bileşiklerin ayrıca koerzivite (H_c) ve maksimum doyma magnetizasyon değerleri (M_s) de incelenmiştir. Sonuç olarak koerzivite ve tane boyutunun artan öğütme zamanı ile benzer bir azalma gösterdikleri görülmüştür. Ayrıca, en yüksek doyma magnetizasyon değeri (M_s) ile en düşük koerzivite (H_c) değeri 70 saatlik öğütme sonrasında $Fe_{87}Si_{10}Ni_3$ bileşiminde görülmüştür. Kookhan ve arkadaşları [90] ise benzer bir çalışmayı tane boyutları sırasıyla 150 μm ve 10 μm olan Fe-Ni elementleri kullanarak gerçekleştirmişlerdir. Sentezlenen Fe-%10Ni ve Fe-%20Ni

bileşimli yumuşak magnetik alaşımlar yüksek enerjili öğütme ile 110 saat öğütülerek elde edilen mikroyapı X-RD ve SEM analizleri ile gözlemlenmiştir.

Fe'in mekanik alaşımlandırma prosesinde kullanımları genellikle magnetik özellikler üzerine yoğunlaşmıştır. Chermahini ve arkadaşları [91] da yaptıkları çalışmada başlangıçta sırasıyla 10 μm ve 3 μm tane boyutuna sahip Fe ve Co tozları kullanarak sentezledikleri $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ alaışımının magnetik özelliklerini incelemişlerdir. Gezegen tip öğütücü ile Ar gazı atmosferinde gerçekleştirilen 8 saat öğütme sonrasında ortaya çıkan $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ alaışımının tane boyutu yaklaşık olarak 12 nm olarak tespit edilmiştir. Şekil 1.14' te ise öğütülmemiş Fe tozlarının ve $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ bileşiğinin SEM görüntüleri verilmiştir.



Şekil 1. 14. (a) Öğütülmemiş Fe'nin (b) $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ bileşiğinin SEM Mikrografi [91].

Amini ve arkadaşları [92], MA yolu ile Fe, Cr, Mn ve N ile hazırlanan FeCrMnN alaşımlarının mikroyapısal, termal ve magnetik özelliklerini incelemişlerdir. Gezegen tip öğütücü yardımıyla N_2 gazı atmosferi altında gerçekleştirilen öğütme işlemi 24 saatlik zaman aralıklarıyla (24, 48, 72, 96, 120 ve 144 saat) devam etmiştir. Sentezlenen tozların yapısal özellikleri daha önceki çalışmalara benzer şekilde X-RD, SEM ve DSC yardımıyla analiz edilmiştir. Magnetik özelliklerin tespiti için de VSM (Vibrating Sample Magnetometer)den faydalanılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre düşük öğütme sürelerinde mikroyapı, nanokristaller ve ostenit fazlarından oluşmaktadır. Devam

eden MA prosesi ile amorf fazın miktarı ve homojenliği artmaktadır. 120 saat ve üzerindeki öğütme sürelerinde yapı tamamen amorf hale gelmiştir. Tablo 1.4’ te farklı öğütme süreleri için bileşim ve fazların (ferrit-ostenit) tane boyutları verilmiştir.

Tablo 1. 4. Farklı Öğütme Süreleri için Bileşim ve Tane Boyutu Değerleri [92].

Öğütme Süresi (Saat)	Bileşim (% Ağırlık)					Tane Boyutu (nm)	
	Fe	Cr	Mn	N	O	Ferrit	Ostenit
24	69,12	17,98	11,91	0,71	0,28	21	17
48	68,46	11,87	11,77	1,63	0,27	14	11
72	67,85	17,74	11,69	2,42	0,3	11	9
96	66,93	17,71	11,56	3,51	0,29	10	8

Mekanik alaşımlandırma yolu ile nanokristalli demir esaslı alaşımların sentezlenmesi üzerine bir başka çalışma Yang ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilmiştir [34]. Çalışmada, başlangıçta 75 µm tane boyutuna sahip Fe ve Cu tozları gezegen tip öğütücü ile WC hazne ve bilyalar kullanılarak 10, 20, 40, 80 ve 160 saat boyunca öğütülerek nanokristalin Fe₆₀Cu₄₀ alaşımı sentezlenmiştir. Öğütme sonrası uygulanan X-RD analizlerinin sonuçları, 160 saat öğütmeden sonra malzemenin tek fazlı YMK Fe₆₀Cu₄₀ bileşiminden oluştuğunu göstermektedir. Analizler sonucu sentezlenen alaşımın tane boyutu ise 13 nm olarak tespit edilmiştir.

Daha önce de bahsedildiği gibi hemen her türlü malzeme toz haline getirilebildiğinden mekanik alaşımlandırma yöntemi oldukça geniş yelpazede uygulama alanı bulmaktadır. MA çalışmalarında en sık gözlemlenen Al ve Fe esaslı alaşımlara ek olarak çok sayıda elementi MA yolu ile öğütülerek farklı nanoyapılar geliştirilmiştir. Enayati, Aryanpour ve Ebnonnasir [35], iki ayrı tipte öğütücü kullanarak WC-Co nanoyapılı tozlarını sentezlemişlerdir. Farklı araştırmacılar tarafından gerçekleştirilen çalışmalarda, benzer yöntemlerle sentezlenen W-Cu nanokompozitin sentezlenmesi ve sentezlenmesi sırasında mekanik kuvvetlerin etkisi incelenmiştir [94, 95].

Liu ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen iki farklı deneysel çalışma ise nanokristalin RuAl alaşımının sentezlenmesi ve termal kararlılığı üzerine

yoğunlaşmıştır [96, 97]. Aynı araştırmacılar, Ru-Al ikili sistemine Ni ilavesi ile nanokristalin yapının değişimini ve termal kararlılığını da gözlemlemişlerdir [98]. Bunlara ek olarak Mg'un farklı elementlerle mekanik yöntemlerle alaşımlandırılması sonucu, nano yapılı MgB_2 [99], Mg_2NiH_x [100], $Mg_{1,2}M_{0,1}$ (M:Ti, Zr, V) [101], Mg-Tm (Tm:Co, Fe) [102], Mg_2Ni [103] ve Mg_3X_2 (X:Bi, Sb) [104] bileşikleri sentezlenmiştir.

Ni-Fe sistemini göz önüne alarak mevcut deneysel çalışmalar incelendiğinde mekanik alaşımlandırma yönteminin hem Ni-Fe [105], Ni-Fe-Co [106] gibi basit yapıların hem de Fe-Cr-Al/%30TiB₂ [107] gibi karmaşık sistemlerin elde edilmesinde etkili bir yöntem olduğu görülmektedir. Ayrıca CdSe [108], CdTe [109] Bi₂Te₃ [110] ve Mo(Si,Al)₂-ZrO₂ [111] bileşikleri de mekanik alaşımlandırma yolu ile sentezlenebilen nano yapılı bileşikler arasındadır. Ayrıca son yıllarda MA prosesi ile Ti-Ni şekil hafızalı alaşımlarının elde edilmesi üzerine yapılan çalışmalar da artmıştır [112-119].

Öte yandan, mekanik alaşımlandırma yöntemi ile üretilen nanokompozit yapıların termofiziksel özellikleri de çeşitli araştırmacılar tarafından değerlendirilmiştir [120-123]. Korsunsky ve arkadaşları [120], yaptıkları çalışmada ortalama 20-30 µm tane boyutuna sahip Al, Cu ve Fe alaşımlarını Ar atmosferi altında gezegen tip öğütücü yardımıyla öğüterek elde ettikleri Al₆₅Cu₂₃Fe₁₂ alaışımının ısı genleşme katsayısını tespit etmişlerdir. Song, Wang ve Zhou [121] ise TiC ile takviyelendirilmiş W esaslı kompozitlerin termomekanik özelliklerini araştırmışlardır. Yang ve arkadaşları tarafından benzer şekilde gerçekleştirilen diğer bir çalışmada ise [122], yaklaşık olarak 70 µm tane boyutuna sahip Co, La, Fe ve Sb elementleri kullanılmış ve sentezlenen alaışımın ısı iletkenlikleri test edilmiştir. Liu ve Li tarafından gerçekleştirilen çalışmada ise mekanik alaşımlandırma yolu ile elde edilen Bi_{0.85}Sb_{0.15} bileşiğinin ısı iletkenliği incelenmiştir [123].

Mekanik alaşımlandırma prosesi üzerine yapılan çalışmalar arasında deneysel çalışmaların yanı sıra analitik ve nümerik çalışmalar da dikkat çekmektedir [124, 125]. Pabi ve arkadaşları yaptıkları çalışmada [124], mekanik alaşımlandırma kinetiklerinin mekanik modelini kurmuşlardır. Das ve arkadaşları tarafından gerçekleştirilen benzer bir çalışmada ise [125], gezegen tip öğütücü yardımıyla öğütülen Cu-Al tozlarının difüzyon kinetikleri incelenmiştir.

2. BÖLÜM

GEREÇ VE YÖNTEM

2.1. Mekanik Alaşımlandırma ve Proses Değişkenleri

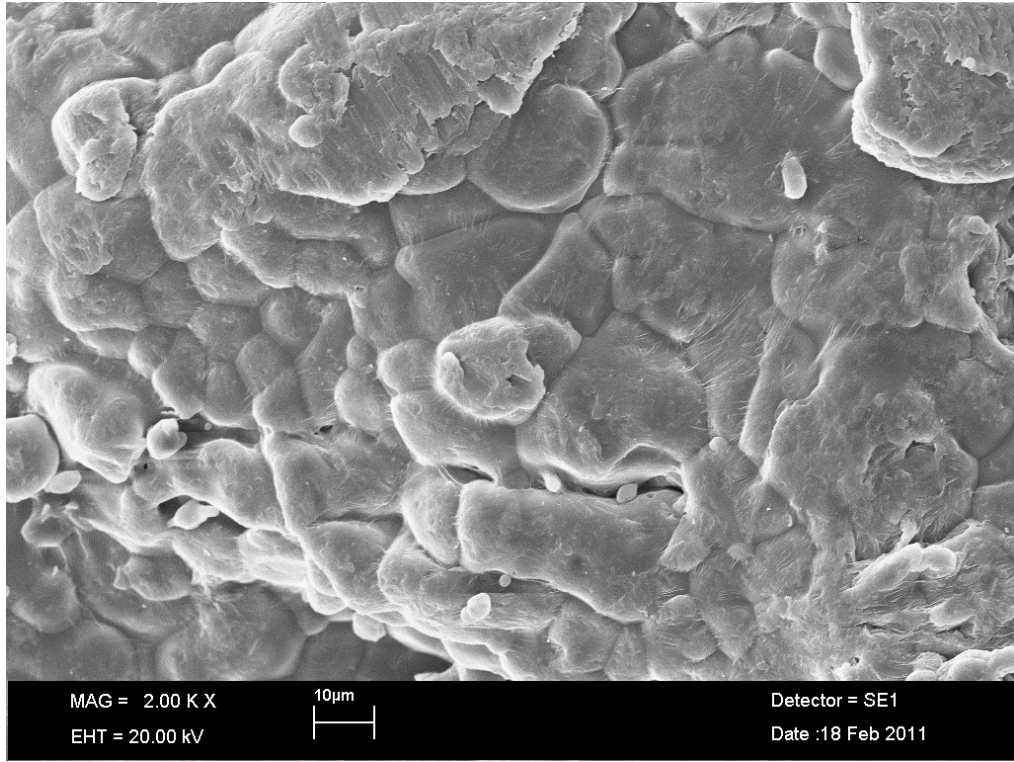
Tez çalışmasında mekanik öğütme yolu ile alüminyum matrisli seramik takviyeli kompozit toz üretimi amaçlanmıştır. Deneysel çalışmalar için yüksek saflıkta ve farklı oranlarda Al, Al_2O_3 , SiC ve B_4C tozları planetary tip öğütücü ile öğütülmüştür. Öğütülen kompozit tozlar daha sonra karakterizasyon işlemlerine tabi tutulmuşlardır.

2.1.1. Öğütülen Malzemeler

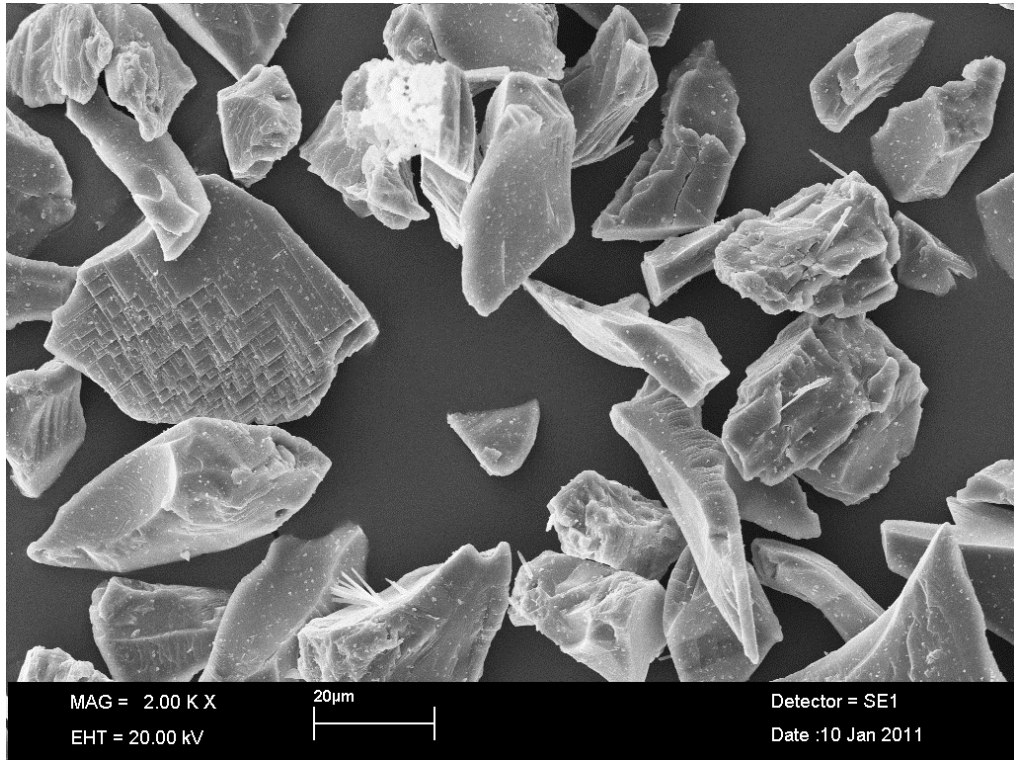
Deneysel çalışmalarda matris malzemesi olarak % 99,8 saflıkta, 44-420 μm (-40+325 mesh) tane boyutuna sahip alüminyum tozu (Alfa Aesar, Al 00010) kullanılmıştır. Takviye elemanı olarak ise Al_2O_3 , SiC ve B_4C seramik tozları kullanılmıştır. Kullanılan tozların özellikleri Tablo 2.1’ de verilmiştir. Şekil 5.1, Şekil 5.2, Şekil 5.3 ve Şekil 5.4’te ise öğütülmemiş Al_2O_3 , SiC ve B_4C tozlarının SEM görüntüleri sırasıyla verilmiştir.

Tablo 2. 1. Kullanılan Tozların Özellikleri.

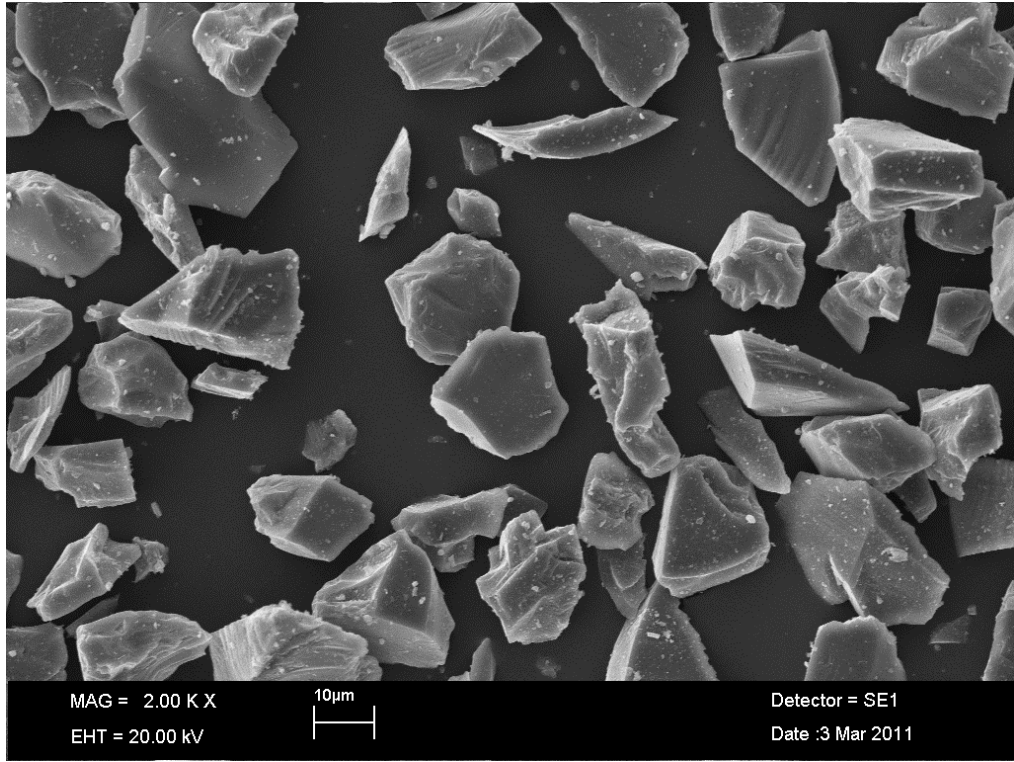
Toz	Ürün Kodu	Tane Boyutu (μm)	Saflık (%)	Yoğunluk (g/ml)	Sertlik (HV)
Al_2O_3 (AEE)	AL 602	44	99,9	3,95	2100
SiC (Aldrich)	357391	37	$\geq 97,5$	3,22	2600
B_4C (Alfa Aesar)	10922	22-59	99+	2,52	4000



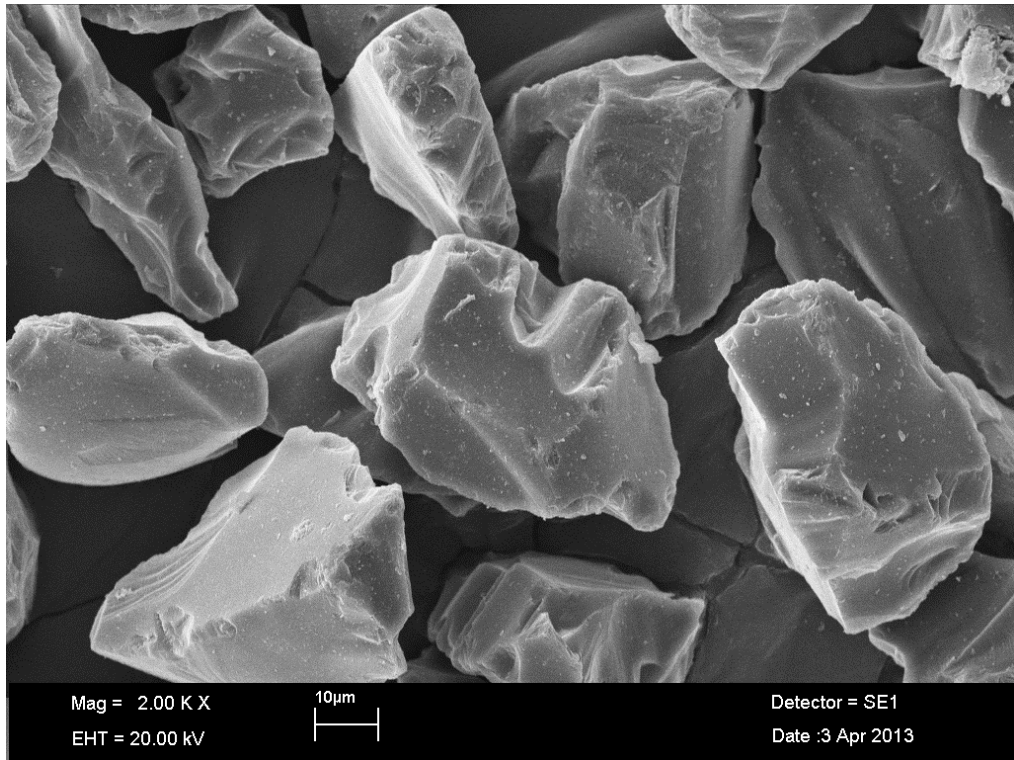
Şekil 2. 1. Öğütülmemiş Al Tozunun SEM Görüntüsü.



Şekil 2. 2. Öğütülmemiş Al₂O₃ Tozunun SEM Görüntüsü.



Şekil 2. 3. Öğütülmemiş SiC Tozunun SEM Görüntüsü.

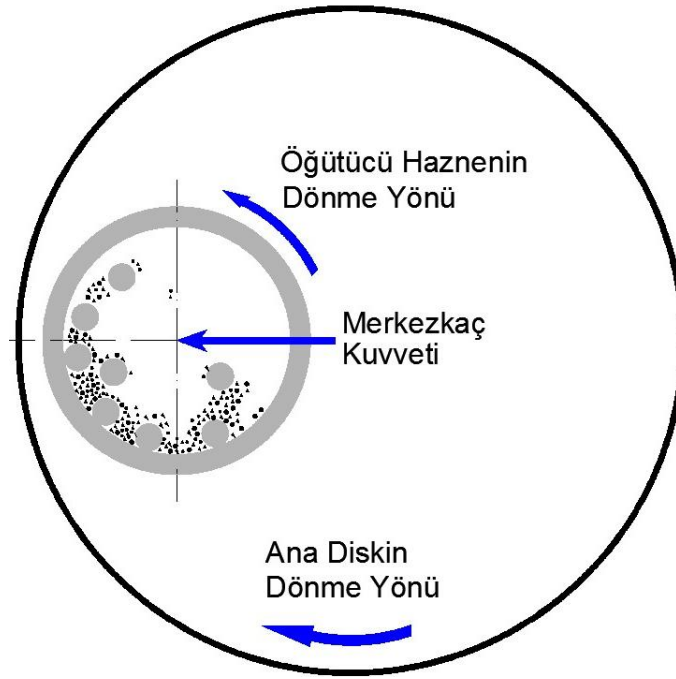


Şekil 2. 4. Öğütülmemiş B₄C Tozunun SEM Görüntüsü.

Öğütme işlemleri sırasında takviye elemanları Al matris içerisine ağırlıkça % 5, % 10, % 15 ve % 20 gibi değişen oranlarda eklenmişlerdir.

2.1.2. Öğütücü Türü

Kompozit toz karışımlarının öğütme işlemleri, FRITSCH marka Pulverisette 6 model planetary tip öğütücü ile gerçekleştirilmiştir. Cihaz tek istasyonlu olup dijital kontrol ünitesi sayesinde öğütmeye belirli sürelerle ara verip soğutmaya imkan sağlayacak şekilde programlanabilmektedir. Maksimum devir sayısı 650 d/dakika'dır. Cihazın genel çalışma prensibi Şekil 2.5' te verilmiştir.



Şekil 2. 5. Planetary Öğütücünün Çalışma Prensibi.

2.1.3. Öğütücü Hazne, Öğütücü Araçlar ve Şarj Oranı

Kullanılan tozların sertlikleri ve uzun öğütme süreleri göz önüne alınarak öğütücü hazne malzemesi WC (tungsten karbür) olarak seçilmiştir. Hazne kapasitesi 250 ml olup yuvarlak tabanlıdır. Öğütme işlemleri boyunca büyük ve küçük bilyaların avantajlarından faydalanabilmek için 10 ve 20 mm çapında WC öğütücü araçlar (bilyalar) karışık olarak kullanılmıştır. Hazne içerisine birim ağırlığı 62,8129 gr olan 20 mm çapında WC bilyalardan 2 adet ve birim ağırlığı 8,915 gr olan 10 mm çapında

bilyalardan 26 adet eklenmiştir. Böylece sistem içerisindeki toplam bilya ağırlığı 336,0048 gr olarak sabit tutulmuştur. Deneysel çalışmalar boyunca şarj oranı da öğütücü hazne kapasitesi göz önüne alınarak 10:1 olarak sabit tutulmuştur. Böylelikle sistem içerisinde bir defada öğütülen toplam toz miktarı yaklaşık olarak 33,6 gr olarak hesaplanmıştır. Katkı elemanlarının farklı oranlarına bağlı olarak hesaplanan Al matris ve katkı elemanı miktarları Tablo 2.2’de verilmiştir.

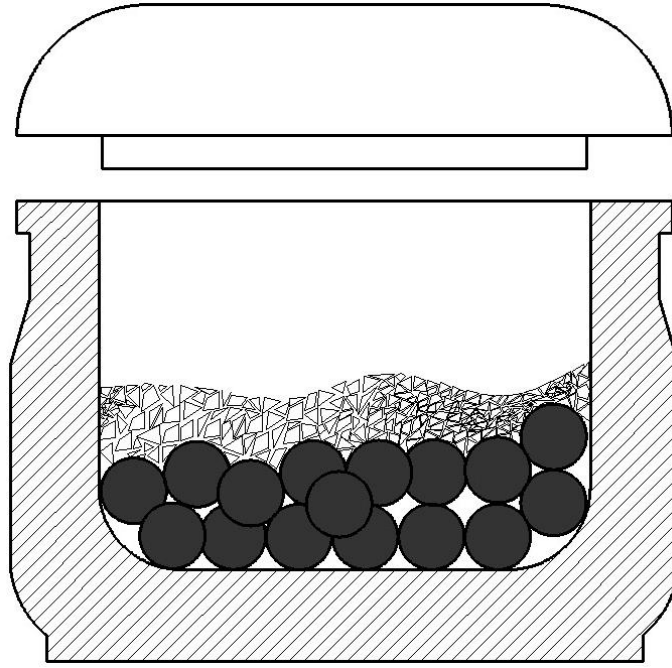
Tablo 2. 2. Hesaplanan Matris ve Takviye Elemanı Miktarları.

Toplam Toz Miktarı (gr)	Takviye Elemanı Oranı (%)	Ana Faz (gr)	Takviye Elemanı (gr)
33,60048	% 5	31,920456	1,680024
33,60048	% 10	30,240432	3,360048
33,60048	% 15	28,560408	5,040072
33,60048	% 20	26,880384	6,720096

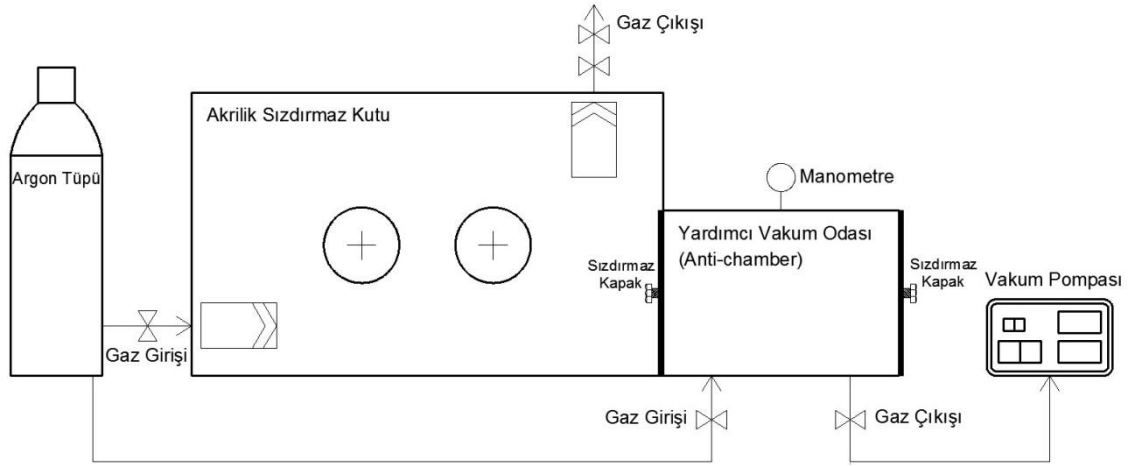
Yukarda hesaplanan miktarlara göre hassas terazide tartılarak hazırlanan tozlar karıştırıldıktan sonra öğütücü hazneye yüklenirken Şekil 2.6’ da gösterildiği gibi öğütücü bilyaların altta öğütülecek toz karışımının üstte olmasına özellikle dikkat edilmiştir. Bunun amacı, tozların merkezkaç kuvveti nedeniyle bilyalar tarafından hazne tabanına sıkıştırılmasına ve öğütme veriminin düşmesine engel olmaktır. Herbir öğütme işlemi tamamlandıktan sonra bir sonraki toz karışımına geçmeden hazne ve bilyalar saf su ve fırça ile temizlenmiştir.

2.1.4. Öğütme Atmosferi ve Süreç Kontrol Etkeni (SKE)

Öğütme işlemleri sırasında oksidasyonu engellemek için tozların hazneye doldurma boşaltma işlemleri MBRAUN marka GB-2202-P-VAC kontrollü atmosfer kutusu (Glove Box) yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Cihaz akrilikten imal edilmiş ana gövde ve yardımcı vakum odası (anti-chamber) olarak adlandırılan iki temel kısımdan oluşmaktadır. Sistem Şekil 2.7’de şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2. 6. Öğütücü Bilyaların ve Öğütülen Tozların Hazneye Yükleme Şekli.



Şekil 2. 7. Kontrollü Atmosfer Kutusunun Şematik Gösterimi.

Çalışmalar esnasında koruyucu gaz atmosferi olarak yüksek saflıkta (spektrometrik) argon gazı kullanılmıştır. Argon gaz tüpü hem ana gövdeye hem de yardımcı vakum odasına (anti-chamber) bağlıdır. Ana gövde tamamen argon gazı ile dolu olup yardımcı vakum odası olarak adlandırılan kısımdan sızdırmaz bir kapak vasıtasıyla ayrılır. Glove box içerisine alınacak olan öğütücü ekipmanlar ve öğütülecek tozlar önce

yardımcı vakum odasına alınır. Bu bölge de dış ortamdan sızdırmaz bir kapak vasıtasıyla ayrılmıştır. Yardımcı vakum odasına bağlı olan bir vakum pompası ile içerdeki hava boşaltılır ve yardımcı vakum odası argon gazı ile doldurulur. Böylece ana gövde içerisine havanın girmesi engellenmiş olur. Öğütme işlemleri boyunca haznenin bütün doldurma boşaltma ve numune alma işlemleri glove box içerisinde yapılmıştır.

Ayrıca kullanılan hazne sızdırmaz özellikte olmadığı için oksidasyonu önlemek amacıyla sistem her 2 saatte bir durdurularak hazne glove box içerisine alınmış, haznenin tekrar argon gazı ile dolması sağlandıktan sonra öğütme işlemlerine devam edilmiştir. Öğütme işlemleri tamamlanan tozlar da uygun numune saklama kapları içerisine konularak glove box içerisinde bekletilmektedir.

Öğütme işlemleri esnasında açığa çıkan ısı nedeniyle Al parçacıkların birbirlerine ve öğütücü hazne ve bilyaların yüzeylerine yapışmasını önlemek için toplam toz ağırlığının % 1,5' u oranında stearik asit ($C_{18}H_{36}O_2$) sisteme süreç kontrol etkeni olarak eklenmiştir.

2.1.5. Öğütme Hızı, Öğütme Süresi ve Öğütme Sıcaklığı

Deneysel çalışmalar için öğütme hızı yapılan ön çalışmalarda elde edilen verilere bağlı olarak 250 devir/dakika olarak seçilmiştir. Öğütme süresi ise belirli aralıklarla alınan numunelerden elde edilen sonuçlara bağlı olarak 120 saat olarak belirlenmiştir. Öğütme işlemleri boyunca sisteme herhangi bir ısıtma ya da soğutma işlemi uygulanmamış, işlemlerin tamamı oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir.

Öğütme işlemleri sırasında öğütme hızı (devir sayısı), şarj oranı, öğütme sıcaklığı, hazne hacmi ve malzemesi, bilya malzemesi, çapı ve sayısı ve toplam öğütme süresi gibi parametreler verilen değerlerde sabit tutulmuştur. Öğütme işlemlerine her 30 saatte bir ara verilerek SEM, X-RD ve BET analizleri için numuneler alınmıştır.

Alınan SEM görüntüleri daha sonra Image ProPlus görüntü analiz programı yardımıyla incelenerek ortalama tane boyutu hesaplanmıştır. Öğütme deney planı Tablo 2.3'te verilmiştir.

Tablo 2. 3. Öğütme İşlemleri Deney Planı.

Takviye Elemanı	Numune	Öğütme Hızı (d/d)	Şarj Oranı	Öğütme Süresi (Saat)
Al₂O₃	Al-% 5 Al ₂ O ₃	250	10:1	120
	Al-% 10 Al ₂ O ₃	250	10:1	120
	Al-% 15 Al ₂ O ₃	250	10:1	120
	Al-% 20 Al ₂ O ₃	250	10:1	120
SiC	Al-% 5 SiC	250	10:1	120
	Al-% 10 SiC	250	10:1	120
	Al-% 15 SiC	250	10:1	120
	Al-% 20 SiC	250	10:1	120
B₄C	Al-% 5 B ₄ C	250	10:1	120
	Al-% 10 B ₄ C	250	10:1	120
	Al-% 15 B ₄ C	250	10:1	120
	Al-% 20 B ₄ C	250	10:1	120

2.2. Karakterizasyon İşlemleri

2.2.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile Görüntüleme

Öğütme işlemleri boyunca belirli aralıklarla alınan numunelerin tane boyutu analizlerinin yapılabilmesi için SEM görüntüleri alınmıştır. Görüntüler, Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde (TAUM) bulunan LEO 440 model dijital taramalı elektron mikroskobu ile alınmıştır.

Öğütülen toz karışımlarının farklı bölgelerinden belirli aralıklarla alınan numuneler soğuk preslenerek hazırlandıktan sonra numunelerin öğütme sürelerine ve tane boyutuna bağlı olarak 100, 500, 1000, 2000, 5000, 10000 ve 20000 gibi farklı büyütme oranlarında görüntüleri alınmıştır.

2.2.2. Tane Boyutu Analizi

Öğütülen toz karışımlarının tane boyutu analizleri alınan SEM görüntüleri üzerinden Image ProPlus görüntü analiz yazılımı vasıtasıyla yapılmıştır. Farklı büyütmelerde alınan görüntüler programda tek tek değerlendirilerek ortalama tane boyutu hesaplanmıştır.

2.2.3. X-RD Analizleri

Belirli aralıklarla alınan numunelerin X-RD analizleri yine TAUM bünyesinde bulunan Bruker AXS D8 Advance model cihaz ile yapılmıştır. Ölçümler, Cu K α radyasyon kaynağı ($\lambda=0,15406$ nm) kullanılarak 40 mA ve 40 kV altında yapılmıştır. Kırınım açısı (2θ) değerleri 10-90° aralığındadır.

2.2.4. Yüzey Alanı (BET) ve Gözeneklilik Analizleri

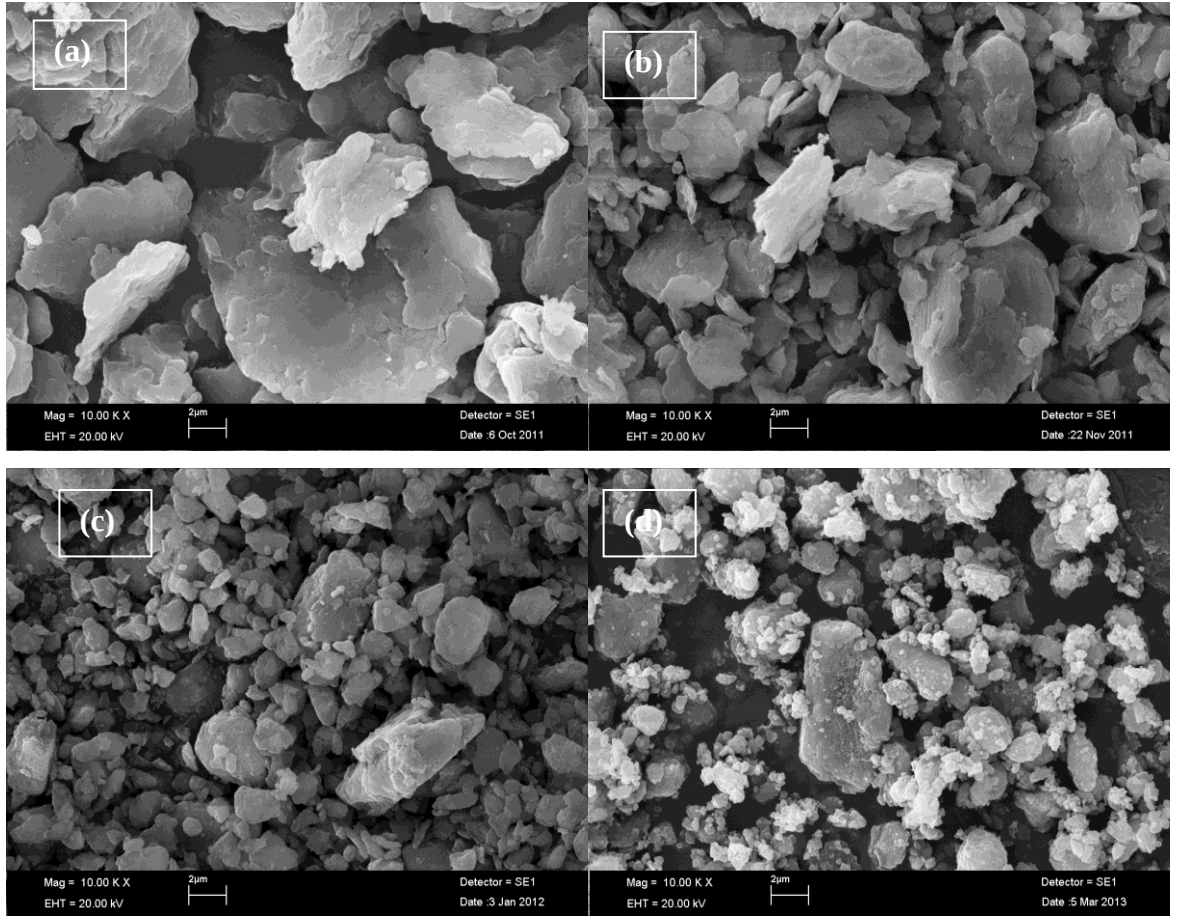
BET analizleri statik volumetrik metotla yine TAUM bünyesinde bulunan Micromeritics marka Gemini VII model cihazla azot gazı yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Cihaz, numune yüzeyini tek bir moleküler tabakayla kaplamak için gerekli gaz miktarını tayin ederek yüzey alanını hesaplamaktadır ve sonuçlar m²/g veya cm²/g olarak elde edilmektedir. Gözeneklilik analizleri de aynı cihaz yardımıyla yapılmıştır.

3. BÖLÜM

BULGULAR

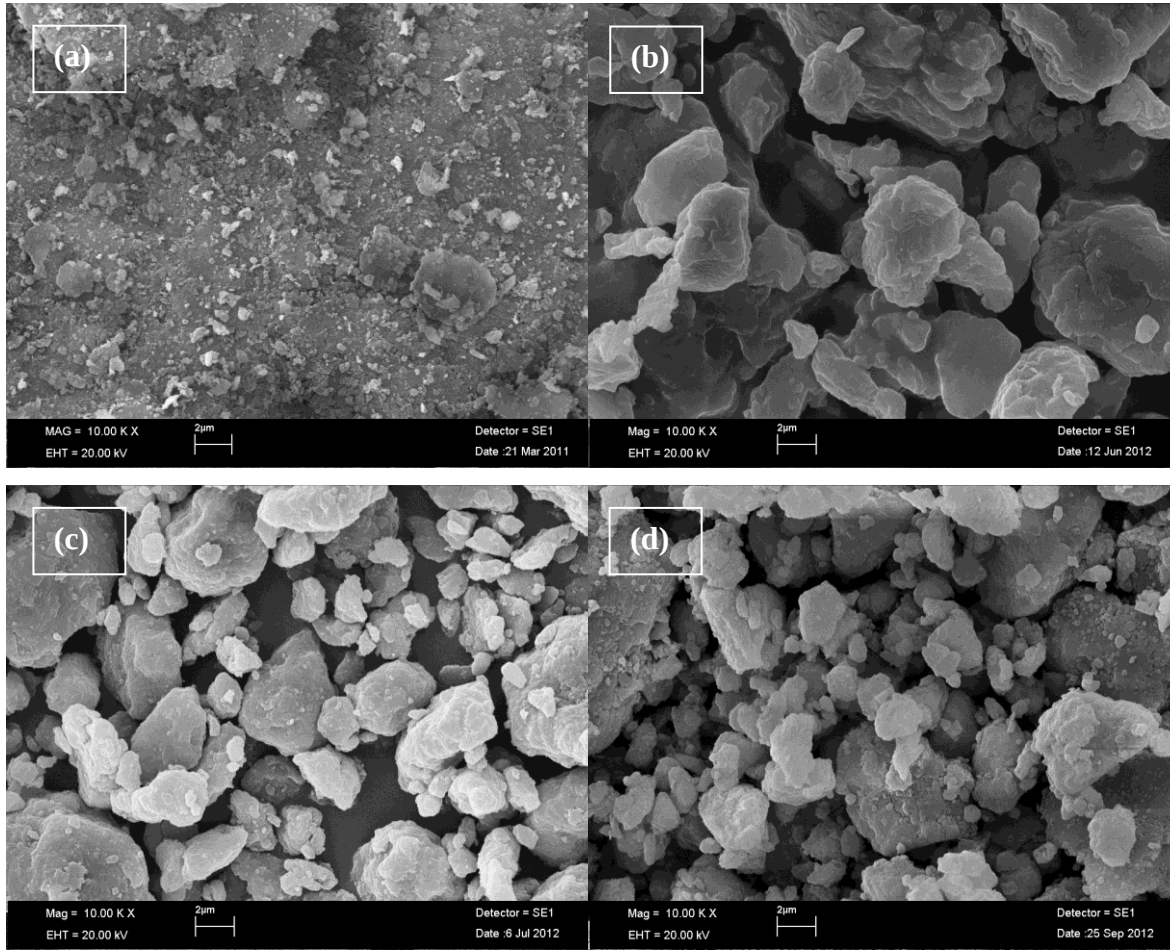
3.1.SEM Görüntüleri

Al-% 5 Al_2O_3 toz karışımının 30, 60, 90 ve 120 saat boyunca öğütülmesiyle elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.1’de verilmiştir.



Şekil 3. 1. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 5 Al_2O_3 Toz Karışımının SEM Görüntüsü.

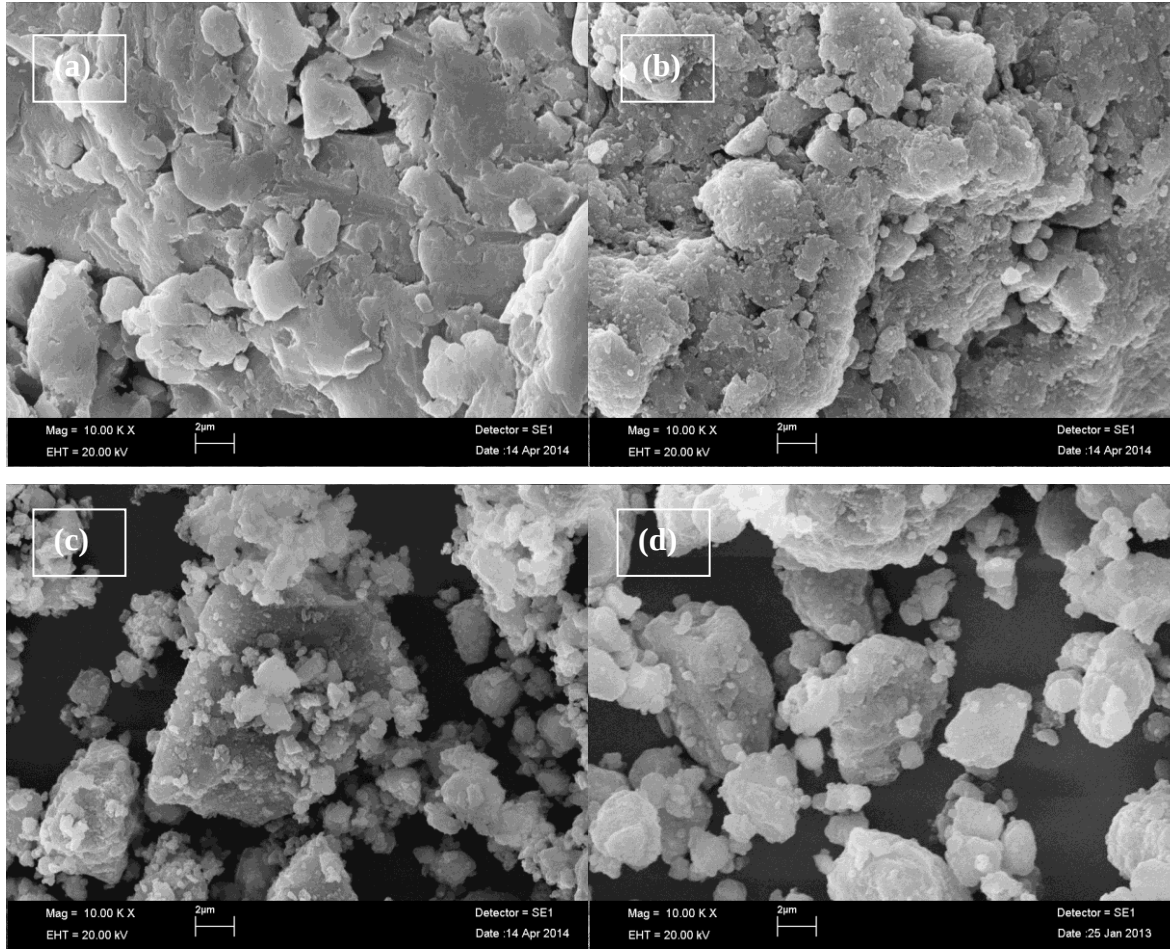
Görüntülerden de anlaşılabileceği gibi öğütmenin ilk aşamalarında (Şekil 3.1.a ve Şekil 3.1.b) sünek matris malzemesi olan alüminyumun oranının daha fazla olması nedeniyle levha haline gelme eğilimi daha fazladır. Kırılan, ufalanan gevrek Al_2O_3 parçacıkları ise oldukça azdır. Ayrıca öğütmenin ilk aşamalarında parçacıklar genellikle köşelidir. Ancak artan öğütme süreleri ile hem parçacık şekli yuvarlaklaşmakta hem de tane boyutu küçülerek homojenlik artmaktadır. Şekil 3.2’de Al-% 10 Al_2O_3 kompozit tozlarının farklı süreler boyunca öğütülmesi sonucunda alınan SEM görüntüleri gösterilmiştir.



Şekil 3. 2. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 10 Al_2O_3 Toz Karışımının SEM Görüntüsü.

Şekil 3.2.a’da da görülebileceği gibi öğütme işlemlerinin başlangıcında levha haline gelme eğilimi devam etmektedir. Ancak takviye elemanının artan hacim oranına bağlı olarak ufalanan ve kırılan gevrek parçacık sayısı artış göstermiştir.

Şekil 3.3. ve Şekil 3.4 sırasıyla Al-% 15 Al₂O₃ ve Al-% 20 Al₂O₃ toz karışımlarının farklı süreler boyunca öğütülmesiyle elde edilen mikroyapıları göstermektedir. Buna göre Al-% 15 Al₂O₃ toz karışımı için öğütmenin ilk aşamalarında başlayan levha haline gelme eğilimi 60 saat öğütme sonrasında halen devam etmektedir. Levha haline gelme eğilimin ancak 90 saat öğütme işlemi sonrasında bitmiş ve küresel şekilli parçacıkları oluşmaya başlamıştır.

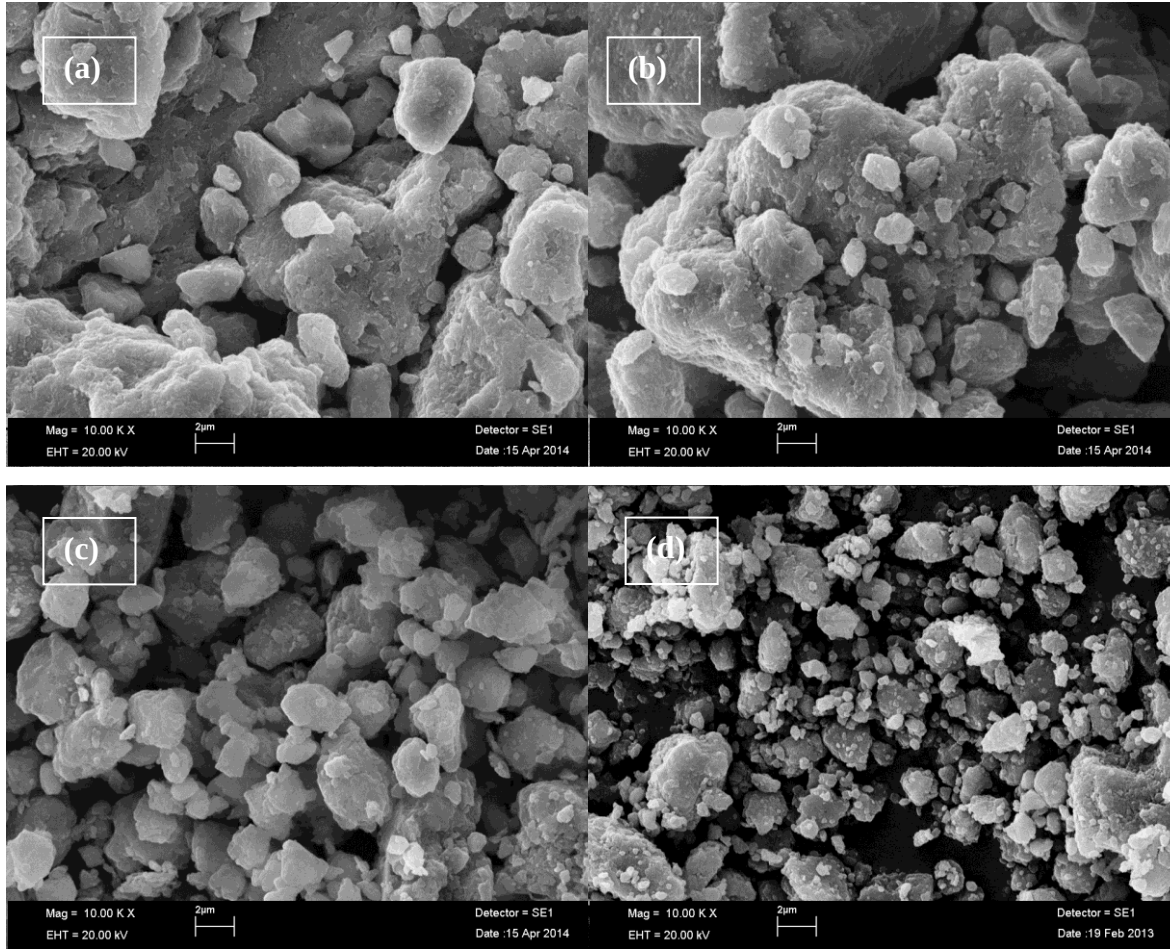


Şekil 3. 3. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 15 Al₂O₃ Toz Karışımının SEM Görüntüsü.

Al-% 20 Al₂O₃ toz karışımının SEM görüntüleri incelendiğinde ise artan takviye elemanı ağırlık oranı nedeniyle ufalanma ve daha küçük boyutlu parçacıkları oluşturma eğiliminin öğütmenin erken aşamalarında başladığı gözlenmiştir.

Takviye elemanı olarak farklı oranlarda Al₂O₃ içeren numunelerin 120 saat boyunca öğütülmüş mikroyapıları karşılaştırıldığında (Şekil 3.1.d, Şekil 3.2.d, Şekil 3.3.d ve

Şekil 3.4.d) takviye elemanının hacim oranı arttıkça artan öğütme süreleri ile homojenleşmenin ve yuvarlak şekilli parçacık sayısının arttığı görülmektedir.

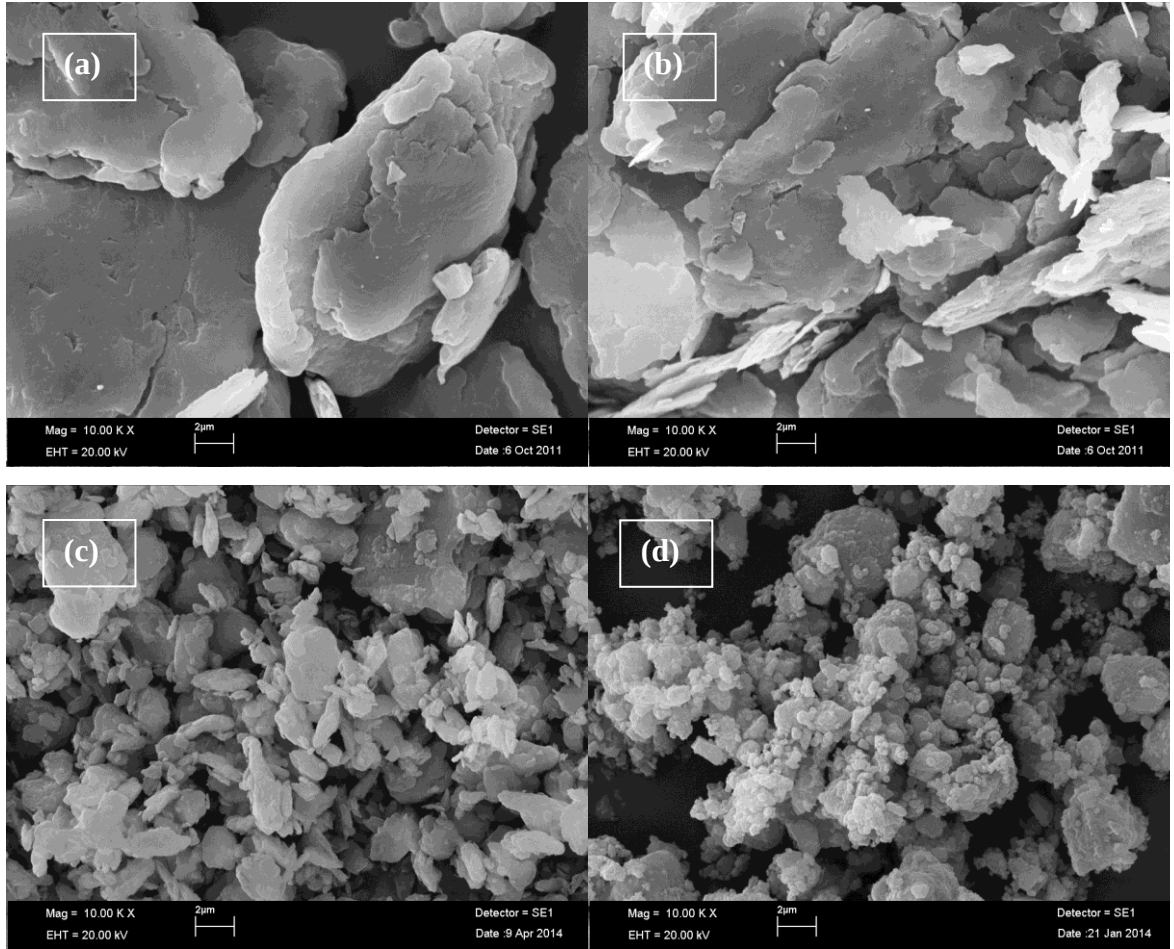


Şekil 3. 4. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 20 Al₂O₃ Toz Karışımının SEM Görüntüsü.

Şekil 3.5'te ise Al-% 5 SiC kompozit toz karışımının 30, 60, 90 ve 120 saat boyunca öğütülmesiyle elde edilen SEM görüntüleri görülmektedir. Al-% 5 Al₂O₃ toz karışımına benzer şekilde % 5 SiC takviye elemanına sahip olan toz karışımlarında da başlangıçta köşeli ve levha şeklinde olan parçacıklar artan öğütme süreleri ile yuvarlaklaşma eğilimindedir.

Ancak Al- % 5 SiC toz karışımı incelendiğinde levha şekilli parçacıkların 90 saat sonunda hala var olduğu dikkat çekmektedir. Ayrıca % 5 oranında Al₂O₃ ve SiC içeren karışımların 120 saat öğütülmesiyle elde edilen mikroyapılar karşılaştırıldığında tane

boyutu azaldıkça takviye elemanı olarak SiC içeren yapıda topaklanma eğiliminin daha fazla olduğu görülmektedir.

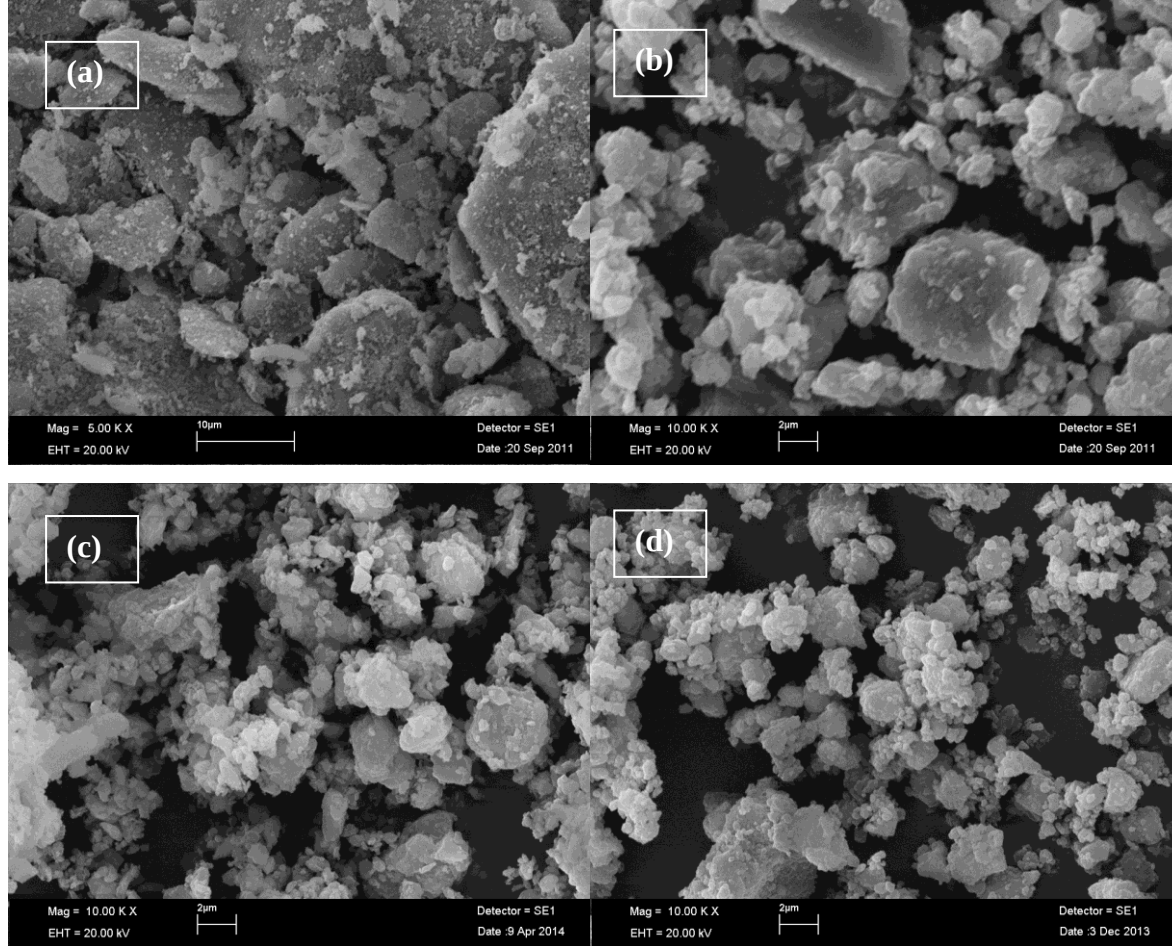


Şekil 3. 5. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 5 SiC Toz Karışımının SEM Görüntüsü.

Şekil 3.6'da verilen Al-% 10 SiC kompozit toz karışımına ait mikroyapılarda da benzer eğilimler gözlenmektedir. Ancak artan SiC hacim oranı nedeniyle öğütmenin ilk aşamalarında kırılan gevrek parçacık sayısındaki artış da görülmektedir. Ayrıca levha şeklindeki parçacıkların varlığı da Al-% 5 SiC mikroyapısındaki kadar uzun süre varlığını sürdürmemiştir.

Al-% 15 SiC toz karışımına ait mikroyapılar ise Şekil 3.7'de gösterilmiştir. Görüntüler Al-% 5 SiC ve Al-% 10 SiC yapılarına ait görüntülerle kıyaslandığında öğütmenin ilk aşamalarında artan takviye elemanı hacim oranına bağlı olarak kırılan parçacık sayısındaki artışı

görmek mümkündür. Ayrıca yapı Al-% 10 SiC toz karışımına benzer şekilde 120 saat öğütme sonrasında toplanma eğilimindedir.

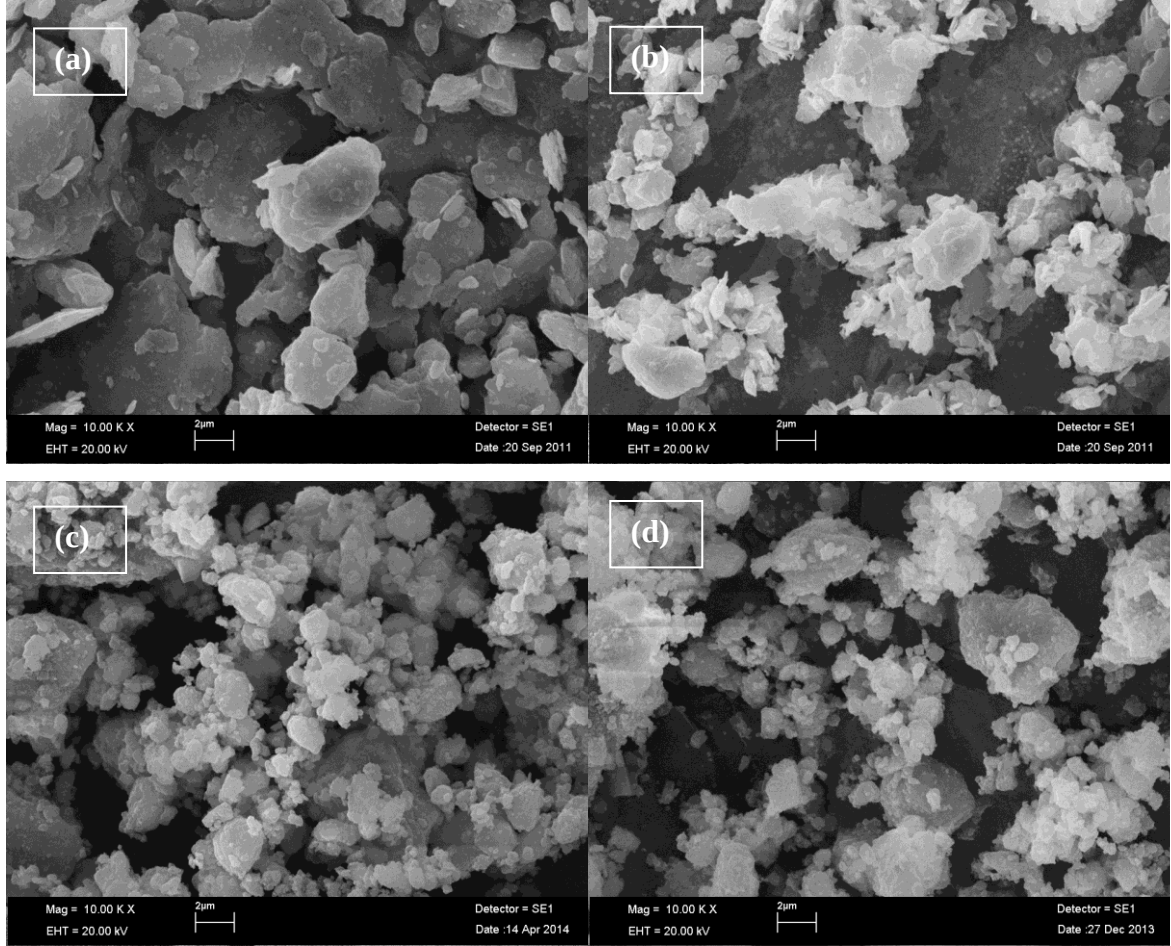


Şekil 3. 6. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 10 SiC Toz Karışımının SEM Görüntüsü.

Şekil 3.8’de ise Al-% 20 SiC toz karışımına ait mikroyapılar gösterilmiştir. Takviye elemanı olarak farklı oranlarda SiC içeren kompozit toz karışımlarına ait görüntüler kıyaslandığında öğütmenin ilk aşamalarında darbe etkisiyle kırılan ve sünek Al matris içerisine batan SiC parçacıklarının arttığı gözlenmektedir.

SiC takviyeli yapılar Al_2O_3 takviyeli yapılarla kıyaslandığında ise SiC takviyeli yapılardaki ufalanan parçacık sayısının daha fazla olduğu söylenebilir. Bunun nedeni SiC parçacıklarının Al_2O_3 parçacıklarına göre daha sert ve gevrek olması nedeniyle darbe etkisi altında daha kolay kırılmasıdır. Ayrıca numunelerin 120 saat öğütülmesi

sonucunda elde edilen mikroyapılarda topaklanma eğiliminin arttığı gözlenmektedir. Benzer şekilde SiC içeren yapılarda topaklanma eğiliminin de Al_2O_3 takviyeli yapılarla kıyasla daha fazla olduğu söylenebilir.

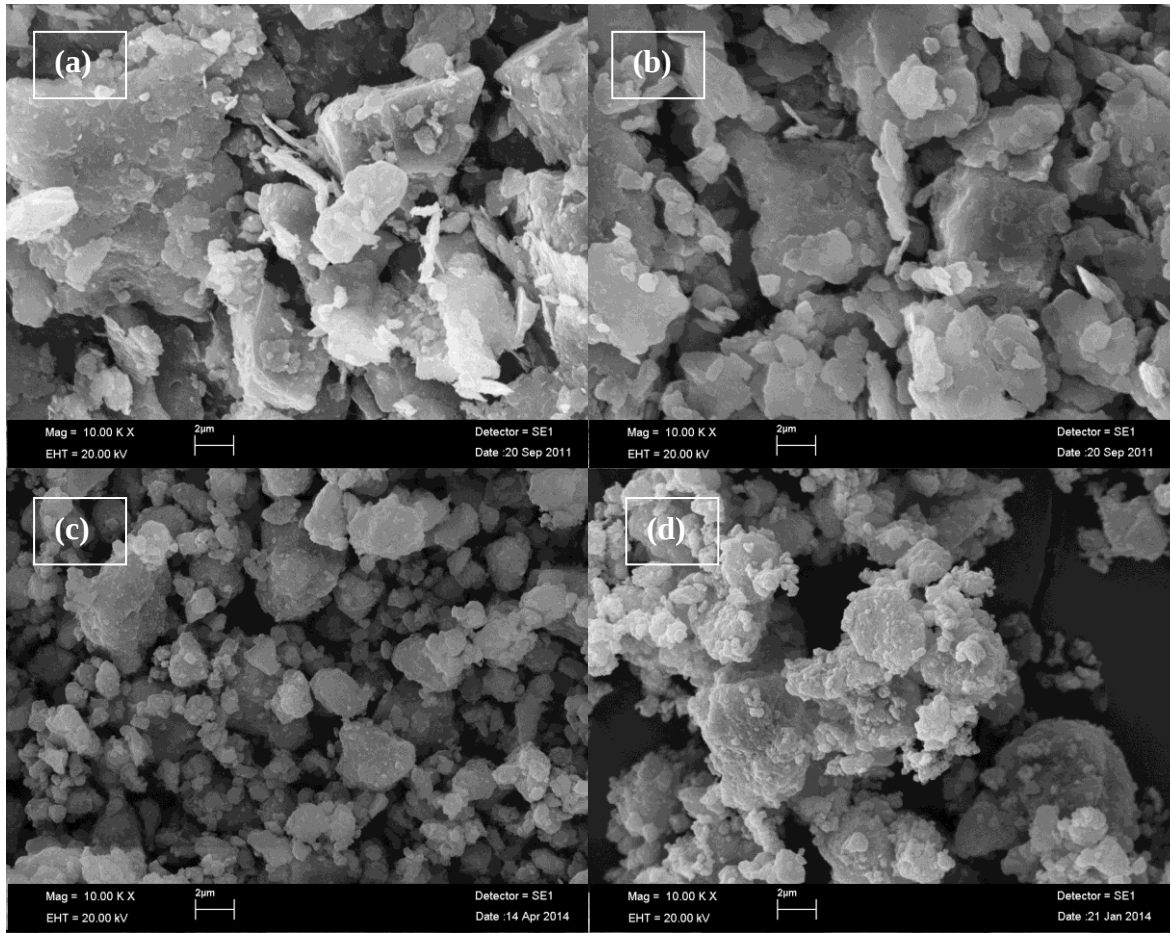


Şekil 3. 7. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 15 SiC Toz Karışımının SEM Görüntüsü.

Şekil 3.9, Şekil 3.10, Şekil 3.11 ve Şekil 3.12’de ise sırasıyla Al-% 5 B_4C , Al-% 10 B_4C , Al-% 15 B_4C ve Al-% 20 B_4C içeren kompozit tozların farklı süreler boyunca öğütülmesiyle elde edilen mikroyapıların SEM görüntüleri verilmiştir.

Şekil 3.9 değerlendirildiğinde % 5 takviye elemanı oranına sahip diğer numunelerde olduğu gibi sünek Al matrisin levha haline gelme eğiliminde olduğu söylenebilir. Ancak levha haline gelme eğilimi 60 saatten sonra sona ererek parçacıklar hem küçülmeye hem de şekil olarak yuvarlaklaşmaya başlamışlardır.

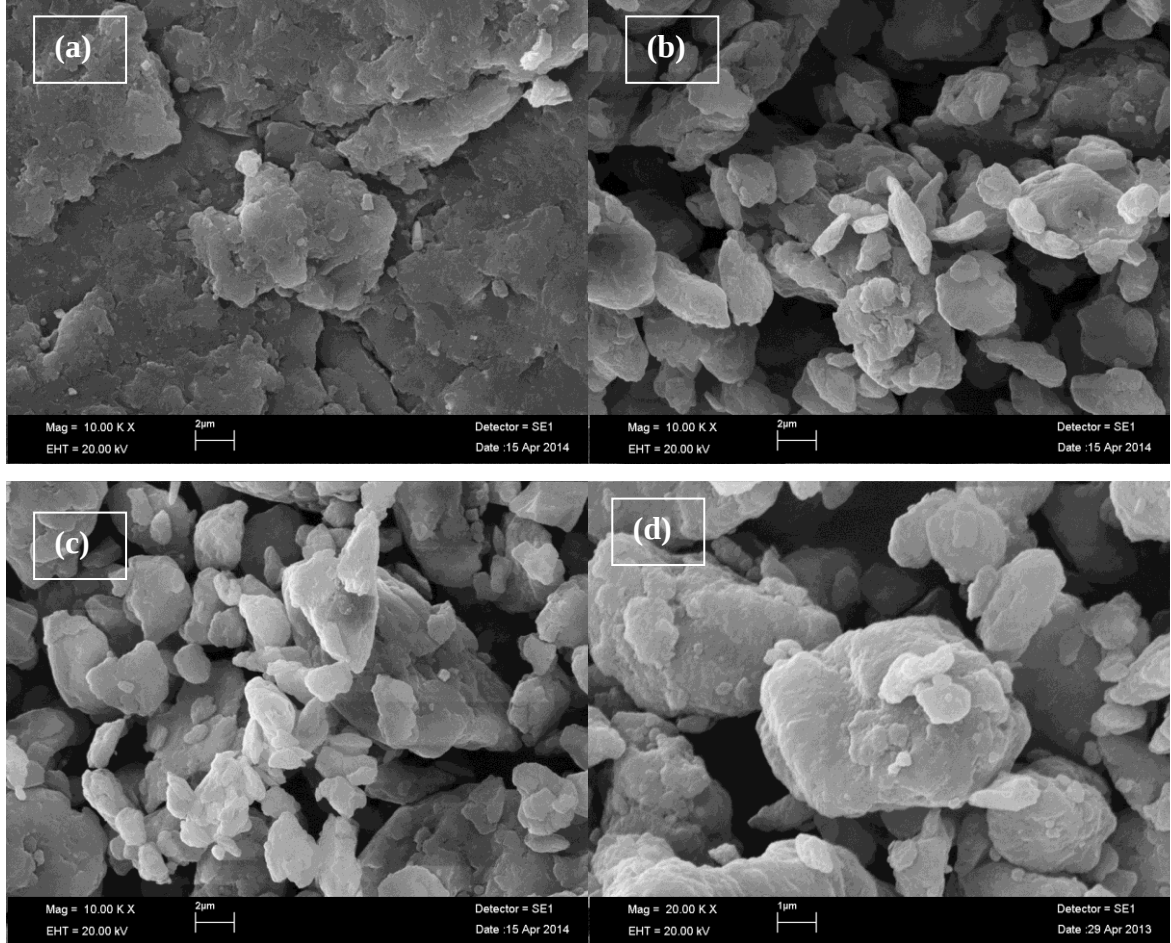
Diğer takviye elemanları ile kıyaslandığında 120 saat öğütme sonrasında % 5 B₄C içeren toz karışımında tane boyutu açısından homojenliğin daha az olduğu görülebilir. Bunun nedeni B₄C parçacıklarının başlangıç boyut dağılımının daha az homojen olması (22-59 µm) olabileceği gibi, sertlik değerlerinin (4000 HV) diğer takviye elemanlarına kıyasla daha yüksek olmasıdır.



Şekil 3. 8. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 20SiC Toz Karışımının SEM Görüntüsü.

Şekil 3.10'da görülen Al-% 10 B₄C tozlarının SEM görüntüleri incelendiğinde öğütme süresinin ilk yarısında levha şekilli parçacıkların oldukça fazla olduğu görülebilir. Diğer numunelere benzer şekilde 60 saatten sonra parçacıklar yuvarlaklaşmaya başlamıştır. 120 saat öğütme sonrasında Al-% 5 B₄C karışımına kıyasla daha yüksek homojenlik sağlanmasına rağmen Al-% 10 B₄C toz karışımında topaklanmanın daha fazla olduğu gözlenmiştir.

Şekil 3.11’de gösterilen Al-% 15 B₄C mikroyapıları incelendiğinde en dikkat çekici fark öğütmenin başlangıç aşamalarında (30 saat) ufalanan, kırılan gevrek B₄C parçacıklarının sayısındaki artış olduğu görülmektedir.

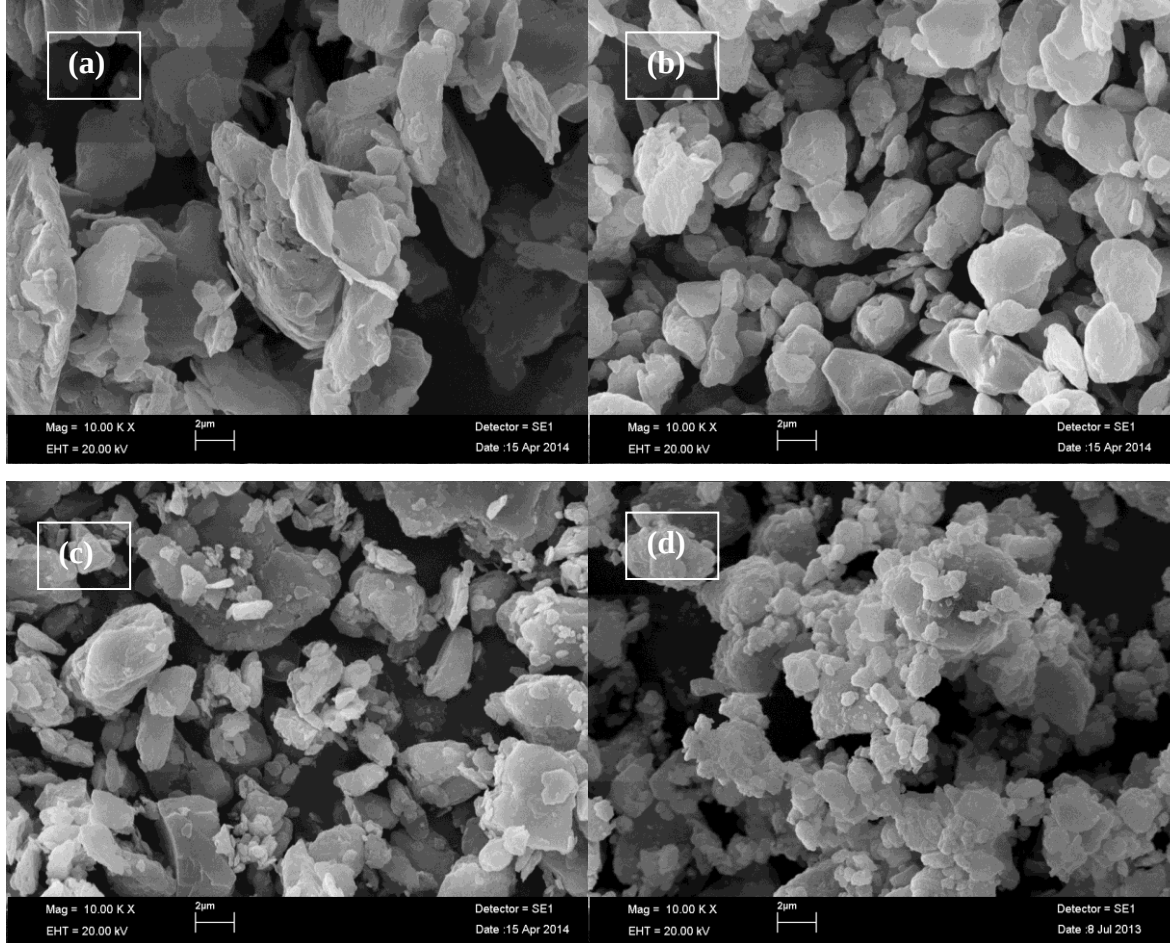


Şekil 3. 9. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 5 B₄C Toz Karışımının SEM Görüntüsü.

Farklı oranlarda B₄C içeren numunelerin SEM görüntüleri incelendiğinde Al-% 15 B₄C kompozit toz karışımının tane boyutu ve tane şekli eğiliminin diğer numunelere benzer şekilde seyrettiği söylenebilir. 120 saat öğütülmüş numune üzerinde homojenlik diğer takviye elemanlarına göre azdır. Ayrıca toz karışımı yine topaklanma eğilimindedir.

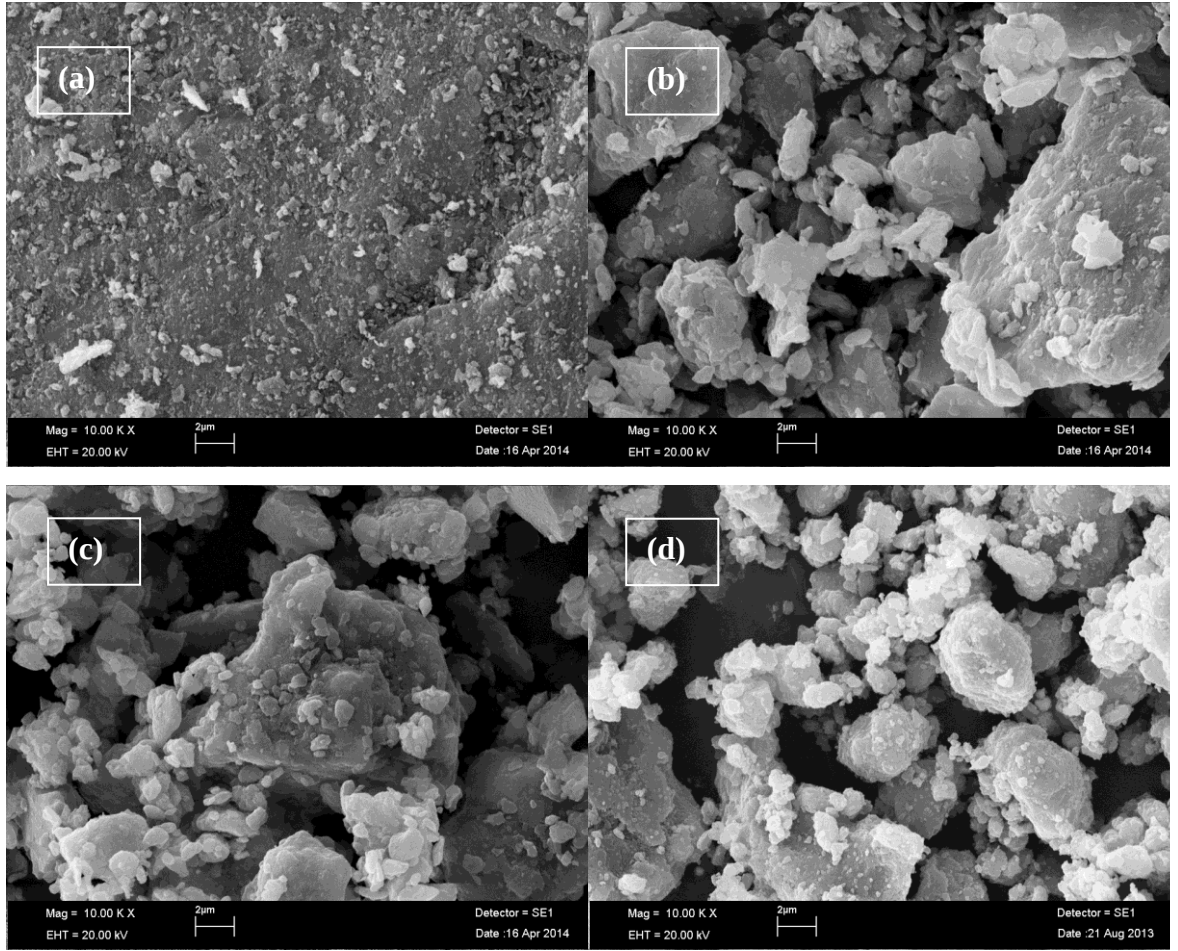
Şekil 3.11’de ise Al-% 20 B₄C toz karışımına ait SEM görüntüleri verilmiştir. Toz karışımının öğütmenin başlangıcında diğer numuneler benzer bir şekilde levha şekilli parçacıklar üretme eğiliminde olduğu söylenebilir. Ancak tane boyutundaki azalmanın

diğer numuneler oranla daha uzun öğütme sürelerinde başladığını söylemek mümkündür. Şekil 3.11.b'ye bakıldığında 60 saat sonrasında hala ufalanmadan kalan büyük parçacıkların olduğu görülmektedir.



Şekil 3. 10. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 10 B₄C Toz Karışımının SEM Görüntüsü.

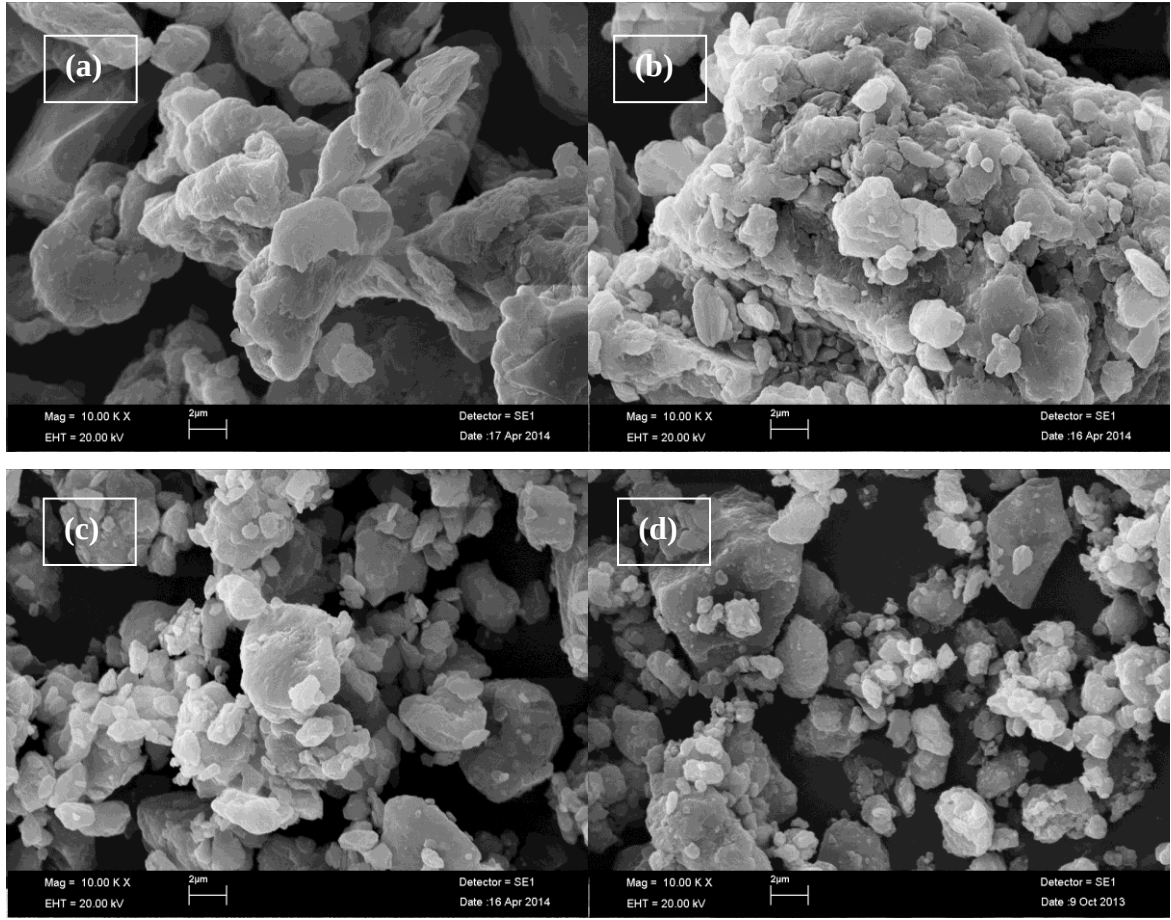
Öğütme işlemine devam edildikçe tane boyutu azalmış ve taneler şekil itibariyle levha şekilli parçacıklardan yuvarlak şekilli parçacıklara dönüşmüştür. % 20 oranında B₄C içeren numunede topaklanma eğiliminin diğer numunelere göre (özellikle Al-% 10 B₄C) daha az olduğu da söylenebilir. Bununla birlikte Al-%20 B₄C toz karışımında tane boyutundaki azalma ve yuvarlak hale gelme eğilimi artan takviye elemanı oranı nedeniyle öğütmenin erken aşamalarında başlamıştır.



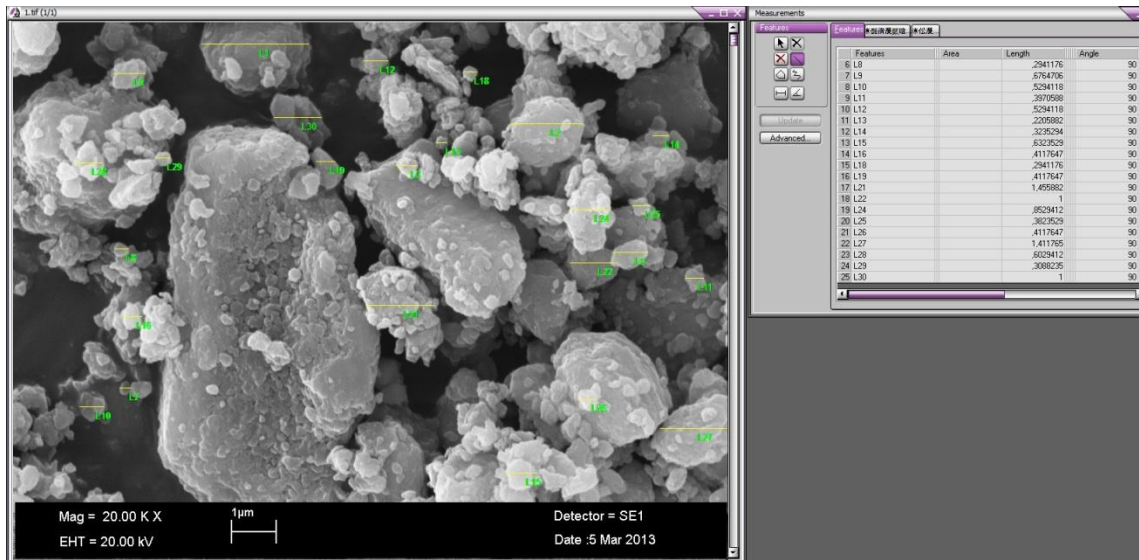
Şekil 3. 11. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 15 B₄C Toz Karışımının SEM Görüntüsü.

3.2. Tane Boyutu Analizleri

Öğütülmüş numuneler üzerinden alınan görüntüler Image ProPlus görüntü işleme programı vasıtasıyla değerlendirilerek toz karışımlarının tane boyutlarının öğütme süresi ile değişimi incelenmiştir. Toz karışımlarından 30, 60, 90 ve 120 saat sonunda alınan her bir numune üzerinden 100, 500, 1000, 2000, 5000, 10000 ve 20000 gibi farklı büyütme oranlarında alınan toplam 12 görüntü üzerinde yazılım yardımıyla ortalama tane boyutu ölçümü yapılmıştır. Her bir resim üzerinden alınan ortalama tane boyutlarının da daha sonra kendi aralarında ortalaması alınarak tane boyut değişimi hesaplanmıştır. Şekil 3.13'te 120 saat öğütülmüş Al- % 5 Al₂O₃ numunesi üzerinde yapılan görüntü analizi örnek olarak verilmiştir. Tablo 3.1'de ise Al-Al₂O₃ toz karışımlarına ait tane boyutu değişimleri toplu olarak görülmektedir.



Şekil 3. 12. (a) 30, (b) 60, (c) 90 ve (d) 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 20 B₄C Toz Karışımının SEM Görüntüsü.

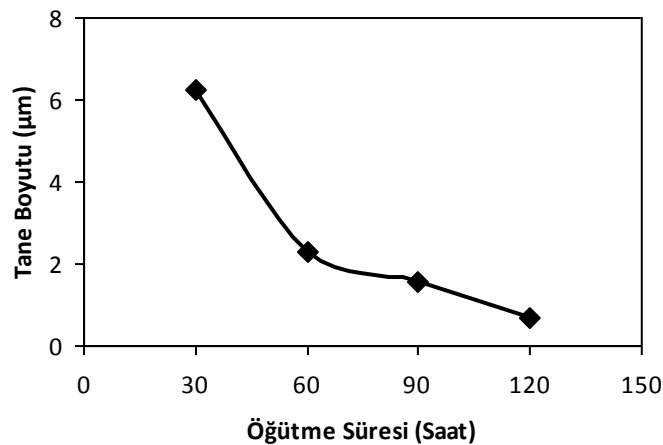


Şekil 3. 13. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 5 Al₂O₃'ün Tane Boyutu Analizi.

Tablo 3. 1. Al-Al₂O₃ Toz Karışımları için Öğütme Süresi-Tane Boyutu Değişimi.

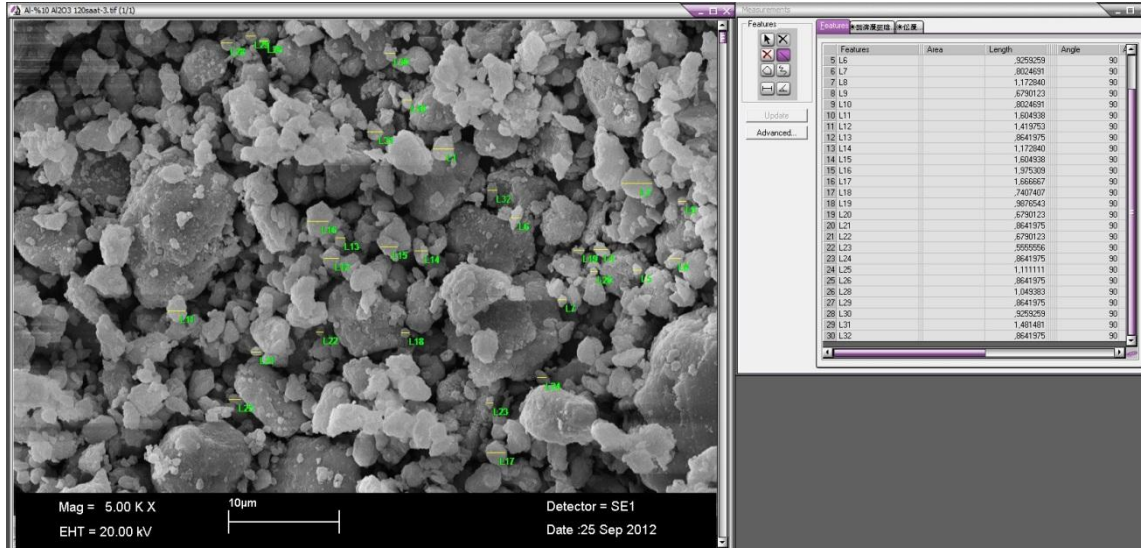
Öğütme Süresi (Saat)	Al-Al ₂ O ₃ Toz Karışımlarının Öğütme Sonrası Tane Boyutu (μm)			
	Bileşim (% Ağırlık)			
	% 5	% 10	% 15	% 20
30	6,257	120,06	60,795	46,035
60	2,280	2,775	10,485	6,347
90	1,544	1,653	2,610	2,701
120	0,696	0,976	1,078	0,512

Şekil 3.14'te ise Al- % 5 Al₂O₃ toz karışımına ait Öğütme Süresi-Tane Boyutu değişimi grafiksel olarak verilmiştir. Tane boyutu beklendiği gibi artan öğütme süresi ile azalmıştır. Başlangıçta Al parçacıkları için 44-420 μm, Al₂O₃ parçacıkları için ise 44 μm olan ortalama tane boyutu öğütmenin ilk aşamalarında (yaklaşık 30 saat) 6,257 μm'a kadar düşmüştür. Artan öğütme süresi ile azalmaya devam eden tane boyutu 120 saat öğütme sonrasında 0,696 μm'a kadar düşmüştür.



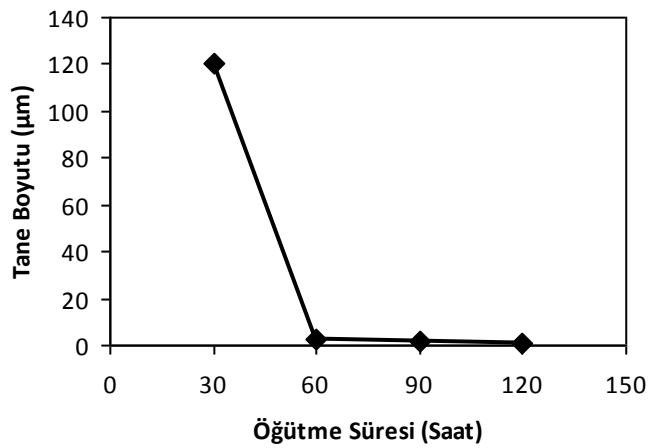
Şekil 3. 14. Al-% 5 Al₂O₃ için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişim Grafiği.

Şekil 3.15'te ise 120 saat öğütülmüş Al- % 10 Al₂O₃ numunesi üzerinde yapılan görüntü analizi örnek olarak verilmiştir.



Şekil 3. 15. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 10 Al₂O₃ Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.

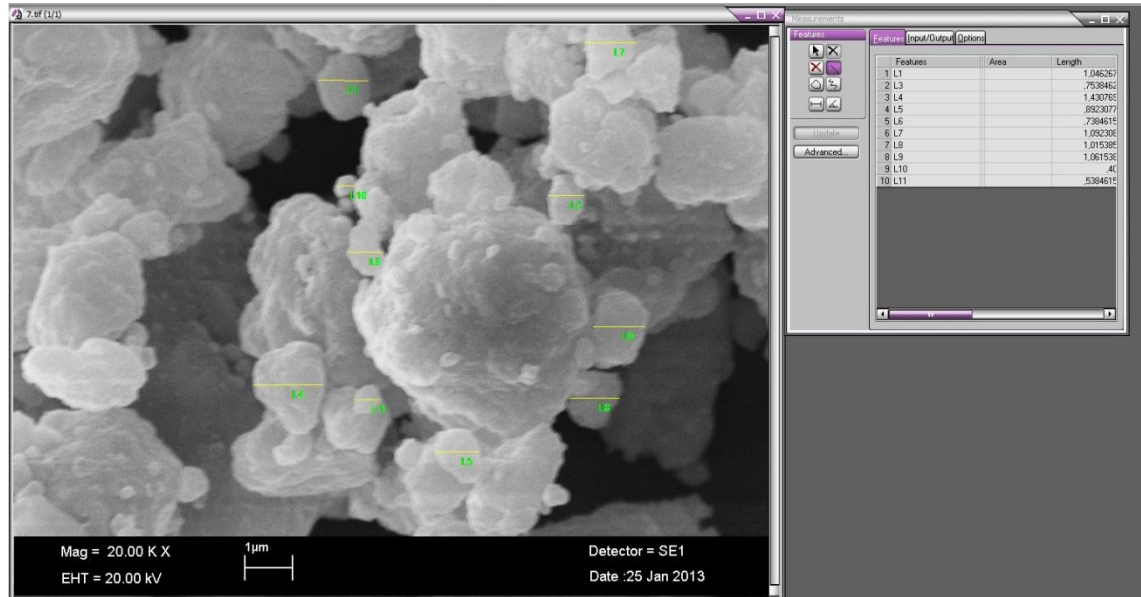
Şekil 3.16'dan da görülebileceği gibi tane boyutu yine artan öğütme süreleri ile azalmakla birlikte öğütmenin ilk aşamalarında tane boyutundaki azalma Al- % 5 Al₂O₃ toz karışımındaki kadar dikkat çekici değildir. Bu durumun nedeni öğütme işleminin ilk aşamalarında proses boyunca tekrarlanan ve birbirini takip eden soğuk kaynak-kırılma proseslerinden soğuk kaynaklanmanın etkin olmasıdır.



Şekil 3. 16. Al-% 10 Al₂O₃ için Öğütme Süresi-Tane Boyutu Değişim Grafiği.

Ancak öğütmenin ilerleyen aşamalarında kırılma prosesi etkin hale geçerek 90 saatlik öğütme işlemi sonrasında ortalama tane boyutu Al- % 10 Al_2O_3 toz karışımına benzer şekilde $2,775 \mu\text{m}$ 'a kadar düşmüştür.

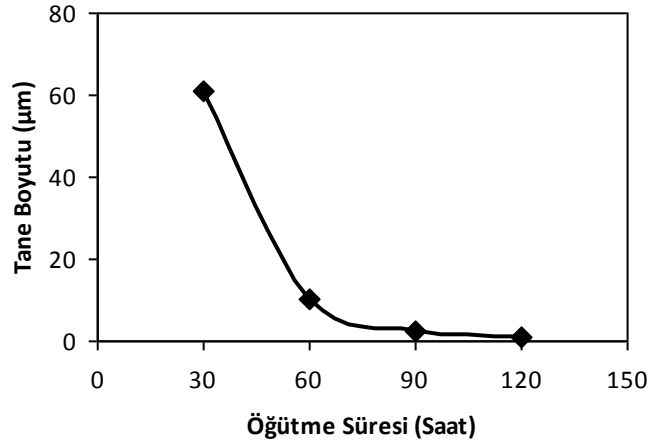
Şekil 3.17'de Al- % 15 Al_2O_3 toz karışımına ait görüntü analizi verilmiştir. Ortalama tane boyutu, Al- % 15 Al_2O_3 toz karışımı için de diğer toz karışımlarına benzer şekilde öğütme süresiyle azalmakla birlikte öğütmenin ilk aşamaları sonrasında (ilk 30 saat) hesaplanan ortalama tane boyutunun yaklaşık $60,795 \mu\text{m}$ civarında olduğu görülmüştür.



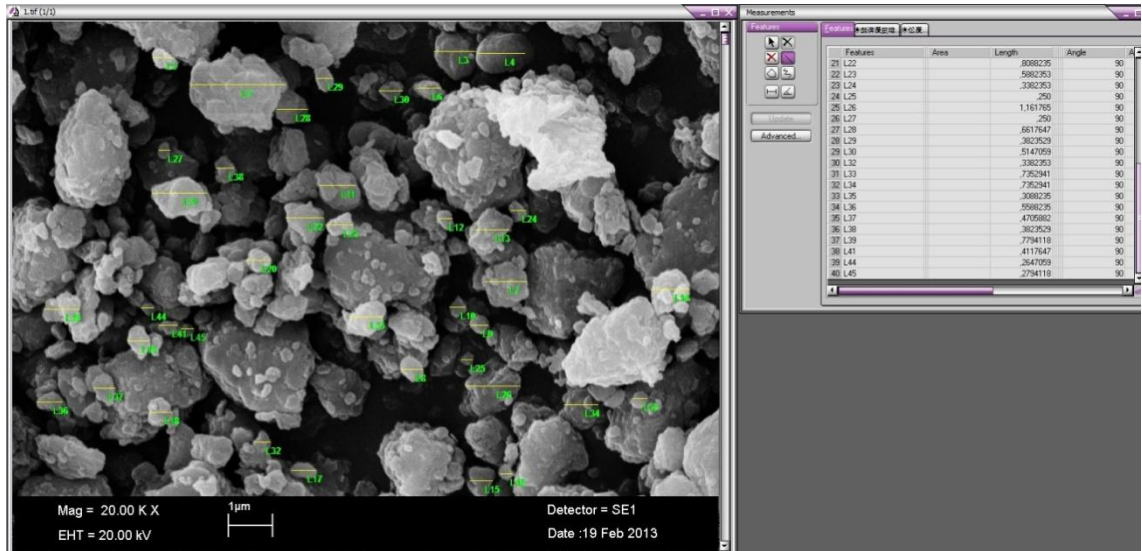
Şekil 3. 17. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 15 Al_2O_3 Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.

Şekil 3.18'de hesaplanan ortalama tane boyutunun öğütme süresi ile değişim grafiği verilmiştir. Grafikten görüleceği gibi tane boyutundaki en dikkat çekici değişim 30-60 saat aralığında gerçekleşmiştir. Kırılma prosesinin etkin hale gelmesiyle 30 saat öğütme işlemi sonrasında $60,795 \mu\text{m}$ olan tane boyutu 60 saat öğütme işlemi sonrasında $10,485 \mu\text{m}$ 'a kadar düşmüştür.

Şekil 3.19'da 120 saat öğütülmüş Al- % 20 Al_2O_3 numunesi üzerinde yapılan görüntü analizine bir örnek verilmiştir. Şekil 3.20'de ise hesaplanan ortalama tane boyutunun öğütme süresi ile değişimi sırasıyla sayısal ve grafiksel olarak gösterilmiştir.

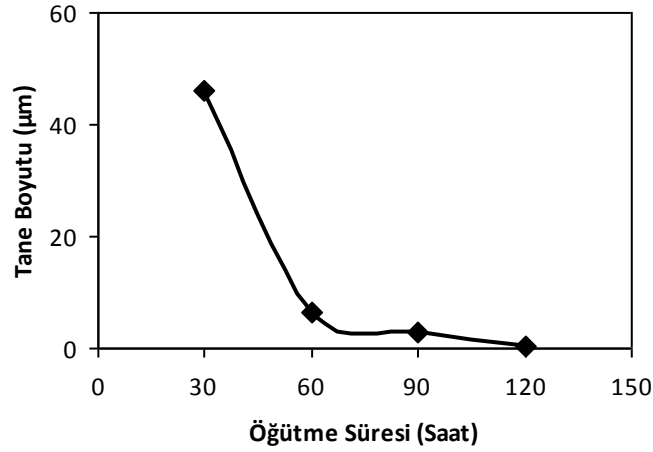


Şekil 3. 18. Al-% 15 Al₂O₃ için Öğütme Süresi-Tane Boyutu Değişim Grafiği.



Şekil 3. 19. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 20 Al₂O₃ Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.

Sonuçlardan görülebileceği gibi diğer iki numuneye (Al- % 10 Al₂O₃ ve Al- % 15 Al₂O₃) benzer şekilde Al- % 20 Al₂O₃ toz karışımının da hesaplanan ortalama tane boyutu öğütme işleminin ilk aşamalarında (30 saatlik öğütme sonrasında) Al- % 5 Al₂O₃ toz karışımına göre daha yüksek değerlerdedir. Hesaplanan ortalama tane boyutu yine bu numunelere benzer şekilde en yüksek düşüşü 30-60 saat öğütme aralığında göstermiştir.



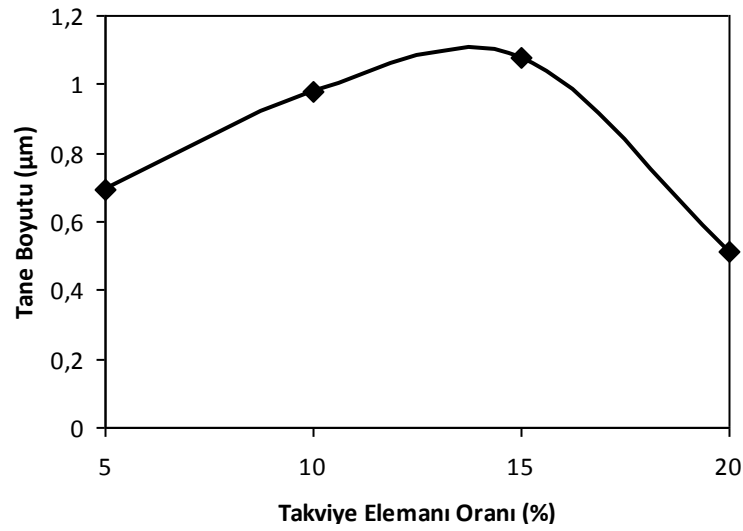
Şekil 3. 20. Al-% 20 Al₂O₃ için Öğütme Süresi-Tane Boyutu Değişim Grafiği.

Al-Al₂O₃ toz karışımlarının tane boyutu değişimleri incelendiğinde 30 saat öğütme işlemi sonrasında hesaplanan ortalama tane boyutu değerlerinin oldukça değişken olduğu, ancak 90 saat öğütme sonrasında numunelerin hemen hepsi için ortalama tane boyutunun 2 µm civarında olduğu görülmüştür. Şekil 3.21’de farklı oranlarda karıştırılmış Al-Al₂O₃ toz karışımlarının 120 saat öğütülmesi sonucu hesaplanan ortalama tane boyutunun takviye elemanı oranı ile değişimi verilmiştir. Buna göre en yüksek tane boyutu değeri Al- % 15 Al₂O₃ bileşiminde görülürken en düşük tane boyutu Al- % 20 Al₂O₃ toz karışımına aittir.

Hesaplanan ortalama tane boyutu değerlerindeki değişim incelendiğinde 30 saat öğütme sonrasında küçük tane boyutuna sahip olan karışımların öğütmenin ilk aşamalarındaki kırılma nedeniyle son tane boyutu değerlerinin de küçük olduğu gözlenmiştir.

Tablo 3.2’de Al-SiC toz karışımları için ortalama tane boyutunun öğütme süresi ve takviye elemanı oranı ile değişimi verilmiştir. Şekil 3.22’de ise 120 saat öğütülmüş Al-% 5 SiC toz karışımı üzerinde yapılan görüntü analizine bir örnek verilmiştir.

Öğütme işleminin ilk 30 saati sonrasında hesaplanan ortalama tane boyutu yaklaşık olarak 15,65 µm ‘ dur. Öğütme süresi 120 saate ilerlerken tane boyutunun da 0,806 µm’a düştüğü görülmüştür (Şekil 3.23). Tane boyutundaki en belirgin düşüş 30-60 saat aralığında gerçekleşmiştir.



Şekil 3. 21. Al- Al_2O_3 Toz Karışımlar için Tane Boyutunun Takviye Elemanı Oranı ile Değişimi.

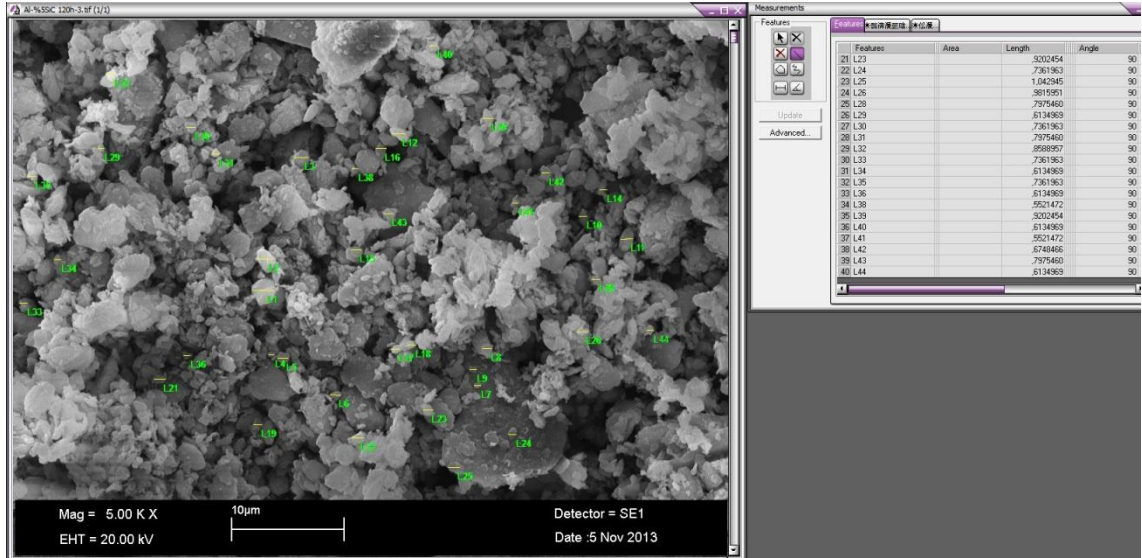
Tablo 3. 2. Al-SiC Toz Karışımları için Öğütme Süresi–Tane Boyutu Değişimi.

Öğütme Süresi (Saat)	Al-SiC Toz Karışımlarının Öğütme Sonrası Tane Boyutu (µm)			
	Bileşim (% Ağırlık)			
	% 5	% 10	% 15	% 20
30	15,650	73,747	11,983	19,192
60	7,286	2,858	3,120	3,428
90	2,040	1,974	1,406	1,325
120	0,806	0,594	0,516	0,529

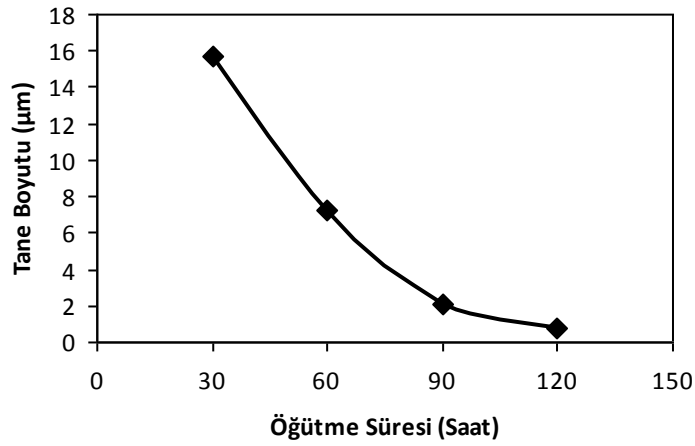
Şekil 3.24 Al- % 10 SiC toz karışımına ait örnek görüntü analizini Şekil 3.25 ise Al-% 10 SiC toz karışımı için tane boyutunun öğütme süresi ile değişimini grafiksel olarak göstermektedir.

Al- % 10 SiC toz karışımının 30 saat öğütülmesi sonucu yapılan görüntü analizinde tane boyutunun yaklaşık olarak 73,74 µm olduğu görülmüştür. Bu durum öğütmenin ilk aşamalarında soğuk kaynak prosesinin etkin olduğunu göstermektedir. Şekil 3.25'ten de açıkça görülebileceği gibi öğütme işlemine devam edildikçe tane boyutu önce 2,858

μm ' a daha sonra da $1,974 \mu\text{m}$ ' a kadar düşmüştür. Al- % 15 SiC bileşimine sahip kompozit yapının tane boyutu değişimini Şekil 3.26'da gösterilmiştir.

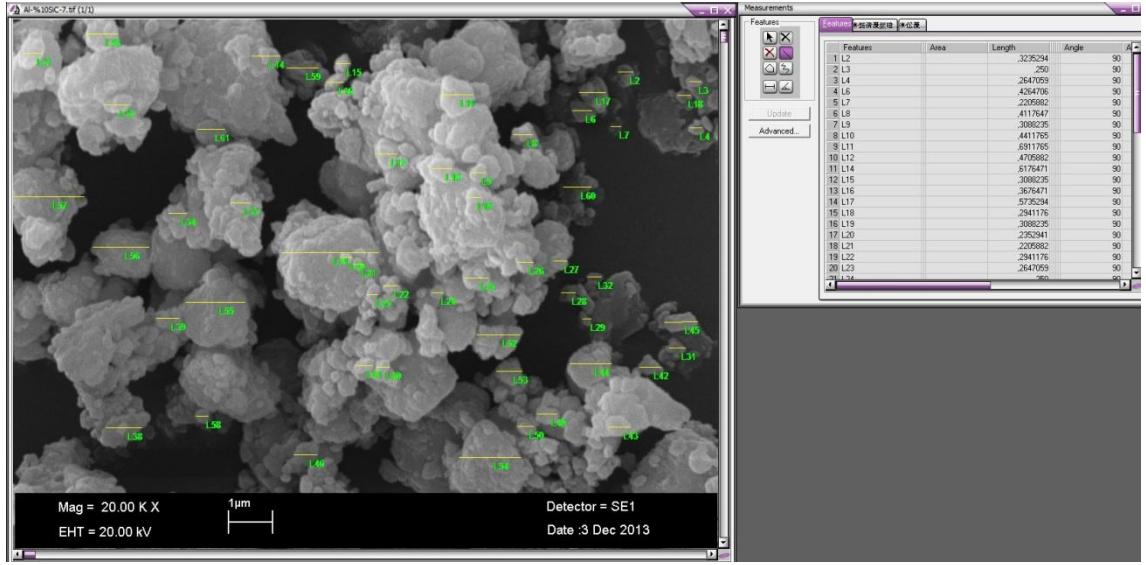


Şekil 3. 22. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 5 SiC Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.



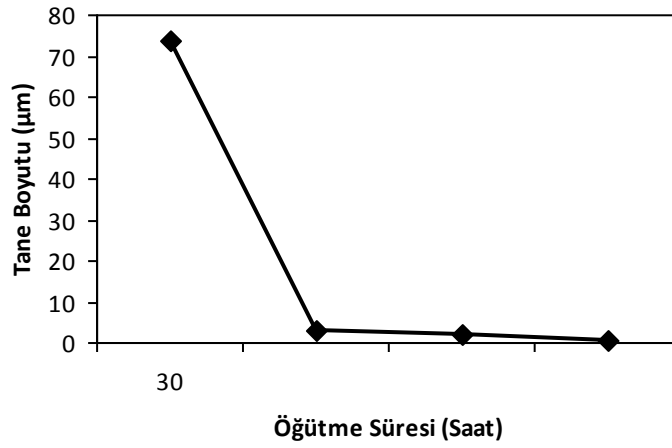
Şekil 3. 23. Al-% 5 SiC için Öğütme Süresi-Tane Boyutu Değişim Grafiği.

Öğütmenin ilk aşamalarında etkin olan soğuk kaynaklanma mekanizması ve darbe etkisi altında kırılan gevrek parçacıkların sünek Al matris yüzeyine yapışması nedeniyle büyük değerlerde olan tane boyutu, öğütmenin ilerleyen aşamalarında kaynaklanma-kırılma dengesinin sağlanması nedeniyle hızla azalmaktadır.

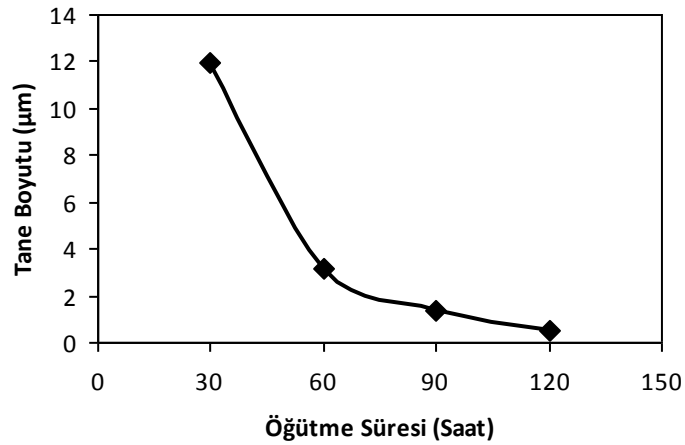


Şekil 3. 24. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 10 SiC Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.

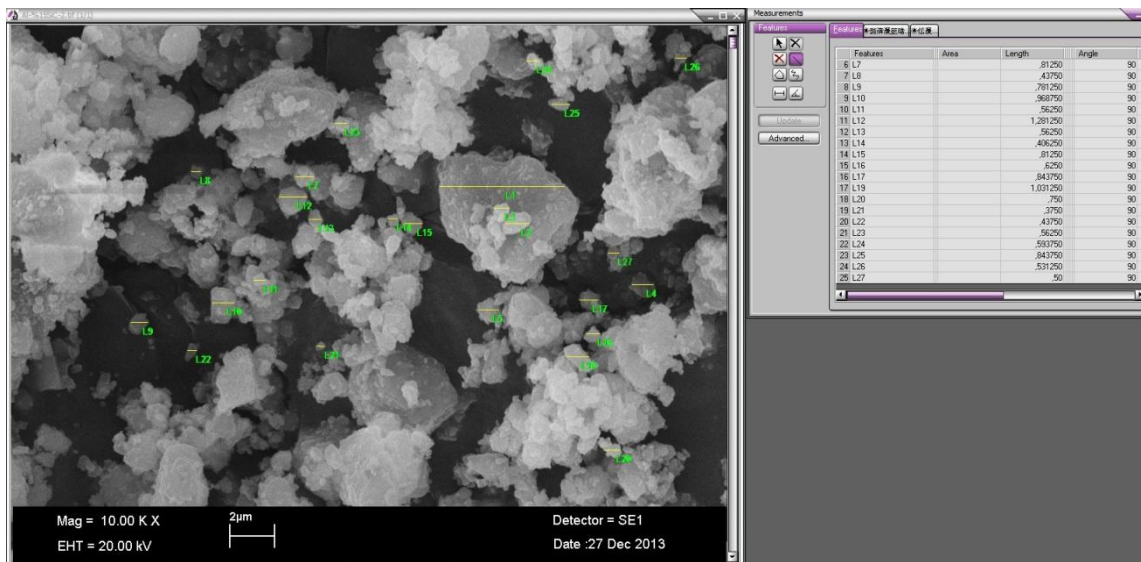
Tane boyutundaki en dikkat çekici değişim 30-60 saat aralığında gerçekleşmiştir. Şekil 3.27’de ise 120 saat öğütülmüş Al- % 15 SiC numunesi üzerinde yapılan örnek tane boyutu analizi görülmektedir.



Şekil 3. 25. Al-% 10 SiC için Öğütme Süresi-Tane Boyutu Değişim Grafiği.



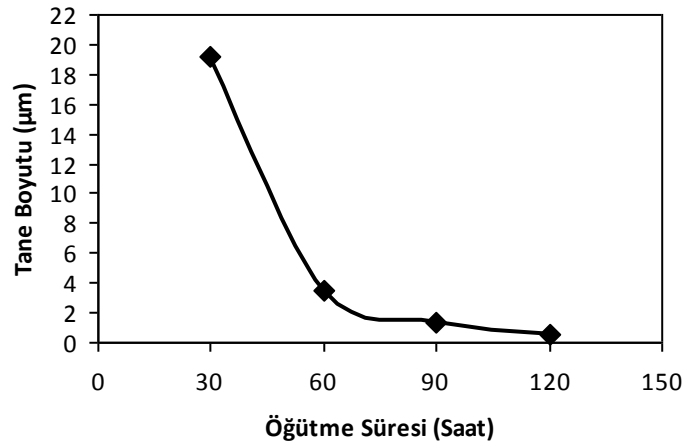
Şekil 3. 26. Al-% 15 SiC için Öğütme Süresi-Tane Boyutu Değişim Grafiği.



Şekil 3. 27. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 15 SiC Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.

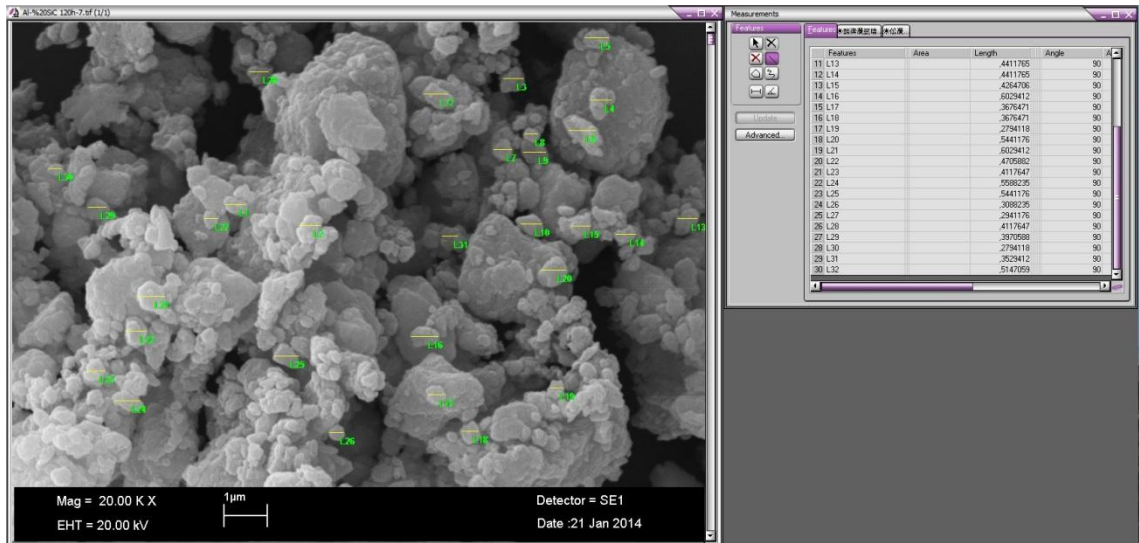
Al-% 20 SiC kompozit toz karışımı üzerinde farklı süreler için yapılan görüntü analizlerinin sonuçları Şekil 3.28’de grafiksel olarak verilmiştir. Tane boyutu öğütmenin ilk aşamalarında ortalama 19,19 µm civarında iken 60 saatlik öğütme sonunda 3,428 µm’a kadar düşmüştür.

Öğütme işlemleri sonrasında tane boyutundaki en dikkat çekici düşüş bu süre aralığında gerçekleşmiştir.



Şekil 3. 28. Al-% 20 SiC için Öğütme Süresi-Tane Boyutu Değişim Grafiği.

Şekil 3.29’da 120 saat öğütülmüş Al- % 20 SiC numunesinin örnek tane boyutu analizi görülmektedir.

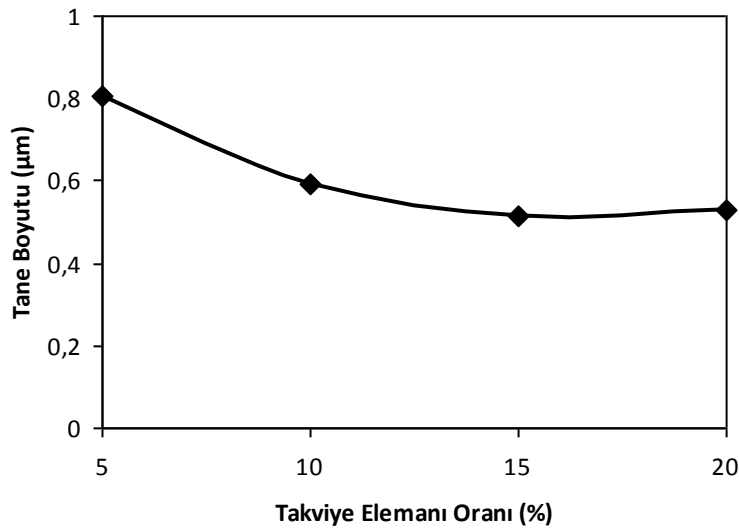


Şekil 3. 29. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 20 SiC Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.

Al-SiC bileşenlerinin tane boyutu değişimleri incelendiğinde 30 saat öğütme işlemi sonrasında hesaplanan ortalama boyutu değerlerinin değişken olduğu görülmüştür. Hesaplanan ortalama tane boyutu Al- % 15 SiC hariç diğer numuneler için 11-15 µm aralığında değişirken bu numune için yaklaşık olarak 73 µm değerindedir. Ancak 90

saat öğütme sonrasında soğuk kaynaklanma ve kırılma prosesleri arasında dengeye ulaşılması nedeniyle numunelerin hemen hepsi için ortalama tane boyutunun birbirine yakın olduğu görülmüştür.

Şekil 3.30’da farklı oranlarda SiC içeren kompozit toz karışımlarının 120 saat öğütülmesi sonucu hesaplanan ortalama tane boyutunun takviye elemanı oranı ile değişimi verilmiştir. Buna göre en büyük tane boyutu değeri Al- % 5 SiC bileşiminde görülürken en küçük tane boyutu Al- % 15 SiC ve Al- % 20 SiC toz karışımlarına aittir.



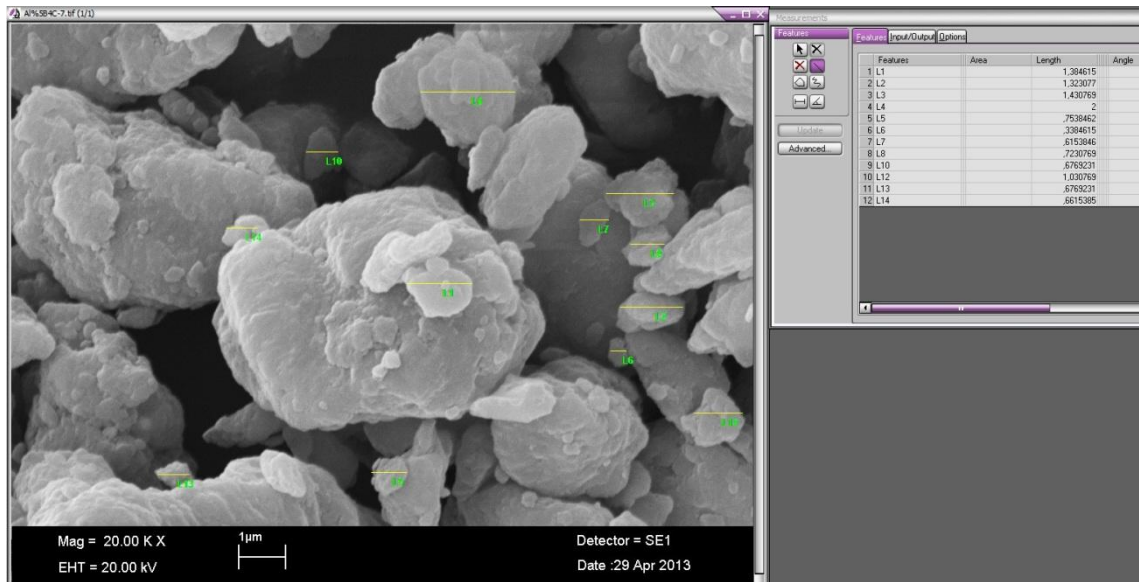
Şekil 3. 30. Al- SiC Toz Karışımları için Tane Boyutunun Takviye Elemanı Oranı ile Değişimi.

Tablo 3.3’te Al-B₄C kompozit toz karışımları için ortalama tane boyutunun öğütme süresi ve takviye elemanı oranı ile değişimi verilmiştir.

Şekil 3.31 ve Şekil 3.32 sırasıyla Al-% 5 B₄C toz karışımına ait örnek bir tane boyutu analizini ve hesaplanan ortalama tane boyutunun öğütme süresi ile değişimini vermektedir. 30 saatlik öğütme işlemi sonrasında numuneye ait tane boyutu yaklaşık olarak 51,577 µm olarak hesaplanmıştır. Elde edilen bu yüksek tane boyutu değeri hem öğütmenin ilk aşamalarında daha etkin olan soğuk kaynaklanma mekanizmasının hem de takviye elemanı olan B₄C’ün düzensiz başlangıç tane boyutu aralığının (22-59 µm) bir sonucu olduğu düşünülmektedir.

Tablo 3. 3. Al-B₄C Toz Karışımları için Öğütme Süresi – Tane Boyutu Değişimi.

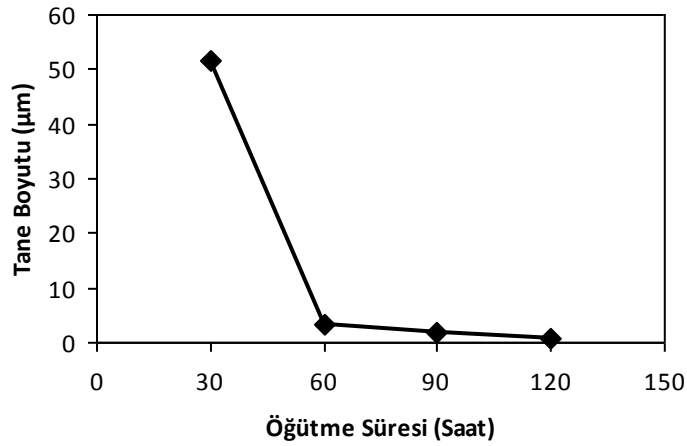
Öğütme Süresi (Saat)	Al-B ₄ C Toz Karışımlarının Öğütme Sonrası Tane Boyutu (µm)			
	Bileşim (% Ağırlık)			
	% 5	% 10	% 15	% 20
30	51,577	5,449	197,76	6,637
60	3,181	2,509	2,735	3,003
90	1,794	1,554	1,457	1,484
120	0,828	0,956	0,710	0,743



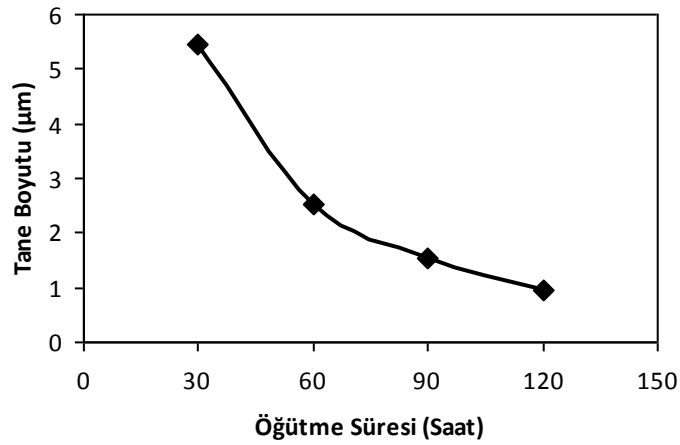
Şekil 3. 31. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 5 B₄C Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.

Şekil 3.33'te Al-% 10 B₄C toz karışımı için tane boyutunun öğütme süresi ile değişimi grafik olarak gösterilmiştir. Buna göre 30 saat öğütme sonrasında 5,449 µm olarak tespit edilen tane boyutu artan öğütme süresi ile azalmıştır.

Şekil 3.34'te ise söz konusu numunenin 120 saat öğütülmesi sonucu elde edilen yapının tane boyutu analizine ait bir örnek verilmiştir.



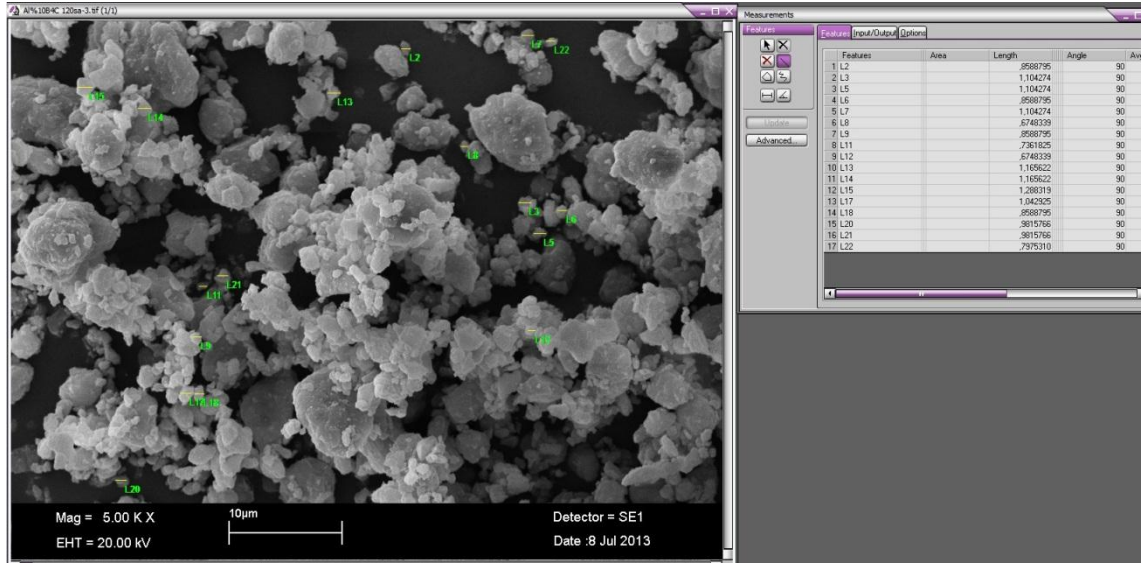
Şekil 3. 32. Al-% 5 B₄C için Öğütme Süresi-Tane Boyutu Değişim Grafiği.



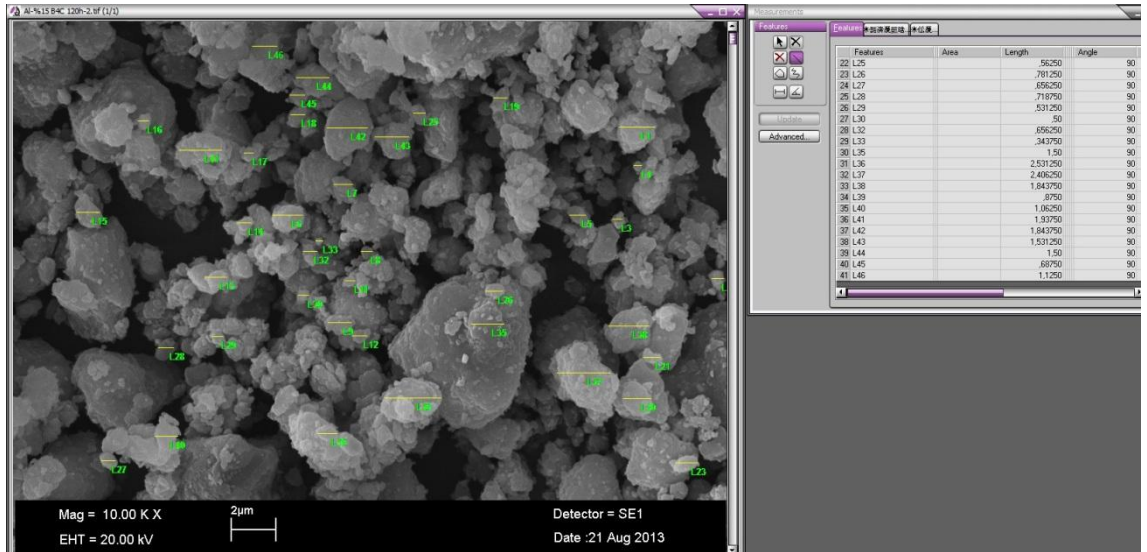
Şekil 3. 33. Al-% 10 B₄C için Öğütme Süresi-Tane Boyutu Değişim Grafiği.

Şekil 3.35 120 saat öğütülmüş Al-% 15 B₄C toz karışımının tane boyutu analizine örnek verilmiştir. Şekil 3.36'da görüldüğü gibi Al-% 15 B₄C toz karışımına ait ortalama tane boyutu değeri öğütmenin ilk aşamalarında oldukça yüksek olup öğütme süresi 30 saatten 60 saate çıkarken oldukça dikkat çekici bir azalma göstermiştir.

Tablo 3.3'te verilen değerlere bakıldığında hesaplanan ortalama tane boyutunun öğütme işleminin ilk aşamalarından (30 saatlik öğütme işleminden) sonra kırılma mekanizmasının etkin hale gelmesi nedeniyle 60 saatlik öğütme sonrasında 2,735 μm 'a kadar düştüğü görülmüştür.

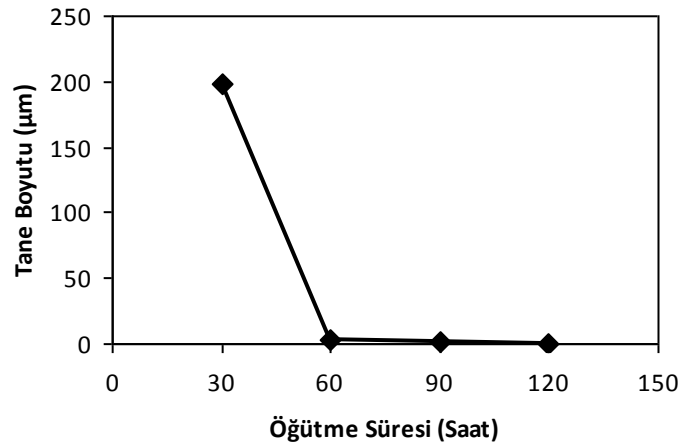


Şekil 3. 34. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 10 B₄C Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.

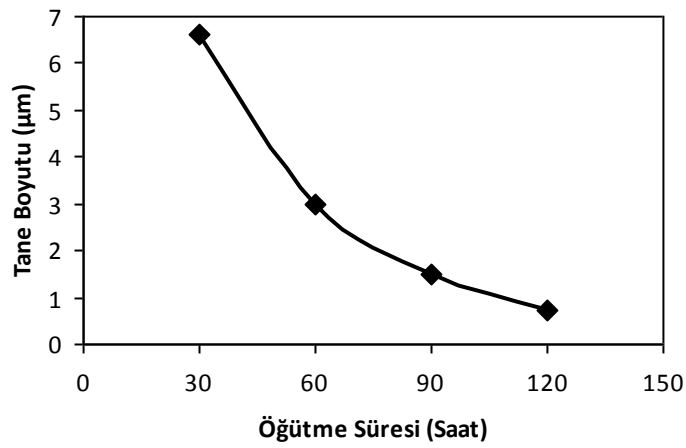


Şekil 3. 35. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 15 B₄C Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.

Diğer Al-B₄C toz karışımlarından farklı olarak Al-% 20 B₄C toz karışımının öğütmenin ilk aşamalarındaki tane boyutu artan takviye elemanı hacim oranı nedeniyle düşük değerlerdedir. Şekil 3.37'den görülebileceği gibi söz konusu numune için tane boyutunun öğütme süresi ile değişiminde keskin geçişler yoktur. Şekil 3.38'de 120 saat boyunca öğütülmüş Al-% 20 B₄C üzerinde Image ProPlus yazılımı ile örnek tane boyutu analizi verilmiştir.



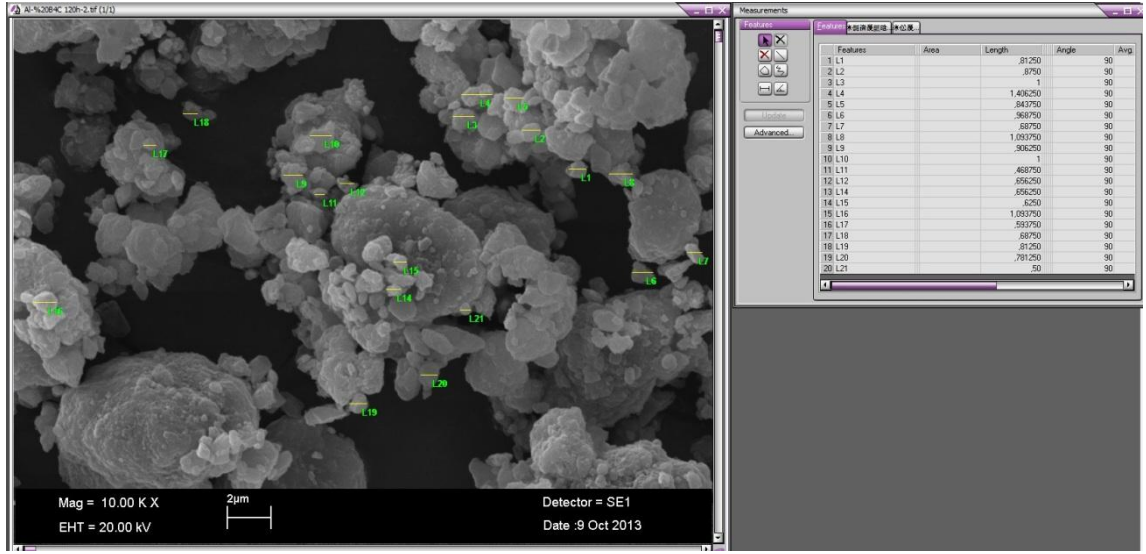
Şekil 3. 36. Al-% 15 B₄C için Öğütme Süresi-Tane Boyutu Değişim Grafiği.



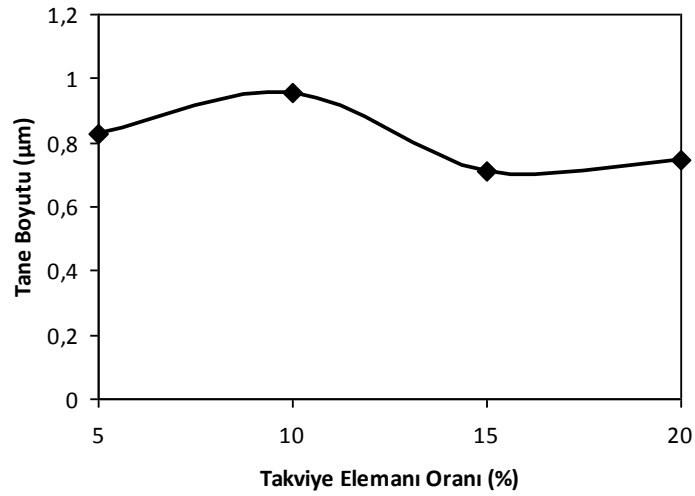
Şekil 3. 37. Al-% 20 B₄C için Öğütme Süresi -Tane Boyutu Değişim Grafiği.

Al-B₄C bileşenleri için tane boyutu değişimleri incelendiğinde 30 saat öğütme sonrasında hesaplanan ortalama tane boyutu değerleri 6-197 μm gibi geniş bir aralıkta değiştiği görülmektedir. Ancak diğer serilere benzer şekilde 90 saat öğütme sonrasında hemen hepsi için ortalama tane boyutunun 1,4 μm -1,7 μm gibi dar bir aralıkta değiştiği görülmüştür.

Şekil 3.39'da farklı oranlarda B₄C içeren toz karışımlarının 120 saat öğütülmesi sonucu hesaplanan ortalama tane boyutunun kullanılan takviye elemanının oranı ile değişimi verilmiştir.



Şekil 3. 38. 120 Saat Boyunca Öğütülmüş Al-% 20 B₄C Numunesi Üzerinde Image ProPlus ile Tane Boyutu Analizi.



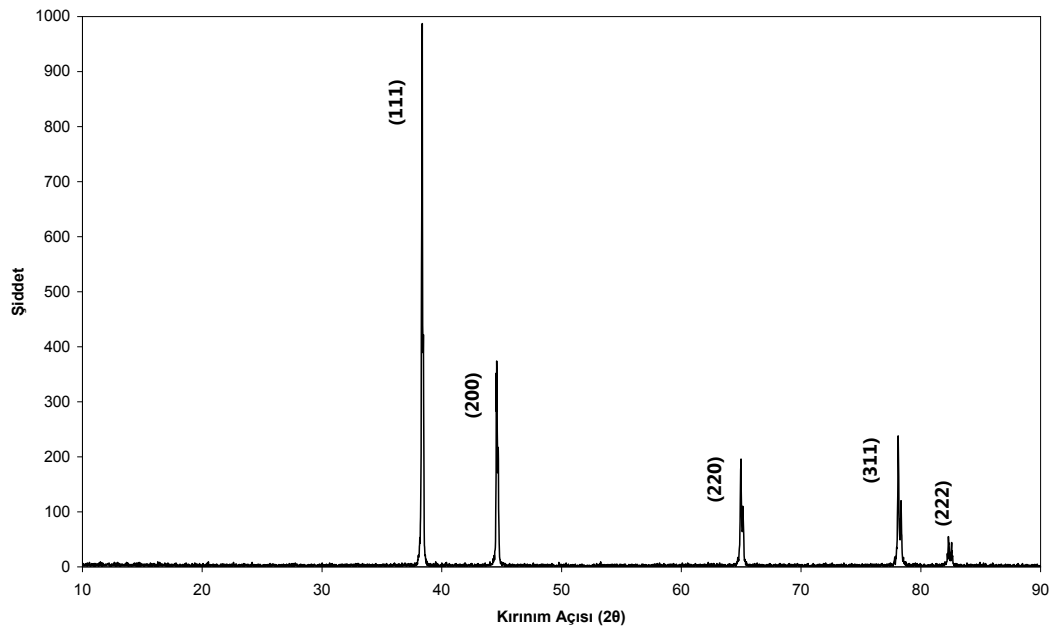
Şekil 3. 39. Al- B₄C Toz Karışımları için Tane Boyutunun Takviye Elemanı Oranı ile Değişimi.

3.3. X-RD Analizleri

Öğütme işlemleri esnasında belirli aralıklarla alınan numuneler farklı faz oluşumlarını ve öğütme esnasında kirliliğin oluşup oluşmadığını anlamak için X-RD analizlerine tabi tutulmuşlardır. Karşılaştırma yapabilmek için öğütülen numunelere ek olarak toz karışımlarını oluşturan saf Al ile takviye elemanları olan öğütülmemiş saf Al₂O₃, SiC ve B₄C'nin de X-RD analizleri yapılmıştır. Ayrıca öğütme esnasında süreç kontrol etkeni

olarak kullanılan stearik asitin de toz bileşimlerinde herhangi bir kirlenmeye neden olup olmadığını anlamak için X-RD analizi yapılmıştır.

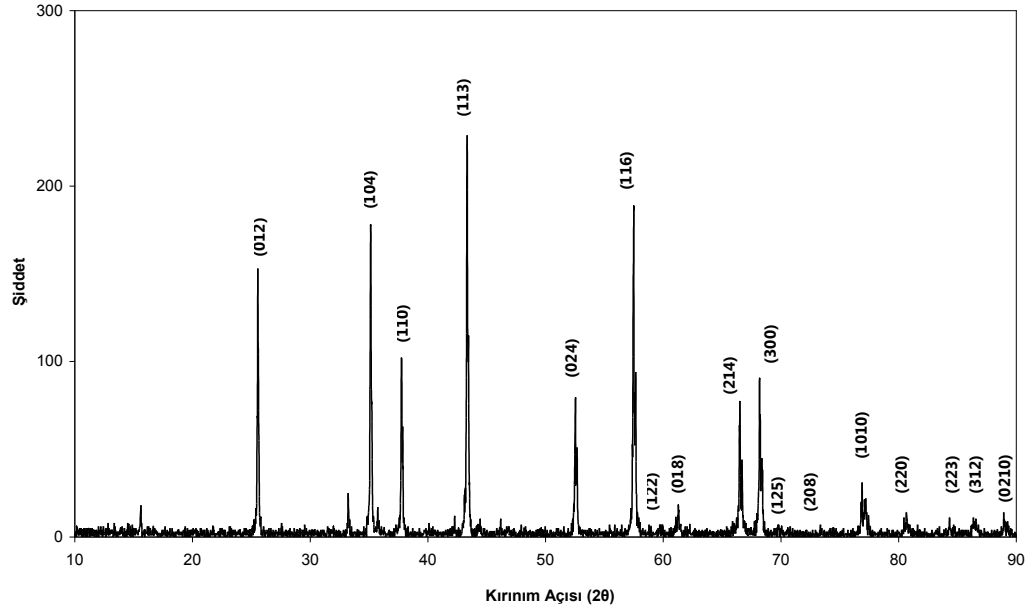
Şekil 3.40 saf alüminyum tozuna ait X-RD grafiğini vermektedir. Şekilden de görülebildiği gibi saf alüminyuma ait 5 tane dikkat çekici pik mevcuttur. Bunlardan ilki ve en yüksek şiddette olanı $38,38^\circ 2\theta$ değerinde olmaktadır. Daha sonra sırasıyla $44,6^\circ$, 65° , $78,12^\circ$ ve $82,58^\circ 2\theta$ değerlerinde 4 farklı dikkat çekici pik mevcuttur. Bu pikler sırasıyla saf alüminyumun (111), (200), (220), (311) ve (222) düzlemlerine aittir.



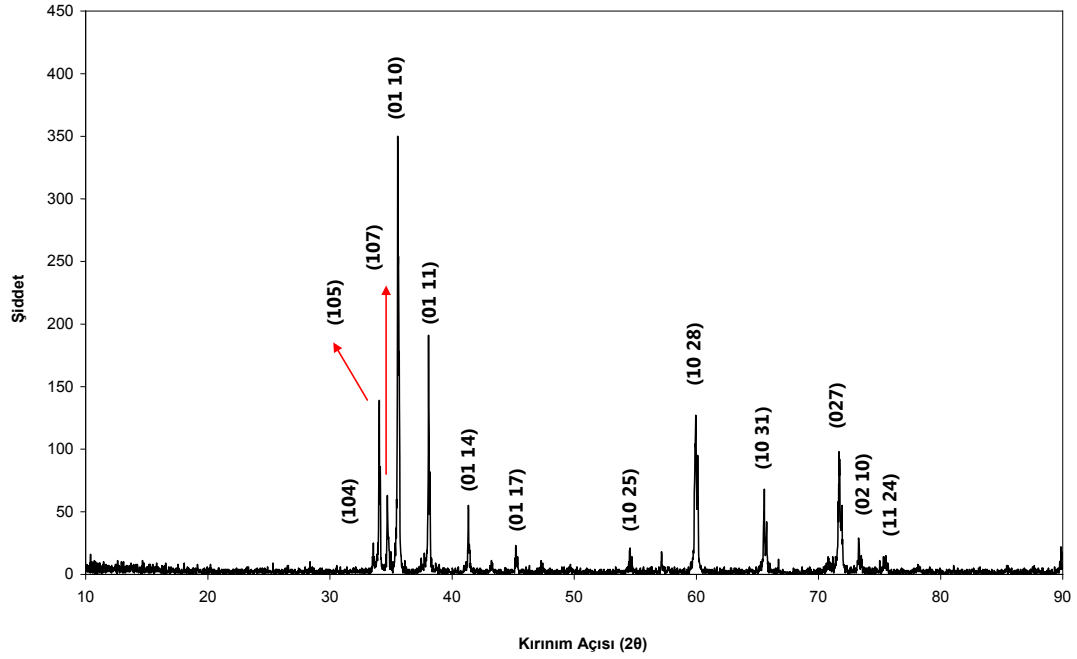
Şekil 3. 40. Öğütülmemiş Saf Al'a ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.41 ve Şekil 3.42' de sırasıyla Al_2O_3 ve SiC'e ait X-RD grafikleri verilmiştir. Al_2O_3 için en şiddetli pik $43,34^\circ$ 'de 229 değerinde olup (113) atom düzlemine aittir. SiC içinse en şiddetli pik $35,56^\circ$ 'de 350 değerinde gözlenmiş olup (00 10) atom düzlemine aittir.

Öğütülmemiş saf B_4C için elde edilen X-RD toz deseni Şekil 3.43'te verilmiştir. B_4C 'e ait piklerden şiddeti en yüksek olanı $37,76^\circ 2\theta$ değerinde ölçülen pik olup 514 şiddetindedir. Bunun dışında $34,92^\circ$ 'de ve $23,42^\circ$ 'de dikkat çekici iki ayrı pik gözlenmiştir.

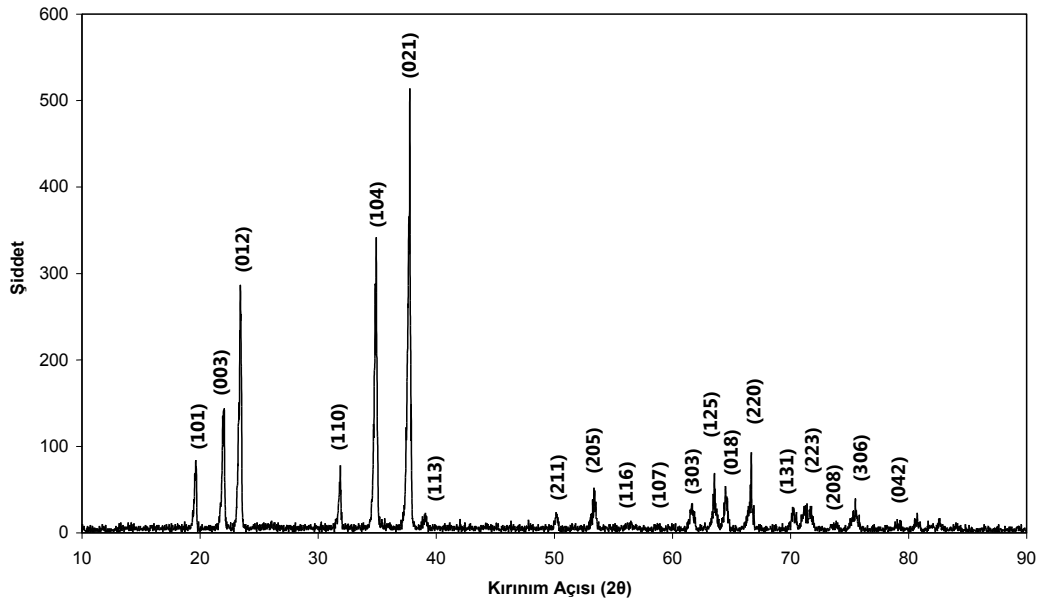


Şekil 3. 41. Öğütülmemiş Saf Al_2O_3 'e ait X-RD Grafiği.



Şekil 3. 42. Öğütülmemiş Saf SiC'e ait X-RD Grafiği.

Kompozit toz karışımlarında kullanılan saf malzemelere ek olarak farklı öğütme sürelerinin etkisini gözlemleyebilmek amacıyla 30 saat aralıklarla alınan numunelerin X-RD grafikleri de karşılaştırılmıştır.

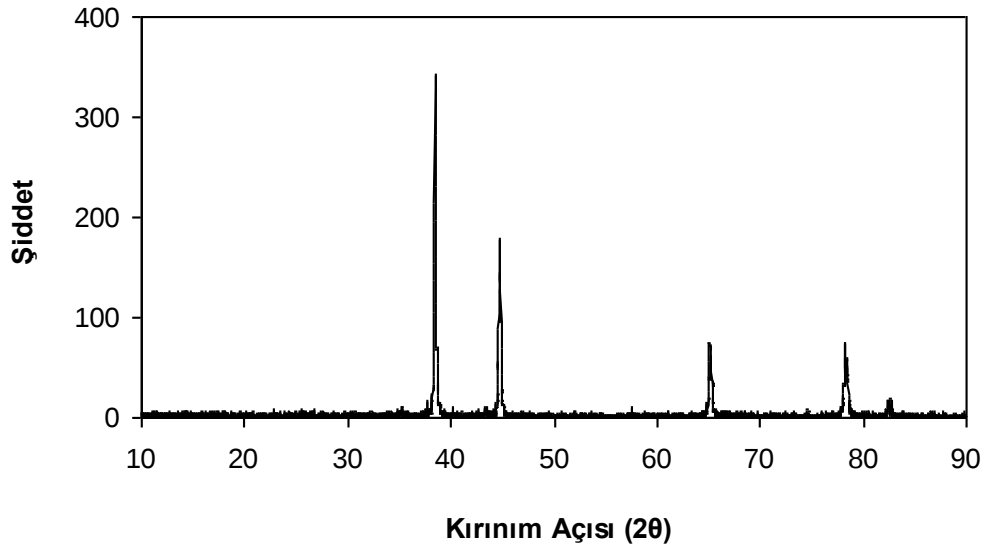


Şekil 3. 43. Öğütülmemiş Saf B₄C' e ait X-RD Grafiği.

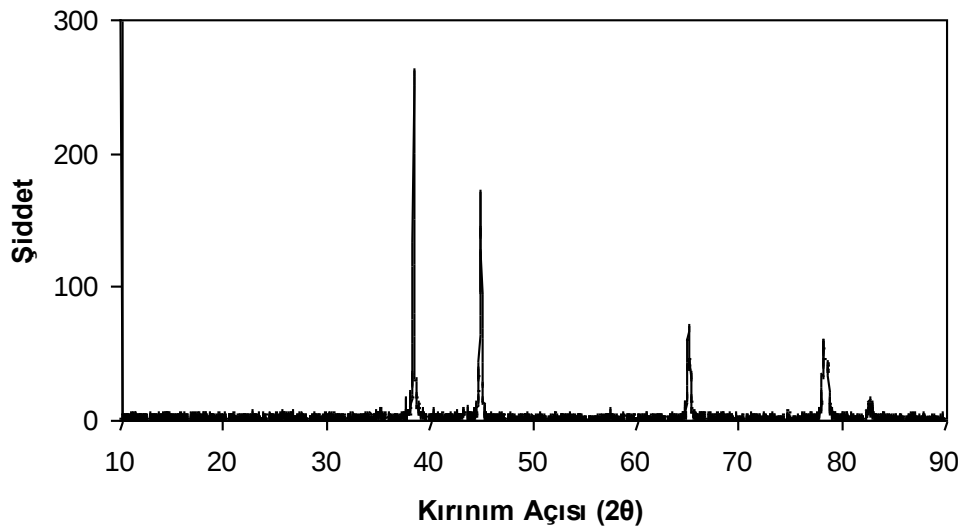
Şekil 3.44, 30 saat öğütülmüş Al-% 5 Al₂O₃ toz karışımına ait X-RD toz desenini gösterirken Şekil 3.45 aynı numunenin 60 saat öğütülmesi sonucunda elde edilen X-RD grafiğini vermektedir.

Şekil 3.44'ten görülebileceği gibi Al- % 5 Al₂O₃ toz karışımının X-RD grafiği toz karışımında alüminyum miktarının fazla olması nedeniyle hala alüminyuma ait pikler hâkim halde görülmektedir. Ancak Şekil 3.45'te görülebileceği gibi bu piklerin şiddeti artan öğütme süreleri ile azalmaktadır. Bu durum aynı toz karışımına ait artan öğütme sürelerinde elde edilen grafiklerde de (Şekil 3.46 ve Şekil 3.47) belirgindir. Örneğin saf alüminyumun X-RD sonuçlarında 38,38°'lik 2θ değerinde gözlenen pikin şiddeti artan öğütme süreleri ile önce 343'e ve öğütme süresi 120 saate çıkarıldığında ise 104'e kadar düşmüştür.

Benzer şekilde, saf alüminyumun X-RD sonuçlarında ikinci büyük pik olarak gözlenen 44,6°'deki pikin şiddeti 374 iken bu değer 30 saat öğütme sonrasında 178'e düşmüştür. 120 saat öğütme sonrasında azalan tane boyutu ile bu pikin şiddeti 46'ya kadar düşmüştür. Benzer sonuçları saf alüminyuma ait diğer pikler için de söylemek mümkündür.



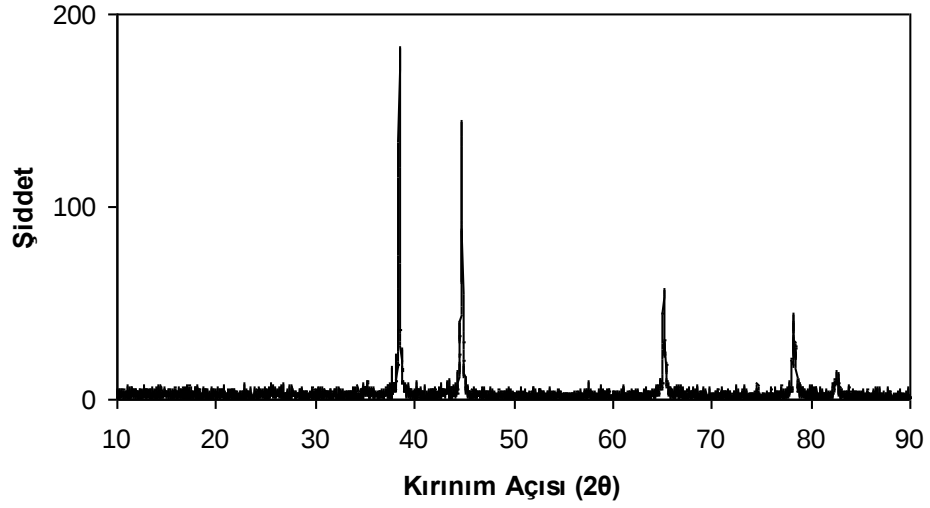
Şekil 3. 44. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 5 Al₂O₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.



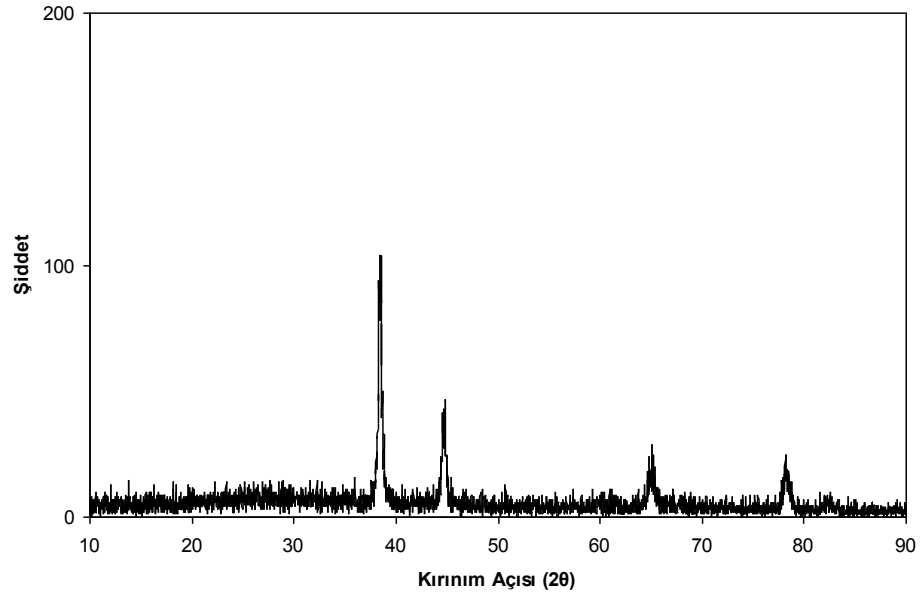
Şekil 3. 45. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 5 Al₂O₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.46 ve Şekil 3.47 sırasıyla Al- % 5 Al₂O₃ toz karışımının 90 ve 120 saat öğütülmesiyle elde edilen X-RD toz desenlerini vermektedir. Buna göre öğütme sürelerinin artmasıyla saf alüminyuma ait piklerin ortaya çıktığı 2θ değerleri de artmaktadır. Örneğin saf alüminyumun X-RD sonuçlarında 38,38°'lik 2θ değerinde gözlenen pik, 30 saat öğütülmüş Al- % 5 Al₂O₃ toz karışımının X-RD toz deseninde 38,48° 2θ değerinde, 120 saat öğütülmüş Al- % 5 Al₂O₃ toz karışımının X-RD toz deseninde ise 38,52° 2θ değerinde gözlenmiştir. Benzer sonuçları diğer pikler için de

söylemek mümkündür. Bu durum, Bragg kanunu gereğince artan öğütme süreleri ile söz konusu atom düzlemleri arasındaki mesafenin azaldığını göstermektedir.

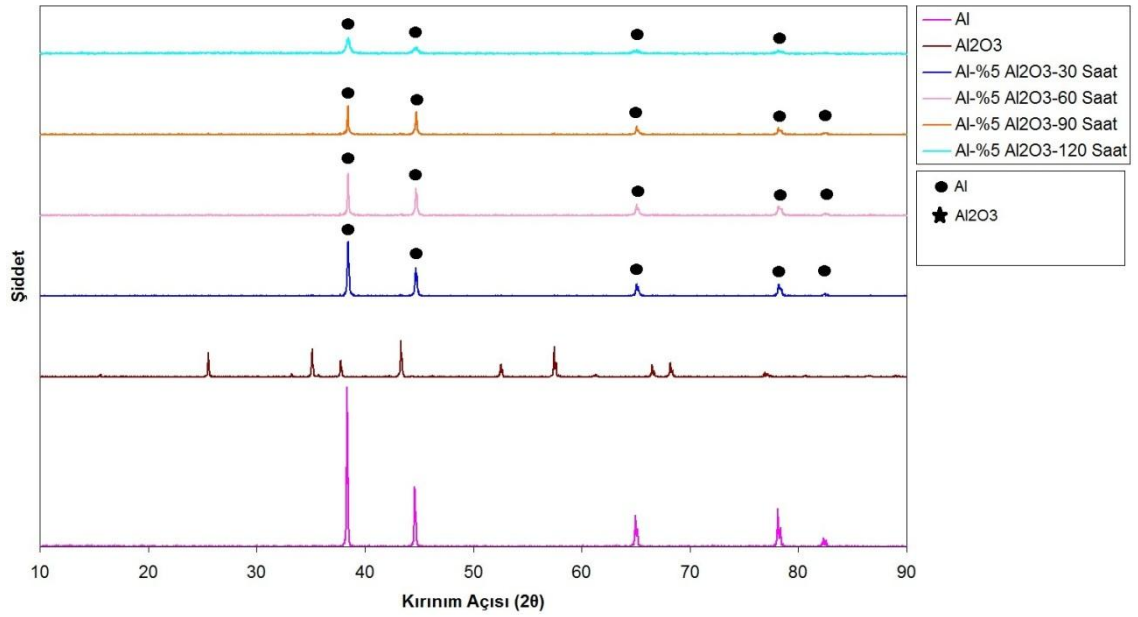


Şekil 3. 46. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 5 Al_2O_3 Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.



Şekil 3. 47. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 5 Al_2O_3 Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.48’de ise Al- % 5 Al_2O_3 ’ün farklı süreler boyunca öğütülmesiyle elde edilen X-RD grafikleri karşılaştırılmalı olarak verilmiştir.

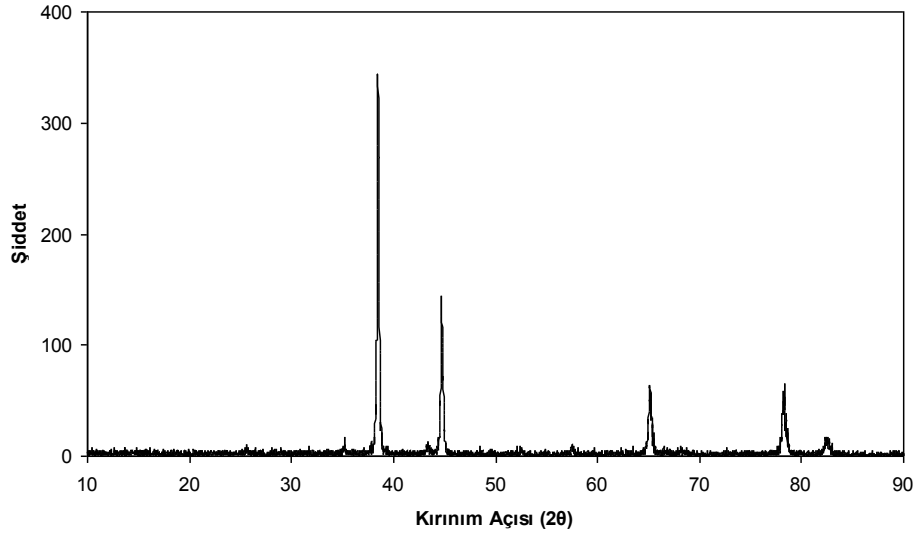


Şekil 3. 48. Al-% 5 Al₂O₃ Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.

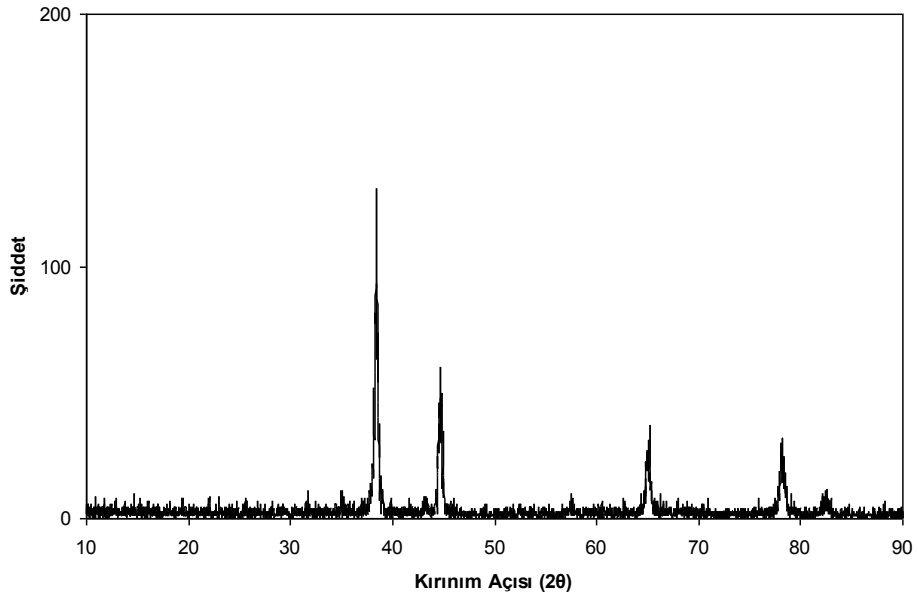
Şekil 3.49’da 30 saat öğütülmüş Al- % 10 Al₂O₃’ün X-RD grafiği verilmiştir. Buna göre Al- % 10 Al₂O₃ kompozit toz karışımının X-RD verileri için de benzer değerlendirmeler yapılması mümkündür.

Al- % 5 Al₂O₃’e benzer şekilde Al- % 10 Al₂O₃’e ait X-RD grafiklerinde de alüminyumun hâkim piklerini görebilmek mümkündür. Ancak artan takviye elemanı miktarının bir sonucu olarak 35,14° olan 2θ değerinde saf Al₂O₃’e ait olan pik ilk kez gözlenmiştir. Bu pikin şiddeti öğütülmemiş saf Al₂O₃ için 177 iken 30 saat öğütülmüş Al- % 10 Al₂O₃ için 17’ye düşmüştür. Şekil 3.50’de görüldüğü gibi öğütme işlemine devam edildikçe azalan tane boyutuna bağlı olarak pikin şiddeti de azalmış ve kaybolmuştur.

Alüminyuma ait hâkim piklerin şiddeti için de benzer şeyleri söylemek mümkündür. Saf alüminyumun X-RD analizlerinde 38,38°, 44,6°, 65°, 78,12° ve 82,52° 2θ değerlerinde gözlemlenen piklerin hepsinin şiddeti 90 saat öğütme süresine kadar azalmıştır. Şekil 3.51’de 90 saat öğütülmüş Al- % 10 Al₂O₃’e ait X-RD grafiği verilmiştir.

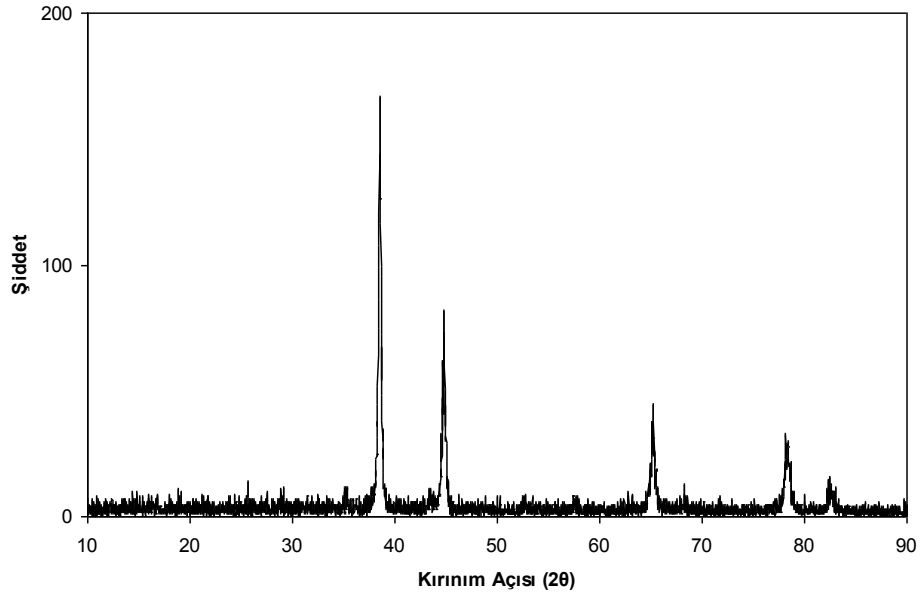


Şekil 3. 49. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 10 Al₂O₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

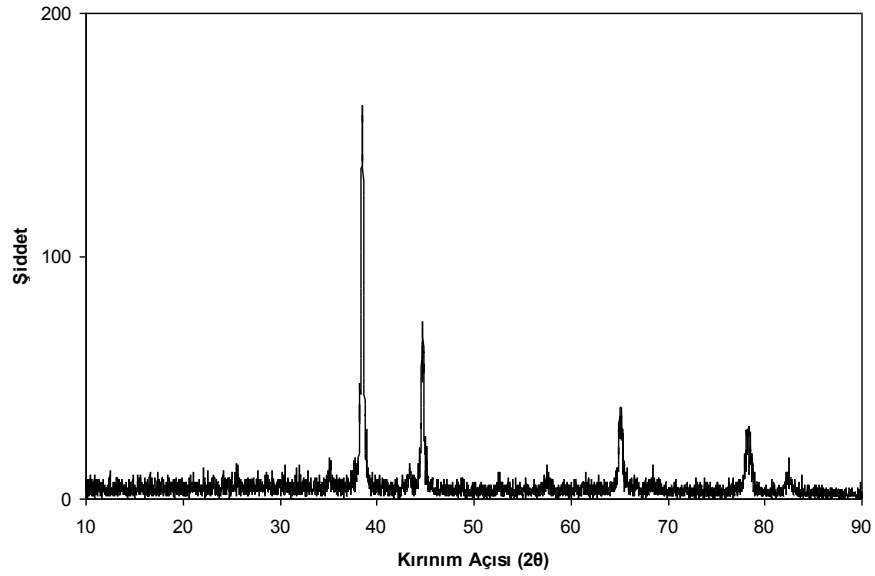


Şekil 3. 50. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 10 Al₂O₃ Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Ancak saf alüminyuma ait bahsedilen piklerin hemen hepsinin şiddeti 120 saat sonunda artış göstermişlerdir (Şekil 3.52). Ayrıca bu piklerin hemen hepsinin şiddeti 120 saat öğütülmüş Al- % 5 Al₂O₃'e ait X-RD grafiklerinde gözlenen piklerden daha yüksektir.



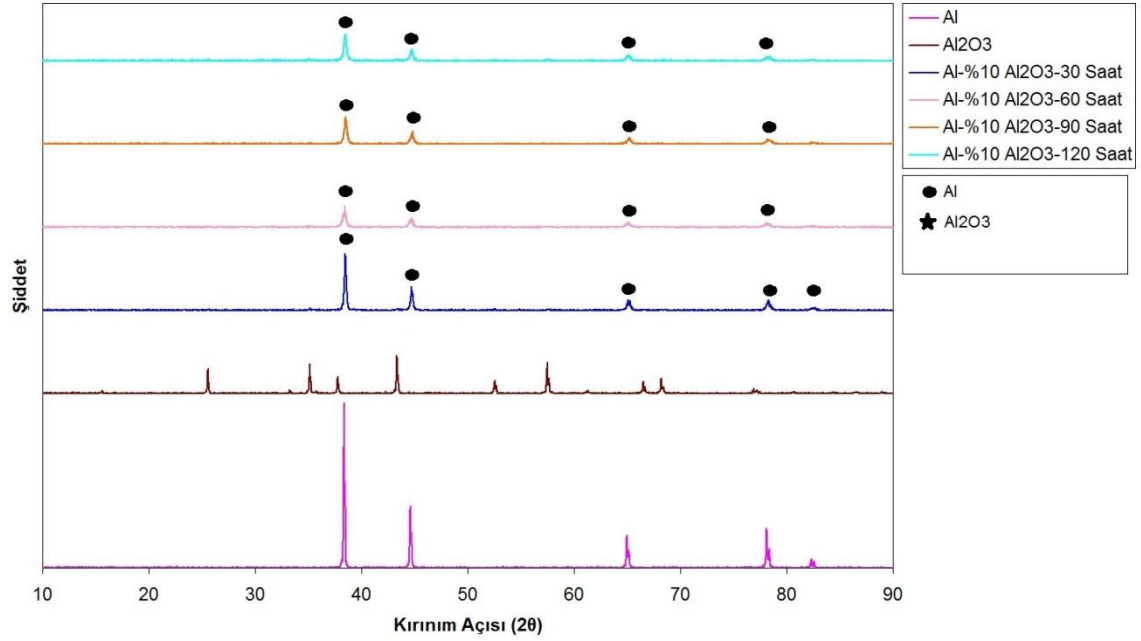
Şekil 3. 51. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 10 Al_2O_3 Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.



Şekil 3. 52. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 10 Al_2O_3 Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Bunun nedeni Bölüm 3.2’de de bahsedildiği gibi 120 saat öğütülmüş Al- % 10 Al_2O_3 toz karışımının tane boyutunun 120 saat öğütülmüş Al- % 10 Al_2O_3 toz karışımının tane boyutundan daha yüksek olmasıdır.

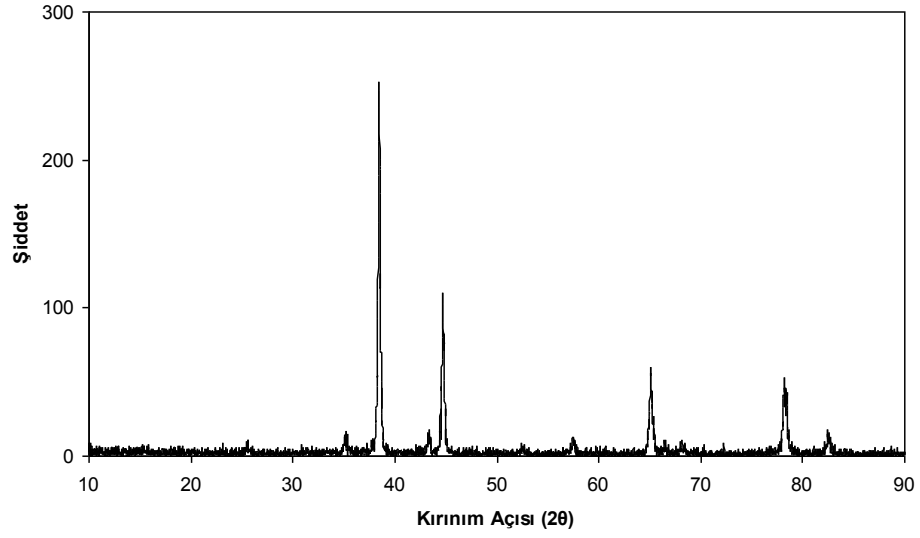
Piklerin ortaya çıktıkları 2 θ değerleri için de Al- % 5 Al₂O₃'e benzer sonuçlar elde edilmiştir. Öğütme süresi arttıkça piklerin ortaya çıktıkları 2 θ değerleri artmış, atom düzlemleri arasındaki mesafe azalmıştır. Şekil 3.53'te farklı süreler boyunca öğütülen Al- % 10 Al₂O₃ toz karışımlarının X-RD toz desenleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir.



Şekil 3. 53. Al-% 10 Al₂O₃ Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.

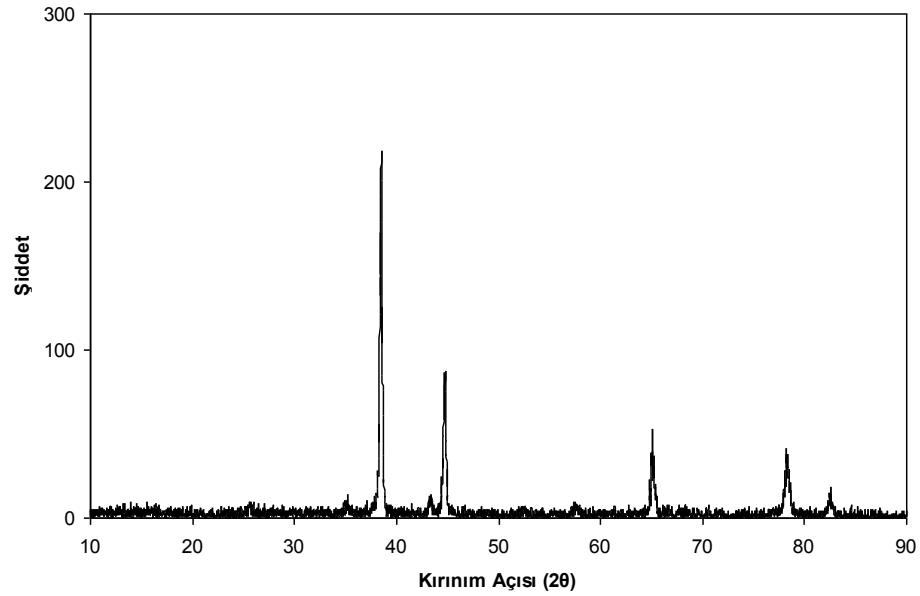
Şekil 3.54'te 30 saat öğütülmüş Al- % 15 Al₂O₃'e ait X-RD grafiği görülmektedir. Hâkim fazın hala alüminyum olması nedeniyle söz konusu numuneye ait X-RD grafiğinde de alüminyuma ait pikleri rahatlıkla gözlemek mümkündür. Ancak artan hacim oranı nedeniyle Al₂O₃'e ait piklerin bir kısmının varlığı da gözlenmiştir.

Daha önceki karışımlarda gözlenmeyen ve saf Al₂O₃'e ait X-RD analizlerinde 43,34°, 52,68° ve 57,44° 2 θ değerlerinde ortaya çıkan pikler bu anlamda dikkat çekicidir. 30 saat öğütülmüş Al- % 15 Al₂O₃'e benzer şekilde bu numune için de 35,18° 2 θ değerinde 17 şiddetinde bir pik de gözlenmiştir.



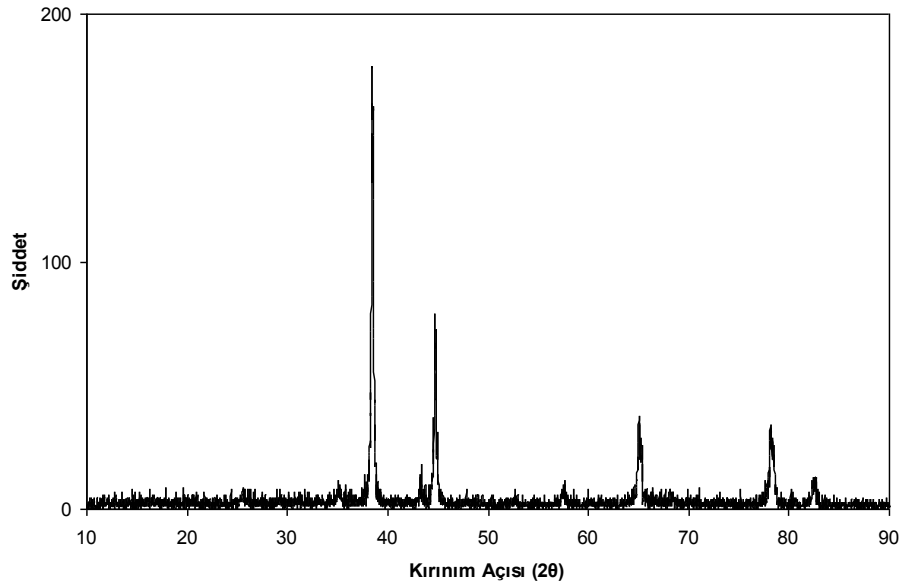
Şekil 3. 54. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 15 Al_2O_3 Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.55’te ise aynı numunenin 60 saat öğütülmesi sonucu elde edilen X-RD analiz sonuçları grafiksel olarak görülmektedir. Buna göre artan öğütme süresi ile hem Al_2O_3 ’e hem de saf alüminyuma ait piklerin şiddeti azalmıştır.



Şekil 3. 55. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 15 Al_2O_3 Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.56’da 90 saat öğütülmüş Al- % 15 Al_2O_3 toz karışımının X-RD toz deseni verilmiştir. Buna göre artan öğütme süresinin alüminyum hâkim pikleri üzerindeki azaltıcı etkisinin devam ettiğini söylemek mümkündür. Buna karşılık Al_2O_3 ’e ait olan ve $43,34^\circ$ ve $57,44^\circ$ 2θ değerlerinde ortaya çıkan piklerin şiddeti 30 saat öğütülmüş numuneye kıyasla neredeyse sabit kalmıştır.

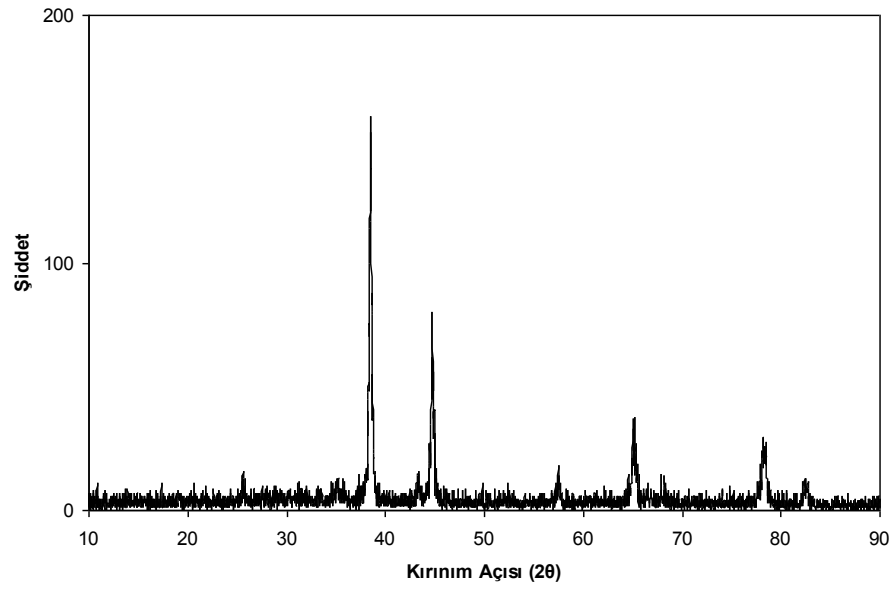


Şekil 3. 56. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 15 Al_2O_3 Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

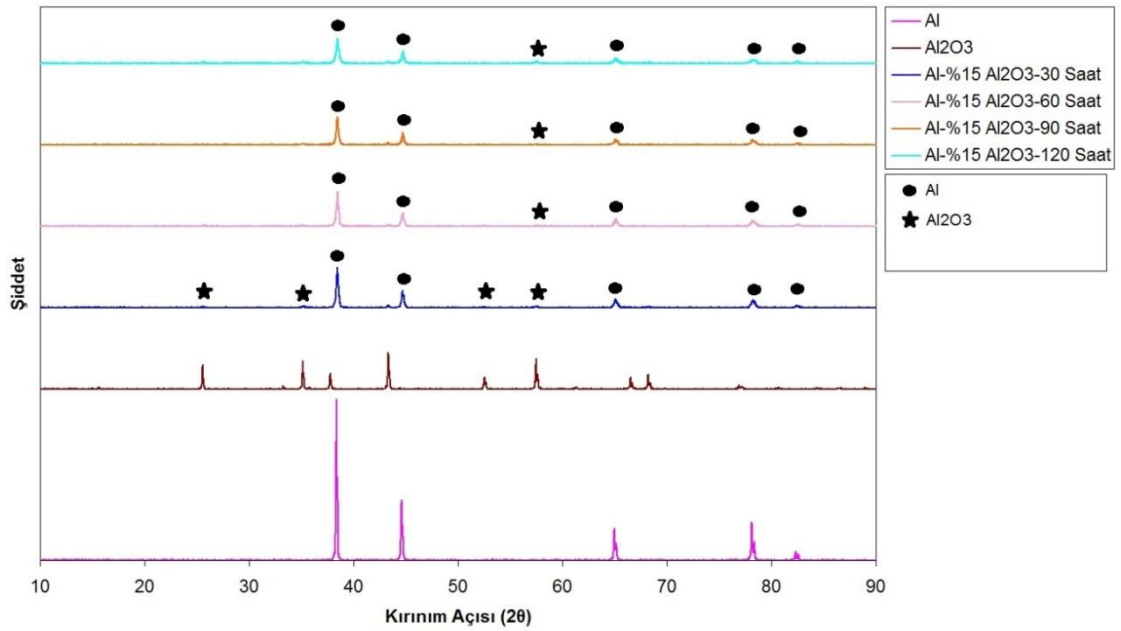
Öğütme işlemine 120 saate kadar devam edilerek alınan numune üzerinde yapılan X-RD analizi grafiği Şekil 3.57’de verilmiştir. Buna göre benzer sonuçları bu numune için de ifade etmek mümkündür.

Alüminyuma ait piklerin şiddeti artan öğütme süresi ile azalmaya devam etmiş Al_2O_3 ’e ait pikler ise şiddetleri hemen hemen sabit kalarak varlıklarını sürdürmüşlerdir. Ancak alüminyuma ait piklerin şiddetinin artan tane boyutu nedeniyle 120 saat öğütülmüş Al-% 10 Al_2O_3 ’e göre daha yüksek olduğu gözlenmiştir.

Şekil 3.58’de ise farklı süreler boyunca öğütülen Al- % 15 Al_2O_3 toz karışımlarının X-RD grafikleri toplu olarak verilmiştir.



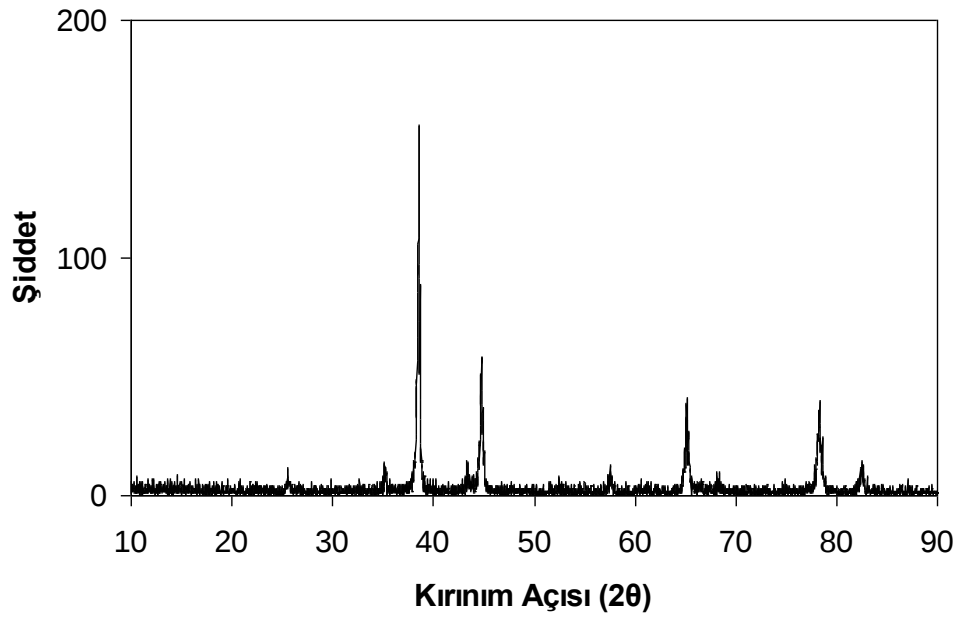
Şekil 3. 57. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 15 Al_2O_3 Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.



Şekil 3. 58. Al-% 15 Al_2O_3 Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.

Şekil 3.59’da ise 30 saat öğütülmüş Al- % 20 Al_2O_3 kompozit toz karışımının X-RD grafiği görülmektedir. Buna göre artan takviye elemanı hacim elemanı ağırlık oranı nedeniyle Al_2O_3 ’e ait pikler ortaya çıkmaya başlamıştır. Söz konusu numune için $25,56^\circ$, $35,22^\circ$, $43,34^\circ$, $57,54^\circ$ ve $68,12^\circ$ olmak üzere dört farklı 2θ değerinde düşük

şiddetlerde Al_2O_3 'e ait pikler gözlenmiştir. Özellikle daha önceki numunelerde gözlenmeyen $25,56^\circ$ ve $68,12^\circ$ 2θ değerlerindeki piklerin varlığı dikkat çekicidir. Ayrıca alüminyuma ait piklerin de daha düşük şiddetlerle varlığını sürdürdüğü görülmektedir. Ayrıca diğer numunelere benzer şekilde hem alüminyuma hem de Al_2O_3 'e ait piklerin ortaya çıktığı 2θ değerlerinin genellikle arttığı da gözlenmiştir.



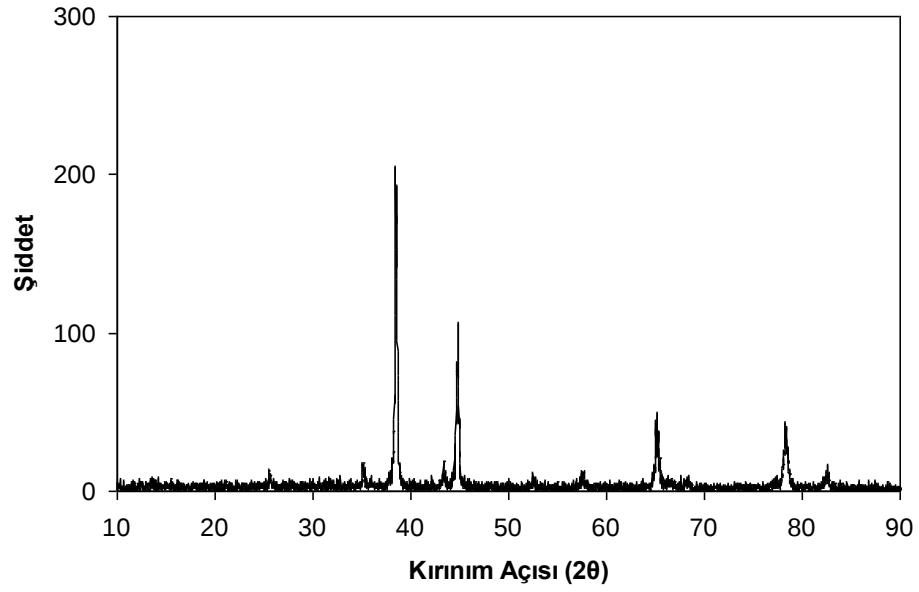
Şekil 3. 59. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 20 Al_2O_3 Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Öğütme işlemine devam edildikçe mevcut piklerin varlığını sürdürdüğü görülmüştür. 60 saat öğütme sonunda Al_2O_3 'e ait olan diğer bir pik $52,48^\circ$ 2θ değerinde 12 şiddetinde ortaya çıkmıştır (Şekil 3.60).

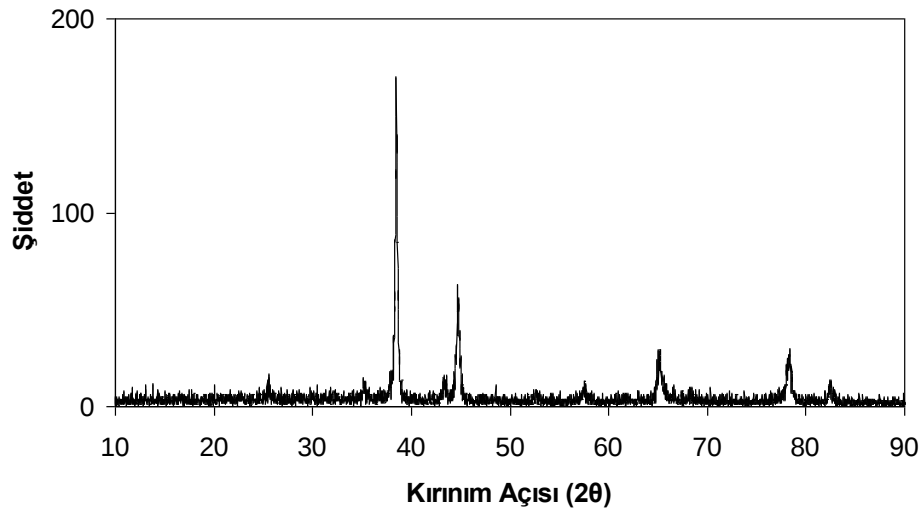
Şekil 3.61, 90 saat öğütülmüş Al- % 20 Al_2O_3 'e ait X-RD grafiğini göstermektedir. 90 saat öğütme sonrasında alüminyum piklerinin şiddetleri azalarak sürerken Al_2O_3 'e ait olan pikler $25,58^\circ$, $35,12^\circ$, $43,36^\circ$, $52,6^\circ$, $57,54^\circ$ ve $68,2^\circ$ 'de ortaya çıkmışlardır. Bu piklerin şiddetleri öğütme süresi arttıkça neredeyse sabit kalmış durumdadır.

Şekil 3.62'de 120 saat öğütülmüş Al- % 20 Al_2O_3 'ün X-RD grafiği verilmiştir. Buna göre artan Al_2O_3 hacim oranı nedeniyle saf Al_2O_3 'e ait X-RD deseninde $77,22^\circ$ 2θ değerinde gözlenen pik hariç Al_2O_3 'e ait bütün pikler gözlenmiştir. Alüminyuma ait

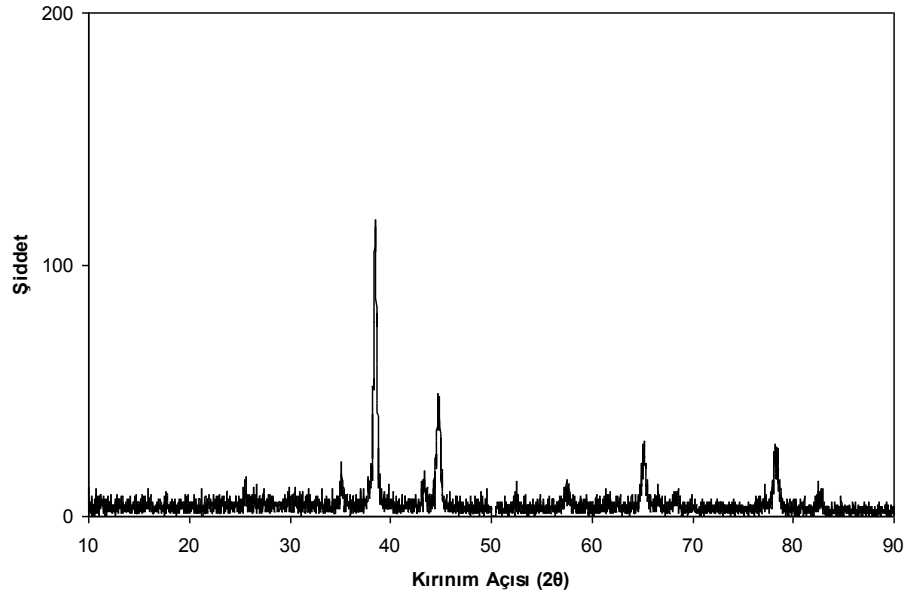
piklerin şiddeti 90 saat öğütülmüş numuneye göre düşerken Al_2O_3 'e ait bütün piklerin şiddeti hemen hemen aynı kalmıştır. $37,08^\circ$ ve $66,56^\circ$ 2θ değerlerindeki Al_2O_3 pikleri ise ilk defa 120 saat öğütülmüş Al- % 20 Al_2O_3 bileşiminde sırasıyla 11 ve 13 şiddetlerinde ortaya çıkmışlardır.



Şekil 3. 60. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 20 Al_2O_3 Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

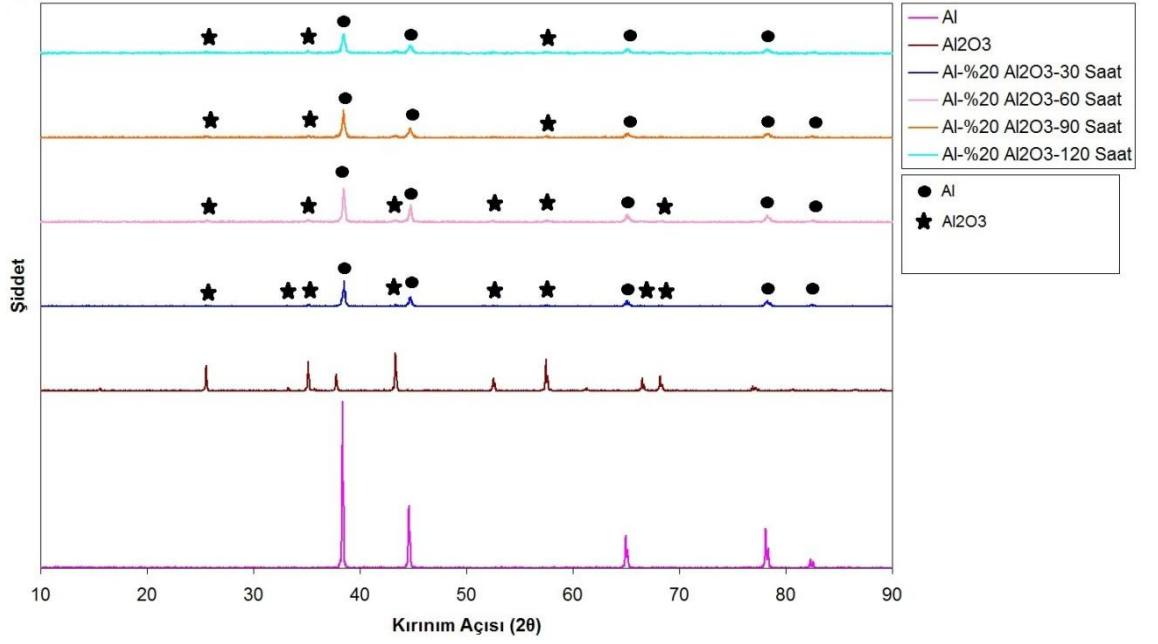


Şekil 3. 61. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 20 Al_2O_3 Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.



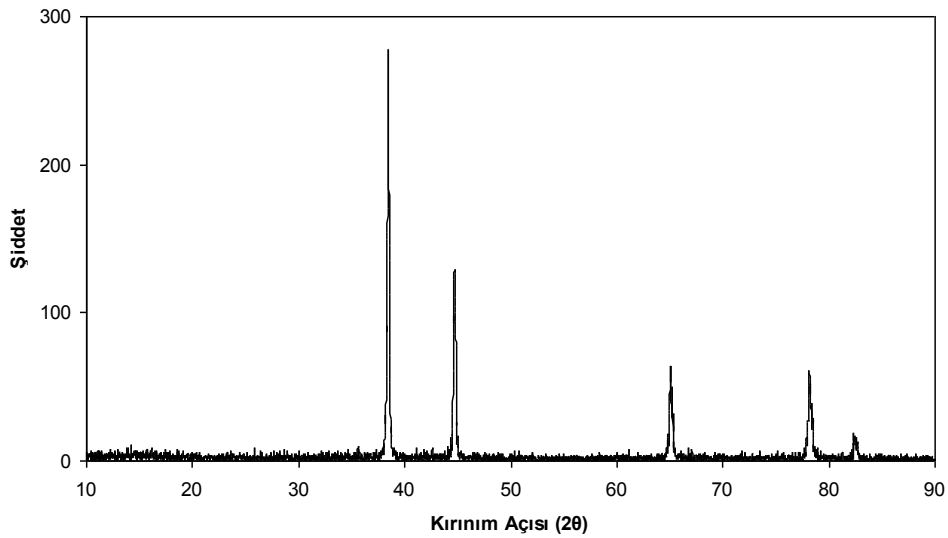
Şekil 3. 62. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 20 Al_2O_3 Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.63'te farklı süreler boyunca öğütülen Al- % 20 Al_2O_3 toz karışımlarının X-RD grafikleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir.



Şekil 3. 63. Al-% 20 Al_2O_3 Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.

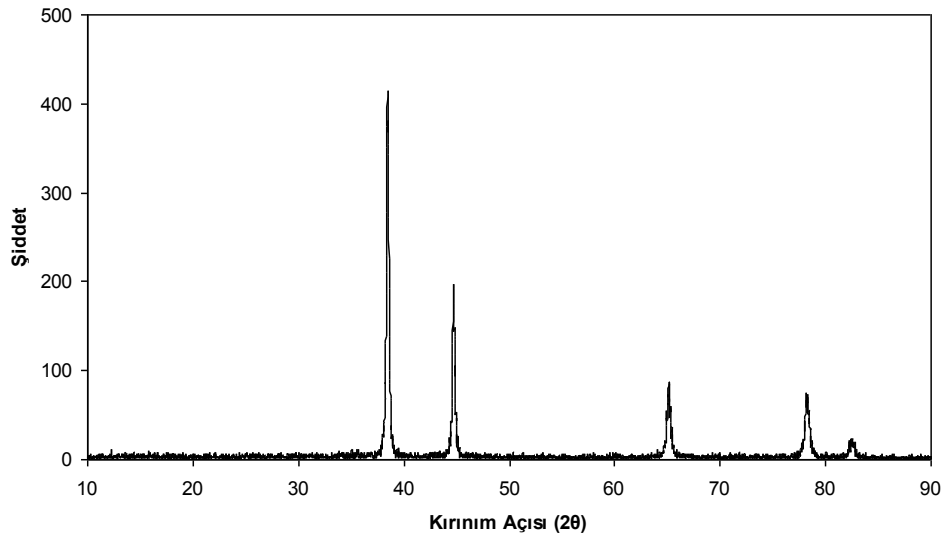
30 saat öğütülmüş Al- % 5 SiC bileşimine ait X-RD analiz sonuçları Şekil 3.64'te verilmiştir. Karışımdaki SiC ağırlık oranının az olması nedeniyle Al-% 5 Al_2O_3 numunesine benzer şekilde analizlerde alüminyuma ait pikler hâkimdir. Ancak piklerin şiddeti öğütülmemiş saf alüminyuma göre oldukça düşüktür. Örneğin saf alüminyuma ait en şiddetli pik olan $38,38^\circ 2\theta$ değerindeki pikin şiddeti 30 saat öğütülmüş Al- % 5 SiC bileşiminde 278'e kadar düşmüştür.



Şekil 3. 64. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 5 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

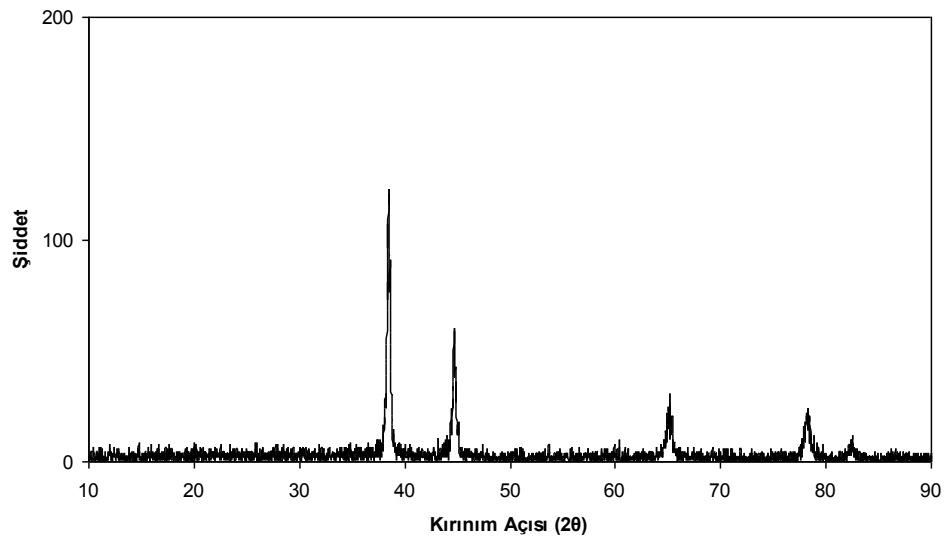
Şekil 3.65'te verilen X-RD sonuçları ise söz konusu numunenin 60 saat öğütülmesi sonucunda elde edilmiştir. Hâkim fazın yine alüminyum olması nedeniyle alüminyuma ait pikler 60 saat sonunda da görülmektedir. Ancak piklerin şiddetleri 30 saat öğütülmüş numuneye göre artmıştır.

Şekil 3.66'da ise aynı numunenin 90 saat öğütülmesi sonucu elde edilen X-RD grafiği görülmektedir. Piklerin gözlemlendiği 2θ değerlerinde değişiklik olmamasına rağmen şiddetleri 60 saat öğütmede elde edilen değerlere göre düşmüştür. Bu düşüş 120 saat öğütme sonrasında da devam etmiştir (Şekil 3,67). Örneğin saf alüminyuma ait en yüksek şiddete sahip olan $38,38^\circ 2\theta$ değerindeki pikin şiddeti 120 saat sonrasında 109'a düşmüştür. $44,6^\circ$ de gözlemlenen (200) atom düzlemine ait alüminyum pikinin şiddeti ise öğütme süresince 374'ten 51'e kadar düşmüştür.



Şekil 3. 65. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 5 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

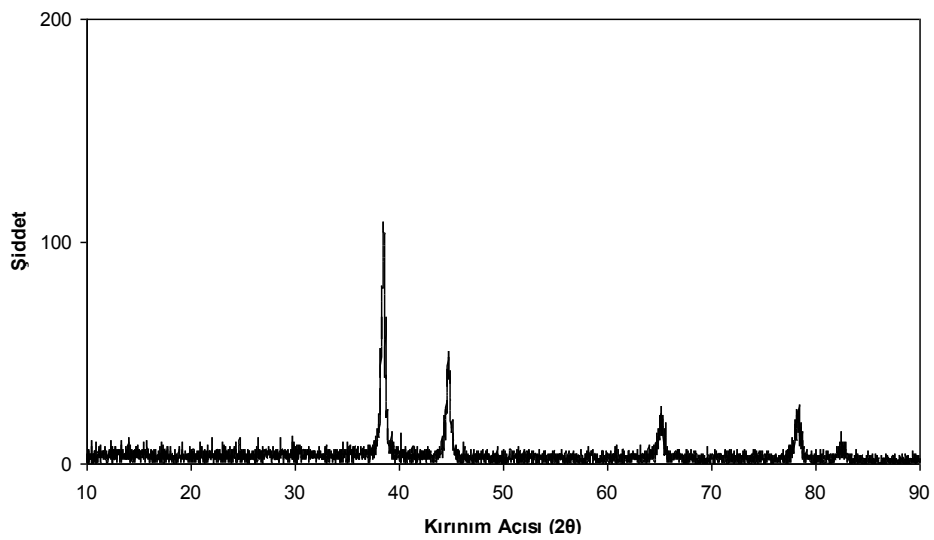
Al-Al₂O₃ toz karışımlarına benzer şekilde Al-% 5 SiC toz karışımında da artan öğütme süreleri ile saf alüminyuma ait piklerin ortaya çıktığı 2θ değerleri artış göstermiştir.



Şekil 3. 66. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 5 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.68’de Al- % 5 SiC kompozit toz karışımının farklı süreler boyunca öğütülmesiyle elde edilen numunelerden alınan X-RD grafikleri karşılaştırılmalı olarak verilmiştir. Söz konusu piklerdeki değişim bu grafik üzerinden karşılaştırmalı olarak

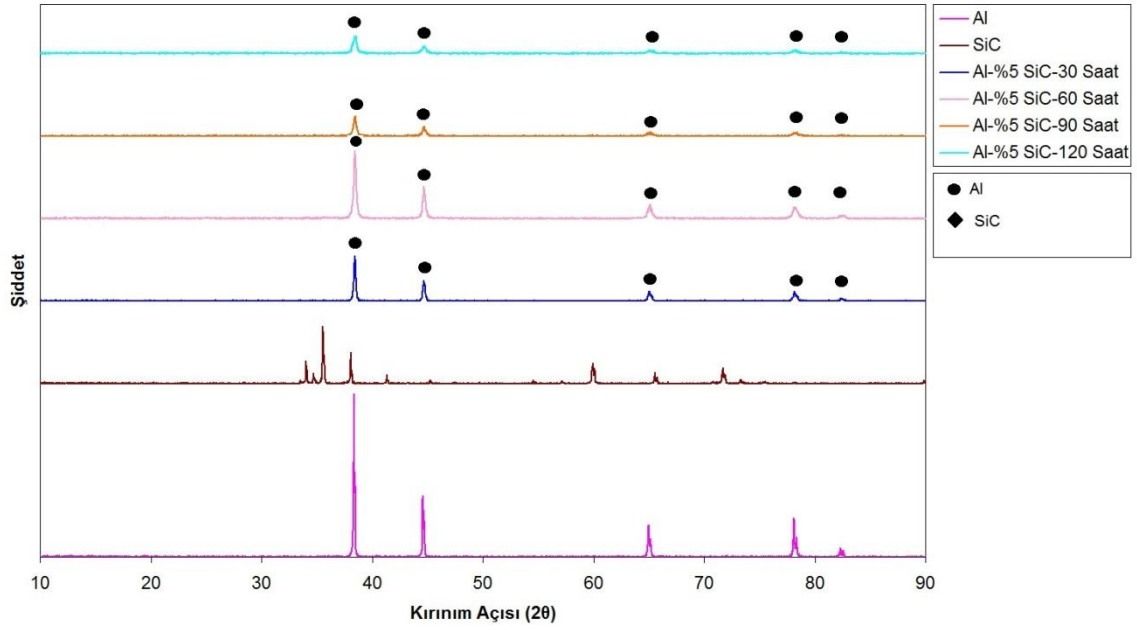
görülebilmektedir. 30 saat öğütülmüş Al- % 10 SiC bileşimine ait X-RD analiz sonuçları Şekil 3.69’da görülmektedir. Buna göre Al- % 5 SiC toz karışımında gözlemlenemeyen piklerin önemli bir kısmı bu toz karışımında gözlenmiştir. Örneğin öğütülmemiş SiC’ün X-RD grafiğinde $34,7^\circ$ 2θ değerinde görülen pik ilk defa 30 saat öğütülmüş Al-% 10 SiC numunesine ait X-RD toz deseninde 10 şiddetinde ortaya çıkmıştır. Benzer şekilde $35,56^\circ$ ve $59,96^\circ$ 2θ değerlerindeki pikler de bu karışımda ortaya çıkmışlardır. Alüminyuma ait pikler ise varlıklarını sürdürmüşlerdir.



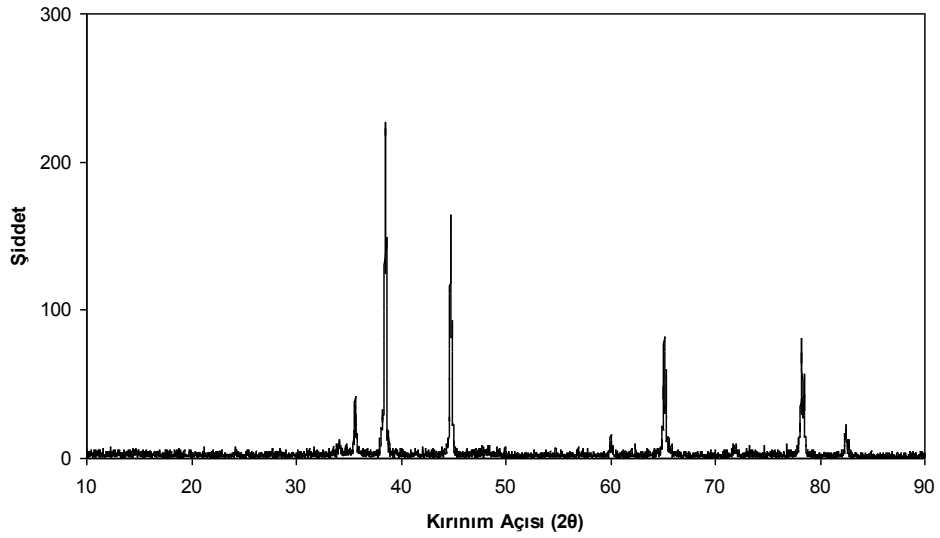
Şekil 3. 67. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 5 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Aynı numunenin 60 saat öğütülmesi sonucu elde edilen karışımın X-RD sonuçları ise Şekil 3.70’te verilmiştir. Grafiğe göre SiC’e ait piklerin bu öğütme süresinde varlığını sürdürdüğü hatta saf SiC’ün X-RD grafiğinde $34,7^\circ$ ve $35,56^\circ$ 2θ değerlerinde gözlenen piklerin şiddetinin 30 saat öğütülmüş numuneye göre arttığı söylenebilir. Buna karşın $59,96^\circ$ 2θ değerindeki pikin şiddeti neredeyse sabit kalmıştır.

Ayrıca (111) atom düzlemini işaret eden ve saf alüminyumun X-RD grafiğinde $38,38^\circ$ 2θ değerinde ortaya çıkan pik için 2θ değeri sabit kalırken diğer piklerin ortaya çıktığı 2θ değerleri artış göstermiştir.

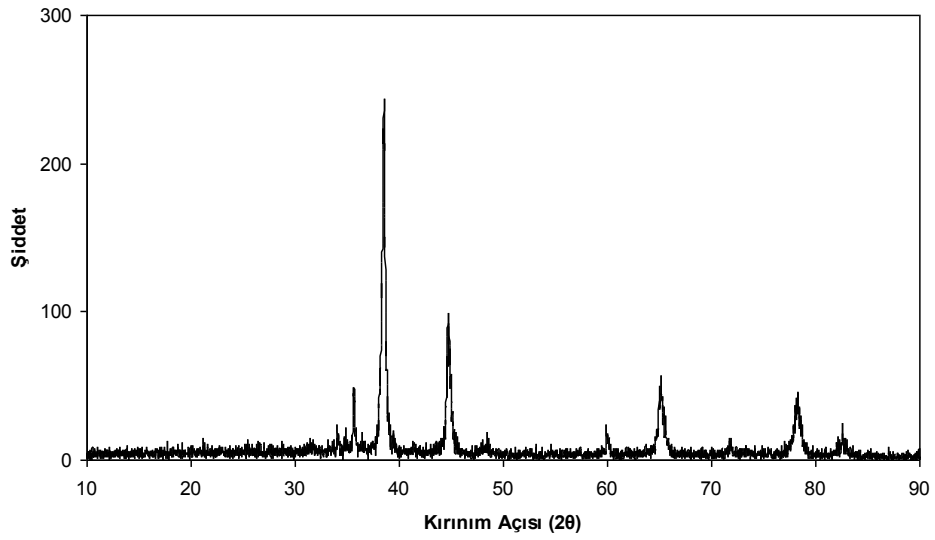


Şekil 3. 68. Al-% 5 SiC Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.



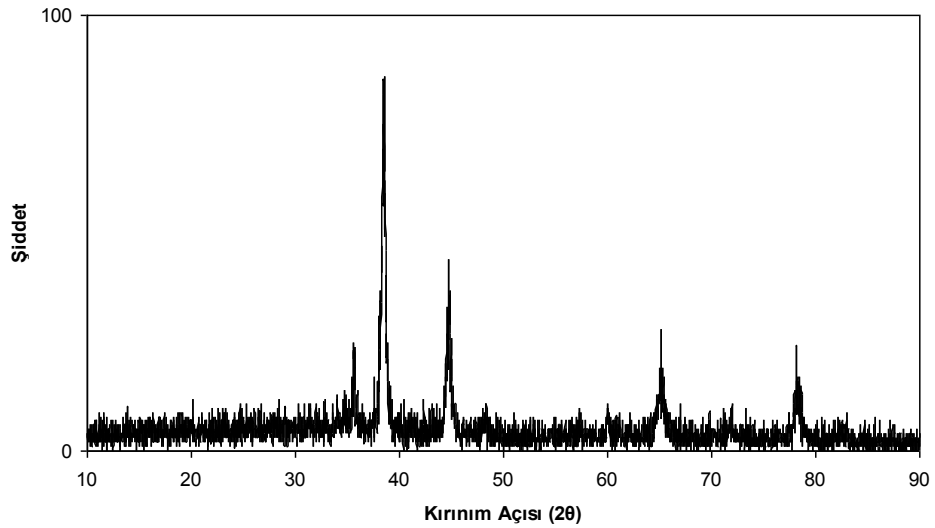
Şekil 3. 69. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 10SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

SiC piklerine benzer şekilde Al- % 10 SiC bileşiminin 60 saat boyunca öğütülmesiyle elde edilen X-RD sonuçlarında alüminyuma ait pikler de 30 saat öğütülme süresine nazaran artış göstermişlerdir.



Şekil 3. 70. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 10 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

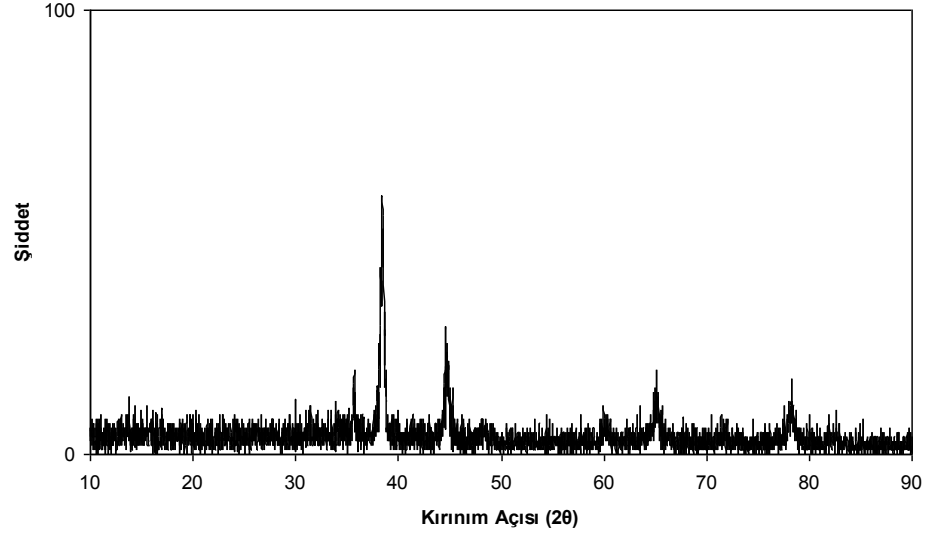
Şekil 3.71’ de ve Şekil 3.72’de sırasıyla aynı numunenin 90 ve 120 saat öğütülmesi sonucu elde edilen toz karışımının X-RD sonuçları verilmiştir.



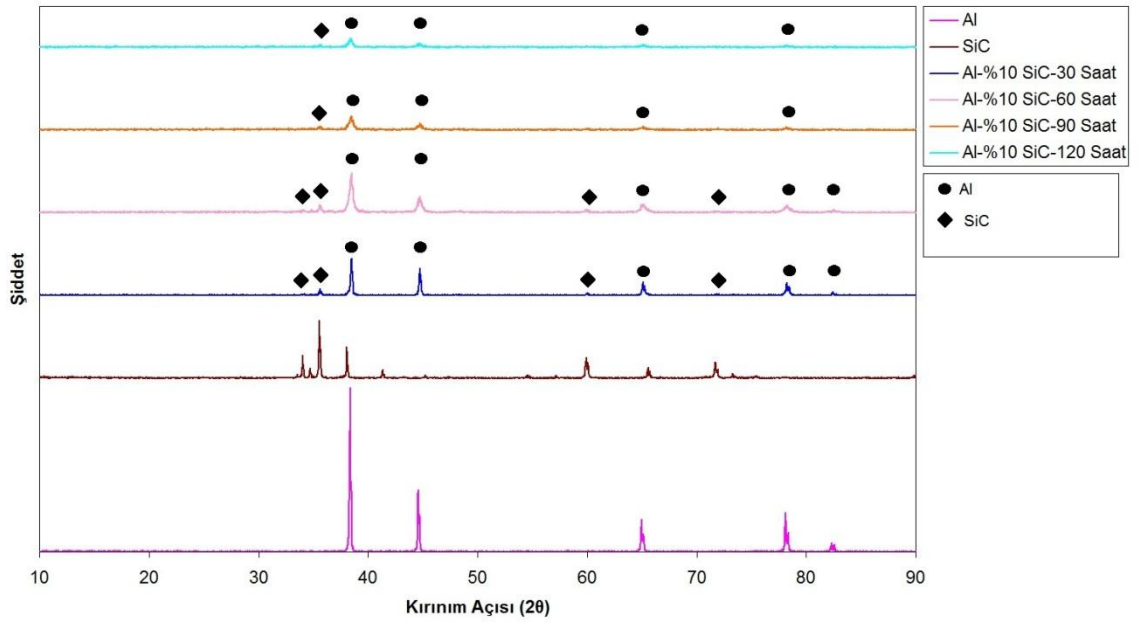
Şekil 3. 71. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 10 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Buna göre saf alüminyum ve SiC’e ait pikler varlığını sürdürmüştür ancak artan öğütme süreleri ile şiddetleri azalmıştır. Ancak 82,58° 2θ değerinde bulunan ve saf Al için değeri 44 olan pik 60 saat öğütme sonrasında kaybolmuştur. Şekil 3.73’te Al- % 10 SiC

kompozit toz karışımının farklı sürelerde öğütülmesi ile edilen X-RD sonuçları karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

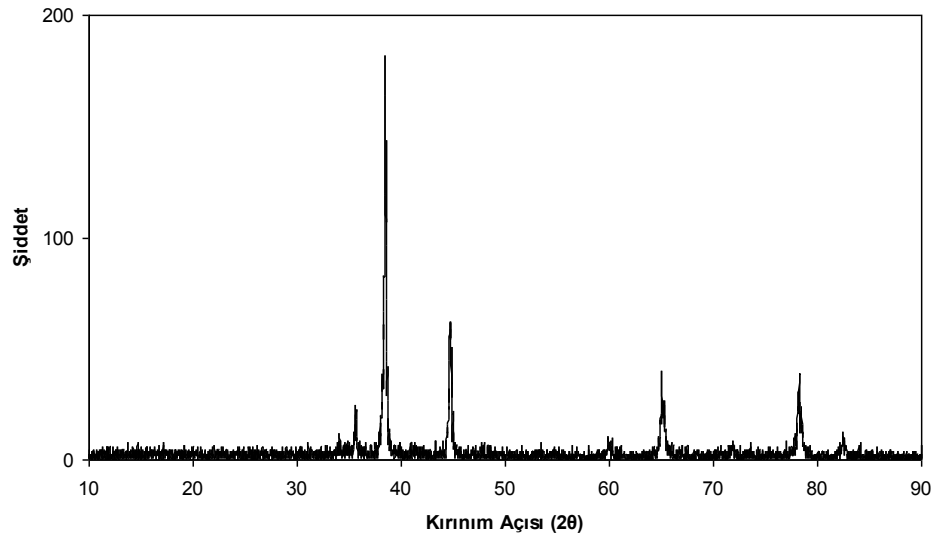


Şekil 3. 72. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 10 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.



Şekil 3. 73. Al-% 10 SiC Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.

30 saat öğütülmüş Al- % 15 SiC toz bileşimine ait X-RD sonuçları Şekil 3.74'te verilmiştir.

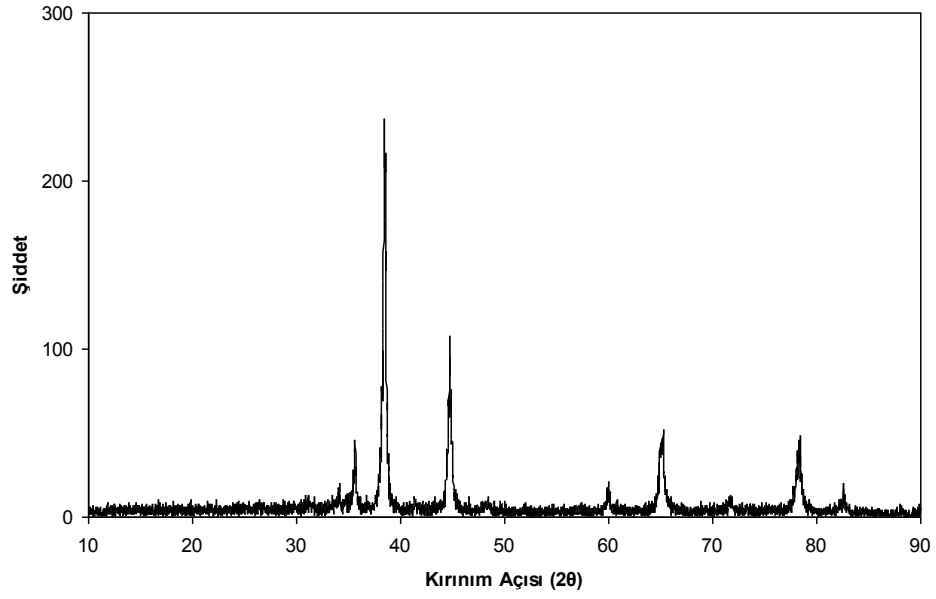


Şekil 3. 74. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 15 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

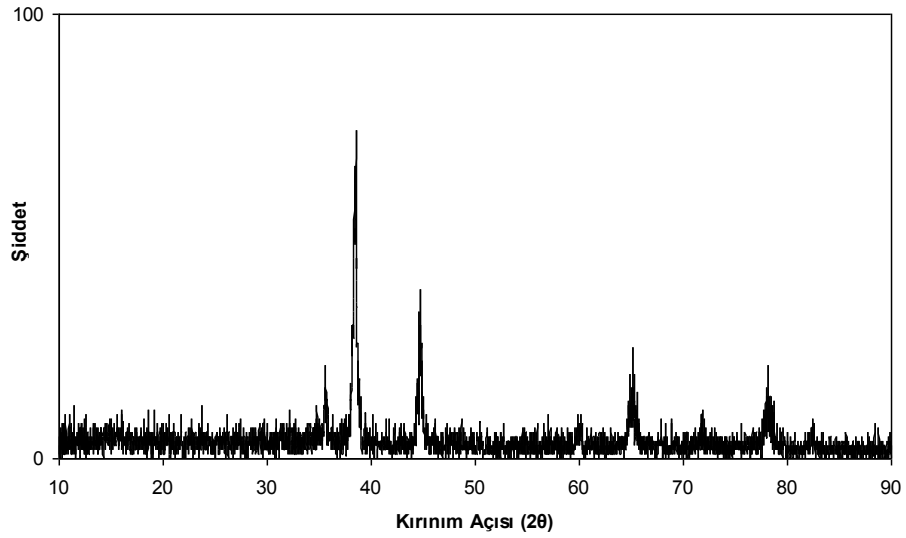
Buna göre hâkim olan Al piklerine ek olarak Al- % 10 SiC toz karışımının X-RD grafiklerinde de gözlemlenen SiC piklerinin varlığını sürdürdüğü gözlenmiştir. Ancak bununla birlikte piklerin hepsinin şiddeti 30 saat öğütülmüş Al- % 10 SiC toz karışımına kıyasla düşmüştür.

Şekil 3.75'te verilen 60 saat öğütülmüş Al- % 15 SiC toz bileşimine ait X-RD sonuçları değerlendirildiğinde de benzer bir sonuca varmak mümkündür. Burada dikkat çekici olan ikinci bir nokta piklerin şiddetinin 30 saat öğütülmüş numuneye kıyasla artış göstermesidir. Ayrıca SiC'e ait $41,38^\circ$ 2θ değerindeki pik de takviye elemanı oranının artmasıyla ilk kez Al-%10 SiC numunesinde 12 şiddetinde ortaya çıkmıştır.

Şekil 3.76'da ise aynı numunenin 90 saat öğütülmesiyle elde edilen X-RD sonuçları grafiksel olarak verilmiştir. Grafikten de açıkça görülebileceği gibi hem saf alüminyuma hem de SiC'e ait piklerin şiddeti 60 saat öğütülmüş numuneye kıyasla azalmıştır. İlk kez 60 saat öğütülmüş numuneye ait X-RD analizinde ortaya çıkan $41,38^\circ$ 2θ değerindeki pik ise şiddeti neredeyse sabit kalarak varlığını sürdürmüştür.

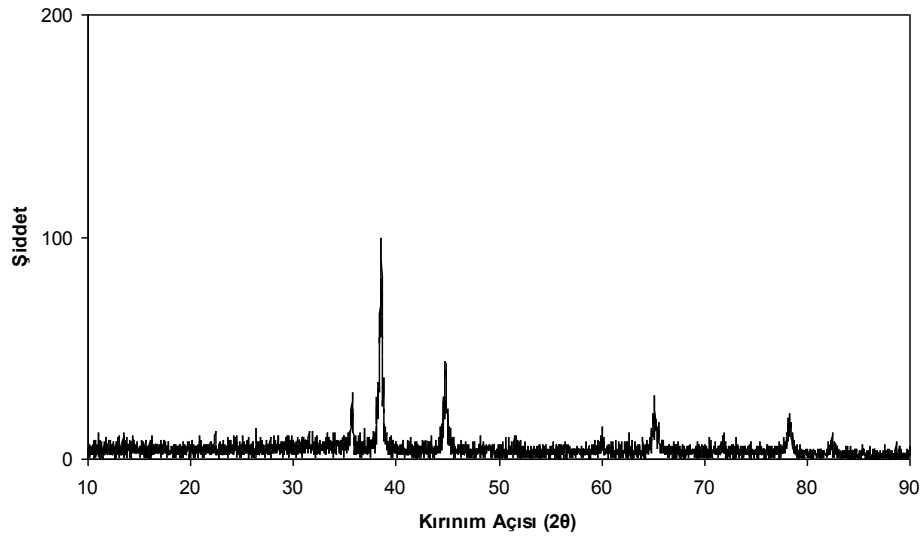


Şekil 3. 75. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 15 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.



Şekil 3. 76. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 15 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Öğütme süresi 120 saate çıktığında hem alüminyuma hem de SiC'e ait piklerin hepsi neredeyse sabit kalmışlardır (Şekil 3.77). Ancak $38,38^\circ$ 2θ değerindeki pikin değeri 90 saatlik numune için 74 iken 120 saat öğütme sonrasında 100'e yükselmiştir.



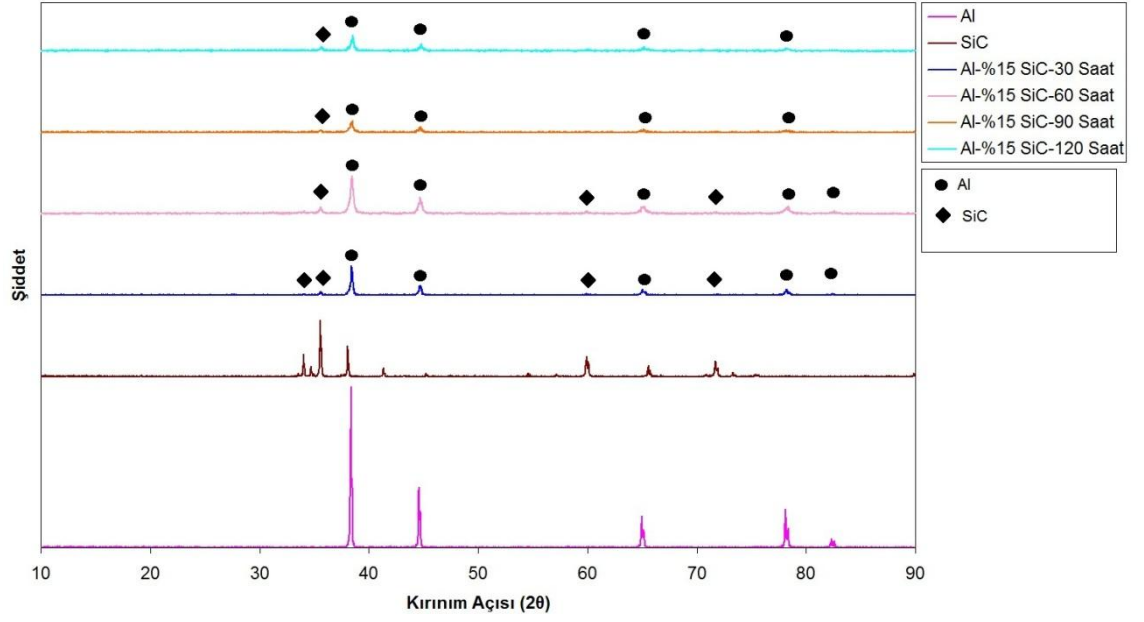
Şekil 3. 77. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 15 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Al-%15 SiC toz karışımı için de hem saf alüminyuma hem de SiC'e ait piklerin ortaya çıktıkları 2θ değerleri artan öğütme süreleri ile artış göstermiştir. Örneğin saf alüminyumun X-RD grafiğinde $38,38^\circ 2\theta$ değerinde ortaya çıkan ve alüminyumun (111) düzlemine ait olan pik 30 saat boyunca öğütülmüş Al-% 15 SiC'de $38,42^\circ 2\theta$ değerinde 120 saat boyunca öğütülmüş Al-%15 SiC'de ise $38,56^\circ 2\theta$ değerinde ortaya çıkmıştır. Şekil 3.78' de ise Al- % 15 SiC' ün farklı sürelerde öğütülmesi ile edilen X-RD sonuçları karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

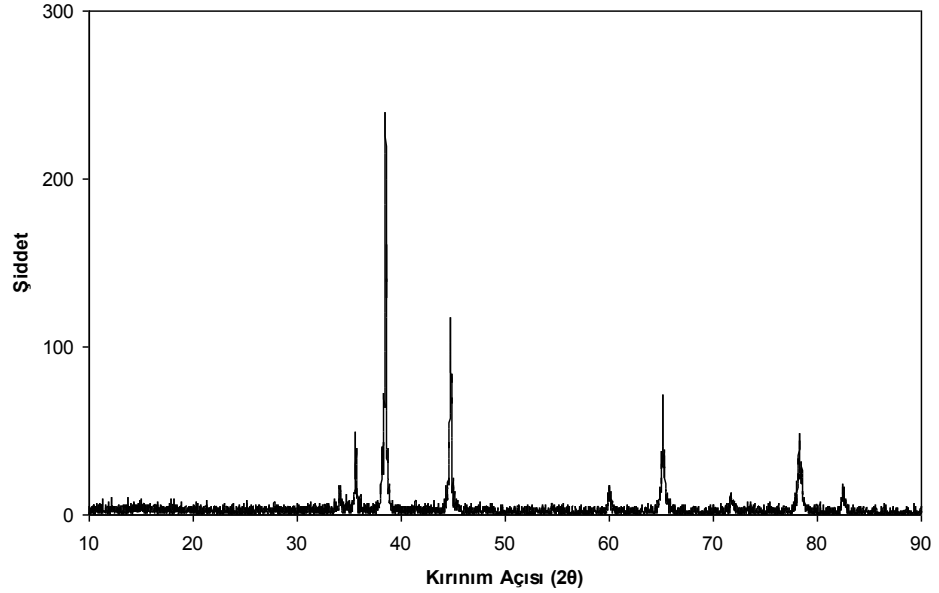
Şekil 3.79'da Al- % 20 SiC toz bileşiminin 30 saat öğütülmesi sonucunda elde edilen X-RD analiz sonuçları verilmiştir. Buna göre saf alüminyuma ve SiC'e ait piklerin hepsi Al- % 15 SiC toz karışımında da gözlenmeye devam etmiştir. Ayrıca hem saf alüminyuma hem de SiC'e ait piklerin hepsinin ortaya çıktıkları 2θ değerlerinin artış gösterdiği görülmüştür.

Şekil 3.80'den de görülebildiği gibi öğütme işlemine 60 saate kadar devam edildiğinde farklı oranlarda SiC içeren numunelerin hepsinde gözlenen piklere benzer şekilde Al- % 20 SiC toz bileşiminin piklerinin şiddetinde de 30 saat öğütülmüş karışıma göre artış gözlenmiştir. Benzer şekilde piklerin ortaya çıktıkları 2θ kırınım açısı değerlerinde de 30 saat öğütülmüş numuneye nazaran azalma gözlenmiştir. Örneğin saf SiC'e ait X-RD grafiğinde $35,56^\circ 2\theta$ değerinde ortaya çıkan ve SiC'ün (00 10) düzlemine ait olan pik,

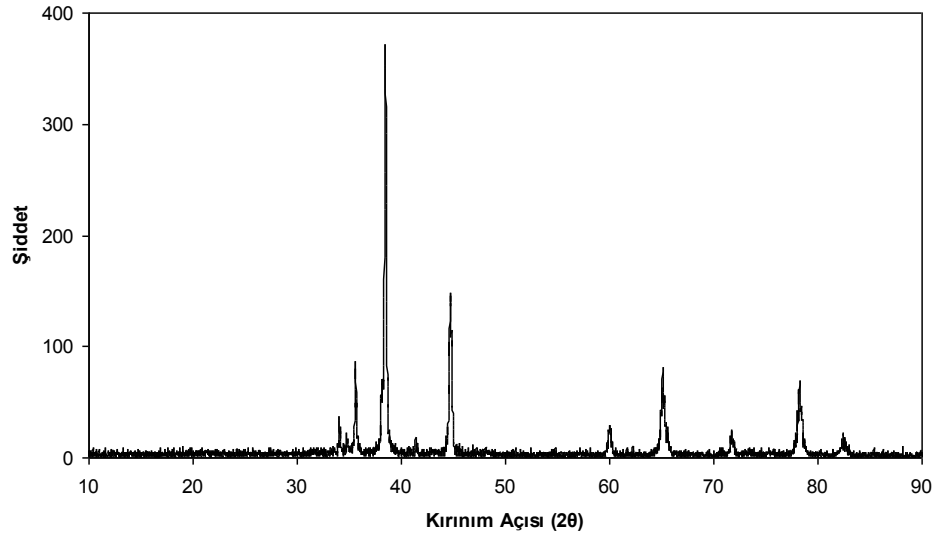
30 saat öğütülmüş numunede $35,6^\circ$ 2θ değerinde gözlenirken 60 saat öğütülmüş numunede $35,56^\circ$ 'de gözlenmiştir.



Şekil 3. 78. Al-% 15 SiC Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.

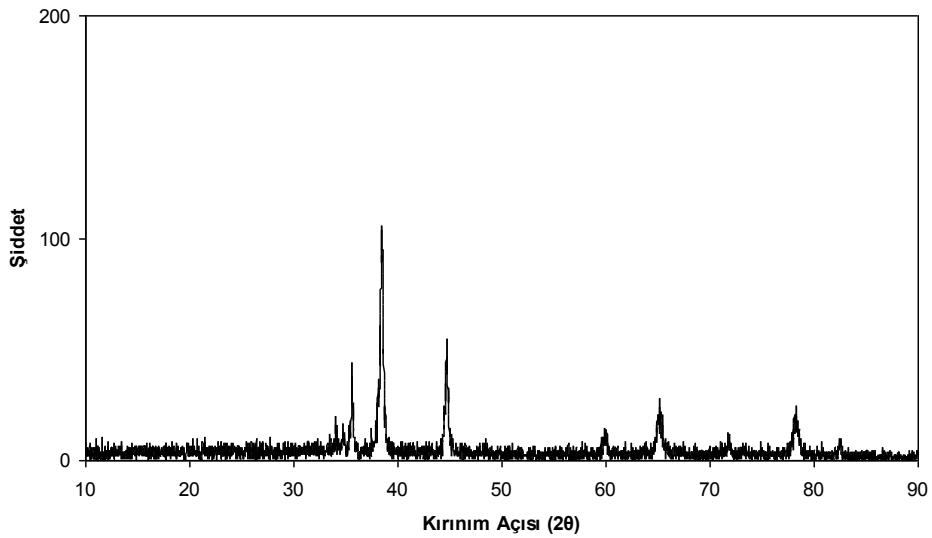


Şekil 3. 79. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 20 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

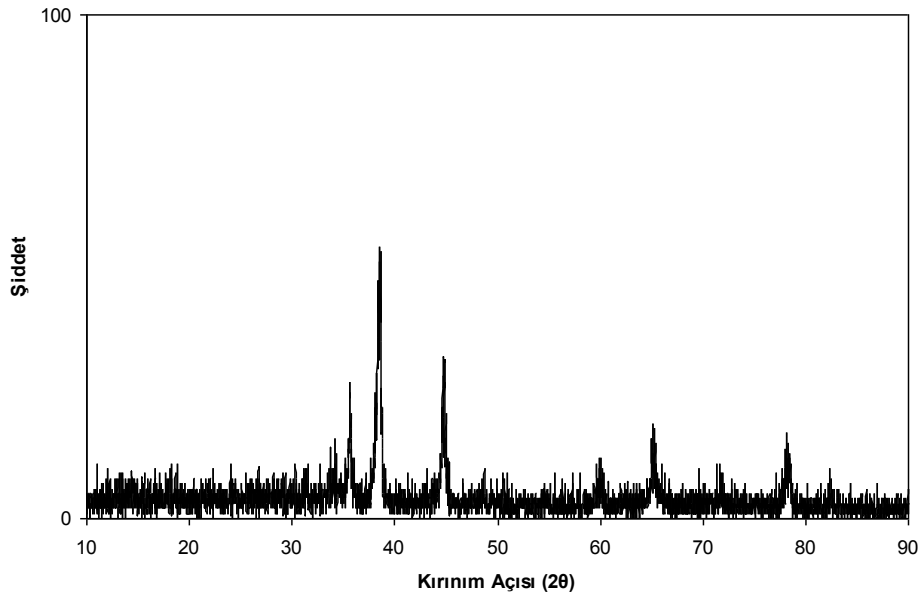


Şekil 3. 80. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 20 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.81’de ise 90 saat boyunca öğütülmüş Al- % 20 SiC toz karışımına ait X-RD grafiği görülmektedir. Grafikten de görüldüğü gibi öğütme işlemine devam edilmesiyle azalan tane boyutunun etkisiyle piklerin şiddeti azalmaya devam etmektedir. Şekil 3.82’de aynı toz karışımının 120 saat öğütülmesi ile elde edilen X-RD analiz sonuçları verilmiştir. Artan öğütme süresinin etkisiyle piklerin şiddetindeki azalma eğilimi devam ettiği grafikten gözlenmektedir.



Şekil 3. 81. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 20 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

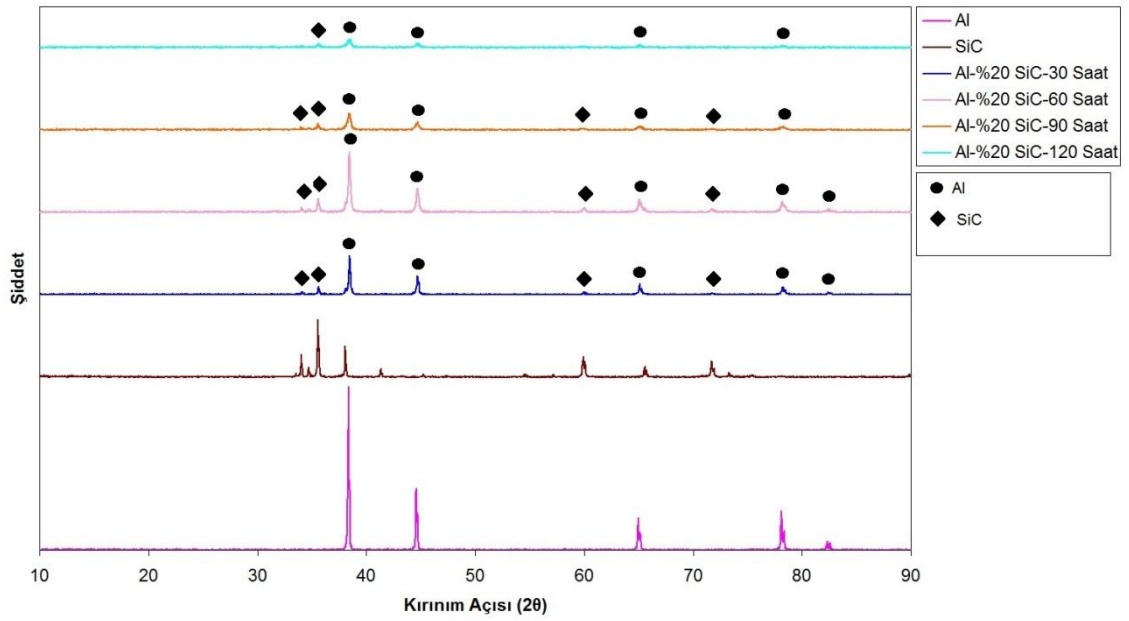


Şekil 3. 82. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 20 SiC Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

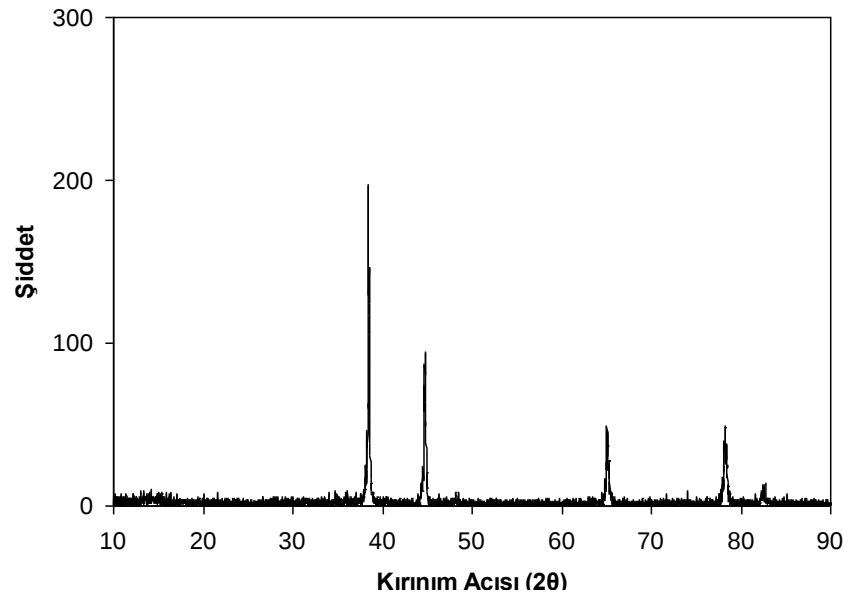
90 saat ve 120 saat öğütülmüş Al- % 20 SiC numuneleri üzerinde saf alüminyuma ait bütün pikler gözlenmiştir. Ancak SiC'e ait $38,08^\circ$ ve $65,58^\circ$ 2θ değerlerindeki pikler saf alüminyuma ait piklere yakın 2θ değerlerinde ortaya çıktıkları için Al-SiC toz karışımlarının hiçbirinde dikkat çekici şekilde gözlenememiştir. Şekil 3.83'te farklı süreler boyunca öğütülen Al- % 20 SiC numunelerinden elde edilen X-RD analiz sonuçları karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

Şekil 3.84'te 30 saat boyunca öğütülmüş Al- % 5 B_4C toz karışımının X-RD grafiği verilmiştir. Ağırlıkça % 5 oranında seramik takviye elemanı içeren diğer kompozit toz karışımlarına benzer olarak yapı içerisinde takviye elemanı olan B_4C 'e ait piklere rastlanmamıştır.

Bununla birlikte saf alüminyuma ait olan (111), (200), (220), (311) ve (222) atom düzlemlerindeki pikler $38,44^\circ$, $44,76^\circ$, $65,04^\circ$, $78,2^\circ$ ve $82,7^\circ$ 2θ değerlerinde sırasıyla 197, 94, 49, 49 ve 14 şiddetlerinde gözlenmiştir. Buna göre öğütme işlemi diğer numunelere benzer şekilde 2θ değerlerinin artmasına neden olmuştur.



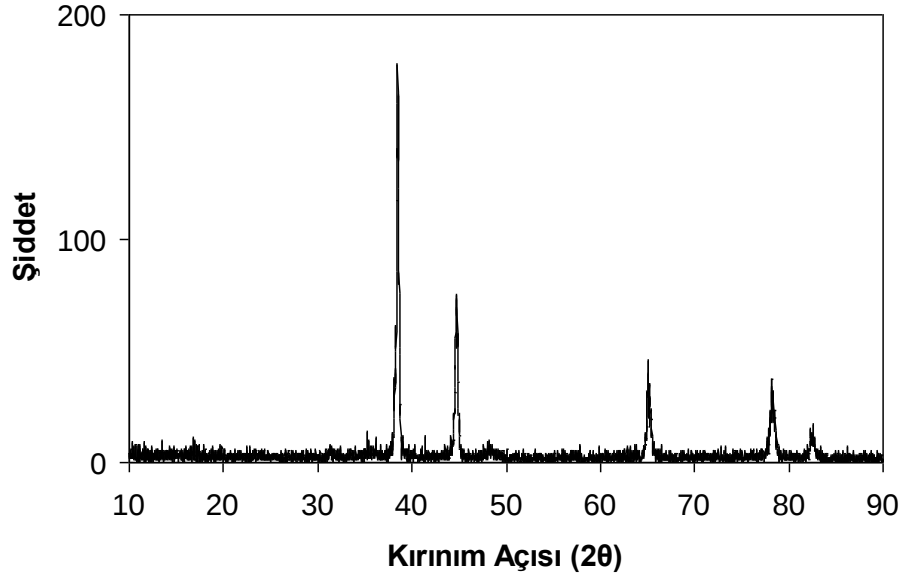
Şekil 3. 83. Al-% 20 SiC Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.



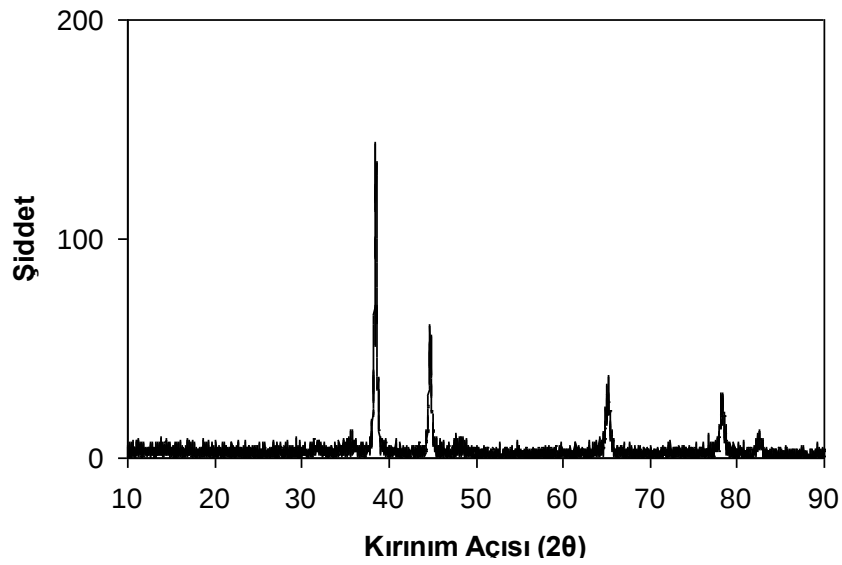
Şekil 3. 84. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 5 B₄C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.85'te ise Al- % 5 B₄C toz karışımının 60 saat öğütülmesi ile elde edilen X-RD sonuçları grafiksel olarak ifade edilmiştir. Buna göre, takviye elemanını oranının az olması nedeniyle hâkim alüminyum pikleri gözlenmeye devam etmekle birlikte öğütülmemiş saf B₄C'e ait 31,88° 2θ değerindeki pik, 31,32° 2θ değerinde 8 şiddetinde

ortaya çıkmıştır. Buna göre B_4C 'ün (110) atom düzlemine ait bu pikin ortaya çıktığı 2θ değeri azalmıştır. Bunun nedeninin Bragg kanunu gereğince atom düzlemleri arasındaki mesafenin artması olduğu söylenebilir. Bununla birlikte alüminyuma ait piklerin ortaya çıktıkları 2θ değerlerinin ise artan öğütme süreleri ile artış gösterdiği görülmektedir.



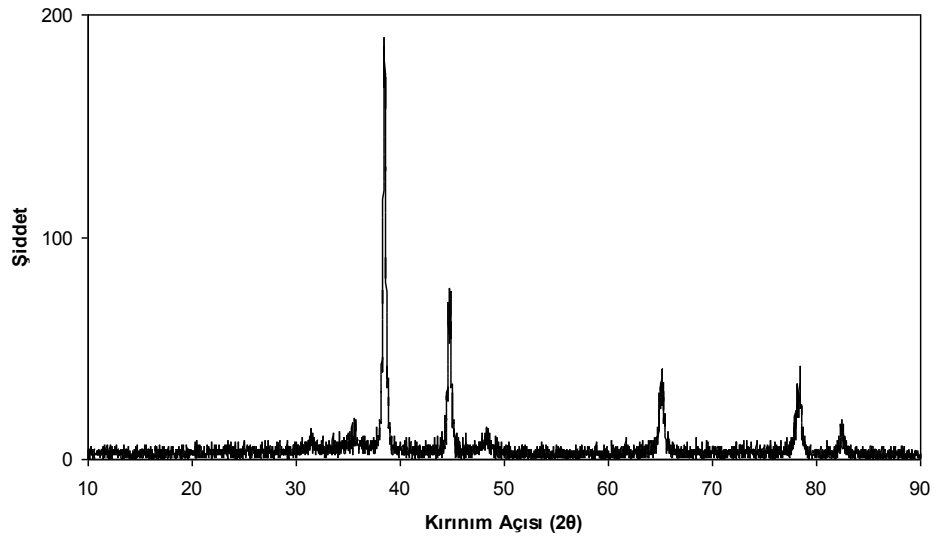
Şekil 3. 85. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 5 B_4C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.



Şekil 3. 86. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 5 B_4C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Öğütme işlemine 90 saat devam edilerek elde edilen X-RD sonuçlarına göre saf alüminyuma ait piklerin şiddetinin 60 saat öğütülmüş numuneye göre azaldığı gözlenmiştir. Ayrıca B_4C 'ün (110) atom düzlemine ait pikin şiddetinin sabit kaldığı ancak söz konusu pikin $31,36^\circ 2\theta$ değerinde ortaya çıktığı görülmüştür. Bununla birlikte Şekil 3.86'dan görülebileceği gibi B_4C 'e ait olan $34,92^\circ 2\theta$ değerindeki yeni bir pik de 9 şiddetinde ilk kez bu kompozit toz karışımında ortaya çıkmıştır.

Şekil 3.87'de ise Al- % 5 B_4C toz karışımının 120 saat öğütülmesi ile X-RD grafiği görülmektedir.

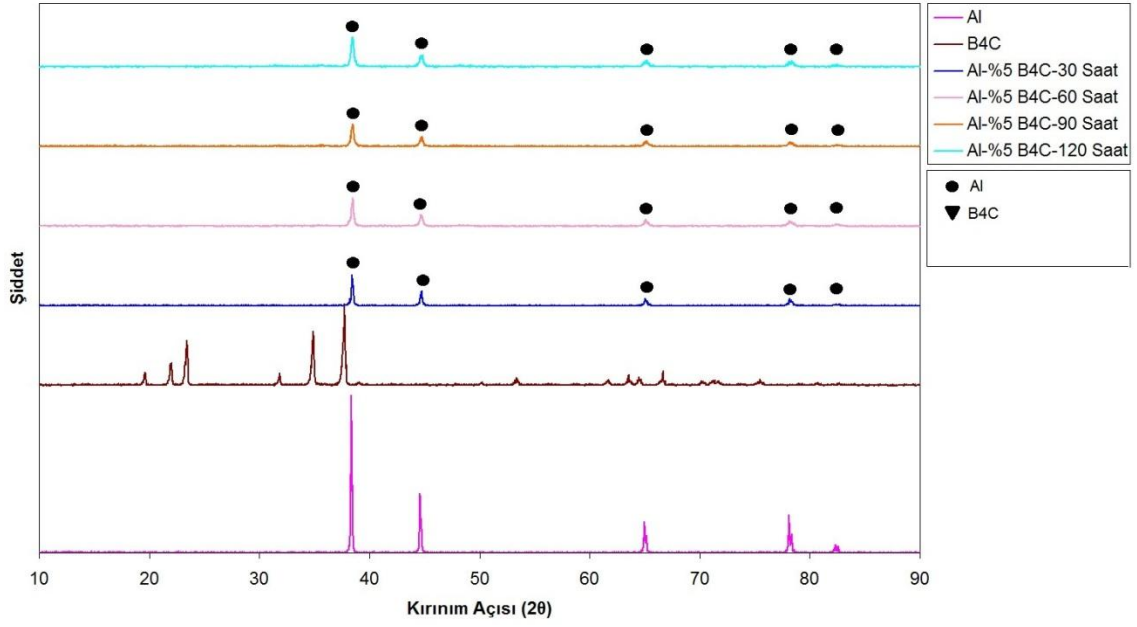


Şekil 3. 87. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 5 B_4C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

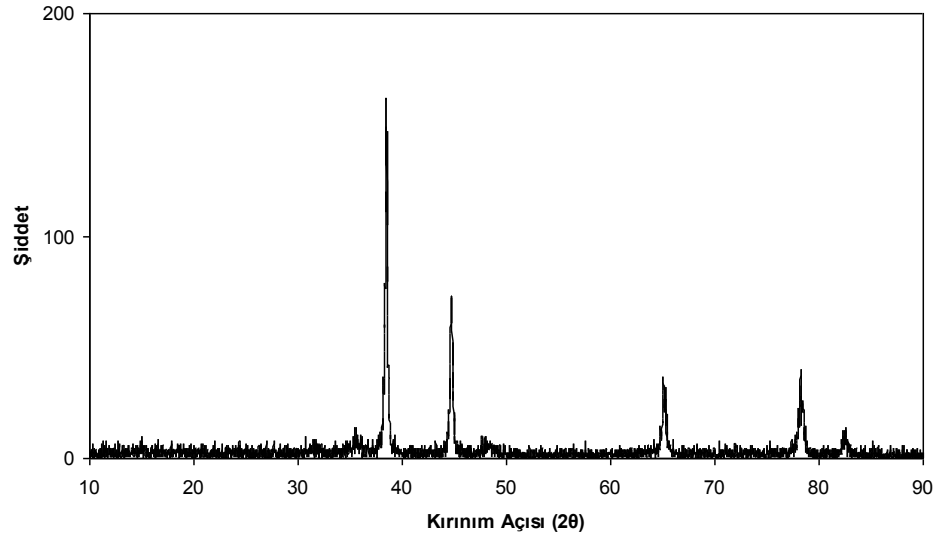
Öğütme süresi 90 saatten 120 saate çıkarken bileşenlerden herhangi birine ait yeni bir pik gözlenmemiş ancak mevcut piklerin şiddeti artış göstermiştir. Şekil 3.88'de farklı süreler boyunca öğütülmüş olan Al- % 5 B_4C numunelerinden elde edilen X-RD analiz sonuçları karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

30 saat öğütülmüş Al- % 10 B_4C toz karışımının X-RD sonuçları Şekil 3.89'da verilmiştir. Yapıda mevcut bütün pikler varlıklarını sürdürürken % 5 B_4C içeren karışımın 30 saat öğütülmüş sonuçları ile kıyaslandıklarında söz konusu piklerin

şiddetlerinin düştüğü gözlenmiştir. Öğütmeye 60 saate kadar devam edildiğinde mevcut piklerin şiddetindeki azalma devam etmiştir (Şekil 3.90).



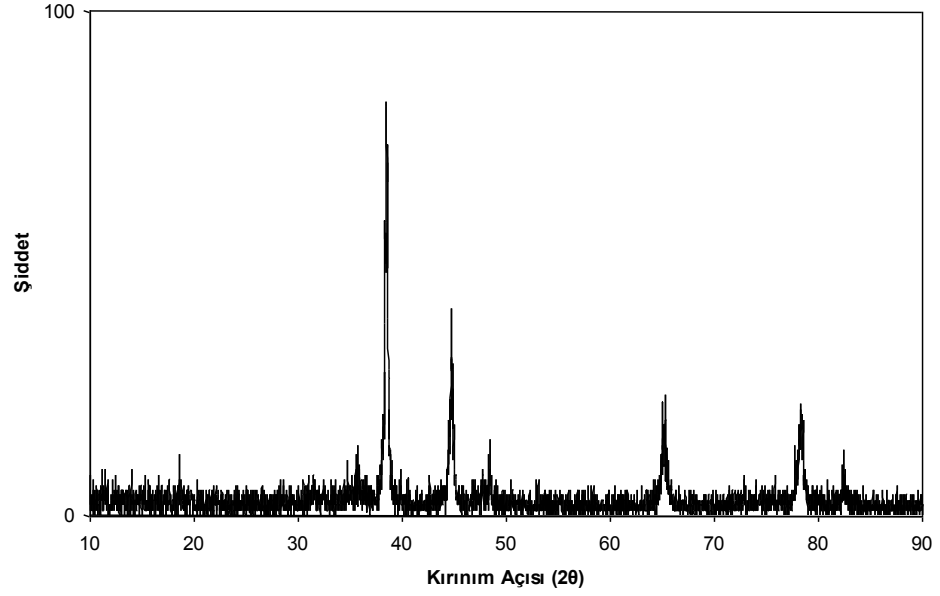
Şekil 3. 88. Al-% 5 B₄C Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.



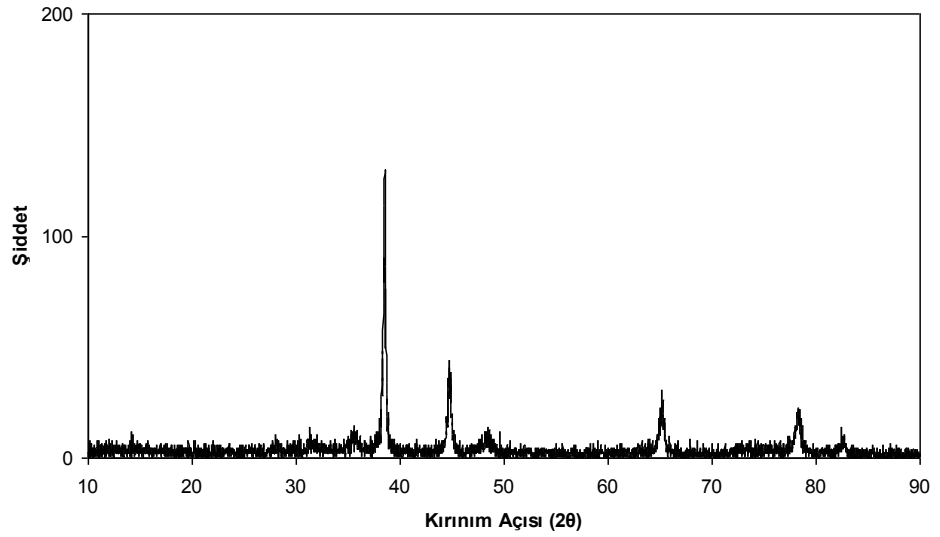
Şekil 3. 89. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 10 B₄C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.91’de söz konusu numunenin 90 saat öğütülmesiyle elde edilmiş X-RD analiz sonuçları gösterilmiştir. Buna göre piklerinin çoğunun şiddeti artan öğütme süresi ile

sabit kalmıştır. Ancak B_4C 'ün (110) düzlemine ait $31,88^\circ$ 2θ değerindeki pikin ve saf alüminyumun (111) düzlemine ait $38,38^\circ$ 2θ değerindeki piklerin şiddeti artış göstermiştir. Yapıda B_4C ' e ait yeni bir pik gözlenmemiştir.

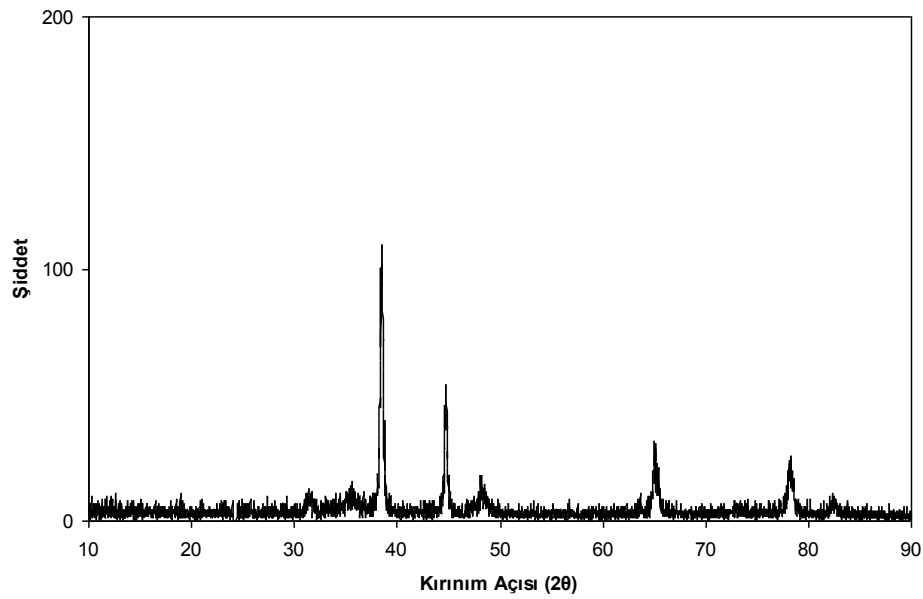


Şekil 3. 90. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 10 B_4C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.



Şekil 3. 91. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 10 B_4C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.92’de ise numunenin 120 saat öğütülmesi sonucu elde edilen X-RD sonuçları grafiksel olarak gösterilmiştir. 120 saat sonunda Al’a ait bütün pikler gözlenmeye devam etmiş, B_4C ’e ait yeni bir pik gözlenmemiştir. Yapıda mevcut piklerin hepsinin şiddetinin azalmıştır. Ayrıca B_4C ’e ait gözlemlenen piklerin ortaya çıktığı 2θ değerlerinin öğütme süresi ile azaldığı, ancak Al’a ait piklerin ortaya çıktıkları 2θ değerlerinin ise arttığı tespit edilmiştir. Şekil 3.93’te Al- % 10 B_4C numunelerinin X-RD analiz sonuçları karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

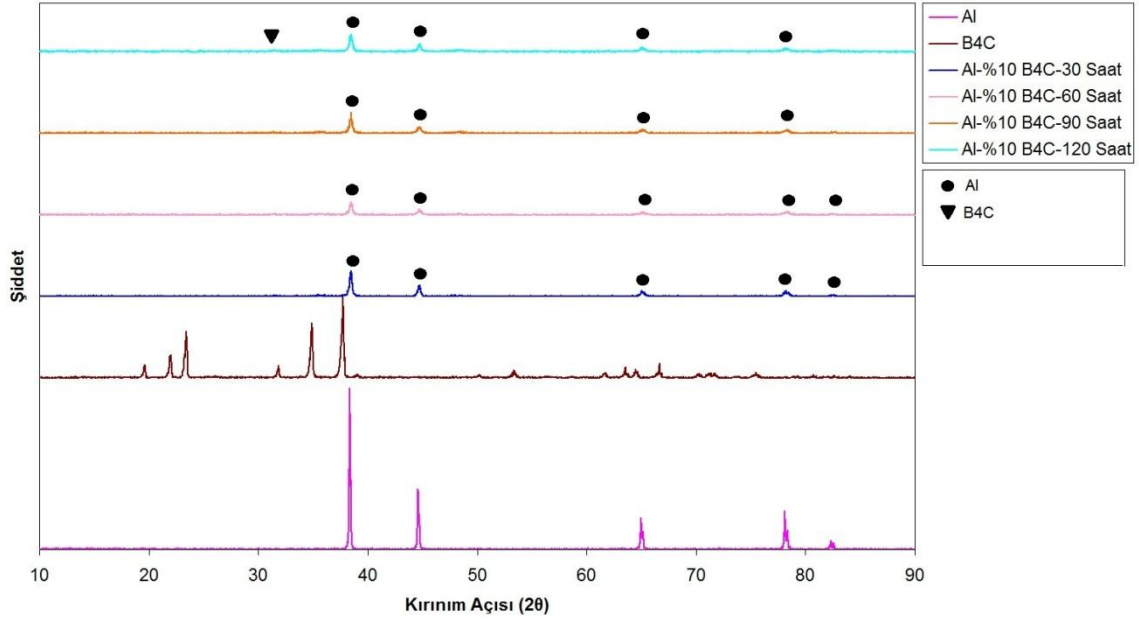


Şekil 3. 92. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 10 B_4C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

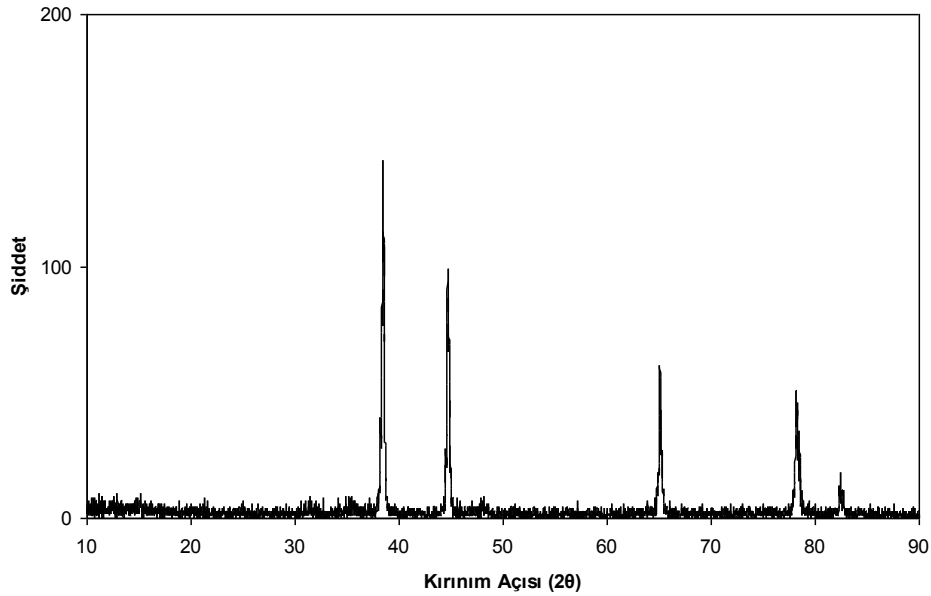
30 saat öğütülmüş Al- % 15 B_4C kompozit toz karışımına ait X-RD analiz sonuçları Şekil 3.94’te gösterilmiştir. Grafik incelendiğinde önceki öğütme sürelerine ait sonuçlarda tespit edilen piklerin varlığını devam ettirdiği görülmektedir. Sonuçlar 30 saat öğütülmüş Al- % 10 B_4C yapısına ait sonuçlarla kıyaslandığında piklerin hepsinin şiddetinde azalma olduğu söylenebilir.

Şekil 3.95’te ise Al- % 15 B_4C ’ün 60 saat öğütülmesi sonucu elde edilen sonuçlar verilmiştir. Buna göre B_4C ’e ait piklerin şiddetleri neredeyse sabit kalırken saf alüminyuma ait piklerin şiddeti düşmüştür. Ancak öğütmeye 90 saat devam edildiğinde

piklerin hepsinin şiddetinde artış gözlenmektedir (Şekil 3.96). Takviye elemanının oranındaki artışa rağmen yapıda B_4C ’ e ait yeni pikler gözlenmemiştir.

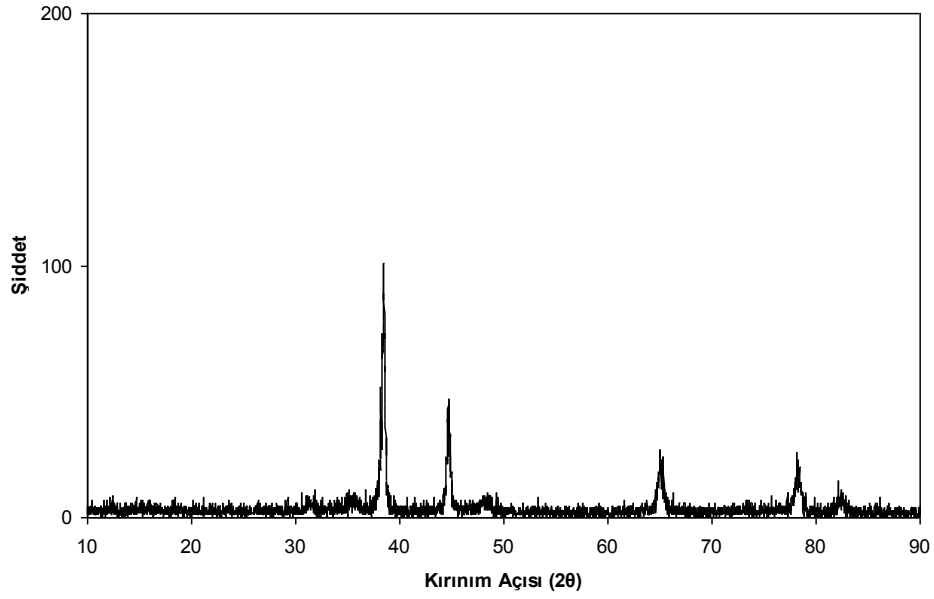


Şekil 3. 93. Al-% 10 B_4C Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.

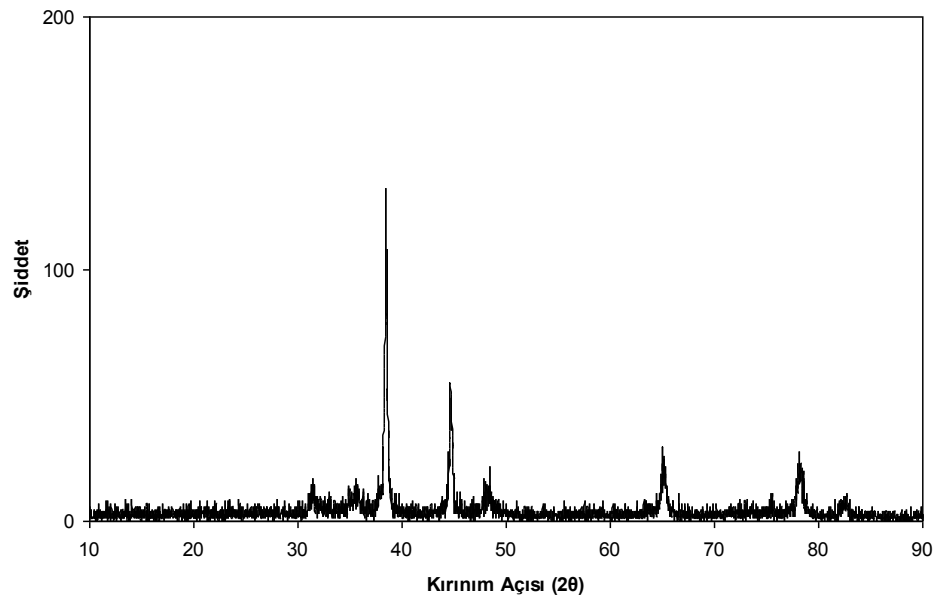


Şekil 3. 94. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 15 B_4C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.97’de ise aynı numunenin 120 saat öğütülmesi sonucu elde edilen sonuçlar görülmektedir. 90 saat öğütülmüş numuneye göre mevcut piklerin hepsinin şiddetinde artış gözlenmiştir. Bunlara ek olarak mevcut piklerin şiddetlerinin % 10 ve % 15 B₄C içeren toz karışımlarının 120 saat öğütülmüş yapılarına kıyasla arttığı da gözlenmiştir.

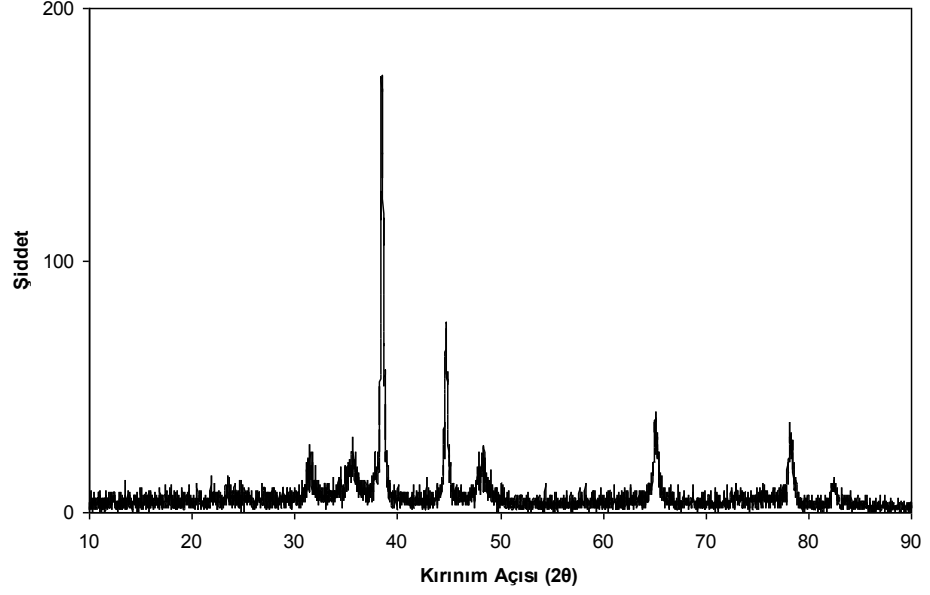


Şekil 3. 95. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 15 B₄C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

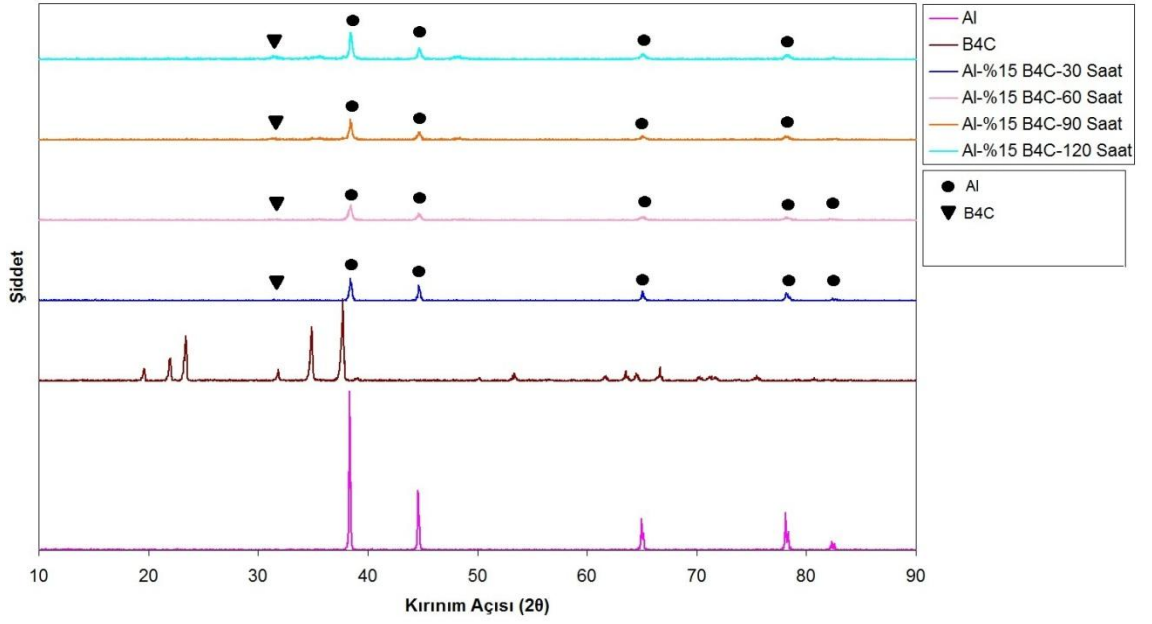


Şekil 3. 96. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 15 B₄C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.98’de Al- % 15 B₄C numunelerinin X-RD analiz sonuçları karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

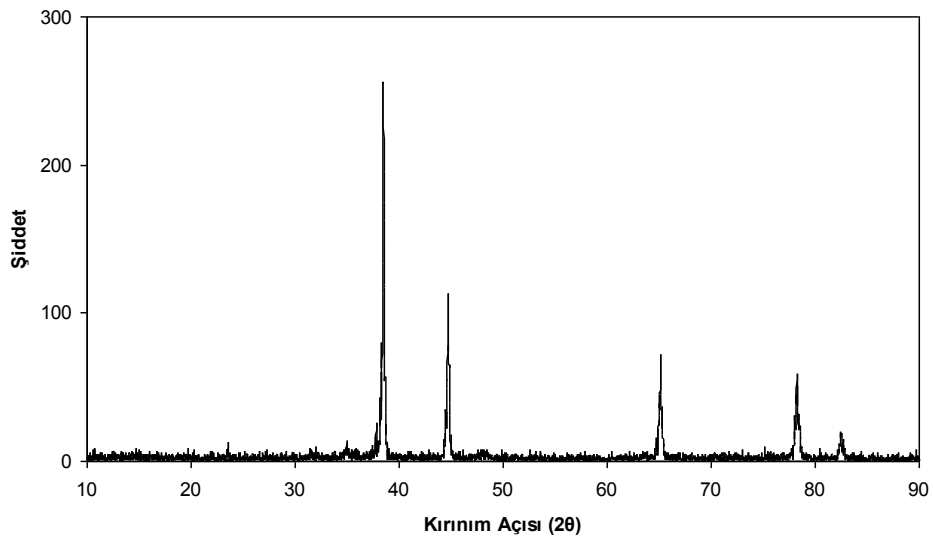


Şekil 3. 97. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 15 B₄C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.



Şekil 3. 98. Al-% 15 B₄C Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.

Şekil 3.99’da % 20 oranında B_4C içeren kompozit yapının 30 saat öğütülmesiyle elde edilen yapının X-RD analiz sonuçları verilmiştir. Buna göre yapıda mevcut Al ve B_4C pikleri varlıklarını sürdürmeye devam ederken saf öğütülmemiş B_4C ’e ait X-RD grafiğinde $23,42^\circ$ 2θ değerinde ortaya çıkan pik artan B_4C oranı ile ilk kez bu karışımda 13 şiddetinde $23,52^\circ$ 2θ değerinde ortaya çıkmıştır.

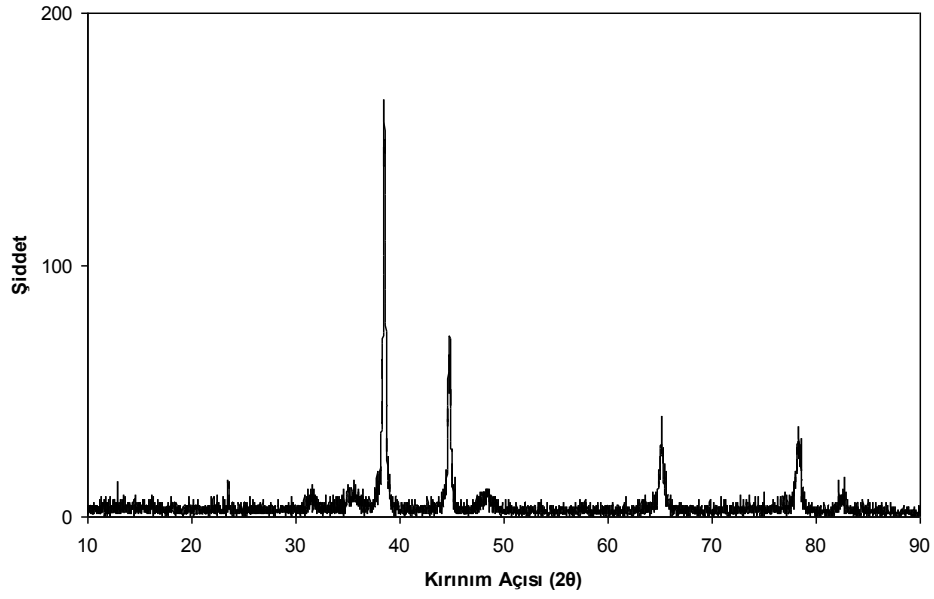


Şekil 3. 99. 30 Saat Öğütülmüş Al-% 20 B_4C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

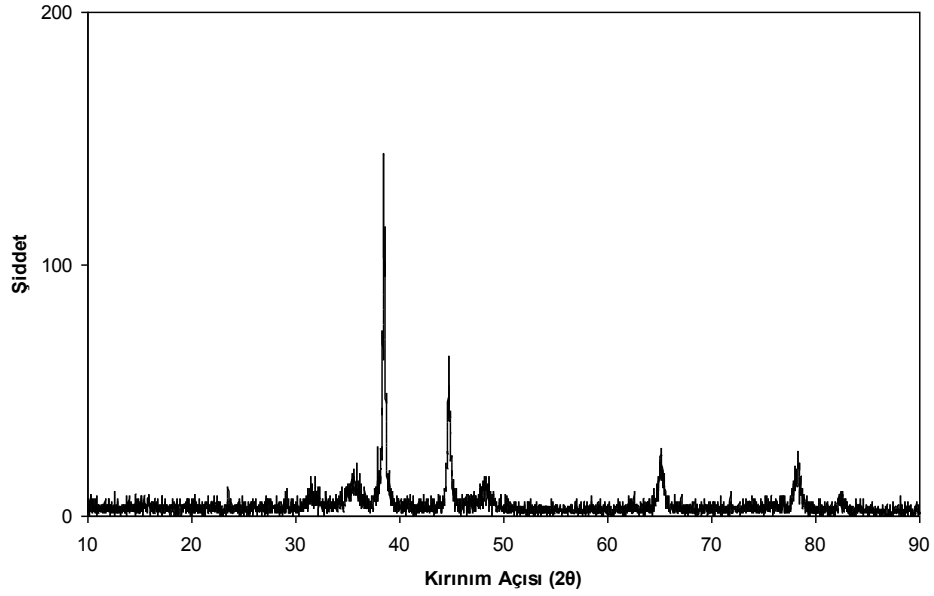
Öğütme işlemlerine 60 saat devam edildiğinde mevcut pikler varlığını sürdürdüğü görülmüştür (Şekil 3.100). Ayrıca B_4C ’e ait piklerin şiddetleri sabit kalırken alüminyuma ait piklerin şiddetleri azalmıştır. 90 saat boyunca öğütülmüş Al- % 20 B_4C toz karışımının X-RD sonuçları grafiksel olarak Şekil 3.101’de verilmiştir. Buna göre mevcut piklerin hepsinin şiddeti azalmaya devam etmektedir.

Şekil 3.102’de gösterildiği gibi öğütme süresi 120 saate çıkarıldığında $63,56^\circ$ 2θ değerinde B_4C ’ e ait 10 şiddetinde yeni bir pik gözlenmiştir. Şekil 3.103’te ise Al- % 20 B_4C bileşimindeki kompozit toz karışımının farklı süreler boyunca öğütülmesi ile elde edilen X-RD grafikleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

Öğütülmemiş B_4C ’e ait düşük şiddetteki pikler hiçbir numunede gözlenmemiştir.

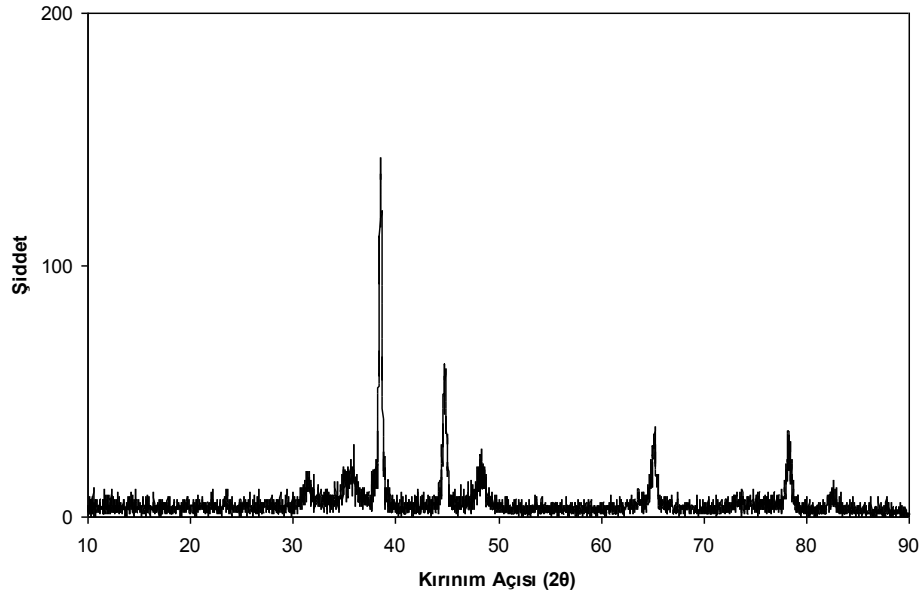


Şekil 3. 100. 60 Saat Öğütülmüş Al-% 20 B₄C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

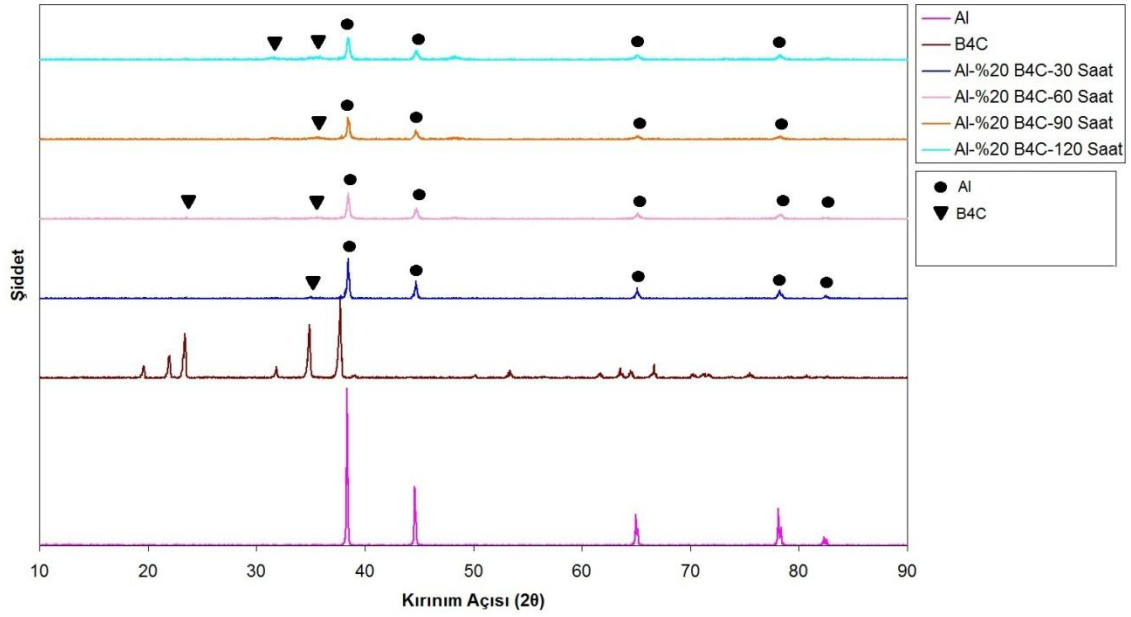


Şekil 3. 101. 90 Saat Öğütülmüş Al-% 20 B₄C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.104'te ise deneysel çalışmalarda süreç kontrol etkeni olarak kullanılan stearik asite ait X-RD analiz sonuçları verilmiştir. Bütün numunelerin incelenen X-RD grafiklerinde stearik asite ait piklere rastlanmaması toz karışımlarının kirlenmeye uğramadığını göstermektedir.



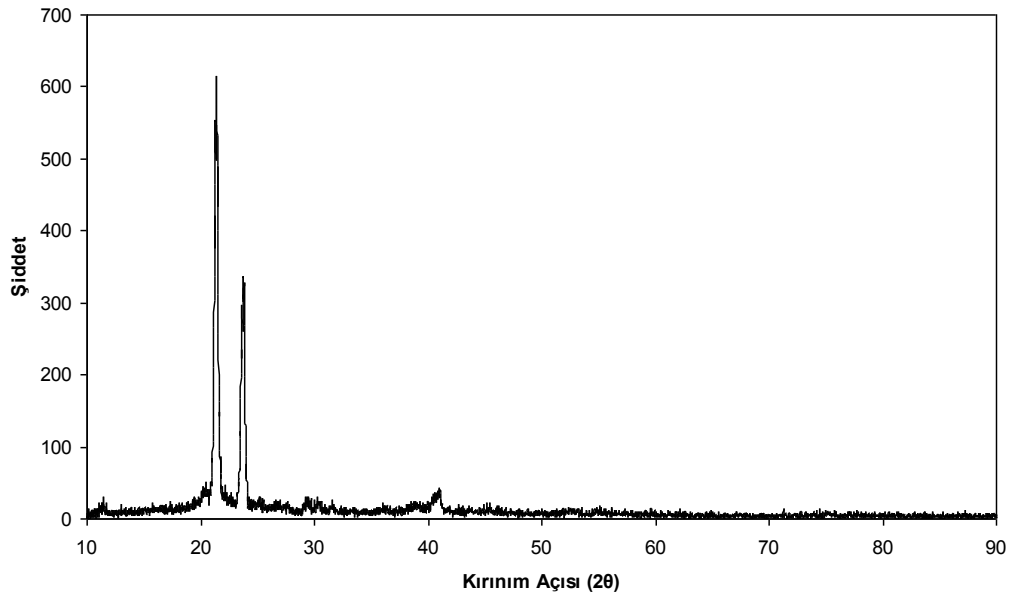
Şekil 3. 102. 120 Saat Öğütülmüş Al-% 20 B₄C Toz Karışımına ait X-RD Grafiği.



Şekil 3. 103. Al-% 20 B₄C Toz Karışımına ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.

3.4. BET Yüzey Alanı ve Gözeneklilik Analizleri

Deneysel çalışmalar boyunca kullanılan malzemelerin yüzey alanlarının ve gözenek boyutlarının takviye elemanı hacim oranı ile değişimi incelenmiştir.



Şekil 3. 104. Stearik Asite ait X-RD Grafiği.

Tablo 3.4'te öğütülmemiş Al, Al_2O_3 , SiC ve B_4C 'e ait yüzey alanı ve gözenek boyutu değerleri verilmiştir.

Tablo 3. 4. Öğütülmemiş Al, Al_2O_3 , SiC ve B_4C ' e ait Yüzey Alanı ve Gözenek Boyutu Değerleri

	Tek Nokta Yüzey Alanı (m^2/g)	BET Yüzey Alanı (m^2/g)	Gözenek Genişliği (nm)
Al	0,228	0,092	51,994
Al_2O_3	0,199	0,086	45,441
SiC	1,603	0,865	28,570
B_4C	0,154	0,072	32,408

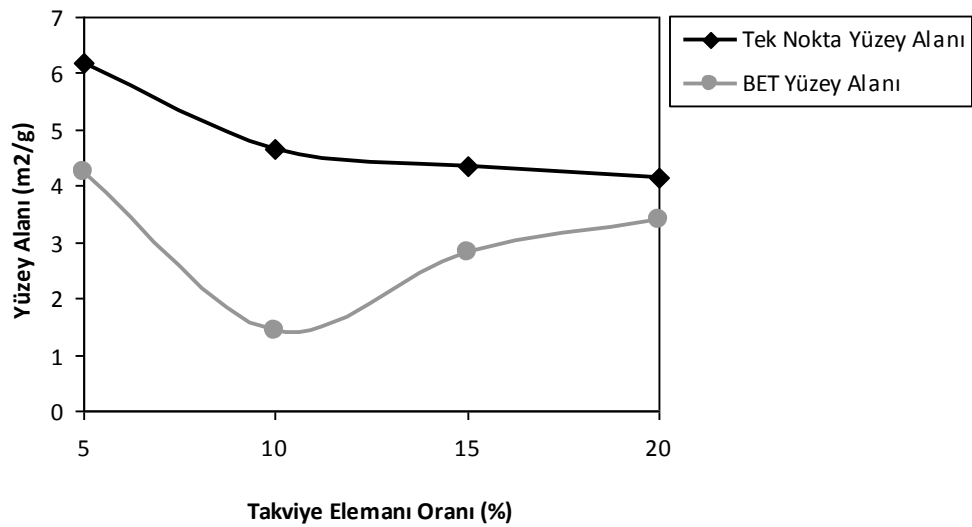
Tablo 3.5'te ise Al- Al_2O_3 karışımlarının 120 saat öğütülmesi sonucu elde edilen numunelerden alınan BET yüzey alanı, tek nokta yüzey alanı ve gözenek boyutu sonuçları görülmektedir. Şekil 3.105 ve Şekil 3.106'da 120 saat Al- Al_2O_3 kompozit toz karışımlarının yüzey alanı ve gözenek boyutu değişimleri grafiksek olarak verilmiştir. Buna göre karışımlar arasında en yüksek BET yüzey alanı Al-% 5 Al_2O_3 yapısına aitken

en düşük gözenek boyutuna da bu numunede rastlanmıştır. Buna karşın en düşük BET yüzey alanı toz karışımında gözlenmiştir.

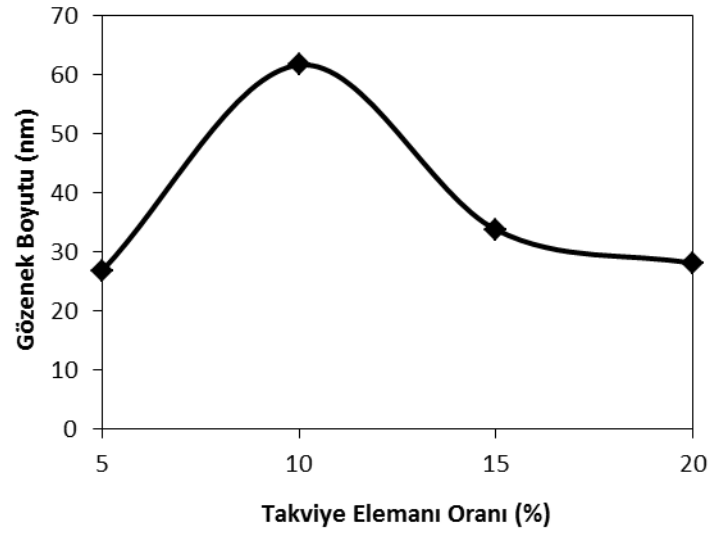
Tablo 3. 5. 120 Saat Öğütülmüş Al-Al₂O₃ Toz Karışımlarının Yüzey Alanı ve Gözenek Boyutu Değerleri.

Toz Karışımı	Tek Nokta Yüzey Alanı (m ² /g)	BET Yüzey Alanı (m ² /g)	Gözenek Genişliği (nm)
Al-% 5 Al ₂ O ₃	6,184	4,245	26,888
Al-% 10 Al ₂ O ₃	4,659	1,438	61,720
Al-% 15 Al ₂ O ₃	4,336	2,820	33,827
Al-% 20 Al ₂ O ₃	4,140	3,414	28,113

Tek nokta yüzey alanları değerlendirildiğinde ise en yüksek değer yine Al-% 5 Al₂O₃ toz bileşiminde ortaya çıktığı görülmüştür. Diğer numunelerin tek nokta yüzey alan değerleri birbirlerine yakın olmakla birlikte en düşük değer Al-% 20 Al₂O₃ kompozit toz karışımına aittir.



Şekil 3. 105. 120 Saat Öğütülmüş Al-Al₂O₃ Toz Karışımlarının Yüzey Alanı Grafikleri.



Şekil 3. 106. 120 Saat Öğütülmüş Al-Al₂O₃ Toz Karışımlarının Gözenek Boyutu Grafikleri.

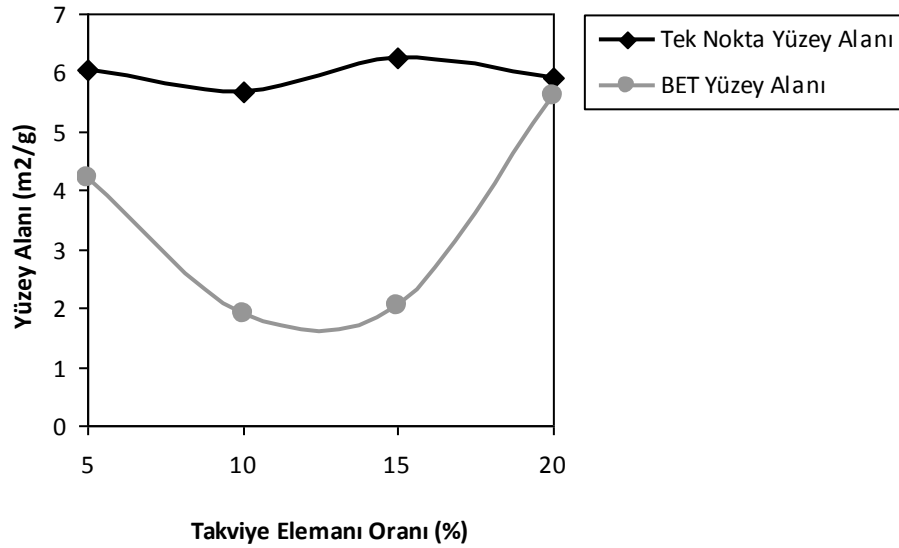
Tablo 3.6’da 120 saat öğütülen Al-SiC numunelerinin BET yüzey alanı, tek nokta yüzey alanı ve gözenek boyutu değerleri verilmiştir. Şekil 3.107 ve Şekil 3.108 ise sırasıyla söz konusu numunelerin belirtilen özelliklerinin takviye elemanı oranı değişimini grafiksel olarak göstermektedir.

Tablo 3. 6. 120 Saat Öğütülmüş Al-SiC Toz Karışımlarının Yüzey Alanı ve Gözenek Boyutu Değerleri.

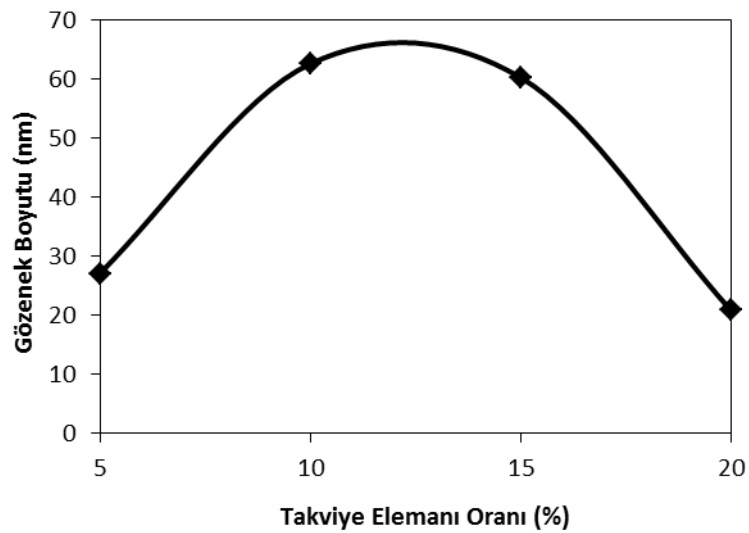
Toz Karışımı	Tek Nokta Yüzey Alanı (m ² /g)	BET Yüzey Alanı (m ² /g)	Gözenek Genişliği (nm)
Al-% 5 SiC	6,061	4,220	27,124
Al-% 10 SiC	5,676	1,887	62,643
Al-% 15 SiC	6,225	2,036	60,348
Al-% 20 SiC	5,910	5,603	20,885

Al-SiC bileşenlerine ait sonuçlar değerlendirildiğinde en yüksek BET yüzey alanı değerine % 20 SiC içeren numunede en düşük BET yüzey alanını değerine ise % 10 SiC içeren numunede rastlanmıştır. Tek nokta yüzey alanları açısından değerlendirildiğinde ise bütün değerler birbirlerine yakın seyretmekle birlikte en düşük değer % 20 SiC içeren numunede en yüksek değer ise Al- % 10 SiC toz karışımında gözlenmiştir.

Gözenek genişliği değerleri ise BET yüzey alanı değerleri ile tamamen ters orantılı değişimi göstermiştir. En yüksek gözenek boyutu değeri Al- % 10 SiC toz karışımında en düşük değer ise Al- % 20 SiC toz karışımında gözlenmiştir.



Şekil 3. 107. 120 Saat Öğütülmüş Al-SiC Toz Karışımlarının Yüzey Alanı Grafikleri.



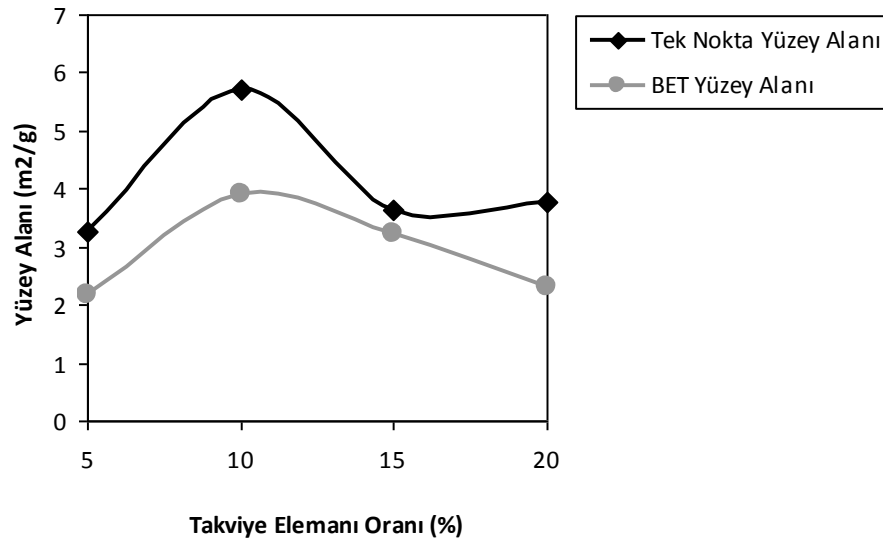
Şekil 3. 108. 120 Saat Öğütülmüş Al-SiC Toz Karışımlarının Gözenek Boyutu Grafikleri.

Al-B₄C karışımlarının 120 saat öğütülmesi ile elde edilen BET yüzey alanı, tek nokta yüzey alanı ve gözenek boyutu değerleri Tablo 3.7’de verilmiştir.

Tablo 3. 7. 120 Saat Öğütülmüş Al-B₄C Toz Karışımlarının Yüzey Alanı ve Gözenek Boyutu Değerleri.

Toz Karışımı	Tek Nokta Yüzey Alanı (m ² /g)	BET Yüzey Alanı (m ² /g)	Gözenek Genişliği (nm)
Al-% 5 B ₄ C	3,249	2,166	25,336
Al-% 10 B ₄ C	5,692	3,916	24,339
Al-% 15 B ₄ C	3,632	3,215	28,633
Al-% 20 B ₄ C	3,782	2,318	31,713

Şekil 3.109’da ise Al-B₄C karışımlarının BET yüzey alanı ve tek nokta yüzey alanı değerlerinin takviye elemanı oranı değişimini grafiksel olarak göstermektedir.

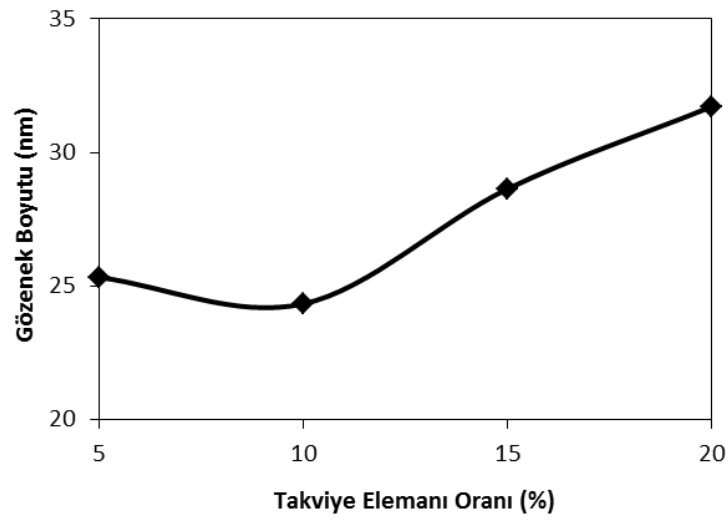


Şekil 3. 109. 120 Saat Öğütülmüş Al-B₄C Toz Karışımlarının Yüzey Alanı Grafikleri.

Bu sonuçlara göre en yüksek BET yüzey alanı değeri Al-% 10 B₄C toz karışımında gözlenirken en düşük BET yüzey alanı ise Al-% 20 B₄C toz karışımına aittir. Kompozit toz karışımları tek nokta yüzey alanları açısından değerlendirildiğinde ise en yüksek

değer yine Al-% 10 B₄C toz karışımında gözlenirken diğer numunelerin tek nokta yüzey alanı değerleri birbirlerine oldukça yakın değerler almışlardır.

Şekil 3.110'da ise Al-B₄C karışımlarının gözenek boyut değerleri grafik olarak gösterilmiştir. Buna göre en büyük ve en küçük gözenek boyutu değerleri yine BET yüzey alanı değerleri ile ters orantılı olarak sırasıyla Al-% 20 B₄C ve Al-% 10 B₄C toz karışımlarında gözlenmiştir.



Şekil 3. 110. 120 Saat Öğütülmüş Al-B₄C Toz Karışımlarının Gözenek Boyutu Grafikleri.

4. BÖLÜM

SONUÇLAR VE ÖNERİLER

4.1. Sonuçlar

Yapılan deneysel çalışmalar ve analizler neticesinde elde edilen sonuçları aşağıdaki gibi özetlemek mümkündür.

1. Alüminyum matrisli seramik takviyeli kompozit toz karışımları MA/MÖ yoluyla öğütülen sünek-gevrek malzeme çiftlerinin genel karakteristiklerine uygun sonuçlar göstermişlerdir. Buna göre öğütmenin ilk aşamalarında darbe etkisiyle sünek alüminyum matris levha haline gelirken, gevrek ve sert takviye elemanları kırılarak alüminyum matrise batma eğilimi göstermiştir. Öğütmenin ilk aşamalarında parçacıklar genellikle köşelidir.
2. Düşük oranlarda takviye elemanı içeren toz karışımlarında sünek alüminyum matrisin oran olarak fazla olması nedeniyle levha şekilli parçacıkların sayısı daha fazladır.
3. Öğütme süresi arttıkça alüminyum parçacıkları yüzeylerine batan seramik parçacıkları ile birlikte daha küçük parçacıklara ayrılmışlardır. Böylece hem şekil hem de tane boyutu açısından daha homojen yapılar elde edilmiştir.
4. Deneysel çalışmalar boyunca kullanılan bütün kompozit toz karışımları için başlangıçta etkin olan soğuk kaynaklanma mekanizması nedeniyle artan tane boyutu öğütmeye devam edilmesiyle azalma göstermiştir. Tane boyutundaki en keskin düşüş söz konusu numunelerin büyük bir kısmı için 30-60 saatlik öğütme aralığında gerçekleşmiştir.

5. Al-Al₂O₃ toz karışımlarının 120 saat öğütme sonrasındaki hesaplanan ortalama tane boyutu değerleri 0,512 µm ile 1,078 µm arasında değişmiştir. En küçük tane boyutu Al-% 20 Al₂O₃ toz karışımında gözlenirken en büyük tane boyutu değeri Al-% 15 Al₂O₃ toz karışımında gözlenmiştir.
6. Farklı miktarlarda SiC takviye elemanı içeren numunelerin hesaplanan ortalama tane boyutu değerleri ise 0,516 µm ile 0,806 µm arasında değişmiştir. Hesaplanan en küçük ortalama tane boyutu % 15 SiC takviye elemanı içeren kompozit toz karışımına aittir.
7. Takviye elemanı olarak farklı oranlarda B₄C içeren toz karışımlarının tane boyutları 0,710 µm ile 0,828 µm arasında değişmektedir. En küçük tane boyutu Al-% 15 B₄C toz karışımında gözlenirken en büyük tane boyutu ise Al-% 10 B₄C karışımında gözlenmiştir.
8. Öğütülen toz karışımlarının X-RD grafikleri incelendiğinde alüminyuma ait piklerin hâkim halde olduğu görülmektedir. Ancak artan takviye elemanı oranları ile piklerin şiddeti azalmış ve takviye elemanlarına ait pikler gözlenmeye başlamıştır.
9. Toz karışımlarının büyük çoğunluğu için öğütme süresinin artmasıyla tane boyutundaki azalma nedeniyle alüminyum piklerinin şiddetleri düşmüş ve söz konusu pikler genişlemiştir. 120 saatlik öğütme işleminden sonra pikler amorf yapıya geçişi işaret edecek şekilde kaybolmaya başlamıştır.
10. Uzun öğütme süreleri sonrasında elde edilen X-RD sonuçları incelendiğinde süreç kontrol etkeni olarak kullanılan stearik asit ya da hazne ve bilya malzemesi olan WC (tungsten karbür) nedeniyle sistemde herhangi bir kirlenme gözlenmemiştir.
11. X-RD sonuçları incelendiğinde piklerin ortaya çıktığı 2θ değerlerinin genellikle artan öğütme süreleri ile sağa kaydığı görülmüştür. Bu durum Bragg kanunu

gereğince söz konusu kırınım açısı değerlerinin işaret ettiği atom düzlemleri arasındaki mesafenin azalmasından kaynaklanmaktadır.

12. Kırınım açılarında artan takviye elemanı oranı ile de benzer bir değişimin olduğu tespit edilmiştir. Buna göre 2θ kırınım açısı değerleri genel olarak artan takviye elemanı oranı ile sağa kaymaktadır.
13. Öğütülmemiş numunelere ait yüzey alanı ve gözeneklilik değerleri kıyaslandığında yüzey alanı değeri en yüksek olan SiC'dür. Yüzey alanı değerleri ile ters orantılı olarak en düşük gözenek boyutu da SiC üzerinde ölçülmüştür.
14. Öğütülmemiş alüminyumun BET yüzey alanı değeri 0,092 m²/g ve öğütülmemiş Al₂O₃'ün BET yüzey alanı değeri 0,086 m²/g iken 120 saat boyunca öğütülmüş Al-Al₂O₃ toz karışımlarının BET yüzey alanı değerleri 1,438 m²/g ile 4,245 m²/g arasında değişmektedir. En yüksek BET yüzey alanı değeri Al-% 5 Al₂O₃ toz karışımında gözlenirken en düşük değer Al-% 10 Al₂O₃ karışımında gözlenmiştir.
15. Al-Al₂O₃ toz karışımları arasında en yüksek gözenek boyutu değeri Al-% 10 Al₂O₃ e ait olup diğer toz karışımlarına ait değerleri birbirine yakındır.
16. 120 boyunca öğütülmüş Al-SiC toz karışımlarının BET yüzey alanı değerleri artan SiC oranı için sırasıyla 4,220, 1,887, 2,036 ve 5,603 m²/g olarak ölçülmüştür.
17. En düşük BET yüzey alanı değerine sahip olan Al-% 10 SiC toz karışımın gözenek boyutu 62,643 nm ile en büyük değere sahiptir.
18. Farklı oranlarda B₄C içeren toz karışımlarının 120 saat öğütülmesi sonucunda elde edilen tozların BET yüzey alanı değerleri kıyaslandığında en yüksek değer % 5 B₄C içeren toz karışımında 2,166 m²/g olarak ölçülmüştür.

19. 120 saat öğütülmüş Al-% 10 B₄C toz karışımının 24,339 nm ile Al-B₄C kompozit toz karışımları arasında en büyük gözeneklilik değerine sahip olduğu görülmüştür.

4.2. Öneriler

1. Deneysel çalışmalar gerçekleştirilirken karşılaşılan en büyük güçlük bilyaların neden olduğu darbe kuvvetleri ve sürtünme etkisiyle ısınan ve levhalaşan alüminyum parçacıklarının hazne ve öğütücü bilyaların yüzeylerine yapışması ve kaplanmasıdır. Bu yapışmaya engel olmak amacıyla sistemin soğumaya izin verecek aralıklarla çalıştırılması öğütme sürelerini uzatmaktadır. Bu nedenle kompozit sistemler çalışılırken yumuşak ve sünek matris parçacıklarının birbirlerine ve öğütme araçların yüzeylerine yapışmasını önleyecek soğutucu sistemlerin tasarlanması ve kullanılması öğütme sürelerinin kısaltılması açısından faydalı olacaktır. Soğutucu sistemlerin varlığı devir sayılarının artırılmasına da imkân sağlayacağından öğütme sürelerinin kısaltılmasına yardımcı olacaktır.
2. Deneysel çalışmalar boyunca kısıtlayıcı olan ikinci önemli unsur kullanılan haznenin sızdırmaz özellikte olmamasıdır. Kullanılan haznenin sızdırmaz özellikte olmaması öğütücü sistemin oksidasyonu önlemek için belirli aralıklarla durdurulup öğütücü hazne, bilya ve öğütülen toz karışımının glove box içerisine alınmasını gerektirmektedir. Bu açıdan değerlendirildiğinde özellikle hızlı oksitlenebilen malzeme sistemleri çalışılırken sızdırmaz özellikte hazne kapaklarının kullanılması veya öğütme işleminin öğütücü cihazın tamamı glove box içerisine alınarak asal gaz atmosferinde gerçekleştirilmesi sistemin uzun süre durdurulmadan çalışabilmesine imkân verecektir.
3. Deneysel çalışmalar esnasında kullanılan bilyaların sayısı, hazne hacmi ve öğütücü cihazın özellikleri gibi kısıtlamalar nedeniyle tek seferde öğütülebilen toz miktarı kısıtlıdır. Kullanılan cihazdaki öğütücü hazne ve bilya sayısının artırılması, hazne hacminin ve bilya sayısının artırılması gibi değişiklikler cihazda tek seferde üretilen tozun miktarını artıracığından üretilen tozların çeşitli yöntemlerle standart test numuneleri haline getirilmesine ve mikrosertlik,

sertlik, çekme dayanımı, çentik darbe dayanımı gibi mekanik özelliklerinin test edilmesine izin verecektir. Üretilen kompozit tozların pelet haline getirilmesi durumunda benzer şekilde elektriksel öz direnç ve elektriksel ve ısı iletkenlik gibi fiziksel özellikleri de tespit edilebilir. Böylece üretilen kompozit toz karışımlarının endüstriyel uygulamalar için kullanılabilirliklerinin araştırılmasının da önü açılmış olacaktır.

KAYNAKLAR

1. German R. M., (Çev: Prof. Dr. Süleyman SARITAŞ, Prof. Dr. Mehmet TÜRKER, Doç. Dr. Nuri DURLU) 2007. Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Türk Toz Metalurjisi Derneği Yayınları, 573 pp.
2. Suryanarayana, C. 2001. Mechanical alloying and milling. **Progress in Materials Science**, **46**:1-184.
3. Suryanarayana, C., Ivanov E., Boldyrev, V.V., The science and technology of mechanical alloying. **Materials Science and Engineering A**, **304-306**:151-158.
4. Kılınç, Y., 1999. Demir Bazlı Süperalaşımların Mekanik Alaşımlama Metodu ile Üretilmesi ve Özelliklerinin Araştırılması. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Ankara, 128 s.
5. Suryanarayana, C., 2008. Recent developments in mechanical alloying. **Reviews on Advanced Materials Science**, **18**:203-211.
6. Di, L.M., Bakker, H., 1991, Mechanically induced phase transformation in the Nb₃Au intermetallic compound. **Journal of Physics: Condensed Matter**, **3**:3427-3432.
7. Suryanarayana, C., Ivanov E., Noufi, R., Contreras, M.A., Moore, J.J., 1999. Non-Equilibrium processing of materials. **Journal of Materials Research**, **14**:377-383.
8. El-Eskandarany, M.S., 1994. Solid state nitridation reaction of amorphous tantalum aluminum nitride alloy powders: the role of amorphization by reactive ball milling. **Journal of Alloys and Compounds**, **203**:117-126.
9. El-Eskandarany, M.S., Sumiyama, K., Aoki, K., Asumoto, T., Suzuki, K., 1994. Mechanism of solid gas reaction for formation of metastable niobium nitride alloy powders by reactive ball milling. **Journal of Materials Research**, **9**:2891-2898.
10. Harringa, J.L., Cook, B.A., Beaudry, B.J., 1992. Effects of vial shape on the rate of mechanical alloying in Si₈₀Ge₂₀. **Journal of Materials Research**, **27**:801-804.
11. Kaloshkin, S.D., Tomlin I.A., Andrianov, G.A., Baldokhin, U.V., Shelekhov, E.V., 1997. X-ray study of the kinetics of mechanical alloying. **Materials Science Forum**, **235-238**: 565-570.
12. Kuhrt, C., Schropf, H., Schultz, L., Artz E., deBarbadillo, J.J., 1993. Mechanical alloying for structural applications. **ASM International**, **1350-1353**.

13. Calka, A., Nikolov, J.I., Ninham, B.W., deBarbadillo, J.J., 1993. Mechanical alloying for structural applications. **ASM International**, 189-195.
14. Calka, A., Radlinski, A.P., 1991. Universal high performance ball-milling device and its application for mechanical alloying. **Materials Science and Engineering A**, 134:1350-1353.
15. Chu, B.L., Chen C.C., Perng, T.P., 1992. Amorphization of $Ti_{1-x}Mn_x$. **Metallurgical and Materials Transactions A**, 23: 2105-2110.
16. Larson, J.M., Luhman, T.S., Merrick, H.F., 1977. Manufacture of superconducting materials. **ASM International**, 155-163.
17. Biswas, A., Dey, G.K., Haq, A.J., Bose, D.K., Banerjee, S., 1996. A study of solid-state amorphization in Zr-30 at.% Al by mechanical attrition. **Journal of Materials Research** 11:599-607.
18. Katamura, j., Yamamoto, T. Qi, X., Sakuma, T., 1996. Mechanical alloying in the system ZrO_2 -ZrN. **Materials Science Letters**, 15: 36-37.
19. Ohtani, T., Maruyama, K., Ohshima, K., 1997. Synthesis of copper, silver, and samarium chalcogenides by mechanical alloying. **Materials Research Bulletin**, 32: 343-350.
20. El-Eskandarany, M.S., 1996. Synthesis of nanocrystalline titanium carbide alloy powders by mechanical solid state reaction. **Metallurgical and Materials Transactions A**, 27: 2374-2382.
21. Abe, O., Suzuki, Y., 1996. Mechanochemically Assisted Preparation of $BaTiO_3$ Powder. **Materials Science Forum**, 225-227: 563-568.
22. Watanabe, R. Hashimoto, H., Park, Y-H., 1991. Advances in powder metallurgy. **Metal Powders Industries Federation** 6:119-130.
23. Park, Y-H., Hashimoto, H., Watanabe, R., 1992. Grain boundary design and control for high temperature materials. **Materials Science Forum**, 88-90: 59-66.
24. Padella, F., Paradiso, E., Burgio N., Martelli, S., Guo, W., Iasonna, A., 1991. Mechanical alloying of the Pd-Si system in controlled conditions of energy transfer. **Journal of Less-Common Metals**, 175: 79-80.
25. Gerasimov, K.B., Gusev, A.A., Ivanov, E.Y., Boldyrev, V.V., 1991. Tribochemical equilibrium in mechanical alloying of metals. **Journal of Materials Science**, 26: 2495-2500.

26. Liu, L., Casadio, S., Magini, M., Nannetti, C.A., Qin, Y., Zheng, K., 1997. Solid state reactions of $v_{75}Si_{25}$ driven by mechanical alloying. **Materials Science Forum**, 235-238: 163-168.
27. Atzmon, M., 1990. *In situ* thermal observation of explosive compound-formation reaction during mechanical alloying. **Physical Review Letters**, 64: 487-490.
28. Gavrilov, D. Vinogradov, O., Shaw, W.J.D., 1995. *International Conference on Composite Materials*, ICCM-10, Woodhead Publishing.
29. Singer, R.F., Gessinger, G.H., 1984. Powder metallurgy of superalloys, 213-292. In: Butherworths. (Eds G.H. Gessinger). London.
30. Chin, Z-H., Perng, T-P., 1997. Amorphization of Ni-Si-C ternary alloy powder by mechanical alloying. **Materials Science Forum**, 235-238: 121-126.
31. Kis-Varga, Beke, D.L., 1996. 64: 487-490. Phase transitions in Cu-Sb systems induced by ball milling. **Materials Science Forum**, 225-227: 465-470.
32. Suryanarayana, C., Milling maps for phase identification during mechanical alloying. **Scripta Metallurgica Et Materialia**, 26: 1727-1732.
33. Miki, M., Yamasaki, T., Ogino, Y., 1992. Structure determination of the ζ_2' martensite and the mechanism of $\beta_2 \rightarrow \zeta_2'$ transformation in a Au-49.5 at%Cd Alloy. **Materials Transactions** 33: 839-844.
34. Calka, A., Williams, J.S., 1992. Synthesis of nitrides by mechanical alloying. **Materials Science Forum**, 235-238: 787-794.
35. Chen, Y., Williams, J.S., 1996. **Hydriding reactions induced by ball milling. Materials Science Forum**, 225-227: 881-888.
36. Ogino, Y., Yamasaki, T., Maruyama, S., Sakai, R., 1990. Non-equilibrium phases formed by mechanical alloying of Cr-Cu alloys. **Journal Of Non Crystalline Solids**:117/118: 737-740.
37. Lee, P.Y., Koch, C.C., 1987. The formation and thermal stability of amorphous Ni-Nb alloy powder synthesized by mechanical alloying. **Journal Of Non Crystalline Solids**:94: 88-100.
38. Chen, G., Wang, K., Wang, J., Jiang, H., Quan, M., deBarbadillo, J.J., 1993. Mechanical alloying for structural applications. **ASM International**, 183-187.
39. Ivison, P.K., Cowlam, N., Soletta, I., Gocco G., Enzo, S., Battezzati, L., 1991. The influence of hydrogen contamination on the amorphization reaction of CuTi alloys. **Materials Science and Engineering A**, 134:859-862.

40. Ivison, P.K., Soletta, I., Cowlam, N., Gocco G., Enzo, S., Battezzati, L., 1992. Evidence of chemical short-range order in amorphous CuTi alloys produced by mechanical alloying. **Journal of Physics: Condensed Matter**, **4**:1635-1645.
41. Gaffet E., Harmelin, M., Faudot, F., 1993. Far-from-equilibrium phase transition induced by mechanical alloying in the Cu-Fe system. **Journal Of Alloys And Compounds**, **194**: 23-30.
42. Enayati, M.H., Chang, I.T.H., Schumacher, P., Cantor, B., 1997. Mechanical alloying of Ni-Nb alloys. **Materials Science Forum**, **235-238**: 85-90.
43. Ivison, P.K., Soletta, I., Cowlam, N., Gocco G., Enzo, S., Battezzati, L., 1992. The effect of absorbed hydrogen on the amorphization of CuTi alloys. **Journal of Physics: Condensed Matter**, **4**:5239-5248.
44. Hwang, S.J., Nash, P., Dollar, M., Dymek, S., 1992. The production of intermetallics based on NiAl by mechanical alloying. **Materials Science Forum**, **88-90**: 611-618.
45. Lai, M.O., Lu, L., 1998. Mechanical Alloying. Boston, Kluwer Academic Publishers.
46. LeBrun, P., Froyen, L., Munar, B., Delacy, L., 1990. Fabrication, structure, and properties of mechanically alloyed aluminum-alloys. **Scandinavian Journal of Metallurgy**, **19**:19-22.
47. Qin, Y., Chen, L., Shen, H., 1997. In-situ X-ray diffraction examination of nanocrystalline Ag₃₇Cu₆₃ powders synthesized by mechanical alloying. **Journal Of Alloys And Compounds**, **256**: 230-233.
48. Kimura, H., Kimura M., 1990. Solid state processing, 365-377. *In*: deBarbadillo. PA:TMS, Warrendale.
49. Lee, C.H., Mori, M. Fukunaga, T., Mizutani, U., 1990. Effect of Ambient Temperature on the MA and MG Processes in Ni-Zr Alloy System. **Japan Journal Of Applied Physics**, **29**: 540-544.
50. Chen, Y., Le Hazif, R., Martin, G., 1992. Amorphization in a vibrating frame grinder: an example of phase transition in driven systems. **Materials Science Forum**, **88-90**: 35-41.
51. Gaffet, E., Yousfi, L., 1992. Crystal to non-equilibrium phase transition induced by ball-milling. **Materials Science Forum**, **88-90**:51-58.

52. Yamada, K., Koch, C.C., 1993. The influence of mill energy and temperature on the structure of the TiNi intermetallic after mechanical attrition. **Journal of Materials Research**, **8**:1317-1326.
53. Koch, C.C., Pathak, D., Yamada, K., 1993. Mechanical alloying for structural applications. 205-212. *In*: deBarbadillo. Materials Park, OH: ASM International.
54. Benjamin, J.S., 1976. Mechanical alloying. **Scientific America**, **234**(5):40-48.
55. Lee, P.Y., Yang, J.L., Lin, H.M., 1998. Amorphization behaviour in mechanically alloyed Ni—Ta powders. **Journal of Materials Science**, **33**:235-239.
56. Benjamin, J.S., Volin, T.E., 1974. The mechanism of mechanical alloying. **Metallurgical and Materials Transactions A**, **5**: 1929-1934.
57. Lee, P.Y., Koch, C.C., 1988. Directional solidification of Cu- Pb and Bi- Ga monotectic alloys under normal gravity and during parabolic flight. **Journal of Materials Science**, **23**:2837-2845.
58. Koch, C.C., Davis, R.M., 1987. Mechanical alloying of brittle components: Silicon and germanium. **Scripta Metallurgica**, **21**:305-310.
59. Davis, R.M., McDermott, B., Koch, C.C., 1988. Mechanical alloying of brittle materials. **Metallurgical and Materials Transactions A**, **19**: 2867-2874.
60. Lee, P.Y., Koch, C.C., 1978. Formation of amorphous Ni-Zr alloys by mechanical alloying of mixtures of the intermetallic compounds $Ni_{11}Zr_9$ and $NiZr_2$. **Applied Physics Letters**, **50**:1578-1580.
61. Kobayashi, K.F., Tachibana, N., Shingu, P.H., 1990. Formation of amorphous Al-Cr alloys by mechanical alloying of elemental aluminium and chromium powders. **Journal of Materials Science**, **25**:3149-3154.
62. Takacs, L., McHenry, J.S., 2006. Temperature of the milling balls in shaker and planetary mills. **Journal of Materials Science**, **41**:5246-5249.
63. Kubota M., 2007. Properties of nano-structured pure Al produced by mechanical grinding and spark plasma sintering. **Journal of Alloys and Compounds**, **434-435**: 294-297.
64. Prabhu B., Suryanarayana C., An L., Vaidyanathan R., 2006. Synthesis and characterization of high volume fraction Al- Al_2O_3 nanocomposite powders by high-energy milling. **Materials Science and Engineering A**, **425**:192-200.

65. Monazzah A.H., Simchi A., Relhani S.M.S., 2010. Creep behavior of hot extruded Al-Al₂O₃ nanocomposite powder. **Materials Science and Engineering A**, 572:2567-2571.
66. Khakbiz M., Akhlaghi F., 2009. Synthesis and Structural Evolution of Al-B₄C nanocomposite powders by mechanical alloying. **Journal Of Alloys And Compounds**, 479: 334-341.
67. Abdoli H., Asgarzadeh, H., Salahi, E., 2009. Sintering behavior of Al–AlN-nanostructured composite powder synthesized by high-energy ball milling. **Journal Of Alloys And Compounds**, 473: 116-122.
68. Abdoli H., Farnoush, H., Salahi, E., Pourazrang, K., 2008. Study of the densification of a nanostructured composite powder Part 1: Effect of compaction pressure and reinforcement addition. **Materials Science and Engineering A**, 486: 580-584.
69. El-Eskandarany, M.S., 1998. Mechanical solid state mixing for synthesizing of SiCp/Al nanocomposites. **Journal Of Alloys And Compounds**, 279: 263-271.
70. Abenojar, J., Velasco, F, Martinez, M.A., 2007. Optimization of processing parameters for the al-%10 B₄C system obtained by mechanical alloying. **Materials Processing Technology**, 184: 441-446.
71. Nie, C., Gu, J., Liu, J., Zhang, D., 2008. Investigation on microstructures and interface character of B₄C particles reinforced 2024 Al matrix composites fabricated by mechanical alloying. **Journal Of Alloys And Compounds**, 454: 118-122.
72. Kubota, M., 2010. Solid state reaction in mechanically milled and spark plasma sintered Al- B₄C composite materials. **Journal Of Alloys And Compounds**, 504: 319-322.
73. Topcu, I., Gulsoy, H.O., Kadioglu, N., Gulluoglu, A.N., 2009. Processing and mechanical properties of B₄C reinforced Al matrix composites. **Journal Of Alloys And Compounds**, 482: 516-521.
74. Wan-li G., 2006. Bulk Al/SiC nanocomposite prepared by ball milling and hot pressing method. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, 16:398-401.
75. Zhang, J-T., Liu, L-S., Zhai, P-C, Fu, Z-L., Zhang, Q-J, 2008. Effect of fabrication process on the microstructure and dynamic compressive properties of SiCp/Al composites fabricated by spark plasma sintering. **Materials Letters**, 62:443-446.

76. Estrada-Guel I., Carreno-Gallardo C., Mendoza-Ruiz D. C., Miki-Yoshida M., Rocha-Rangel E., Martinez-Sanchez R., 2008. Graphite nanoparticle dispersion in 7075 aluminum alloy by means of mechanical alloying. **Journal Of Alloys And Compounds** **483**: 173-177.
77. Tavoosi M., Karimzadeh F., Enayeti M. H., Heidarpour A., 2009. Bulk Al–Zn/Al₂O₃ nanocomposite prepared by reactive milling and hot pressing methods. **Journal Of Alloys And Compounds**, **475**: 198-201.
78. Zakeri M., Rahimipour M. R., Sadrnezhad S. K., Yazdani-rad R., 2009. Preparation of Al₂O₃–TiC nanocomposite by mechano-chemical reduction of TiO₂ with aluminum and graphite. **Journal Of Alloys And Compounds**, **481**: 320-325.
79. Al-Aqeeli N., Mendoza-Suarez, G., Suryanarayana, C., Drew, R.A.L., 2008. Development of new Al-based nanocomposites by mechanical alloying. **Materials Science and Engineering A**, **480**: 392-396.
80. Nayak S.B., Pabi S.K., 2010. Al–(L1₂)Al₃Ti nanocomposites prepared by mechanical alloying: Synthesis and mechanical properties. **Journal Of Alloys And Compounds**, **492**: 128-133.
81. Forouzanmehr N., Karimzadeh F., Enayeti M. H., 2009. Study on solid-state reactions of nanocrystalline TiAl synthesized by mechanical alloying. **Journal Of Alloys And Compounds**, **471**: 93-97.
82. Farhang M. R., Kamali A. R., Samani M. N., 2009. Effect of mechanical alloying characteristics of a nanocrystalline Ti-50 at.%Al during hot pressing consolidation. **Materials Science and Engineering A**, **168**: 136-141.
83. Rafiei M., Enayati M. H. ve Karimzadeh F., 2009. Characterization and formation mechanism of nanocrystalline (Fe,Ti)₃Al intermetallic compound prepared by mechanical alloying. . **Journal Of Alloys And Compounds**, **480(2)**: 392-396.
84. Roy D., Mitra, R., Chudoba, T., Witczak, Z., Lojkowski, K., Fecht, H-T., Manna , I., 2008. Structure and mechanical properties of Al₆₅Cu₂₀Ti₁₅-based amorphous/nanocrystalline alloys prepared by high-pressure sintering. **Materials Science and Engineering A**, **497 (1-2)**:93-100.

85. Manna I., Chattopadhyay P. P., Banhart F., Fecht H. J., 2004. Development of amorphous and nanocrystalline $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{35-x}\text{Zr}_x$ alloys by mechanical alloying. **Materials Science and Engineering A**, **379**: 360-365.
86. Sasaki T.T., Mukai T. ve Hono K., 2007. A high-strength bulk nanocrystalline Al-Fe alloy processed by mechanical alloying and spark plasma sintering. **Scripta Materialia**, **57**: 189-192.
87. Zawrah M., Shaw L., 2003. Microstructure and hardness of nanostructured Al-Fe-Cr-Ti alloys through mechanical alloying. **Materials Science and Engineering A**, **355**: 37-49.
88. Shaw L., Luo H., Villegas J., Miracle D., 2003. Thermal stability of nanostructured $\text{Al}_{93}\text{Fe}_3\text{Cr}_2\text{Ti}_2$ alloys prepared via mechanical alloying. **Acta Materialia**, **51**: 2647-2663.
89. Madaah Hosseini H. R., Bahrami A., 2005. Preparation of nanocrystalline Fe-Si-Ni soft magnetic powders by mechanical alloying. **Materials Science and Engineering B**, **123**: 74-79.
90. Koohkana R., Sharafia S., Shokrollahi H., Janghorbanb K., 2008. Preparation of nanocrystalline Fe-Ni powders by mechanical alloying used in soft magnetic composites. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, **320**:1089-1094.
91. Selshad Chermahini M., Sharafia S., Shokrollahi H., Zandrahimi M., 2009. Microstructural and magnetic properties of nanostructured Fe and $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ powders prepared by mechanical alloying. **Journal Of Alloys And Compounds**, **474**: 18-22.
92. R. Amini R., Shokrollahi H., Salahinejada E., Hadianfarda M. J., Marasi M., Sritharanc T., 2009. Microstructural, thermal and magnetic properties of amorphous/nanocrystalline FeCrMnN alloys prepared by mechanical alloying and subsequent heat treatment. **Journal Of Alloys And Compounds**, **480(2)**: 617-624.
93. Yang Y., Zhu Y., Li Q., Ma X., Dong Y., Wang G., Wei S., 2001. Mechanical alloying fine structure and thermal decomposition of nanocrystalline FCC- $\text{Fe}_{60}\text{Cu}_{40}$. **Physica B**, **293**:249-259.
94. Eghtesadi S., Parvin N., Rezaee M., Salari M., 2009. Mechanically induced driving forces in preparing W-Cu nanocomposite. **Journal Of Alloys And Compounds**, **473**: 557-559.

95. Raghu T., Sundaresan R., Ramakrishnan P., Rama Mohan T.R., 2001. Synthesis of nanocrystalline copper–tungsten alloys by mechanical alloying. **Materials Science and Engineering A**, **304-306**: 438-441.
96. Liu K. W., Mücklich F., Birringer R., 2001. Synthesis of nano-RuAl by mechanical alloying. **Intermetallics**, **9(1)**:81-88.
97. Liu K. W., Mücklich F., 2001. Thermal stability of nano-RuAl produced by mechanical alloying. **Acta Materialia**, **49(33)**: 395-403.
98. Liu K. W., Mücklich F., Pitschke W., Birringer R., Wetzig K., 2001. Formation of nanocrystalline B2-structured (Ru,Ni)Al in the ternary Ru–Al–Ni system by mechanical alloying and its thermal stability. **Materials Science and Engineering A**, **313(1-2)**: 187-197.
99. Yanmaz E., Savaşkan B., Başoğlu M., Koparan E. T., Dilley N. R., Grovenor C. N. R., 2009. Complete flux jumping in nano-structured MgB₂ superconductors prepared by mechanical alloying. **Journal Of Alloys And Compounds**, **480(2)**: 203-207.
100. Hong T.W., Kim S. K., Kim Y. J., 2000. Dehydrogenation properties of nano-/amorphous Mg₂NiH_x by hydrogen induced mechanical alloying. **Journal Of Alloys And Compounds**, **312(1-2)**: 60-67.
101. Spassov T., P. Solsona P., Bliznakov S., Suriñach S., Baró M.D., 2003. Synthesis and hydrogen sorption properties of nanocrystalline Mg_{1.9}M_{0.1}Ni (M=Ti, Zr, V) obtained by mechanical alloying. **Journal Of Alloys And Compounds**, **356-357**: 639-643.
102. Chiba M., Hotta H., Nobuki T., Sotoma A., Kuji T., 2007. Microstructure dependence of the magnetic properties in fine Mg–Tm (Tm: Co, Fe) particles by using a mechanical alloying technique. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, **316 (2)**:454-457.
103. Bliznakov S., Drenchev N., Drenchev B., Delchev P., Solsona P., Spassov T., 2005. Electrochemical properties of nanocrystalline Mg₂Ni-type alloys prepared by mechanical alloying. **Journal Of Alloys And Compounds**, **404-406**: 682-686.
104. H.X. Xin H. X., Qin X. Y., Zhu X. G., Zhang J., Kong M. G., 2006. H.X. Xin H. X., Qin X. Y., Zhu X. G., Zhang J., Kong M. G., Fabrication of nanocrystalline Mg₃X₂ (X = Bi, Sb) with supersaturated solid solubility by mechanical alloying. **Materials Science and Engineering B**, **128 (1-3)**: 192-200.

105. Z. Sparchez Z., Chicinas I., Isnard O., Pop V., Popa F., 2007. Mechanical alloying of Ni₃Fe in the presence of Ni₃Fe nanocrystalline germs. **Journal Of Alloys And Compounds**, 434-435: 485-488.
106. S.K. Vajpai S. K., Mahesh B. V., Dube R. K., 2009. Studies on the bulk nanocrystalline Ni–Fe–Co alloy prepared by mechanical alloying–sintering–hot rolling route, **Journal Of Alloys And Compounds**, 476 (1-2): 311-317.
107. Sachan R., Park J. W., 2009. Formation of nanodispersoids in Fe–Cr–Al/30%TiB₂ composite system during mechanical alloying. **Journal Of Alloys And Compounds**, 485 (1-2): 724-729.
108. Tan G. L., Du J. H., Zhang Q. J., 2009. Structural evolution and optical properties of CdSe nanocrystals prepared by mechanical alloying. **Journal Of Alloys And Compounds**, 468 (1-2): 421-431.
109. Tan G. L., Yang Q., Hömmerich U., Seo J. T., Temple D., 2004. Linear and non-linear optical properties of capped CdTe nanocrystals prepared by mechanical alloying. **Optical Materials**, 27 (3): 579-584.
110. Zakeri M., Allahkarami M., Kavei Gh., Khanmohammadian A., Rahimiopur M. R., 2009. Synthesis of nanocrystalline Bi₂Te₃ via mechanical alloying. **Journal of Materials Processing Technology**, 209:96-101.
111. Krakhmalev P. V., 2004. Preparation of Mo(Si,Al)₂–ZrO₂ nanocomposite powders by mechanical alloying. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, 22: 205-209.
112. Radev D.D., 2010. Mechanical synthesis of nanostructured titanium–nickel alloys. **Advanced Powder Technology**, 21(4): 477-482.
113. Maziarz W., 2004. Mechanically alloyed and hot pressed Ni–49.7Ti alloy showing martensitic transformation. **Materials Science and Engineering A**, 375-377: 844-848.
114. Mousavi T., Karimzadeh F., Abbasi M.H., 2009. Mechanochemical assisted synthesis of NiTi intermetallic based nanocomposite reinforced by Al₂O₃. **Journal Of Alloys And Compounds**, 467: 173-178.
115. Tian, B., Tong, Y.X., Chen, F., Liu, Y., Zheng, Y.F., Phase transformation of NiTi shape memory alloy powders prepared by ball milling, **Journal Of Alloys And Compounds**, 477: 546-579.

116. Gu, Y.W., Goh, C.W., Goi, L.S., Lim, C.S., Jarfors, A.E.W., Tay, B.Y., Yong, M.S., 2005. Solid state synthesis of nanocrystalline and/or amorphous 50Ni–50Ti alloy. **Materials Science and Engineering A**, **392**: 222-228.
117. Mousavi T., Karimzadeh F., Abbasi M.H., 2008. Synthesis and characterization of nanocrystalline NiTi intermetallic by mechanical alloying. **Materials Science and Engineering A**, **487**: 46-51.
118. Gashti S.O., 2010. Synthesis of nanocrystalline intermetallic compounds in Ni–Ti–Al system by mechanochemical method. **Journal Of Alloys And Compounds**, **491**: 344-348.
119. Mousavi T., Abbasi M.H., Karimzadeh F., 2009. Thermodynamic analysis of NiTi formation by mechanical alloying. **Materials Letters**, **63**: 786-788.
120. Korsunsky, A.M., Salimon, A.I., Pape, I., Polyakov, A.M., Fitch, A.N., 2001. The thermal expansion coefficient of mechanically alloyed Al-Cu-Fe quasicrystalline powders. **Scripta Materialia**, **44**: 217-222.
121. Song, G-M. Wang, Y-J., Zhou, Y., 2003. Thermomechanical properties of tic particle-reinforced tungsten composites for high temperature applications. **International Journal of Refractory Metals & Hard Materials**, **21**: 1-12.
122. Bao. S.Q., Yang, J.Y., Song, X.L., Peng, J.Y., Zhu, W., Fan, X.A., Duan, X.K., 2006. Preparation of La-filled skutterudites by mechanical alloying and hot pressing and their thermal conductivities. **Materials Science and Engineering A**, **438**: 186-189.
123. Liu, H.J., Li, L.F., 2007. Effect of clusters of disordered atoms on thermal conductivity of Bi_{0.85}Sb_{0.15} alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, **433**: 279-281.
124. Pabi, S.K., Das, D., Mahapatra, T.K., Manna, I., 1998. Mathematical modelling of the mechanical alloying kinetics. **Acta Materialia**, **46 (10)**: 3501-3510.
125. Das, D., Chatterjee, P.P., Manna, I., Pabi, S.K., 1999. A measure of enhanced diffusion kinetics in mechanical alloying of Cu-18 at.% Al by planetary ball milling. **Scripta Materialia**, **41 (8)**: 861-866.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı, Soyadı: Esen DAĞAŞAN

Uyruğu: Türkiye (TC)

Doğum Tarihi ve Yeri: 11 Mart 1981, KAYSERİ

Medeni Durumu: Bekâr

Tel: +90 352 207 66 66 /32927

Fax: +90 437 57 84

email: edagasan@erciyes.edu.tr

Yazışma Adresi: Erciyes Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölüm Başkanlığı 38039 Talas/KAYSERİ

EĞİTİM

Derece	Kurum	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	EÜ Fen Bilimleri Enstitüsü	2007
Lisans	EÜ Makine Mühendisliği	2004
Lise	Nuh Mehmet Baldöktü Anadolu Lisesi	1999

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görev
2006- Halen	Erciyes Üniversitesi Mühendislik Fakültesi	Araştırma Görevlisi

YABANCI DİL

İngilizce, Almanca

YAYINLAR

1. Dagasan, E., Odabas, D., Gercekcioglu, E., 2008. Effect of martensite volume fraction on the erosive wear behaviour of dual phase AISI 8620 steel, **Journal of the Balkan Tribological Association**, **14(4)**:474-481.
2. Gercekcioglu, E., Odabas, D., Dagasan, E., 2009. The effect of impact angle on the erosive wear rate of dual phase steels, **Journal of the Balkan Tribological Association**, **15(1)**: 25-34.
3. Kaleli, H., Gercekcioglu, E., Dagasan, E., Tugral F., 2012. Effect of load, rotation speed and slip ratio on the wear behaviour of pvd-coated hotvar steel under lubricating conditions, **Journal of the Balkan Tribological Association**, **18(1)**: 69-79.