

**MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ İLE
FeCrC TAKVİYELİ Ni ESASLI KOMPOZİT ÜRETİMİ**

Fatih DEMİR

Yüksek Lisans Tezi

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. S. Osman YILMAZ

ŞUBAT-2014

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ İLE
FeCrC TAKVİYELİ Ni ESASLI KOMPOZİT ÜRETİMİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fatih DEMİR

(101130101)

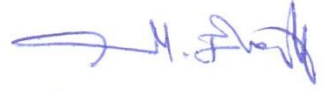
Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 11 Şubat 2014

Tezin Savunulduğu Tarih : 28 Şubat 2014

Tez Danışmanı : Prof. Dr. S. Osman YILMAZ

Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Mehmet EROĞLU

Doç. Dr. Cihan ÖZEL



ŞUBAT-2014

ÖNSÖZ

Çalışmalarım sırasında engin bilgilerinden faydalandığım, ilgi ve alakasını hiçbir zaman esirgemeyen, değerli hocam Sayın Prof. Dr. S. Osman YILMAZ'a, deneysel çalışmalarım sırasında bana yardımcı olan, fikir ve görüşlerini sunan Sayın Uzman Selçuk KARATAŞ'a minnet ve teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca eğitim ve öğretim hayatım boyunca beni her an destekleyen aileme teşekkür ederim.

Fatih DEMİR

Elazığ - 2014

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ	I
İÇİNDEKİLER.....	II
ÖZET	V
SUMMARY	VI
ŞEKİLLER LİSTESİ	VII
TABLolar LİSTESİ	X
SEMBOLLER LİSTESİ	XI
1. GİRİŞ.....	1
2. TOZ ÜRETİM TEKNİKLERİ.....	3
2.1. Mekanik Yöntemler	3
2.1.1. Talaşlı Üretim.....	3
2.1.2. Öğütme	3
2.1.3. Mekanik Alaşımlama	4
2.2. Kimyasal Yöntemler	5
2.3. Elektroliz Yöntemi.....	6
2.4. Atomizasyon Yöntemleri	7
3. MEKANİK ALAŞIMLAMA/ÖĞÜTME	12
3.1. Mekanik Alaşımlamanın Avantajları	14
3.2. Mekanik Alaşımlama/Öğütme (MA/Ö) İşlem Mekanizması	15
3.2.1. Sünek-Sünek Alaşımlama	18
3.2.2. Sünek-Kırılgan Alaşımlama	19
3.2.3. Kırılgan-Kırılgan Alaşımlama.....	20
3.3. Mekanik Alaşımlamanın Kinetikleri.....	21
3.3.1. Çarpışma Süreçleri	21
3.3.2. Difüzyon.....	22
3.3.3. Kontak Alanları Boyutu	23
3.3.4. Reaksiyon ve Kimyasal Kinetikler	23
3.4. MA/Ö Ekipman ve İşlem Parametreleri	23
3.4.1. MA/Ö İşleminde Kullanılan Hammadde ve Boyutları	24
3.4.2. Öğütücü Değirmenin Tipi	24

3.4.2.1. Titreşimli Bilyalı Değirmen	25
3.4.2.2. Yatay Bilyalı Değirmen.....	26
3.4.2.3. Atritör Değirmeni	27
3.4.3. Öğütücü Kap	30
3.4.4. Öğütme Hızı	31
3.4.5. Öğütme Zamanı.....	31
3.4.6. Öğütücü Kollar	32
3.4.7. MA/Ö İşleminde Kullanılan Bilyalar	33
3.4.8. Toz-Bilya Oranı.....	34
3.4.9. Kabın Doluluk Oranı.....	34
3.4.10. Değirmenin Atmosferi.....	35
3.5. Sıcaklığın Etkisi	36
3.6. Tozların Karakterizasyonu.....	36
4. METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELER	40
4.1. Kompozit Malzemelerin Tanımı.....	40
4.2. Kompozit Malzemelerin Avantajları ve Dezavantajları	40
4.3. Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması	41
4.3.1. Elyafli Kompozitler	42
4.3.2. Parçacıklı Kompozitler.....	42
4.3.3. Tabakalı Kompozitler.....	42
4.3.4. Karma (Hibrid) Kompozitler.....	43
4.4. Kompozit Malzemelerin Kullanımı	43
4.5. Kompozit Malzemelerin Üretimi	44
4.5.1. Sıvı Metal Emdirmesi.....	44
4.5.2. Sıkıştırılmalı veya Sıvı Dövme Döküm Tekniği	44
4.5.3. Basıncılı ve Basıncsız İnfiltrasyon	46
4.5.4. Sıvı Metal Karıştırması	47
4.5.5. Hızlı Katılaştırma Yöntemi	47
4.5.6. Yarı Katı Karıştırma.....	48
4.5.7. Plazma Püskürtme	48
4.5.8. Toz Metalurjisi Tekniği.....	48
4.5.9. Difüzyon Bağlama ve Vakumda Presleme.....	49
4.5.10. Sıcak Presleme ve Sıcak İzostatik Presleme	49

5. AŞINMA	50
5.1. Aşınma Mekanizmaları.....	50
5.1.1. Adhezif Aşınma (Yapışma Aşınması)	50
5.1.2. Abrazif Aşınma	52
5.1.3. Yorulma Aşınması.....	53
5.1.4. Eroziv Aşınma	53
5.1.5. Öğütmeli Aşınma	54
5.1.6. Oymalı Aşınma	54
5.1.7. Kazınmalı Aşınma.....	55
5.1.8. Koroziv Aşınma.....	55
6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	57
6.1. Optik İncelemeler	59
6.2. SEM Görüntüleri ve EDX Analizleri.....	60
6.3. XRD Analizleri	66
6.4. Mikrosertlik	70
6.5. Aşınma Testleri.....	72
6.6. Aşınma Fotoğrafları	84
6.7. DTA Analizleri	85
7. DENEY SONUÇLARI	87
KAYNAKLAR	89
EKLER	93
EK 1. Numunelerin Optik Fotoğrafları.....	93
EK 2. Numunelerin SEM Görüntüleri	124
EK 3. Numunelerin EDX Analizleri.....	134
EK 4. Numunelerin Sürtünme Katsayısı Değişim Grafikleri	144
EK 5. Numunelerin Aşınma Fotoğrafları	153
ÖZGEÇMİŞ	159

ÖZET

M_7C_3 ile takviyelendirilmiş intermetalik matrisli Ni-Al kompozitleri, mekanik alaşımlama işlemi ile Ni, Al ve M_7C_3 taneciklerinin katı hal reaksiyonu yoluyla üretildi. 100 μm boyutundaki Ni, Al ve M_7C_3 tozları karıştırılıp, mekanik alaşımlandı ve preslenip, fırında sinterlendi. M_7C_3 , Ni ve Al'nin birlikte sentezlenmesi sonrasında Fe, Cr ve Al içeren α -Ni fazı matris olarak teşekkül etmiştir. Takviye olarak nano boyuttaki Ni_3Al intermetalikleri, M_7C_3 karbürleri ile beraber yapıda homojen olarak dağıldı. Yapıda oluşumu istenmeyen NiAl intermetaliklerinin oluşumunu engellenmiştir. Mekanik alaşımlanmış kararsız M_7C_3 tanecikleri mekanik alaşımlama ve sinter esnasında matris içerisinde kısmen çözülmüştür. Kompozitlerin morfolojisi M_7C_3 karbürlerinin çözünme oranına ve sinter sıcaklığına bağlı olarak değişmiştir.

Anahtar Kelimeler: NiAl, İntermetalikler, Mekanik alaşımlama, Sinterleme.

SUMMARY

Production of FeCrC Reinforced and Ni Based Composites by Mechanical Alloying

The intermetallic matrix composites (IMCs) of Ni-Al reinforced by M_7C_3 were produced by powder metallurgical routes via solid state reaction of Ni, Al and M_7C_3 particulates by mechanical alloying process. Ni, Al and M_7C_3 powders having 100 μm were mixed, mechanical alloyed and the compacts were combusted in a furnace. The synthesis of the M_7C_3 , Ni and Al together formed α -Ni phase having dissolved Al, Cr, Fe inside. In nano scaled Ni_3Al intermetallics were distributed in the matrix together with M_7C_3 carbides. The presence of the carbides depressed the formation of unwanted NiAl intermetallics. The mechanical alloyed M_7C_3 particles were unstable and decomposed partially within the matrix during alloying and sintering, and the morphology of the composites changed upon the dissolution rate of M_7C_3 and sintering temperature.

Keywords: NiAl, Intermetallics, Mechanical alloying, Sintering synthesis.

ŞEKİLLER LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Şekil 2.1. Bilyalı Öğütme.....	4
Şekil 2.2. Mekanik alaşımlama yöntemi.....	5
Şekil 2.3. Kimyasal yöntemle demir tozu üretimi	6
Şekil 2.4. Elektroliz ile toz üretimi.	6
Şekil 2.5. Düşey gaz atomizasyon ünitesi.....	7
Şekil 2.6. Su atomizasyon işlemi	8
Şekil 2.7. Gaz atomizasyonu ile üretilen küresel şekilli kalay tozlarının genel yüzey görüntüleri.....	9
Şekil 2.8. Döner disk ile atomizasyon yöntemi	9
Şekil 2.9. Döner elektrot ile atomizasyon yöntemi.....	10
Şekil 2.10. Vakum atomizasyon yöntemi	11
Şekil 2.11. Ultrasonik gaz atomizasyonu.....	11
Şekil 3.1. Mekanik alaşımlamada kullanılan element başlangıç tozlarının ve deformasyon karakteristiklerinin gösterimi	16
Şekil 3.2. Mekanik alaşımlama sırasında bilya-toz-bilya çarpışması	16
Şekil 3.3. Tozların sünek-kırılgan kombinasyonunun öğütülme esnasında mikroyapısal gelişiminin şematik gösterimi.....	20
Şekil 3.4. Tozların birleşme süreçlerinin şematik gösterimi.....	21
Şekil 3.5. (a) Titreşimli bilyalı değirmen, (b) karıştırıcı hazne	25
Şekil 3.6. (a) Yatay bilyalı değirmen, (b) değirmen içerisindeki bilyaların hareketinin şematik gösterimi.....	26
Şekil 3.7. (a) Laboratuvar tipi atritör değirmeni, (b) değirmenin şematik gösterimi.....	27
Şekil 3.8. Atritör değirmeninde öğütme esnasında oluşan hareketler, (a) darbe, (b) kesme	28
Şekil 3.9. Atritörde toz şarjı ile bilyaların hareketi, (a) düzensiz hareket, (b) grup hareketi	29
Şekil 3.10. Atritörde alaşımlama esnasında meydana gelen en büyük aşınma alanı	29
Şekil 3.11. Öğütme süresiyle ortalama tane boyutunun azalması	30
Şekil 3.12. Zamana göre toz boyutundaki değişim.....	32
Şekil 4.1. Kompozit malzemelerin sınıflandırılması.	41

Şekil 4.2.	Sıkıştırma döküm yöntemi.....	45
Şekil 4.3.	Düşey makina ile sıkıştırmalı veya sıvı dövme döküm işleminin basamakları.	45
Şekil 4.4.	Basınçlı infiltrasyon metodu.....	46
Şekil 4.5.	Basıncsız infiltrasyon metodu.	46
Şekil 4.6.	Ergimiş metal karıştırılması yöntemiyle kompozit üretim ünitesi.	47
Şekil 4.7.	Hızlı katılaşma prosesi ile kompozit üretim yöntemi.	47
Şekil 4.8.	Plazma püskürtme aygıtının şematik görünümü.....	48
Şekil 4.9.	Toz metalurji yönteminin temel aşamaları.	49
Şekil 4.10.	Folyo matris ile filamentlerin kesit görünümü	49
Şekil 5.1.	Adhezif aşınma örnekleri.....	50
Şekil 5.2.	Adhezif aşınmanın meydana gelişinin şematik olarak gösterimi.	51
Şekil 5.3.	İki elemanlı ve üç elemanlı abrazif aşınma.	52
Şekil 5.4.	Abrazif aşınma örneği.....	52
Şekil 5.5.	Erozif aşınma örnekleri.....	53
Şekil 5.6.	Öğütmeli aşınma örneği.....	54
Şekil 5.7.	Oymalı aşınma örnekleri.....	54
Şekil 5.8.	Kazınmalı aşınmanın meydana gelişinin şematik olarak gösterimi.	55
Şekil 5.9.	Korozif aşınmanın meydana gelişinin şematik olarak gösterimi.....	56
Şekil 6.1.	Sıcaklık Değişimine göre numunelerin optik görüntüleri (5x15 Büyütme).	59
Şekil 6.2.	N1.1 ve N7.2 numunelerinin SEM mikroyapı görüntüleri	61
Şekil 6.3.	N2.2 ve N2.4 numunelerinin SEM mikroyapı görüntüleri (X250).....	62
Şekil 6.4.	N4.3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüleri	63
Şekil 6.5.	N5.2 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü (X250).	64
Şekil 6.6.	N4.3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü (X250).	64
Şekil 6.7.	N8.2 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü (X250).	65
Şekil 6.8.	Takviye miktarı değişimine göre XRD grafiği.....	68
Şekil 6.9.	Sinter sıcaklığı değişimine göre XRD grafiği.	68
Şekil 6.10.	Öğütme süresi değişimine göre XRD grafiği.	69
Şekil 6.11.	Öğütme türü değişimine göre XRD grafiği	70
Şekil 6.12.	Deney parametrelerine göre mikrosertlik değerlerinin değişimleri.....	72
Şekil 6.13.	Sinter sıcaklığı değişimine göre numunelerin aşınma grafiği	73
Şekil 6.14.	Sinter süresi değişimine göre numunelerin aşınma grafiği.....	74

Şekil 6.15. Öğütme süresi değişimine göre numunelerin aşınma grafiği	74
Şekil 6.16. Takviye miktarı değişimine göre numunelerin aşınma grafiği.....	75
Şekil 6.17. Uygulanan yük değişimine göre numunelerin aşınma grafiği.....	76
Şekil 6.18. Deney parametrelerinin ağırlık kaybı üzerindeki etkileri.....	77
Şekil 6.19. Numunelerin karakteristik özellikleri arasındaki ilişkiler	80
Şekil 6.20. Takviye miktarı değişimine göre numunelerin 4 KG yük altında sürtünme katsayısı değişim grafikleri.....	83
Şekil 6.21. Sıcaklık Değişimine göre numunelerin aşınma testleri sonrası optik görüntüleri (10x15 Büyütme).	84
Şekil 6.22. DTA analizleri	85

TABLÖLAR LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 6.1. Kullanılan Ni tozunun kimyasal kompozisyonu.....	57
Tablo 6.2. Kullanılan Al tozunun kimyasal kompozisyonu.....	57
Tablo 6.3. Kullanılan FeCrC tozunun kimyasal kompozisyonu.....	57
Tablo 6.4. Üretilen numuneler ve uygulanan deney parametreleri.....	58
Tablo 6.5. Adiabatik sıcaklık, mikrosertlik, fazların oluşum entalpileri ve tane ebatları..	66

SEMBOLLER LİSTESİ

MA	: Mekanik Alaşımlama
MÖ	: Mekanik Öğütme
ODS	: Oksit Dağılımla Güçlendirilmiş
BTO	: Bilya Toz Oranı
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	: Geçirimli Elektron Mikroskobu
XRD	: X-Ray Difraksiyon Analizi
DTA	: Diferansiyel Termal Analiz
SPEX	: Titreşimli Değirmen

1. GİRİŞ

Modern teknolojinin sınırlılıklarından birisi de bazı metal alaşımlarının elde edilmesindeki zorluktur. Mesela, düşük ergime sıcaklığına sahip bir malzeme ile yüksek ergime sıcaklığına sahip diğer bir malzemeyi geleneksel tekniklerle alaşımlamak zordur. Böyle iki metal sıvı durumda çözelti oluşturmaya rağmen daha düşük ergime noktasına sahip olduğunda metal soğuma ve katılaşma yönünde ayrılır [1]. Bunun yanında klasik üretim teknikleri ile üretilebilen malzemelerden daha sert, dayanıklı ve hafif malzemelere talebin artmasıyla yeni malzemelerin tasarımı ve geliştirilmesi söz konusu olmuştur [2].

Bu sınırlamalar son yıllarda metallerin birleştirilmesindeki klasik alaşımlama sınırlılıklarının önüne geçen yeni tekniklerin geliştirilmesine neden olmuştur. Bu tekniklerden bir tanesi de "Mekanik Alaşımlama" (MA)'dır. Bu yöntemle, metal ve metal oksitlerinin doğru alaşımlanmasıyla diğer bilinen klasik metalurjik yöntemlerle üretilmesi zor ve imkânsız olan alaşımların elde edilmesi mümkün olmuştur.

Mekanik alaşımlama, element toz karışımından homojen malzemelerin üretimine izin veren bir toz işlem tekniğidir. Bu teknik John Benjamin ve arkadaşları tarafından Paul D. Merica Research Lab of the International Nickel Company (INCO)'de 1966 yılında geliştirilmiştir. Burada, gaz tribün uygulamaları için arzu edilen korozyon ve oksitlenme dayanımı, uygun alaşımlar ilavesiyle Ni bazlı süper alaşım üretilmiştir [3-5].

Benjamin ve arkadaşları bu malzemeyi üretmek için çeşitli tekniklere başvurdularsa da en sonunda bilyalı öğütme tekniğinin en ideal yol olduğuna karar vermişlerdir. Bunun sebebi ise bilyalı öğütmenin, metal partiküllerinin yüksek plastik deformasyonundan dolayı kırılması ve tekrar soğuk kaynak yoluyla ince partiküllerin üretilmesine imkân vermesidir. Benjamin ve arkadaşları tarafından geliştirilen bu işlem, "Öğütme-Karıştırma" olarak adlandırılmasına karşın daha sonra bu işlemi Ewan C. MacQwen "Mekanik Alaşımlama" olarak adlandırmıştır [2].

MA bilimsel açıdan ilgi çekici malzemelerin ve çeşitli ticari kullanımlı malzemelerin üretimi için kullanılan yüksek enerjili bilyalı karıştırma tekniği ve normalde de kuru bir öğütme yöntemidir. 1983'de element toz karışımlarının bilyalı öğütülmesiyle Ni-Nb sisteminde ve 1981'de bir Y-Co metallerarası bileşiklerin mekanik öğütülmesiyle bir amorf faz oluşumu olarak tanımlanan bu yöntem potansiyel bir dengesiz (kararsız) işlem tekniğidir [6,7].

1980'lerin ortalarından başlayarak kararlı ve kararsız fazlar içeren aşırı doymuş katı çözeltiler (kristal ve yarı kristal fazlar içeren) ve amorf alaşımların sentezini yapan birçok

alışma yapılmıştır. Bunların yanı sıra toz karışımlar tanımlanırken mekanik olarak aktif hale gelmiş kimyasal reaksiyonların teşviki, yani oda sıcaklığında mekanokimya reaksiyonları veya saf metallerin, nanokompozitlerin ve eşitli malzemelerin üretimi normalde istenilen sıcaklıkların ok daha altında yapılabilir. Bütün bu özel niteliklerinden dolayı, bu basit fakat etkili işlem tekniğı metallere, seramiklere, polimerlere ve kompozit malzemeler uygulanmıştır [8-10].

Mekanik alaşımlama/öğütme işleminde eşitli değirmenler kullanılmaktadır. Bu değirmenler farklı boyutlarda olup yapılacak olan mekanik alaşımlama işlemine göre tercih edilirler.

Ni esaslı kompozitler yüksek sıcaklık uygulamalarında tercih edilirler. Yüksek sıcaklıklarda kullanılan alaşımların, kullanıldığı atmosferin aşındırıcı etkilerine karşı dayanıklı olması, dizayn şartlarına bağılı olarak yeterli mukavemete sahip olması ve bunların yanı sıra yüksek sıcaklıklarda metalurjik veya yapısal değışimlere karşı koyabilmek için kararlı olması gereklidir. Oksidasyon direnci ve yüksek sıcaklık korozyonu açısından en önemli alaşım elementi kromdur. Bu yüzden korozyon direnli elikler, paslanmaz elikler, Ni-Cr alaşımları ve süperalaşım gibi malzemeler yeterli miktarda krom elementi içerir. Yüksek sıcaklık uygulamalarında da yüksek bir oranda krom elementi kullanılmaktadır [70].

Günümüzde yaygın olarak kullanılan kompozitler; demir, krom ve nikel ihtiva eden kompozitler, kompleks demir-nikel-krom kobalt kompozisyonları, karbürlerle güçlendirilmiş kobalt esaslı alaşımlar, katı özelti olarak mukavemetlendirilmiş nikel esaslı alaşımlar ve ökelme-dağılıma sertleştirmesi uygulanmış nikel esaslı alaşımlardır.

Bu tez alışmasında, mekanik alaşımlama yöntemiyle karbür takviyeli Ni esaslı metal matrisli kompozitlerin ferroalyajlar kullanılarak üretimi ve üretim parametreleri araştırılmıştır. Tezde; Ni esaslı kompozit üretilmesi amacıyla nikel, alüminyum ve yüksek karbonlu ferrokrom kullanılmış ve mekanik alaşımlama yardımıyla, tane ebadı inceltilmiş kompozit yapılar elde edilmiştir. Projede amaç toz metalurjisi ve mekanik alaşımlamayla maliyeti düşük kompozit dokuya sahip ve aşınma direnci yüksek malzeme üretmektir. Bu malzemelerde M_xC_y karbürü ile birlikte NiAl intermetalik içerikli yapı üretimi amaçlanmıştır.

2. TOZ ÜRETİM TEKNİKLERİ

Metal tozlarının imalinde kullanılan teknikler, tozların birçok özelliklerini tayin eder. Tozun geometrik şekli üretim yöntemine bağlı olarak küreselden, karmaşık şekle kadar çok farklı olabilmektedir. Tozun yüzey durumu da üretim yöntemine göre değişiklik göstermektedir. Malzemelerin çoğu, özelliklerine uygun bir teknik kullanılarak toz haline getirilebilir. Birçok toz üretim tekniği arasından, ticari olarak şu teknikler kullanılmaktadır:

- Mekanik yöntemler
- Kimyasal yöntemler
- Elektroliz yöntemi
- Atomizasyon yöntemleri

2.1. Mekanik Yöntemler

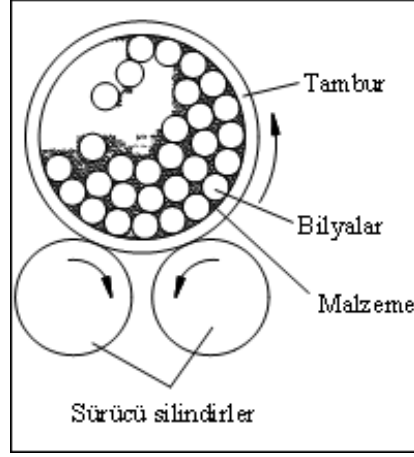
Mekanik yöntemler talaşlı üretim, öğütme ve mekanik alaşımlama olmak üzere üç grupta incelenebilir.

2.1.1. Talaşlı Üretim

Bu yöntemle tornalama, frezeleme ve taşlama gibi talaş kaldırma teknikleri kullanılarak çok iri ve karmaşık tozlar üretilir. Üretilen tozlar, öğütülerek ince tozlar haline getirilebilir. Toz özelliklerinin kontrolündeki zorluk, oksitlenme, yağlanma, kir tutma ve diğer malzeme hurdaları ile karışarak kirlenme problemleri olabilir. Yüksek karbonlu çelik tozları bu yöntemle üretilir.

2.1.2. Öğütme

Bir metal tozu üretim tekniği olmakla birlikte, diğer tekniklerle üretilmiş tozların kırılması için de kullanılan öğütme, en çok bilyalı değirmenlerde yapılmaktadır. Kırılgan malzeme tozlarının üretiminin yapıldığı bu yöntemde, temel prensip parçalanacak malzeme ile sert bir cisim arasında bir darbe meydana gelmesini sağlamaktır [2].



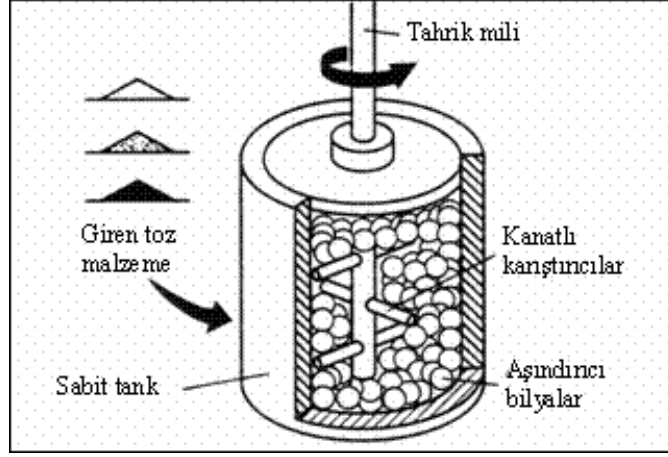
Şekil 2.1. Bilyalı öğütme.

Öğütülecek metal, içinde büyük çaplı sert ve aşınmaya karşı dayanıklı bilyaların bulunduğu hazneye, önceden kaba bir biçimde kırılmış olarak yerleştirilir. İri taneli öğütülecek malzeme öğütücü kap içinde büyük çaplı, sert ve aşınmaya karşı dayanıklı bilyalar ile birlikte döndürülerek veya titreştirilerek darbe etkisiyle çok küçük tozlara bölünür (Şekil 2.1).

Eğer öğütülen malzeme gevrek ise, bilyalarla çarpışmanın etkisiyle çok küçük tozlara bölünür. Öğütülen malzeme sünek parçacıklardan oluşuyor ise, çarpışma sonucunda şekil değiştirerek yassılaşırlar. Homojen bir karışım için kaba konulacak bilyaların hacmi ve öğütülecek malzeme miktarı çok önemlidir. Bilyaların hacmi kap hacminin yaklaşık yarısı ve öğütülecek malzeme miktarı kap hacminin yaklaşık % 25'i oranında olmalıdır. Demir alaşımları, demir - krom, demir - silisyum v.b. kırılğan malzemeler mekanik olarak bilyalı değirmenlerde öğütülürler [2].

2.1.3. Mekanik Alaşımlama

Mekanik alaşımlama (M.A.) yöntemi, kuru ve katı haldeki tozların birbirlerine periyodik olarak kaynaklanmasını ve tekrar bu kaynakların kırılmasını sağlayarak daha ince ve homojen bir mikroyapıya sahip yüksek dayanımlı kompozit malzemelerin üretilmesinde kullanılır. M.A. yönteminde tozlar kapalı bir kap içerisine konulur ve şaft döndürülür (Şekil 2.2). Tozlar, şaft kolları ve bilyalar yardımı ile deforme edilir ve bu tozlarda kırılma ve soğuk kaynaklaşmalar meydana gelir [2].

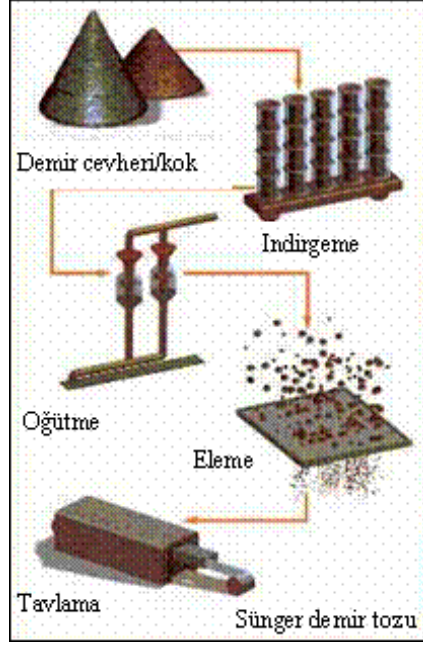


Şekil 2.2. Mekanik alaşımlama yöntemi.

2.2. Kimyasal yöntemler

Metal tozlarının kimyasal yöntemle üretimi, metal oksitlerin (demir, bakır, tungsten, molibden, nikel ve kobalt) CO veya hidrojen gibi indirgeyici gazlarla oksitlerinden kimyasal olarak indirgenmesidir.

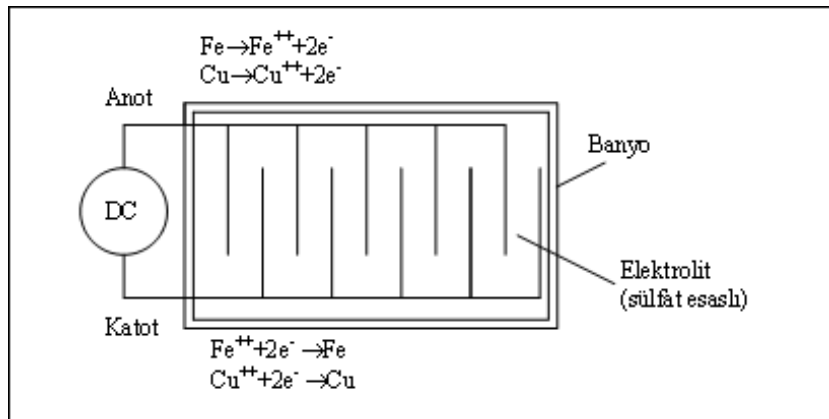
Kimyasal yöntemle üretilen sünger-demir tozu bu yöntemin önemli bir uygulama örneğidir. Sünger demir, demir oksit cevherinin uygun nitelikte indirgeyici elemanlara indirgenerek süngerimsi bir kütleye dönüştürülmesiyle elde edilir. Magnetit (Fe_3O_4), kok ve kireç taşı ile karıştırılır ve seramik kaplara doldurulur. Karışım seramik kaplar içerisinde $1260\text{ }^{\circ}C$ sıcaklıktaki fırınlarda 68 saat bekletilir. İndirgenmenin tamamlanması ile sünger demir elde edilir. Şekil 2.3.'de kimyasal yöntemle demir tozu imalatı görülmektedir. Elde edilen sünger demir külçeleri yüksek sıcaklıkta ($1260\text{ }^{\circ}C$) birbirine kaynak olmuş tozlardan oluştuğundan öğütülerek istenilen tane büyüklüğüne getirilir. Hidrojen gazı altında $870^{\circ}C$ ' de tavlanarak oksijen ve karbondan mümkün olduğu kadar arıtılır ve son olarak elekten geçirilir [5].



Şekil 2.3. Kimyasal yöntemle demir tozu üretimi.

2.3. Elektroliz Yöntemi

Elektroliz yöntemiyle, oksitlerden oluşan tozlar katoda akım vermek suretiyle elektrolitik banyoda çökertilir ya da iyi kırılabilme özelliğinde katot da toplanır (Şekil 2.4). Banyo teknesi kurşun kaplıdır. Elektrolitik olarak bakır sülfat ve sülfürik asit kullanılır. Anot bakır katot ise antimonlu kurşundur. Elektroliz yöntemi ile genel olarak bakır tozları imal edilir.



Şekil 2.4. Elektroliz ile toz üretimi [12].

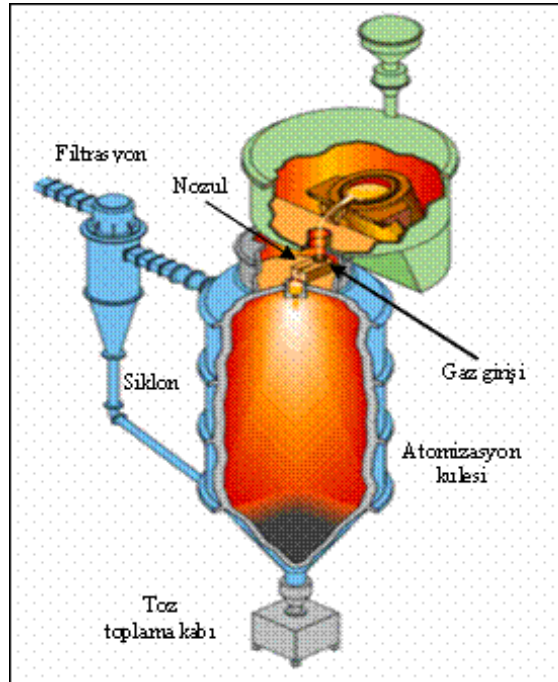
Elektroliz yönteminde, elektrolitik banyoda çökertilen veya katotta toplanan metal kolaylıkla öğütülerek ince toz haline getirilir ve üretilen tozlar yıkanarak elektrolitten iyice

temizlenir. Kurutma asal gazlar altında yapılarak oksitlenme önlenir. Elektroliz sırasında oluşan parçacıklar dendritik bir yapı gösterirlerse de daha sonraki işlemlerle bu yapı kaybolur. Elektrolitik tozların en büyük avantajı yüksek safiyetleri, dolayısıyla iyi sıkıştırabilme özelliklerine sahip olmalarıdır[5].

2.4. Atomizasyon Yöntemleri

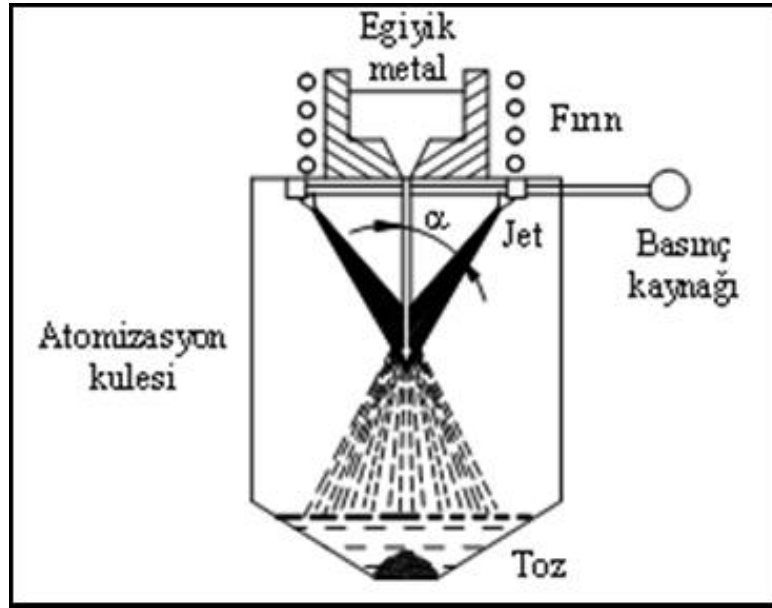
Atomizasyon, bir sıvı demetinin farklı boyutlardaki çok sayıda damlacıklara ayrılmasıdır. Temel prensip, bir potanın dibindeki delikten akmakta olan ergimiş metalin üzerine yüksek basınçlı gaz veya sıvı püskürtülmesidir (Şekil 2.5). Hava, azot ve argon sıklıkla kullanılan gazlardandır ve su ise çok sık tercih edilen sıvıdır. Burada gaz veya sıvı, eriyik haldeki metal demetini farklı boyutlarda çok sayıda damlacıklara ayırır. Damlacıklar daha sonra katılaşarak metal tozlarını oluştururlar [5]. Bu üretim yöntemi üç ana bölüme ayrılır:

1. Ergitme
2. Atomizasyon
3. Katılaşma ve soğuma



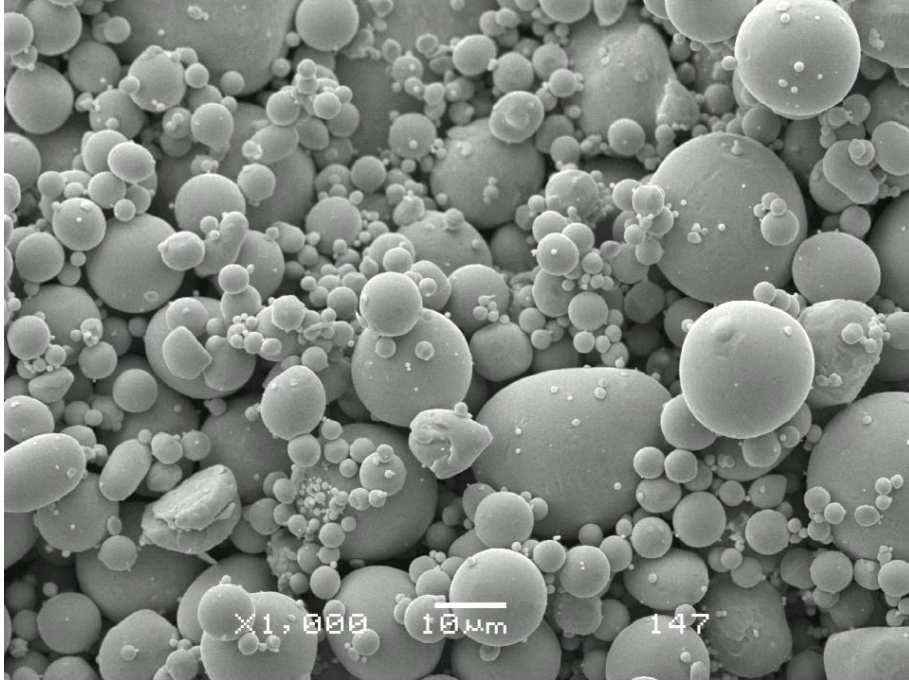
Şekil 2.5. Düşey gaz atomizasyon ünitesi.

Bu işlemlerden sonra çoğu zaman yüzey oksitlerinin azaltılması, gazlardan uzaklaştırma ve toz boyutu dağılımı gibi ürünün istenen niteliklere getirilmesi için ek işlemler yapılmaktadır. Metal tozlarının üretiminde yaygın olarak kullanılan atomizasyon yöntemleri paslanmaz çelik, pirinç, demir, alüminyum, çinko, kalay ve kurşun gibi metal ve alaşımları için oldukça iyi sonuçlar vermektedir. Ayrıca atomizasyon yöntemleri, alüminyum ve alaşımlarının tozlarının üretiminde en yaygın ve en ekonomik olan yöntemlerdir. Atomizasyon yöntemlerinden su atomizasyonu, sıvı metalin su jeti ile parçalanması, gaz atomizasyonu ise gaz jeti ile parçalanması olarak tanımlanır. Tipik bir suyla atomizasyon tankı Şekil 2.6.'da verilmiştir. Çevresel olarak yerleştirilmiş olan memelerde oluşan basınçlı su jetleri sıvı metali keserek parçalar. Oluşan damlacıklar tankın dibine doğru hareket ederken soğuyarak katılaşırlar ve dibe çökelirler. Su çok iyi bir soğutucu olduğundan, suyla atomizasyon tankları kısadır (1m civarında). Gazla atomizasyonda benzeri şekilde oluşur. Ancak gazlar iyi soğutucu olmadıklarından gazla atomizasyon tankları 6m'den uzundur [11].



Şekil 2.6. Su atomizasyon işlemi.

Gaz ile atomize edilen tozlar küresel veya küresele yakın şekillidirler (Şekil 2.7). Bu yöntemle üretilen tozların ortalama tane boyutu 100 μm 'dir. Su ile atomize edilen tozlar genel olarak karmaşık şekilli olup, bu tozların sıkıştırılabilirlikleri ve sıkıştırılma sonrası ham mukavemetleri yüksektir. Su atomizasyon yöntemiyle elde edilen tozların ortalama tane boyutu 150 μm 'dir.



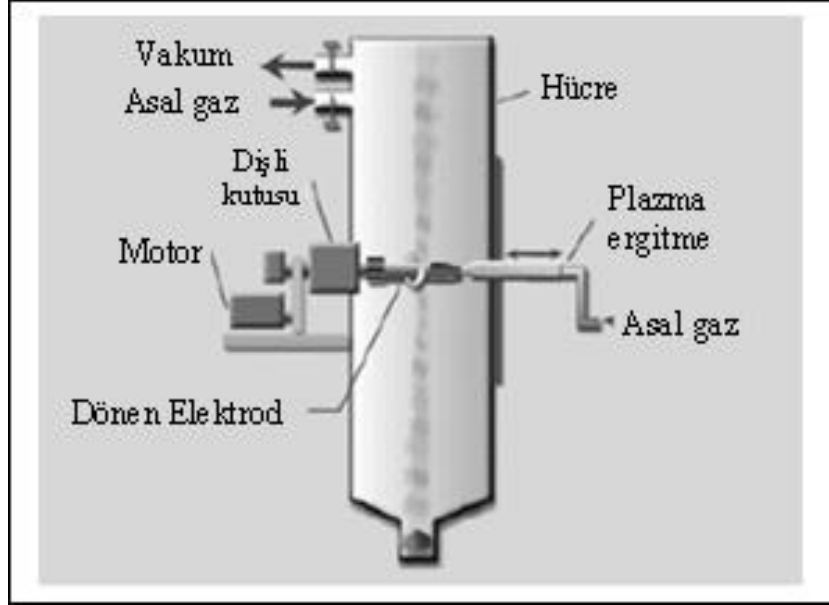
Şekil 2.7. Gaz atomizasyonu ile üretilen küresel şekilli kalay tozlarının genel yüzey görüntüleri.

Ergiyik metalden toz üretimi için merkezkaç kuvvetinin kullanılması olarak bilinen döner disk santrifüj atomizasyon yönteminde, sıvı metal dönen bir disk üzerine akıtılır (Şekil 2.8). Disk üzerindeki set ve yarıklara çarpan sıvı metal parçalanarak şekildeki gibi saçılır. Saçılan metal parçacıklar soğutulurak katılaşmaları sağlanır [11].



Şekil 2.8. Döner disk ile atomizasyon yöntemi [12].

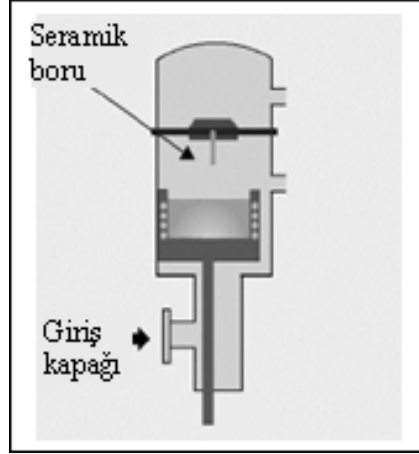
Döner elektrot kullanılarak yapılan santrifüj atomizasyon yöntemi ise, dönmekte olan elektrotun ergiyen ucundaki sıvı metal damlaların atomize olması esasına dayanır (Şekil 2.9).



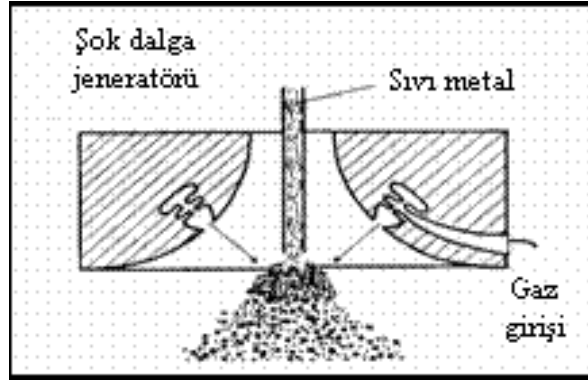
Şekil 2.9. Döner elektrot ile atomizasyon yöntemi [12].

Döner elektrot kullanılarak yapılan santrifüj atomizasyon yönteminde tozu elde edilecek metalden yapılmış elektrot ile ergimeyen tungsten elektrot arasında ark oluşturulur. Ergiyen elektrotun döndürülmesiyle, elektrik arkı altında oluşan damlacıklar savrulur ve tankta toplanır. Oksidasyonu önlemek için toz toplama tankı helyum, argon gibi asal gazlarla doldurulur. Döner elektrot yöntemiyle, kobalt, krom ve titanyum alaşım tozları üretilmektedir [12].

Vakum atomizasyonu yöntemi, basınçlı gaz altındaki sıvı metale ani olarak vakum uygulanması sonucu gazın genişmesi ve metalin atomize olmasıyla gerçekleştirilen bir metottur. Bu yöntemde, Şekil 2.10'da görüldüğü gibi silindirik bir tankın alt kısmında sıvı metal potası, üst kısmında da vakum atomizasyon odası bulunmaktadır. Vakum altındaki sıvı metal önce belirli bir sıcaklığa kadar ısıtılır, bundan sonra bu bölüme hidrojen gazı doldurulur. Potadaki sıvı metalde hidrojen gazı çözündükten sonra potayı yukarı taşıyan mil potayı yukarı iterek seramik boruyu potaya daldırır. Üst kısımda vakum olduğu için sıvı metal memeden geçerek parçalanır. Böylece metal ve alaşımlarından ince küresel tozlar üretilir [12].



Şekil 2.10. Vakum atomizasyon yöntemi [12].



Şekil 2.11. Ultrasonik gaz atomizasyonu.

Ultrasonik gaz atomizasyon yönteminde ise, yüksek basınçlı gaz rezonans boşluklarının birinden diğerine ivmelendirilerek ultrasonik ses dalgaları oluşturulur (Şekil 2.11) ve yüksek katılaşma hızına bağlı olarak çok ince ve küresel şekilli tozlar üretilir. Atomizasyon yöntemleriyle bir tozun ortalama boyutu, toz boyutu dağılımı, toz şekli, yüzey kompozisyonu da dahil olmak üzere kimyasal bileşimi ve mikro yapısı kontrol edilebilir. Bu temel özellikler, tozların ve bitmiş parçaların görünür yoğunluk, sıkıştırılabilirlik ve tokluk gibi özelliklerini belirler. Bunların yanı sıra, atomizasyon yöntemlerindeki yüksek toz üretim hızı, ekonomik olarak bir üstünlüktür. Her atomize partikül bir ön alaşım veya küçük bir kütük gibidir ve her partikülde bileşim aynıdır [12].

3. MEKANİK ALAŞIMLAMA/ÖĞÜTME

Mekanik alaşımlama (MA) ısıtıl veya kimyasal işlemlere başvurmaksızın metallerin alaşımlanması işlemidir. Bu işlem asal bir atmosfer ortamında yoğun bir öğütme işlemi ile sürekli olarak plastik deformasyon, kırılma, soğuk kaynak ve yeniden kırılma ve kaynaklanma ile çok ince ve son derece homojen mikroyapılar üretilmesi işlemidir [13].

Homojen bileşimli tozların öğütülmesi genellikle saf metal, metallerarası bileşikler veya alaşımlanmış tozlar gibi malzemeler için homojenizasyona ihtiyaç duyulmadığından öğütme terimi kullanılmaktadır. Bir amorf fazlı veya metallerarası bileşik karışımı üretmek için, metallerarası bileşik malzemeleri uzun süreli deforme etme işlemi mekanik karıştırma olarak adlandırılır. Mekanik öğütmenin yada mekanik karıştırmanın mekanik alaşımlamaya göre avantajı ise mekanik olarak ihtiyaç duyulan diğer dönüşümlere veya sadece partikül boyutundaki azalma, alaşımlamada ihtiyaç duyulan işlem süresinin kısa oluşudur [14].

MA hemen hemen her kompozisyonda toz üretiminde kullanılır. MA 1960'lardan beri, oksit dağılımıyla mukavemetlendirilmiş (ODS) süper alaşımlarda yüksek sıcaklıkta sürünme dayanımını iyileştirmek için kullanılmaktadır. Bu yöntem tek alaşım kompozisyonunda, tek kalite ve arzu edildiğinde yeni alaşımların geliştirilmesinde çok kullanışlıdır [15].

MA işlemi ile yakın ortam sıcaklıklarında çok homojen tozlar üretilebilir. MA yönteminde bir tozun ortalama boyutu, boyut dağılımı, şekli ve diğer nitelikleri işlem sırasında kontrol edilebilir. MA işlemi doğrudan kimyasal sentez yoluyla veya homojen bir dağılım (karıştırma) olmayan ingot metalurjisi yoluyla veya çok aktif elementlerinin alaşımlarının üretimi için bir avantaj sağlamaktadır. MA ile elde edilen çok ince tane mikroyapılar sebebiyle olağandışı özellikler ve bunların tipik sonuçları üretilebilir olduğu görülmüştür. MA küçük miktarlarda veya hızlı prototip için standart dışı bileşimler veya standart bileşimin hızlı bir şekilde üretilmesine müsaade eder [13]. MA ile üretilen malzemelerde matris içerisindeki parçacıklar arası mesafenin azalması sonucu malzemenin mukavemetinin arttığı gözlenmiştir [16].

MA ile üretilen malzemelerin diğer üretim teknikleri ile üretilen malzemelere göre üstünlüklerini ise şöyle özetleyebiliriz; normal üretim teknikleri (döküm, ergitme) ile üretilmesi zor olan parçaların üretilebilmesi, süper korozyon dirençli alaşımları üretilebilmesi, oldukça farklı ergitme noktalarına sahip malzemelerden metallerarası bileşikler oluşturulabilmesi, MA ile üretilen tozların yapısında tamamen homojenlik elde

edilmesi, karmaşık şekilli, hassas toleranslar dahilinde parça ve ergitme derecesine yakın sıcaklıklarda çalışabilen malzemeler üretilebilmesi bu yöntemin avantajları olarak özetlenebilir [16].

MA işleminin avantajlarının yanı sıra yüksek maliyet, aşırı uzun karıştırma süresi ve özellikle oksijen içeren yabancı maddeler başlıca problemler olarak söylenebilir. Burada yabancı madde problemini asal atmosfer kullanarak ve diğer takım malzemelerini dikkatlice seçerek veya karıştırıcıyı öğütülecek aynı malzeme ile kaplamayla giderilebilir. Uzun karıştırma süresi maalesef bütün karışırmaların bir karakteristik özelliğidir. Tipik bilyalı karışırmalarda her şarj (karıştırılan toz miktarı) için 10-50 saattir. Bazı durumlarda karıştırma süresi birkaç yüz saatten fazla olabilir [13]. MA ile üretilen malzemelerin kullanım özellikleri göz önüne alındığında maliyetinin de diğer alaşımlara nazaran çok yüksek olmadığı görülmektedir [17].

MA için literatürde bazı başka terimlerde kullanılmaktadır. Bunlar; reaksiyon öğütme, sıfırın altında öğütme, çubuk öğütme, mekanik aktiviteli tavlama işlemi, ikili mekanik alaşımlama, mekanik aktiviteli kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi öğütmedir.

Reaksiyon öğütme: Bu işlem katı hal reaksiyonu olarak MA'ya eşlik eden ifadedir. Bu yöntemde DISPAL adı verilen Al matris ve alaşımlarında Al_2O_3 ve Al_4C_3 dağılımı içeren malzeme elde edilmiştir [18]. Reaktif katı-sıvı-gazların bulunduğu metal tozların öğütülmesi, metal oksitleri, nitrürleri ve karbürleri sentezlemek için düzenli bir uygulamadır. Bu yöntemle TiN, WC, TiB_2 gibi bileşikler üretilebilir [19].

Sıfırın altında (aşırı soğukta) öğütme: Bu üretim yöntemi her geçen gün artarak yaygınlaşmaktadır. Bu öğütme uygulamasında çok düşük sıcaklıklarda veya sıvı azot gibi aşırı soğuk madde kullanılarak yapılır. Böylece Al ve Al alaşımları 1-10 nm boyutunda Al-Nitrit veya Oksi-Nitrit partikülleriyle mukavemetlendirilmiş Al matris tozlar öğütülür [20].

Çubuk öğütme: Çubuk öğütme özellikle işlem sırasında toz kirlenmesini azaltmak amacıyla Japonya'da geliştirilmiştir. Klasik bilyalı öğütmede, öğütme malzemelerinin yüzeyi darbe etkisiyle aşınmakta ve buradan dökülen parçacıklar alaşımı kirletmektedir. Buradaki kirlenmeyi azaltmak için bilyalar çubuk öğütmede uzun çubuklarla yer değiştirilmiştir. Çünkü malzemede kesme kuvveti daha çok silindirik kapta uzun çubukların dönmesiyle sağlanır. Bu yöntem sonucunda tozların kirlenmesinin bilyalı öğütmeden çok daha az olduğu görülmüştür [21].

Mekanik aktiviteli tavlama işlemi: Mekanik aktiviteli tavlama işlemi kısa süreli MA ile düşük sıcaklıkta izotermal tavlamanın birleşmesinden oluşan bir işlemdir. Bu iki aşamanın

birleşmesinin silikatlar gibi üretimi zor olan refrakterler için verimli (etkili) olduğu tespit edilmiştir. Örneğin Mo ve silika tozlarını 1-2 saat bilyalı değirmende mekanik alaşımlamasını takiben, 2-24 saat 800°C'de tavlama sonucu MoSi₂ fazı oluşur [22].

İkili mekanik alaşımlama: Bu yöntemde iki aşama vardır. Birinci aşamada, bileşiği meydana getiren element toz boyutları inceltir ve karışımda homojen bir dağılım oluşur. Bu karışımda yüksek sıcaklıkta yapılan tavlama ısı işlemine bağlı olarak metallerarası bileşikler oluşur. Bu metallerarası bileşiklerin arasındaki mesafe <1 µm-birkaç µm dur. İkinci aşama sırasında, metallerarası bileşikleri inceltmek ve matrisin tane boyutunu azaltmak için ısı işlem görmüş tozlar tekrar öğütülür. Gaz çıkarma işleminden sonra tozlar hacim şekli için birleştirilir. Bu yöntem ince metallerarası bileşikler üretmek için kullanışlı bir yöntemdir [23].

Mekanik aktiviteli kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi yöntemi: Bu yöntem kendi kendine oluşan yüksek sıcaklık sentezi ve mekanik alaşımlamanın bileşimiyle meydana gelmiştir. Bu yöntemde toz karışımı fırında bir paket ve yanma içinde tozun preslenmesiyle başlatılan nanokristal yapı ve sonra kendi kendine yüksek sıcaklık sentezlemesi reaksiyonu üretmek için mekanik olarak alaşımlanmıştır. Bazı alüminat ve Niyobyum-Alüminat gibi metallerarası bileşik bu metotla sentezlenebilir [24].

3.1. Mekanik Alaşımlamanın Avantajları

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

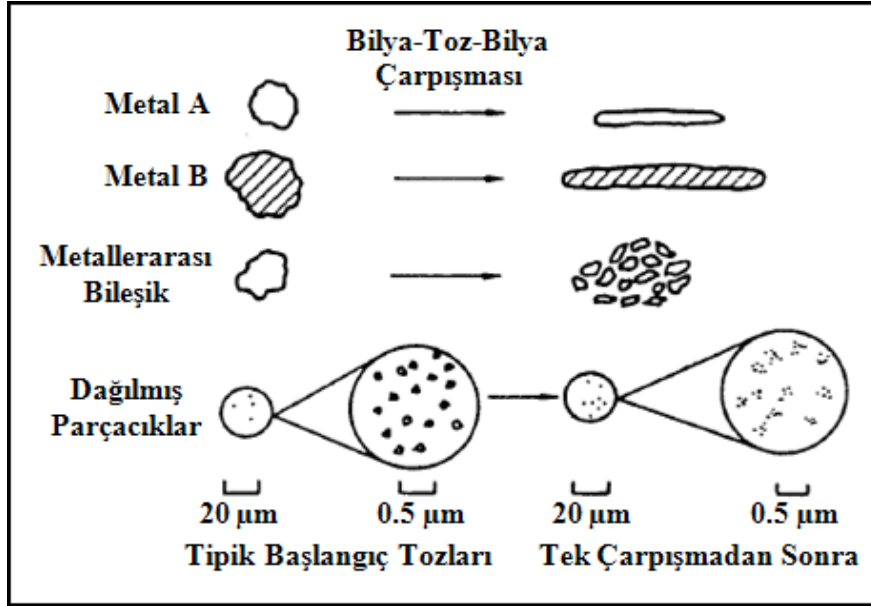
- MA işlemi, bir katı hal işlemi olmasından dolayı, normal ergitme teknikleriyle üretilmesi zor ve/veya olanaksız olan elementlerin (WC-Co gibi) üretilmesi,
- Birbiri içinde sıvı fazda (Cu-Pb) veya katı fazda (Fe-Cu) çözünmeyen elementlerin alaşımlanması,
- Oldukça farklı ergime sıcaklığına sahip malzemelerden intermetaliklerin üretilmesi,
- Katı-sıvı-gaz şeklinde alaşımlama sırasında oksit, nitrür ve karbürlerin takviye edilebilmesi,
- Termodinamik olarak, alaşımlamada kompozisyon sınırlaması yoktur. Böylece çok geniş ve sıra dışı alaşımların elde edilmesi mümkündür,

- Matris içindeki homojen dağılmış partiküller sayesinde dislokasyon hareketleri engelleyen bariyerlerin oluşturulması,
- Partiküller sayesinde, toparlanmayı ve yeniden kristalleşmeyi engellenmesi veya yavaşlatılması, böylece malzemelerin yüksek sıcaklık kararlılığının artırılması,
- MA ile elde edilen tozların yapısında tamamen homojenlik sağlanabilir. Böylece segregasyon problemi minimuma indirilebilir.
- Korozyon ve aşınma direnci yüksek, termal kararlılığı gelişmiş uygun malzeme üretilebilmesi,
- Bir seferde oldukça fazla miktarda tozun üretilebilmesi ve alaşımlanması,
- Depolanma ve fabrikasyon kolaylığı,
- Sinterleme ile birlikte kritik sıcaklıklarda ısıtılma işlemi imkânı,
- Nano kristalli malzemelerin üretimine elverişlilik,
- İstenilen reaksiyonları oluşturması veya hızlandırması,
- Presleme ve sinterleme işlemleriyle %100 yakın yoğunlukta parça üretilmesi.

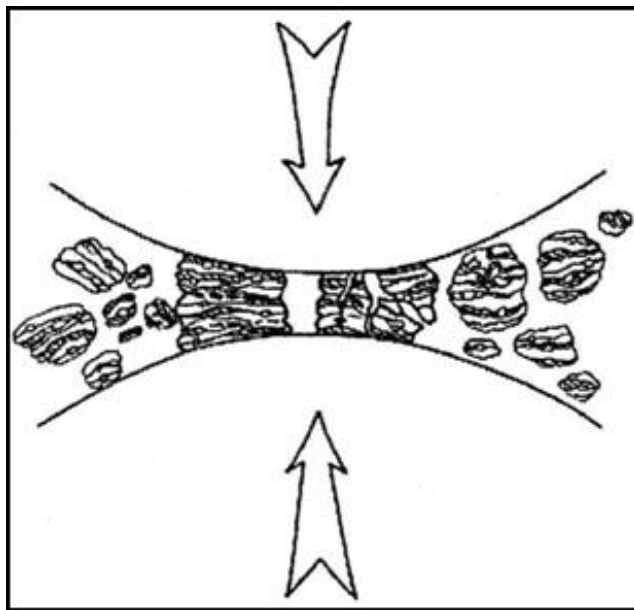
3.2. Mekanik Alaşımlama/Öğütme (MA/Ö) İşlem Mekanizması

Çoğunlukla katı hal alaşımlaması olarak isimlendirilen mekanik alaşımlama/öğütme yöntemi, kontrollü mikroyapıya sahip ve tane boyutu oldukça ince tozlardan oluşan kompozit metal alaşım tozları üretiminde kullanılan kuru ve yüksek enerjili bir öğütme işlemidir [25]. Mekanik olarak alaşımlanacak başlangıç tozları Şekil 3.1'de şematik olarak gösterilmektedir. Yüksek enerjili öğütme sırasında, toz parçacıklar hızla yassılaşır, soğuk kaynaklanır, kırılır ve tekrar kaynaklanır. İki çelik bilya çarpıştığında bir miktar toz aralarında sıkışır. Tipik olarak, toplam yaklaşık 0.2 mg ağırlığında yaklaşık 1000 parçacık her bir çarpışmada sıkışır (Şekil 3.2). Çarpma kuvveti toz parçacıkların plastik deformasyona uğratar ve bu da deformasyon sertleşmesi ve kırılmaya sebep olur. Oluşan yeni yüzeyler parçacıkların birlikte kaynaklanmasını sağlar ve bu parçacık boyutunda artışa neden olur. Öğütmenin başlangıç aşamasında parçacıklar yumuşak olduğu için (sünek-sünek ya da sünek-kırılgan malzeme kombinasyonu kullanılırsa), parçacıkların birlikte kaynaklanması ve büyük parçacıklar oluşturması eğilimi yüksektir. Çok geniş bir grup parçacık boyutları oluşur ve bazıları başlangıç parçacıklarından üç kat büyük olabilir. Bu aşamada kompozit parçacıklar başlangıç içeriklerinin çeşitli kombinasyonlarını içeren bir karakteristik katmanlı yapıya sahiptir. Devam eden deformasyonla parçacıklar deformasyon sertleşmesine uğrar ve bir yorulma

mekanizmasıyla ve/veya kırılabilir katmanların ayrılmasıyla kırılır. Bu mekanizma ile oluşan parçacıklar birleştirici kuvvetler olmadığı zaman boyut olarak küçülmeye devam eder. Bu aşamada kırılmaya olan eğilim soğuk kaynaklanmadan fazladır. Örneğin bilyaların devam eden darbelerinden dolayı parçacıkların yapısı sürekli olarak inceltir, fakat parçacık boyutu aynı kalmaya devam eder. Sonuç olarak katmanlar arası mesafe azalır ve parçacık içindeki katmanların sayısı artar [2].



Şekil 3.1. Mekanik alaşımlamada kullanılan element başlangıç tozlarının ve deformasyon karakteristiklerinin gösterimi.



Şekil 3.2. Mekanik alaşımlama sırasında bilya-toz-bilya çarpışması.

Bununla birlikte, hatırlanmalıdır ki geleneksel bilya değirmende parçacık boyut azalma kabiliyeti çok azdır, yaklaşık %0.1'dir. Bu verim yüksek enerjili bilya öğütme işlemlerinde biraz yüksek olabilir, fakat hala %1'den azdır. Kalan enerji çoğunlukla ısı olarak kaybedilir, fakat az bir miktar toz parçacıklarının elastik ve plastik deformasyonunda kullanılır.

Belli bir öğütme zamanından sonra, ortalama parçacık boyutunu artıran kaynaklanma hızı ve ortalama kompozit parçacık boyutunu azaltan kırılma hızı arasında bir denge yakalandığında sabit durum, denge elde edilir. Küçük parçacıklar kırılmadan deformasyona dayanabilirler ve büyük parçacıklara kaynaklanma eğilimindedirler, burada çok ince ve çok büyük parçacıkları ortalama bir boyuta yaklaştıran genel bir eğilim vardır [26]. Bu aşamada her bir parçacık başlangıç içeriklerinin hepsini birlikte karıştırıldığı oranda bileşik içerir ve parçacıklar deformasyon enerjisinin birikiminden dolayı doyma sertliğine ulaşırlar. Bu aşamada parçacık boyut dağılımı dardır. Çünkü ortalamadan büyük parçacıkların boyutu ortalamadan küçük parçacıkların topaklanarak büyüme hızıyla aynı oranda küçülür [27].

Yukarıda sözü edilenlerden açıkça görüldüğü gibi MA esnasında, parçacıklar aşırı deformasyona maruz kalır. Bu, dislokasyonlar, boşluklar, istifleme hataları ve artan tane sınırı sayısı gibi çeşitli kristal hatalarının varlığıyla görülür. Bu hata yapısının varlığı çözen elementlerin matris içerisine dağılma kabiliyetlerini artırır. Ayrıca, inceltilmiş yapısal özellikler difüzyon mesafelerini azaltır. Ek olarak, öğütme esnasındaki sıcaklıktaki az miktarda artış difüzyon davranışına daha fazla yardım eder ve sonuç olarak içerik elementleri arasında doğru alaşımlama olur. Bu alaşımlama nominal olarak oda sıcaklığında olurken, bazen alaşımlamanın yapılabilmesi için mekanik alaşımlanmış tozun yüksek sıcaklıkta tavllanması gerekebilir. Bu özellikle metallerarası bileşiklerin oluşumu istendiğinde doğrudur.

Herhangi bir sistemde muayyen bir yapı geliştirmek için gerekli özel zaman başlangıç parçacık boyutunun ve içeriklerin (karışımın) karakteristiklerinin ve MA operasyonu yapmak için özel ekipman ve bu ekipmanın çalışma parametrelerinin bir fonksiyonu olabilir. Fakat çoğu durumda, içyapının inceltme hızı (parçacık boyutu, tane boyutu, lameller boşluk vb.) işleme hızıyla kabaca logaritmiktir ve bu yüzden başlangıç tozların boyutu nispeten önemsizdir. Birkaç dakikadan bir saate, lameller mesafe çoğunlukla küçülür ve tane boyutu nanometre boyutlarına inceltir. Nanoyapılı malzemelerin elde edilebilme kolaylığı niçin MA'nın nanokristal malzeme üretmek için yaygınca kullanıldığının bir sebebidir [28, 29].

Yukarıda bahsedildiği gibi, metallerin ve alaşımlarının üç farklı kombinasyonlarının; sünek-sünek, sünek-kırılgan ve kırılgan-kırılgan mekanik alaşımlamasını yapmak mümkündür. Bu yüzden, MA mekanizmasını bu kategorilerin altında incelemek uygundur.

3.2.1. Sünek-Sünek Alaşımlama

Bu MA için ideal malzemelerin kombinasyonudur. Benjamin alaşımlamayı başarmak için en azından %15 sünek olması gerektiğini önermiştir [1]. Çünkü doğru alaşımlama, toz parçalarının tekrar eden soğuk kaynaklanması ve kırılması ile olur; parçacıklar sünek değilse soğuk kaynaklanmaz.

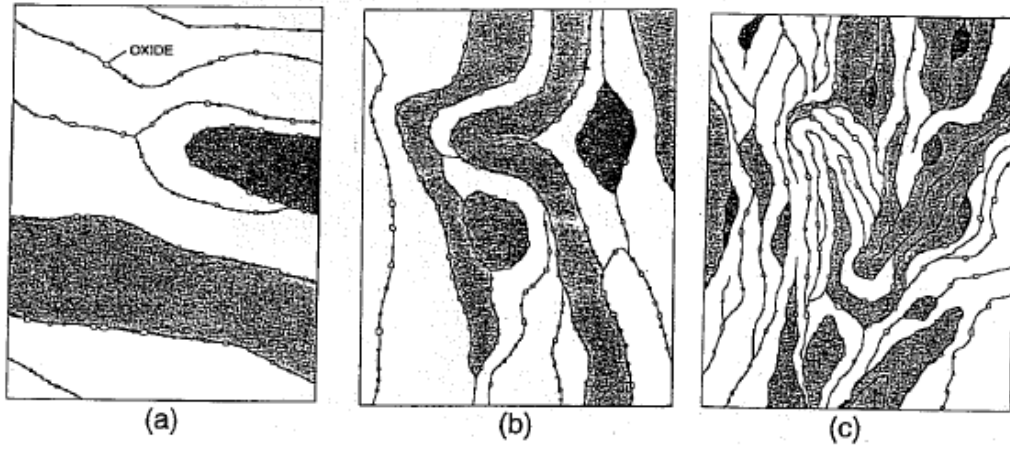
Benjamin ve Volin ilk olarak alaşımlamanın mekanizmasının tanımını; iki farklı sünek eleman içeren bir sistemde yapmıştır [30]. MA'nın ilk aşamalarında sünek elemanların bir mikro dövme işlemiyle yassılaşılarak yassıkek şeklini aldığını göstermiştir. Az miktarda toz, çoğunlukla bir veya iki parçacık kalınlığında da bilya yüzeylerine kaynaklanır. Öğütme elemanı üzerinde bu tozun kaplanması öğütme elemanının aşırı aşınmasını engellediği için faydalıdır; ayrıca öğütme elemanının aşınması tozu kirletmez. Ancak, öğütme elemanı üzerindeki toz katmanının kalınlığı heterojen ürün oluşumundan kaçınmak için minimum seviyeye indirilmelidir [31]. Bir sonraki aşamada yassılaştırmış parçacıklar birbiri ile soğuk kaynaklanır ve içerik metallerin bir lamel (levha) kompozit yapısını oluşturur. Parçacık boyutundaki artışta bu aşamada gözlemlenir. Artan MA zamanı ile kompozit toz parçacıklar deformasyon sertleşmesine maruz kalırlar, sertlik ve dolayısıyla kırılganlık artar ve parçacıklar parçalara ayrılarak daha düzgün eş boyutta parçacıklar oluşur. Daha fazla öğütme ile kaynaklanmış tozlar doğrusal olmaktan ziyade dentiritik olur. Bu kaynaklandıkları yönlenmeye herhangi bir özel tercih olmadan eşit boyutlu toz parçacıklarının rastgele kaynaklanmasından dolayıdır. Alaşımlama azalan difüzyon mesafeleri (lameller arası mesafe), artan kafes hata yoğunluğu ve öğütme işlemi esnasında olan herhangi bir ısıtmanın kombinasyonundan dolayı bu aşamada olmaya başlar. Sertlik ve parçacık boyutu bu aşamada bir doyum değerine ulaşma eğilimindedir, sabit durum işleme aşaması olarak isimlendirilir. Daha fazla öğütme ile katı çözeltiler, metallerarası bileşikler veya hatta amorf fazların oluşumuna sebep olan doğru alaşımlama atomik seviyede olur. Katman aralıkları bu aşamada öyle ince veya gözükmez olur ki optik mikroskop altında gözükmez.

MA işleminin tamamlandığının ve tozda homojen yapının elde edildiğinin bir göstergesi öğütme elemanlarından tozun ayrılabilme kolaylığıdır. Benjamin element tozlardan başlayarak doğru Ni-Cr alaşımı üretmenin mümkün olduğunu ve mekanik olarak alaşımlanmış tozun manyetik davranışının ergiterek ve çalışarak üretilmiş homojen Ni-Cr alaşımınıninkine benzer olduğunu göstermiştir.

Özellikle MA başlangıç aşamalarında çok çeşitli yapı olduğu için yapısal inceltme istatistiği bir işlem olsa bile, yapısal inceltme hızı işleme giren mekanik enerji hızına ve işlenen malzemenin pekleşmesine (deformasyon sertleşmesi) bağlı bulunmuştur [32].

3.2.2. Sünek-Kırılğan Alaşımlama

Geleneksel ODS alaşımları (Oksitle güçlendirilmiş) bu kategoriye girer çünkü kırılğan oksit parçacıkları sünek bir matris içerisine dağıtılmıştır. Bu tür sistemde mikroyapısal gelişim (mikroyapının oluşumu) Benjamin ve diğerleri tarafından da tanımlanmıştır. Öğütmenin ilk aşamalarında, sünek metal parçacıkları bilya-toz-bilya çarpışmalarıyla yassılaşıırken kırılğan oksit veya metallerarası bileşik parçacıklar parçalanır. Bu parçalanmış kırılğan parçacıklar sünek elemanlar tarafından engellenir ve bu sünek elemanların arasında kalırlar. Kırılğan içerik lameller arası boşluklar boyunca sıkıca yerleşirler (Şekil 3.3a). Daha fazla öğütme ile sünek toz parçacıklar deformasyon sertleşmesine maruz kalır, lamel kıvrımlaşır ve inceltir (şekil 3.3b). Her bir parçacığın kompozisyonu başlangıç toz karışımının kompozisyonuna doğru yaklaşır. Devam eden öğütme ile lamel daha fazla incilir, lameller arası boşluk azalır ve eğer kırılğan parçacıklar çözünebilir değilse, mesela bir ODS alaşımında olduğu gibi (Şekil 3.3c), sünek matris içerisinde düzgünce dağılırlar. Diğer yandan, eğer kırılğan faz çözünebilir ise sünek ve kırılğan elemanlar arasında alaşımlama da olur ve kimyasal homojenlik elde edilir. Saf Zr (sünek) ve $NiZr_2$ metallerarası bileşik (kırılğan) toz parçacıklarının karışımının öğütülmesi üzerine amorf bir faz oluşumu bu tür sistemin tipik bir örneğidir [33]. Sünek-kırılğan bir sistemde alaşımlamanın olup olmayacağı da sünek matris içerisinde kırılğan elemanın katı çözünebilirliğine bağlıdır. Eğer bir eleman ihmal edilebilir katı çözünebilirliğe sahipse alaşımlamanın olması muhtemel değildir, mesela demir içinde bor gibi. Bu yüzden, MA esnasında sünek-kırılğan elemanların alaşımlaması kısa mesafeli difüzyona imkân sağlaması için sadece kırılğan parçacıkların parçalanmasını gerektirmez aynı zamanda sünek matris elemanı içinde makul katı çözünebilirliği de gerektirir.



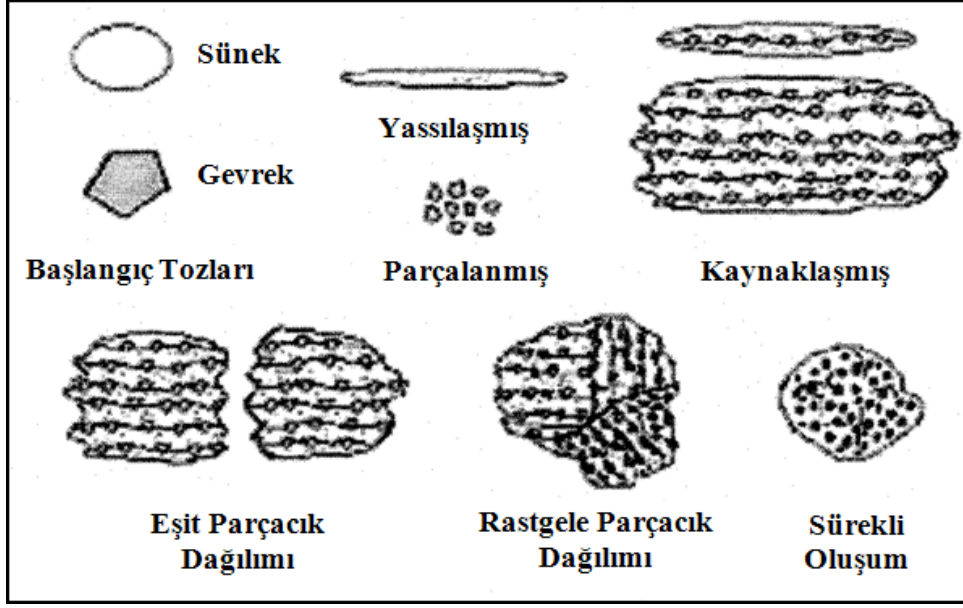
Şekil 3.3. Tozların sünek-kırılgan kombinasyonunun öğütülme esnasında mikroyapısal gelişiminin şematik gösterimi. [1].

3.2.3. Kırılgan-Kırılgan Alaşımlama

Sezgisel bir bakış açısından iki veya daha fazla kırılgan bileşenlerden oluşan bir sistemde alaşımlamanın olması muhtemel gözükmebilir. Çünkü sünek bileşenin olmaması herhangi bir kaynaklanmayı engeller ve bunun olmadığı durumda da alaşımlamanın olması beklenmez. Bununla birlikte, alaşımlamanın Si-Ge ve Mn-Bi gibi kırılgan-kırılgan bileşen sistemlerinde olduğu rapor edilmiştir [34]. Kırılgan metallerarası bileşiklerin karışımlarının öğütülmesi de amorf fazlar oluşturmuştur [35].

Yukarıda bahsedildiği gibi, kırılgan bileşenler öğütme esnasında parçalanır ve parçacıklarının boyutları sürekli küçülür. Bununla birlikte, çok küçük parçacık boyutlarında toz parçacıklar sünek biçimde davranırlar ve boyuttaki daha fazla küçülme mümkün değildir; bu küçülme sınırı olarak adlandırılır [36].

Kırılgan bileşenlerin öğütülmesi esnasında malzeme geçişine (transferine) katkıda bulunan muhtemel mekanizmalar a) sıcaklık artışı, b) kusursuz hacimlerde mikro deformasyonu, c) yüzey deformasyonu, ve/veya d) öğütme esnasında tozlarda hidrostatik gerilim durumuyla oluşabilen plastik deformasyonu içerir [37].



Şekil 3.4. Tozların birleşme süreçlerinin şematik gösterimi.

3.3. Mekanik Alaşımlamanın Kinetikleri

Belirli bir mekanizmanın anlaşılmasında çok önemli olan bir diğer hususta mekanizmanın kinetikleridir. Mekanik alaşımlamanın istenilen özelliklerde gerçekleşmesi ve uygun oranlarda ilerleyebilmesi için genellikle yüksek sıcaklıklar gerektiren katı hal reaksiyonlarının, nasıl olup da oda sıcaklığında gerçekleştiği üzerinde durulması gereken bir konudur.

Tüm katı hal reaksiyonları, işleme giren elemanlar arasında bir veya daha fazla ürün safhasının oluşumunu gerektirir. İşlemde reaksiyon hacmi, reaksiyona girenler ayrıldıkça kademe kademe düşürülür.

3.3.1. Çarpışma Süreçleri

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

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

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

3.3.2. Difüzyon

Mekanik alaşımlamada reaksiyon oranları, ilk kontak bölgeleri ve üretim kademeleri süresince reaksiyona giren elemanların birbirleri içerisindeki difüzyonu ile değişir [60]. Pek çok katı-hal reaksiyonları için parçacıkların ilk temas alanı sabittir ve buna bağlı olarak difüzyon da sınırlıdır. Bundan dolayı katı hal işlemleri sıcaklığa aşırı derecede bağlıdır ve reaksiyonlar ısı olarak gerçekleşir. Mekanik olarak geliştirilmiş reaksiyonlar için, reaksiyon oranları (belli şartlar altında) ve sıcaklıktaki düşme, faz değişimi ile artar. Katı-hal reaksiyonlarının oda sıcaklığında oluşmasını engelleyen olumsuzluklar, çok sayıda şartın bir arada bulunması ve mekanik alaşımlama ile ortadan kaldırılabılır [63, 64]. Difüzyonun gerçekleşmesinde diğer bir etken de tozların reaktiflik derecesidir. Yüzeyde oluşabilecek oksit ve/veya benzeri tabakalar difüzyonu etkiler. Bu etki sinterlemede olduğu gibi, film şeklinde bir engelleyici şeklindedir. Bu yüzden kullanılan atmosfer çok önemlidir.

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

3.3.3. Kontak Alanları Boyutu

Reaksiyon ara yüzey alanı sadece ilk kontak alanlarına bağlı değildir. Aynı zamanda, öğütme işlemi sırasında parçacık büyüklüğü azaldıkça ara yüzey alanı da artar. Böylece kimyasal reaktivite öğütme sırasında sürekli artar [64]. Dahası bu artırılmış reaksiyon ara yüzeyi, dinamik olarak kırılma olayları ve tekrar kaynaklaşma sırasında tozlar sürekli kırıldıkça sürekli oluşur.

Reaksiyon oranını arttırıcı üçüncü etki de, mekanik alaşımlanmış tozlar içinde mevcut bulunan artan difüzyon oranıdır. Bunun sebebi de difüzyonun oda sıcaklığında olmasını sağlayan plastik deformasyon yoluyla çok sayıda kristal bozulmasının ortaya çıkmasıdır [64]. Aslında M.A. devamınca reaksiyon oranı o kadar artar ki öğütme sırasında kendini sürdüren yanma olayları bile olabilir.

3.3.4. Reaksiyon ve Kimyasal Kinetikler

Mekanik alaşımlama sırasındaki reaksiyon kinetikleri ve bunun sonucu ortaya çıkan kimyasal kinetikleri arasındaki ilişki; öğütme parametrelerinden yük oranı ile öğütme süresi arasında ters orantı olduğunu gösterilmiştir [64]. Bunun bilya/toz çarpışmalarının sayısı olmadığını, ama öğütme zamanını kontrol eden bir çarpışma sırasında her bir parçacığın absorbe ettiği enerji olduğunu belirtmektedir.

Ancak M.A kinetikleri, hem bilya etkili çarpışmaların sayısal toplamına hem de çarpışma enerjisine bağlıdır. Sonuç olarak mekanik alaşımlamanın kimyasal kinetiklerini etkileyen faktörlerin anlaşılması suretiyle, mekanik alaşımlama için relatif işleme süreleri optimum hale getirilebilecektir.

3.4. MA/Ö Ekipman ve İşlem Parametreleri

- Kullanılan tozun hammaddesi ve boyutları
- Öğütücünün tipi
- Öğütücü kap
- Öğütücü hızı
- Öğütme zamanı
- Öğütücü kollar
- Öğütücü bilyalar

- Toz-bilya oranı
- Kabin doluluk oranı
- Değirmenin atmosferi
- Değirmenin sıcaklığı

3.4.1. MA/Ö İşleminde Kullanılan Hammadde ve Boyutları

Mekanik alaşımlama için kullanılan başlangıç malzemeleri 1-200 µm ölçülerinde çok miktarda bulunan ticari saf tozlardır. Fakat öğütme bilyasının ölçülerinden küçük olmak kaydıyla parçacık toz boyutu çok kritik değildir. Çünkü parçacık toz boyutu zamanla üstel olarak azalır ve sadece birkaç dakika öğütmeden sonra birkaç mikron boyutuna düşer. Başlangıç tozları saf metaller, esas alaşımlar, ön alaşımlanmış tozlar ve refrakter bileşikler grubuna ayrılır. Dağılımla dayanımı artırılmış malzemeler genellikle karbür, nitrür ve oksit katkısını içerirler. Oksitler en genel olanıdır ve bu alaşımlar oksit dağılımıyla dayanımı artırılmış malzemeler olarak bilinir. Mekanik alaşımlamanın ilk zamanlarında, değirmene doldurulan tozların en azından hacimce %15'i tutucu olarak görev yapması için sıkıştırılarak deforme edilebilir sünek metal tozlardan oluşmaktaydı. Bununla birlikte, son yıllarda, başarılı bir şekilde alaşım oluşturan tamamen kırılğan malzemelerin karışımının öğütülmesi gerçekleştirilmiştir [38]. Dolayısıyla, öğütme esnasında sünek bir malzemenin gerekliliği kalmamıştır. Sünek-sünek, sünek-kırılğan ve kırılğan-kırılğan toz karışımları yeni alaşımlar üretmek için öğütülür. Katı toz parçacıklar ve sıvıların karışımı da son zamanlarda öğütülmüştür [39].

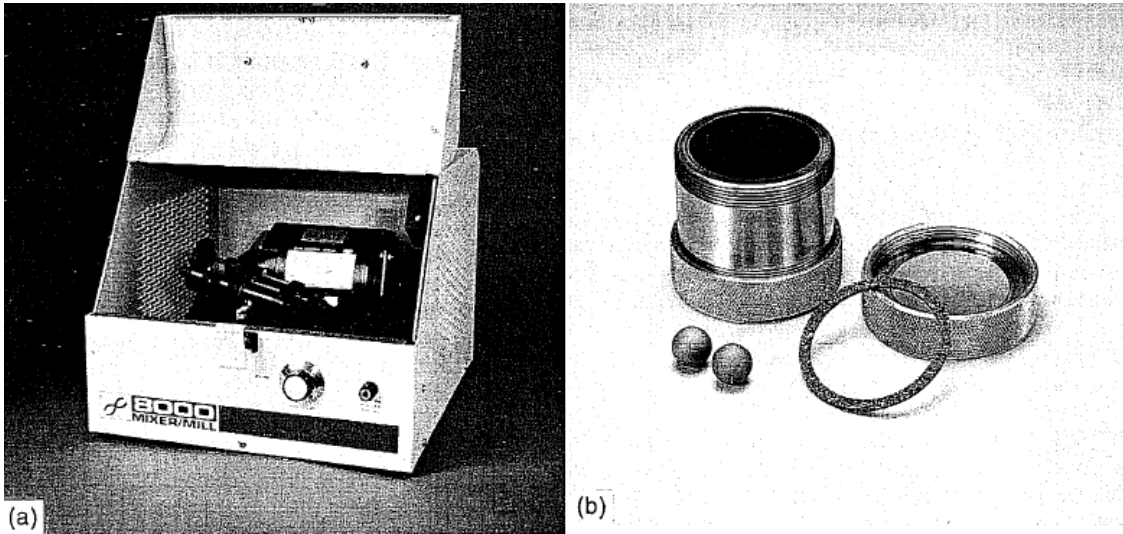
3.4.2. Öğütücü Değirmenin Tipi

MA işleminde; tane boyutunu azaltma, karıştırma veya harmanlama ve tane şeklinin değişmesi gibi aşamalar öğütme işleminin önemli aşamalarıdır. Bu aşamalarda kullanılan öğütücülerin cinsi de çok önemlidir. MA işleminde çok çeşitli öğütücüler (değirmenler) kullanılmaktadır. MA işleminde, işlem hızı, öğütmenin değişik sıcaklıklarda kontrol yetenekleri, tozun kırılma zamanının en aza indirmeye, tozun tipi, tozun niceliği, istenilen en son oluşum gibi özellikler değirmenin tipine bağlıdır. MA işlemi için genellikle titreşimli, yatay bilyalı ve atritör tipi öğütücüler kullanılmaktadır.

3.4.2.1. Titreşimli Bilyalı Değirmen

Bir defasında yaklaşık 10-20 gr toz öğütebilen SPEX değirmenler gibi karıştırıcılar genellikle laboratuvar araştırmaları için kullanılırlar. Bu değirmenler SPEX CertPrep Metuchen, NJ tarafından üretilir (Şekil 3.5a). Bu değirmenlerin genel olanı bir hazneye sahiptir. Dakikada ileri ve geri birkaç bin defa salınım hareketi yaptırılır. Geri ve ileri salınım hareketi hazne bitiminin yanal hareketiyle birleştirilir ve bu yüzden hazne sekiz hareketi yapar olarak gözüktür. Haznenin her bir salınımıyla bilyalar tozlara çarpar ve haznenin sonu tozu hem öğütür hem de karıştırır. Bağlama hareketinin genliği (yaklaşık 5 cm) ve hızından dolayı (1200 dev/dak), bilya hızları yüksektir (5 m/s büyüklüğünde) ve sonuç olarak bilyaların vuruş kuvveti anormal olarak büyüktür. Bu yüzden, bu değirmenler yüksek enerjili tür olarak bilinir.

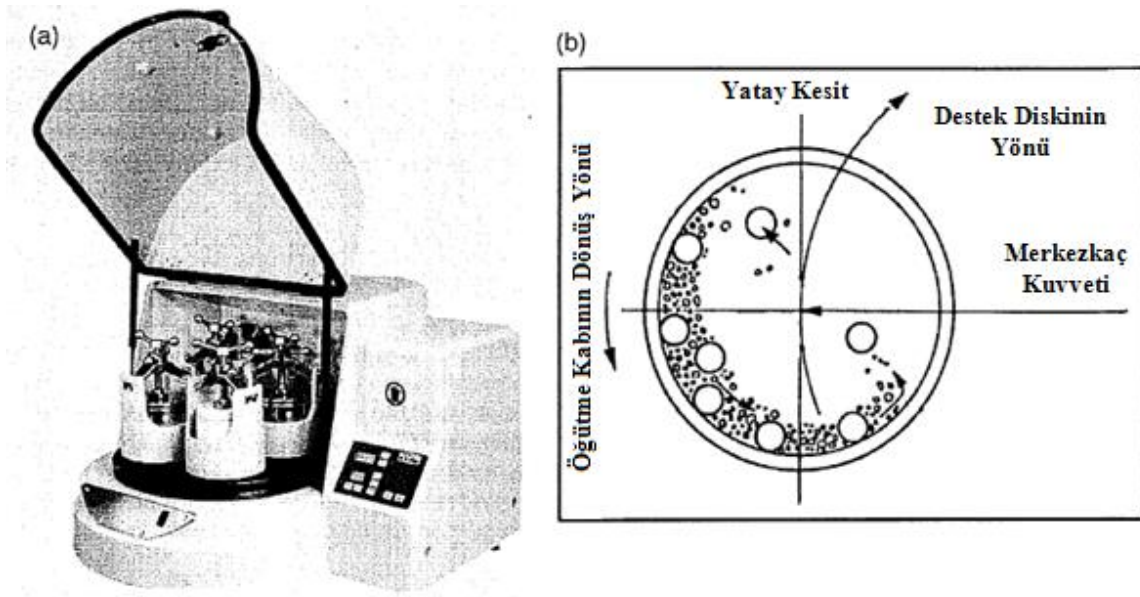
En son tasarlanan değirmenler öğütülen miktarı artırmak için tozu eşzamanlı olarak iki haznede öğütme imkânına sahiptir. Bu makine öğütme zamanını uzatmak için basınçlı soğutma imkânına sahiptir. Hazne malzemelerinin çeşitleri SPEX değirmenler için mevcuttur. Bu malzemeler sertleştirilmiş çelik, alüminyum oksit, tungsten karbür, zirkonyum dioksit, paslanmaz çelik, silis nitridi, hamatit, plastik ve metakrilik gibi malzemelerdir. SPEX değirmenler için tipik bir tungsten karbür hazne, sızdırmaz conta ve öğütme bilyaları örneği Şekil 3.5b'de gösterilmektedir. MA' nın temel yönleri üzerindeki araştırmaların çoğu bu SPEX değirmenlerinin bazı çeşitleri kullanılarak yapılmaktadır.



Şekil 3.5. (a) Titreşimli bilyalı değirmen, (b) karıştırıcı hazne [2].

3.4.2.2. Yatay Bilyalı Değirmen

MA deneylerini yapmak için diğer popüler değirmen yatay bilyalı değirmendir. Bu değirmende birkaç yüz gram toz bir defada öğütülebilir. Bunlar Almanya'daki Fritsch GmbH tarafından üretilmektedir. Bu değirmenler haznelerinin gezegen gibi hareket etmesinden dolayı 'planeter' ismini alırlar. Bunlar dönen bir destek diski üzerine yerleştirilirler ve kendi eksenleri etrafındaki hareketlerini özel bir mekanizmadan alırlar. Kendi eksenleri etrafında dönen hazneler tarafından oluşan merkezkaç kuvvet ve dönen destek diski tarafından oluşan kuvvetin her ikisi de hazne içinde öğütülen malzeme ve öğütme bilyalarına etki ederler. Hazne ve destek diski zıt yönlerde döndüğü için merkezkaç kuvvetler sıra ile benzer ve zıt yönlerde etki yapar. Bu öğütme bilyalarının haznenin iç duvarlarından aşağıya doğru kaymasına sebep olur ve sürtünme etkisi yapar, öğütülen malzeme ve öğütme bilyalarının serbest kalıp hazne içerisinde serbest dolaşım ve karşı duvara çarpmasıyla darbe etkisi yapar MA işlemi bu şekilde gerçekleşir (Şekil 3.6).

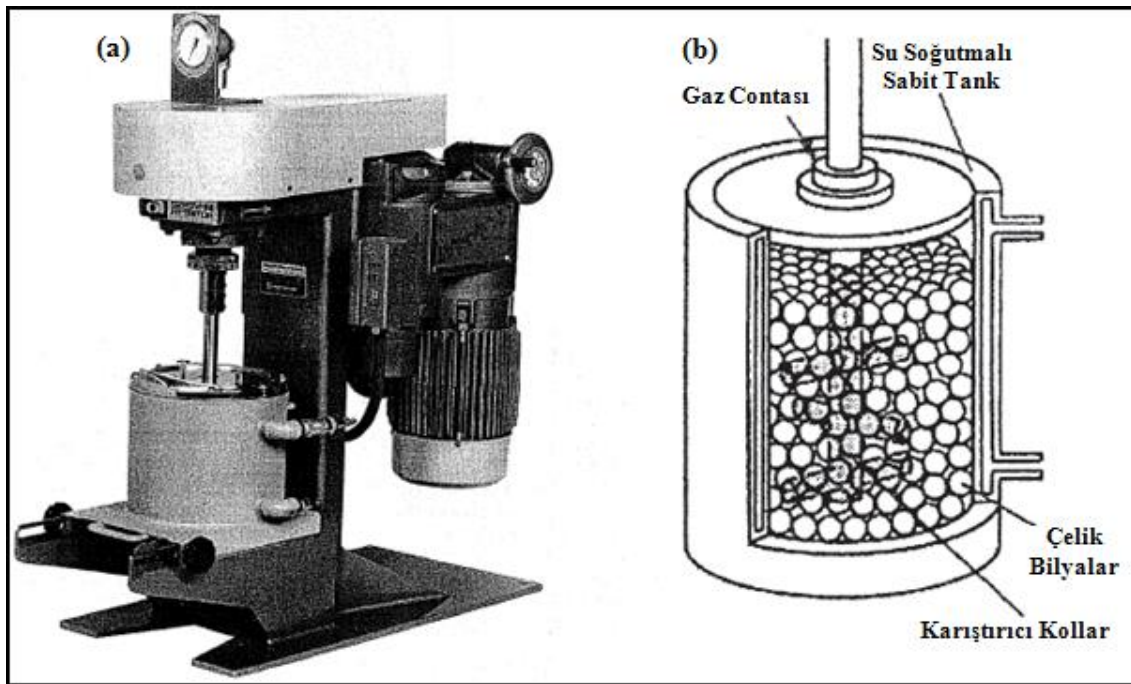


Şekil 3.6. (a) Yatay bilyalı değirmen, (b) değirmen içerisindeki bilyaların hareketinin şematik gösterimi [2].

Öğütme hazneleri ve bilyalar hamatit, silis nitridi, sinterlenmiş korundum, zirkonyum dioksit, kromlu çelik, Cr-Ni çelik, tungsten karbür ve plastik polyemitten yapılmaktadır. Bu tür değirmendeki bilyaların doğrusal hızı SPEX değirmenlerinkinden daha fazla olsa bile, vuruş frekansı SPEX değirmenlerde çok daha fazladır [2].

3.4.2.3. Atritör Değirmeni

Atritör öğütme değirmeni, küçük çelik bilyalarla yarıya doldurulmuş dönen bir yatay tamburdan ibarettir (Şekil 3.6b). Tamburun dönmesiyle metal tozların bulunduğu zemin üzerine çelik bilyaların dönmesiyle oluşur. Yüksek hızdaki dönmelerde öğütme oranı da artar. Bununla beraber çelik bilyalar üzerindeki merkez kaç kuvveti etkisi, yerçekimi gücü etkisini geçer ve bilyalar tambur duvarına çarparak kuvvetten düşer. Bu noktada öğütme işlemi durur. Bir atritör bir dikey tambur ile iç kısımlarda karıştırıcı kollardan oluşan bir milden oluşur. Kap içerisine alaşımlanmak için konan tozlar da; karıştırıcı kollar, karıştırıcı mil, bilyalar arasında ve bilya-kap arasındaki darbelerin etkisinden dolayı bilyaların karıştırıcı kollardan şarj ettiği enerji neticesinde toz boyutları küçülür ve alaşımlama işlemi gerçekleşir. Şekil 3.7a'da laboratuvar ölçekli bir atritör değirmeni görülmektedir.



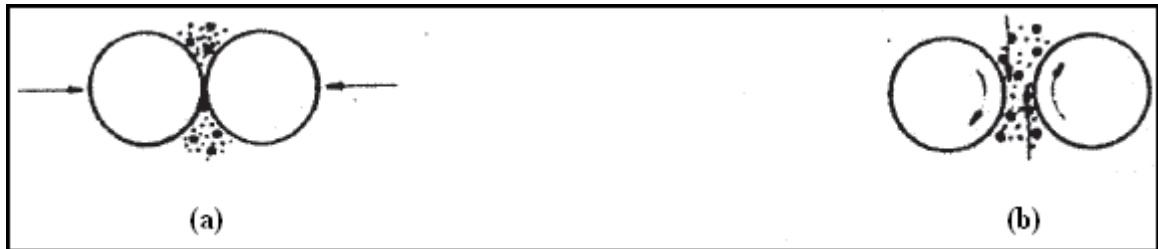
Şekil 3.7. (a) Laboratuvar tipi atritör değirmeni, (b) değirmenin şematik gösterimi [2].

Boyut küçülmesi, bilyaların kaymasıyla ve partiküller arası çarpma sonucunda oluşur. Güçlü bir motorla dönen karıştırıcı kollar, tambur içerisindeki çelik bilyaların dönmesini sağlar. Toz büyüklüğünün miktarı atritör değirmenlerde öğütme zamanına bağlıdır.

MA işleminde kullanılan atritörlerin tipik özellikleri ise şunlardır:

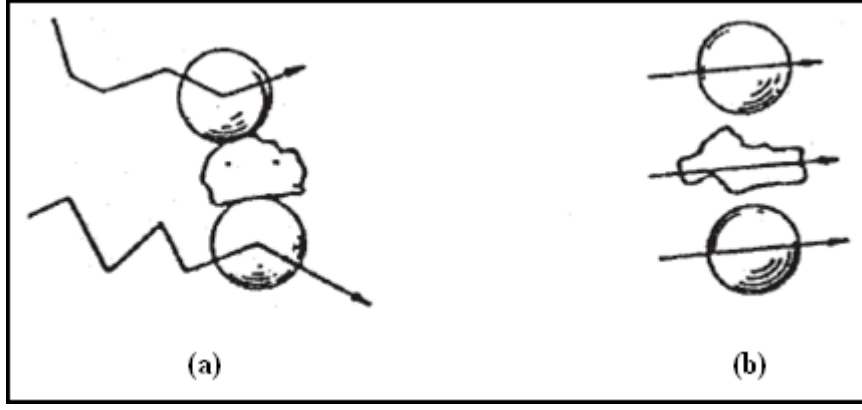
- Farklı devir sayıları için hız deęiřtirme s¼r¼c¼s¼
- Takometre devir sayısı
- Kolay deęiřtirilebilir tank ve tanka uygun kollar
- Tank y¼kseklięini ayarlama mekanizması
- ¼ę¼t¼len malzemenin hızlı boşaltılma sistemi
- Soęutma tankı
- Su baęlantısını kesme tertibatı
- Gaz giriř-çıkıř tertibatı.

Atrit¼r deęirmeni ile MA iřlemi; uygun bir toz řarjı (element veya ¼n alařımlanmıř) uygun ¼ę¼t¼c¼ bilyalarla birlikte y¼ksek enerjili deęirmene yerleřtirilir ve toz řarjı d¼ner bir merkezi řaft kolu ile ařındırılır. Darbe ve kesme kuvvetlerinin tane boyutu azaltma ve tank duvarları ¼zerine k¼c¼k bir etki ile beraber homojen bir tane daęılımı yapar. Etkili bir ince ¼ę¼tme i¼in, hem darbe etkisi hem de kesme kuvveti bir arada olmalıdır. Atrit¼rde ¼ę¼tme bilyaların rastgele hareketleri nedeniyle deęiřik y¼r¼ngelere sıçrarlar, bu y¼zden birbirine yakın tozlara kesme kuvveti uygulanır ve bilyaların ¼arpmasıyla bu darbe etkisi oluřur [38]. Bu darbe ve kesme kuvvetlerinin etkisi řekil 3.8'de g¼sterilmiřtir.



řekil 3.8. Atrit¼r deęirminde ¼ę¼tme esnasında oluřan hareketler, (a) darbe, (b) kesme.

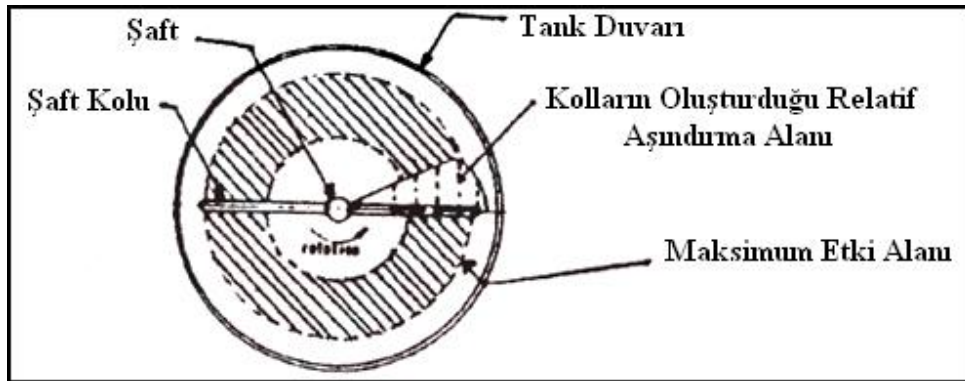
Atrit¼rde mevcut olan ařındırıcı kollar vasıtası ile ¼ę¼t¼c¼ bilyaların d¼zensiz hareketi sayesinde darbe etkileri oluřur. Kesme etkisi ile geliřig¼zel hareket eden bilyaların farklı d¼nme hareketlerine yayılmasıyla oluřur. Atrit¼r¼n etkili olmasının sebebi ise birkaç yatay kola sahip merkezi d¼ner bir kol sayesinde ¼ę¼t¼c¼ bilyalarla toz řarjının beraber hareketinin bozulması ve b¼ylece tank hacmi boyunca d¼zensiz hareketlerin ve ¼arpıřmaların artmasından kaynaklanmaktadır (řekil 3.9).



Şekil 3.9. Atritörde toz şarjı ile bilyaların hareketi, (a) düzensiz hareket, (b) grup hareketi.

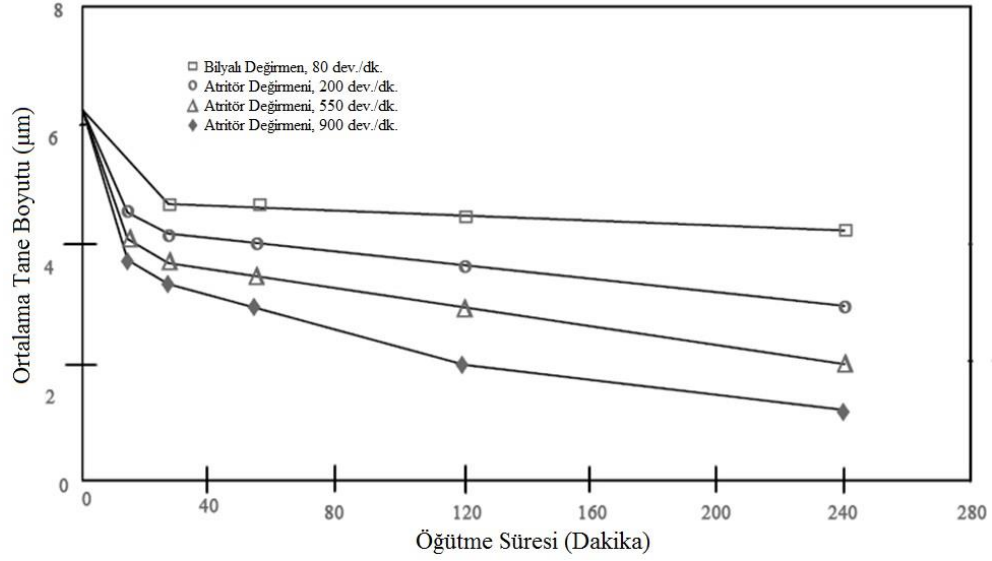
Atritör değirmenini, titreşimli veya yatay bilyalı değirmenden ayıran en önemli özellik MA işleminin şaft kolu yardımı ile gerçekleştirilmesidir. Bu sayede, bilya-toz-bilya veya bilya-toz-şaft kolu gibi çarpışma sayılarının artmasıyla daha kısa sürede ve daha etkili bir şekilde MA işlemi gerçekleşir. Bu şekilde de atritör diğer değirmenlere nazaran giren enerji bilya şarjına ilave olarak kabın hareketi için kullanılmadığından daha az enerji ile öğütme işlemi yapılır.

Atritörde aşındırıcı kuvvetlerin dağılımı, tank etrafında sabit bir hareket kuvveti ile sonuçlanır. Bilya aşındırmasının en çok olduğu alan Şekil 3.10'de gösterilen merkezi şaftın 2/3'ü kadar yer kaplayan alandır. Aşınmanın tank duvarında yer almaması tank duvarında çok az aşınmaya neden olur. Bu yüzden tank duvarının kalın yapılması gibi fazladan maliyete gerek yoktur, bu nedenle daha uzun kullanım ömrüne sahip olmakla beraber ısı transferi ve büyük ısı kontrolü de sağlamaktadır. Atritörde kullanılan kollar paslanmaz çelik, teflon kaplama, alümina, seramik, silika nitrür ve zirkonyum oksit gibi malzemelerden farklı boyutlarda yapılmaktadır [41].



Şekil 3.10. Atritörde alaşımlama esnasında meydana gelen en büyük aşınma alanı.

Öğütme süresi ile ortalama toz boyutu arasında ters orantı vardır. Öğütme süresi arttıkça ortalama toz boyutu azalmaktadır. Şekil 3.11' e bakıldığında bilyalı değirmende öğütülen tozlar başlangıçta hızlı bir boyut küçülmesi göstermiş ancak artan öğütme süresi ile bu hız azalmıştır. Atritörde ise bu öğütme hızı daha yüksektir ve zamanla da artmaktadır. Ayrıca atritörde artan şaft hızıyla da tane boyutundaki azalma artmaktadır [42].



Şekil 3.11. Öğütme süresiyle ortalama tane boyutunun azalması [25].

3.4.3. Öğütücü Kap

Öğütücü kap için kullanılan malzeme önemlidir; çünkü öğütme kazanının iç duvarlarına çarpmasından dolayı bir kısım malzeme kopup tozun içerisine karışarak tozu kirlitebilir veya kimyasını değiştirebilir. Eğer öğütme haznesinin malzemesi tozun malzemesinden farklı ise toz hazne malzemesiyle kirlenebilir. Diğer taraftan, eğer iki malzeme aynı ise, tozun kimyası toz içine karışacak ek elementi hesaba katacak doğru önlemler alınmadıkça değişir. Sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş kromlu çelik, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, WC-Co ve rulman çeliği öğütme haznesi yapımında en çok kullanılan malzeme türleridir. Özel amaçlar için kullanılan bazı özel malzemeler de şunlardır: bakır, titanyum, sinterlenmiş korundum, yitrium oksit-stabilize edilmiş zirkon (YSZ), kısmen dengelenmiş zirkon + yitrium oksit, safir, hematit, sert porselen, Si_3N_4 ve Cu-Be.

3.4.4. Öğütme Hızı

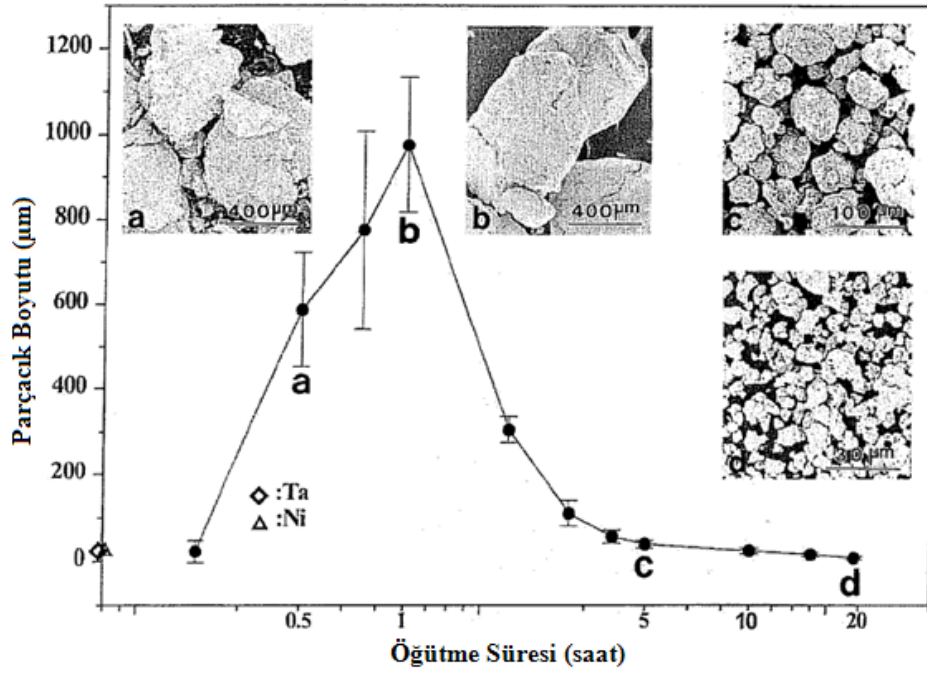
Değirmen daha hızlı döndükçe toza verilen enerjinin daha çok olacağını anlamak kolaydır. Fakat değirmen tasarımına bağlı olarak kullanılabilecek maksimum hıza belirli sınırlamalar vardır. Örneğin, geleneksel bilya değirmenlerde artan dönme hızı bilyaların hareket ettiği hızı artırır. Kritik hızın üzerinde, bilyalar haznenin iç duvarlarına yapışır ve darbe kuvveti oluşturmak için aşağı düşmezler. Bu yüzden, maksimum hız kritik hızdan biraz az olmalıdır ki bilyalar maksimum çarpışma enerjisi oluşturmak için maksimum yükseklikten aşağıya düşsünler.

Maksimum hıza diğer bir sınırlama da yüksek hızlarda (veya öğütme yoğunluklarında) haznenin sıcaklığının yüksek değerlere ulaşmasıdır. Bazı durumlarda, örneğin tozun homojenleştirilmesini ve alaşımlanmasını iyileştirmek için difüzyonun gerektiği yerlerde, bu faydalı olabilir. Fakat bazı durumlarda, sıcaklıktaki bu artış dönüşüm işlemini hızlandırdığı için ve aşırı doymuş katı çözeltilerin veya öğütme esnasında oluşan yarı kararlı fazların ayrışmasına sebep olduğu için zararlı olabilir [43]. Ayrıca, oluşan yüksek sıcaklık tozu da kirletebilir. Nanokristal oluşum esnasında ortalama kristal boyutunun arttığı ve artan dinamik yeniden kristalleşmeden dolayı yüksek öğütme yoğunluklarında dâhili deformasyonun azaldığı rapor edilmiştir [43]. Farklı tür değirmenlerde ulaşılan maksimum sıcaklık farklıdır ve değerler çok miktarda değişir.

3.4.5. Öğütme Zamanı

Öğütme zamanı en önemli parametredir. Normalde zaman toz parçacıkları arasında kırılma ve soğuk kaynaklanma sabit durumunu yakalayacak şekilde seçilir. Gerekli zaman kullanılan değirmen tipine, öğütme yoğunluğuna, bilya toz oranına ve öğütme sıcaklığına bağlı olarak değişir. Bu zamanlar yukarıdaki parametrelerin her bir kombinasyonu için ve özel toz sistemi için belirlenmelidir. Fakat toz gereğinden fazla öğütülürse kirlenmenin artacağı ve bazı istenmeyen fazların oluşacağı bilinmelidir [44]. Bu yüzden tozun sadece gerekli miktarda öğütülmesi ve gereğinden fazla sürede öğütülmemesi istenir.

Belli bir öğütme zamanından sonra, ortalama parçacık boyutunu artıran kaynaklanma hızı ile birlikte artmaktadır. Yeterli deformasyon sertliğine ulaşan tozlar kırılma eğilimine gireceklerdir. Dolayısıyla ortalama tane boyutu da buna paralel olarak azalacaktır (Şekil 3.12).



Şekil 3.12. Zamana göre toz boyutundaki değişim [2].

3.4.6. Öğütücü Kollar

Sertleştirilmiş çelik, takım çelikleri, sertleştirilmiş kromlu çelik, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik öğütücü kollar için en önemli malzeme tipleri olarak kullanılır. Bununla birlikte öğütme kabının içinde titanyum, niobyum, zirkonyum, yitriyumoksit, ile sağlamlaştırılan zirkonyum gibi özel malzemelerde kullanılabilir [45]. Öğütücü kolların yoğunluğu yeteri kadar olmalıdır. Çünkü bilyalar ile tozların yeterli çarpışma kuvvetini meydana getirir.

Öğütücü kolların seçimini yaparken alaşımlanacak olan malzemenin cinsinden ya da ona yakın bir malzemedan seçmek gerekir. Burada da öğütücü tanktaki gibi aşınma söz konusu olabilir ve aşınan partiküller alaşımlanan toza karışarak kirlenmeye ve tozun kimyasını değiştirmeye neden olabilir.

Öğütücü kolların ölçüsünün de mekanik alaşımlama üzerine etkisi vardır. Genellikle, öğütücü kolların ölçüsünün büyüklüğü ve yüksek yoğunluğunun kullanışlılığı, bilyaların daha geniş yüksekliğinden toz partiküllerinde daha çok çarpışma enerjisi transfer olur.

3.4.7. MA/Ö İşleminde Kullanılan Bilyalar

Sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş kromlu çelik, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, WC-Co ve rulman çeliği en çok kullanılan bilya malzemeleridir. Öğütme malzemelerinin yoğunluğu bilyaların toz üzerine yeterli vuruş kuvveti oluşturması için yeterli büyüklükte olmalıdır. Bununla birlikte, öğütme haznesinde olduğu gibi, bilya malzemesi olarak bazı özel malzemeler kullanılır ve bunlar bakır, titanyum, niobiyum, zirkon (ZrO_2), hematit, yitriyum oksit stabilize zirkon, kısmen stabilize zirkon + yitriyum oksit, safir, silis nitridi (Si_3Ni_4) ve Cu-Be'dir. Mümkün olduğu zaman öğütme haznesi ve öğütme elemanının aynı malzemedan yapılmış olması karışan tozun fazla kirlenmesinden kaçınmak için daima istenilir [2].

Bilya boyutu da öğütme verimliliği üzerinde bir etkiye sahiptir. Genelde, büyük boyutlu (ve yüksek yoğunluklu) bilya faydalıdır. Çünkü bilyaların fazla ağırlığı toz parçacıklarına daha fazla vurma enerjisi iletirler. Tozun son içeriğinin kullanılan öğütme elemanının boyutuna bağlı olduğu da rapor edilmiştir. Örneğin, 15 mm çaplı bilyalar element Ti-Al toz karışımını öğütmek için kullanıldığında, titanyum içerisinde alüminyum katı çözültisi oluşturulmuştur. Diğer taraftan, 20 ve 25 mm çaplı bilyaların kullanılması çok uzun zaman öğütmelerden sonra bile sadece titanyum ve alüminyum fazlarından oluşan karışım oluşturmuştur [46].

Çoğu araştırmacılar genelde sadece tek boyutlu öğütme elemanı kullansalar dahi, aynı araştırmada farklı boyuttaki bilyaların kullanıldığı durumlar vardır. Eğer farklı çaplı bilyalar kullanılırsa en yüksek çarpışma enerjisinin elde edilebileceği tahmin edilmiştir [47]. Öğütmenin başlangıç aşamalarında, öğütülen toz öğütme elemanlarının yüzeyine kaplanır ve de soğuk kaynaklanır. Bu öğütme elemanlarının aşırı aşınmasını engellediği için faydalıdır ve dolayısıyla öğütme elemanlarının aşınması engellendiğinden toz kirlenmesi önlenir. Bununla birlikte bu kaplanan tabakanın kalınlığı bir heterojen son ürün oluşumunu engellemek için minimum olmalıdır [32]. Fakat bu toz kaplamanın dezavantajı ayrılmasının zor oluşu ve bu yüzden toz veriminin düşük olmasıdır. Öğütme esnasında küçük ve büyük çaplı bilyaların kombinasyonunun öğütme esnasında soğuk kaynaklanma miktarını ve bilyaların yüzeyine kaplanan toz miktarını azalttığı rapor edilmiştir [48]. Bu şartlar altında artan verim için hiçbir özel açıklama verilmemesine rağmen, farklı çaptaki bilyaların yüzeyindeki tozun ayrılmasına yardım edebilen kayma kuvveti oluşturması mümkündür.

3.4.8. Toz-Bilya Oranı

Bilyaların ağırlığının toza oranı, bazen doldurma oranı olarak da isimlendirilir, öğütme işleminde önemli bir değişkendir. Bu birçok araştırmacı tarafından 1:1 [5] gibi küçük değerlerden 220:1 [49] gibi büyük değerlerle doğrulanmıştır. Genelde, 10:1 oranı SPEX değirmen gibi küçük kapasiteli bir değirmenle tozun öğütülmesinde en çok kullanılır. Fakat öğütme büyük kapasiteli, bir atritör gibi, bir değirmende gerçekleştirilirse, yüksek bir toz-bilya oranı, 50:1'e kadar ya da daha yüksek 100:1 kullanılır.

Toz bilya oranı öğütülen tozda belli bir fazı elde etmek için gerekli zaman üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Bilya-toz oranı ne kadar yüksek olursa gerekli zaman da o kadar kısa olur. Örneğin, bir SPEX değirmende bir Ti-%33 Al toz karışımında amorf fazın oluşumu için 10:1 bilya-toz oranında 7 saat, 50:1 bilya-toz oranında 2 saat, 100:1 bilya-toz oranında da 1 saat öğütme yapılmıştır. Yüksek bilya-toz oranında, bilyaların ağırlık oranındaki artıştan dolayı, birim zamandaki çarpışma sayısı artar ve sonuç olarak toz parçacıklara daha çok enerji iletilir ve bu yüzden alaşımlama daha hızlı olur. Diğer araştırmacılar da benzer sonuçları rapor etmişlerdir [50]. Yüksek enerjiden dolayı daha çok ısının üretileceği ve bunun tozun içeriğini değiştirmesi de mümkündür. Oluşan amorf faz sıcaklık artışı yeterli ise kristalleştirilebilir.

3.4.9. Kabın Doluluk Oranı

Toz parçacıkları arasındaki alaşımlanma bu tozların üzerine etkiyen vurma kuvvetlerinden kaynaklandığı için, bilyaların ve toz parçacıklarının öğütme kazanı içinde serbestçe hareket etmesi için yeterli miktarda yerin olması gereklidir. Bu yüzden, haznenin toz ve bilyalarla doldurulma miktarı önemlidir. Bilyaların ve tozun miktarı çok az ise, üretim hızı çok yavaş olur. Diğer taraftan, miktar fazla ise bilyaların etrafta dolaşması için yeterli yer yoktur ve bu yüzden vurma enerjisi azdır. Dolayısıyla, haznenin fazla doldurulmaması için önlem alınmalıdır; genelde yaklaşık haznenin % 50' si boş bırakılmalıdır [2].

3.4.10. Değirmenin Atmosferi

Öğütme atmosferi esas olarak tozun kirlenmesine etki eder. Bu yüzden, içinde tozlar öğütülen kazanın ya havası boşaltılmalıdır ya da argon ve helyum gibi asal gazlarla doldurulmalıdır (Azotun metal tozlarıyla etkileştiği ve sonuç olarak öğütme esnasında kirlenmeyi engelleyemediği görülmüştür, fakat nitrikler üretilmek istenirse kullanılabilir). Yüksek saflıktaki argon oksitlenmeyi ve/veya tozun kirlenmesini engellemek için en yaygın kullanılan gazdır.

Özel amaçlar için öğütme esnasında farklı atmosferler kullanılmıştır. Azot ve amonyak atmosferleri nitrürleri üretmek için kullanılmıştır [51]. Hidrojen atmosferi hidrid üretmek için kullanılmıştır [52]. Haznenin içinde havanın bulunması toz içerisinde oksitleri ve nitrürleri oluşturduğu görülmüştür. Bu durum özellikle tozların yapıları itibariyle reaktif oldukları durumda daha önemlidir. Bu yüzden öğütme esnasında asal bir atmosferin kullanılması için önlem alınmalıdır.

Atmosfer tipi son fazın niteliğini etkiler olarak da gözükmemektedir. Örneğin, Cr-Fe toz karışımı farklı türlerdeki atmosferde öğütüldüğünde oluşan son tozun içeriğinin farklı olduğu görülmüştür [53]. Toz argon atmosferinde öğütüldüğünde amorf faz oluşmamıştır ve Cr çıkıntıları X-ışınımı kırınım grafiklerinde kalmıştır. Diğer yandan, toz ya hava içeren argon ya da bir azot atmosferinde öğütüldüğünde tamamen amorf olmuştur. Benzer olarak, oksijen Ni-Nb sisteminde amorflanma kinetiğini artırıcı olarak bulunmuştur [54].

Nadiren, metal tozları sıvı bir nesne ile öğütülür ve bu ıslak öğütme olarak adlandırılır, eğer hiçbir sıvı kullanılmazsa bu da kuru öğütme olarak adlandırılır. (Düşük sıcaklıkta öğütme de eğer kullanılan sıvı düşük sıcaklıkta kullanılırsa ıslak öğütmedir). İnce öğütülmüş ürünler elde etmek için ıslak öğütmenin kuru öğütmeden daha iyi olduğu rapor edilmiştir çünkü çözücü moleküller parçacıkların yeni oluşan yüzeylerine emilirler ve bu parçacıkların yüzey enerjilerini azaltırlar. Islak durumda toz parçacıkların az topaklanmış durumu da faydalı bir faktördür. Amorflanma hızının ıslak öğütme esnasında kuru öğütme esnasında olandan daha fazla olduğu rapor edilmiştir [55]. Islak öğütmenin bir dezavantajı artan toz kirlenmesidir. Bu yüzden çoğu MA/MÖ işlemleri kuru olarak yapılmıştır.

3.5. Sıcaklığın Etkisi

Mekanik alaşımlama işleminde sıcaklık önemli bir etkidir. MA esnasında tozların maruz kaldığı sıcaklık şüphesiz ki alaşımlama, ara faz oluşumu, amorf yapı (cam) oluşumu gibi işlemler üzerinde çok büyük etkiye sahiptir. Ayrıca, bölgesel yüzey sıcaklıklarının yapışma olaylarına etkisi de önemlidir. MA sırasında meydana gelen sıcaklıkla ilgili çalışmalar yapılmış ve farklı sonuçlar elde edilmiştir. Bazı araştırmacılar 38°K, bazıları 300°K ve bazıları da 600°K çıktığını hesaplamışlardır. MA işlemi sırasındaki sıcaklık artışı çarpışma sırasında kaynaklanma sırasında meydana gelmektedir.

3.6. Tozların Karakterizasyonu

MA/Ö işleminden sonra elde edilen tozların ölçüleri, yüzey alanları, faz içerikleri ve mikroyapısal özellikleri için karakterize edilmelidir. Ek olarak, tavlamadan veya diğer işlemlerden sonra mekanik olarak alaşımlanmış tozların dönüşüm davranışı da karakterize edilebilir. Mekanik olarak alaşımlanmış tozlarda tane boyutunun ve kafes gerilmesinin ölçülmesi çok önemlidir. Çünkü faz bileşiği ve dönüşüm karakteristikleri kritik olarak bunlara bağlı gözüktür. Prensip olarak, geleneksel tozları karakterize etmek için kullanılan geleneksel yöntemler mekanik olarak alaşımlanmış tozları da karakterize etmek için kullanılabilir.

Toz parçacıklarının boyutu ve şekli doğrudan ölçme yöntemi olan ya tarama elektron mikroskobu (SEM) nispeten kaba tozlar için veya transmisyon (geçirme) elektron mikroskobu (TEM) ince tozlar için kullanılarak doğruca belirlenebilir. TEM’ de mikroyapısal özellikleri gözlemlemek için mekanik alaşımlanmış tozlardan ince film numuneler hazırlamak için özel metotlar da geliştirilmiştir [56]. Eğer tozlar şeklen küresel iseler, boyutları parçacık çapı ile belirlenir. Fakat çok nadiren, mekanik olarak alaşımlanmış parçacıklar mükemmel bir küresel şekle sahiptirler. Öğütmenin ilk aşamalarında (ve bazı durumlarda son aşamalarında da) toz pul pul bir şekle sahip olabilir. Böyle durumlarda, eşdeğer küresel çap hacimden, yüzey alanında veya yansıtılmış alandan veya çökme hızı ölçümlerinden belirlenebilir. Örneğin, ölçülen hacim V ise, eşdeğer küresel çap D_V ile verilir;

$$D_V = (6V / \pi)^{1/3}$$

Alternatif olarak, ölçülen bir yüzey alanı S için, eşdeğer bir küresel çap D_S basitçe;

$$D_S = (S / \pi)^{1/2}$$

formülüyle hesaplanır. Parçacık boyut dağılımı geleneksel olarak eleme (elekleme, kalburlama) tekniğiyle elde edilir. Toz karışımı sırasıyla incelen veya kalınlaşan eleklerle elenir, bu elekler kare kesite sahiptir. Bu elekler çoğunlukla ızgara ölçüleriyle isimlendirilirler, belirli birim uzunluktaki tellerin sayısıyla belirlenir. Açıklık ölçüsü ızgara boyutuyla ters orantılı olarak değişir; büyük ızgara boyutları küçük açıklık ölçüsüne ve küçük ızgara boyutları da büyük açıklık ölçüsüne tekabül ederler. Örneğin, eğer tozlar 325 ızgaradan geçerse, bu tozlar 325 ızgara boyutuna sahip olarak bilinirler veya parçacık boyutu 45 µm'den küçüktür. Bu yüzden parçacık boyutlarını ölçerek veya her bir parçacık boyutunun ağırlık yüzdesini hesaplayarak ağırlık yüzdesini ve parçacık boyutunu ilişkilendiren bir histogram elde edilir, mekanik alaşımlanmış tozlarda parçacık dağılımı genelde Gaussian dağılımını belirtmek faydalıdır, yani frekans doğrusal ölçekte parçacık boyutunun logaritmasına karşın çizilirse bir çan eğrisi elde edilir.

Toz parçacıklarının çoğunlukla topaklandığını hatırlamak önemlidir ve bu yüzden doğru parçacık boyutunun belirlenmesinde buna dikkat edilmelidir. Bir toz parçacığı birkaç ferdi parçacıktan oluşabilir. Ayrıca, tek bir parçacık yapışık kırınım alanı olarak tanımlanan birkaç tane içerebilir. Mikroskobik inceleme normalde parçacık boyutunu verirken (veya hatta çözünürlük yeterli ise tane boyutunu verir) kırınım teknikleri (yani, X ışınları) tane boyutunu verir.

Toz parçacıklarındaki tane boyutu veya kafes gerilmesi X ışını çıkıntı genişletme teknikleri kullanılarak belirlenebilir. X ışın kırınım çıkıntıları a) enstrüman etkilerinden, b) küçük parçacık boyutundan ve c) malzemedeki kafes gerilmesinden dolayı genişletilir. Bu etkilerin toplam genişletmeye ferdi katkısı standart teknikler kullanılarak ayrılabilir ve bunlar bazı kaynaklarda bulunabilir [57, 58]. Bunlar bu tekniklerin ayrıntıları ve sınırlamaları için başvurulabilir. Çoğunlukla, tane boyutu yarı maksimum yoğunlukta Bragg çıkıntı genişliği ölçülerek ve Scherrer formülü kullanılarak belirlenir. Scherrer formülü;

$$D = (0.9\lambda) / (B\cos\theta)$$

olarak verilir.

Burada D tane boyutu, λ kullanılan X ışını radyasyonunun dalga boyu, B yarı maksimum yoğunlukta çıkıntı genişliği ve θ da Bragg açısıdır. Bu metot eğer enstrümantal ve gerilme genişlemesi için doğru düzeltmeler yapılırsa doğru değerler verir. Bununla birlikte, sadece öğütme şartları ile tane boyut değişiminin eğilimi takip edilmek isteniyorsa, bu basit teknik kabul edilebilir.

X ışını çıkıntı genişletme küçük tane boyutundan dolayı $\cos\theta'$ ya ters orantılı iken kafes gerilmesinden dolayı $\tan\theta'$ ya doğru orantılıdır. Bu yüzden, bu iki eşitliği birleştirerek toplam genişleme için bir eşitlik elde edilir (enstrümantal genişletme çıkartıldıktan sonra);

$$B = (0.9\lambda) / (d\cos\theta) + \eta\tan\theta$$

burada η gerilmedir ve düzenlemeden sonra, yukarıdaki eşitlik;

$$B\cos\theta = (0.9\lambda) / (d) + \eta\tan\theta$$

şeklini alır. Bu yüzden, B ve $\theta \sin\theta'$ ya karşı çizildiğinde eğimi η ve $0.9\lambda/d$ de keseni olan bir doğru çizgi elde edilir. Buradan, tane boyutu d ve kafes gerilmesi η hesaplanabilir.

Dolaylı X ışını çıkıntı genişletme çalışmalarıyla elde edilen tane boyutları ve doğrudan elektron mikroskobu teknikleri daima tamamen birbirine uymayabilir. Elektron mikroskop teknikleri hemen hemen herhangi bir tane boyutunu ölçmede kullanılsa da, 10-100 nm boyutlu taneler için X ışını çıkıntı genişletme metotları en uygun olanıdır.

MA ve MÖ'nün çeşitli alaşım sistemlerinde amorf fazlar oluşturduğu bilinmektedir. Doğru amorf yani bir sıvıda olduğu gibi uzay kafesinde simetrisiz ve mikro tanemsi yapı yani kaba bir tanemsi fazın rastgele yönlenmiş toplanması arasında farklılık kırınım çalışmalarına göre kolay olmamıştır; literatürde önemli çelişkiler vardır. Amorf bir yapının bir kırınım deneyinde, dağılmış radyasyonun fazı değil yoğunluk ölçülür. Bu verilerin Fourier inversiyonu sadece atomik konumları eşsizce tanımlayamayan yapının radyal dağılım fonksiyonunu verir. Yapıyı belirlemek için, deneysel olarak belirlenmiş radyal dağılım fonksiyonu dikkate alınmış yapısal modellerden hesaplanan radyal dağılım fonksiyonu ile karşılaştırılmalıdır [59].

Bir amorf fazın oluşması genellikle X ışını kırınım şekillerinde geniş çıkıntıların varlığını gözlemleyerek tahmin edilir. Bununla birlikte, bilinmelidir ki X ışını kırınım şekilleri sadece ortalama bir görünüm verir. Bu yüzden, sadece geniş X ışını çıkıntılarını gözlemleyerek, a) doğru amorf, b) aşırı ince taneli veya c) amorf bir matris içerisine çok küçük kristallerin gömüldüğü bir malzeme gibi malzemeler arasından hangisi olduğunu ayırt etmek mümkün değildir. Bu nedenle, son yıllarda, böyle "X ışını amorf" yani tanımlamanın sadece X ışını kırınımı metotları ile yapıldığı ima eden gözlemleri kabul etmek yapılan uygulamadır. Sadece X ışını kırınımı çalışmalarına göre üretilen bir fazın "amorf" olarak gözlemlenmesinin çeşitli örnekleri vardır; fakat nötron kırınımı ve geçirme elektron mikroskobu ile ek araştırmalara bağlı olarak, üretilen fazın doğru amorf olmadığı şüphesizce teyit edilebilmiştir [60]. Nötron kırınım tekniklerinin avantajı ağır atomların olduğunda hafif atomların seçilebilmesidir. Ek olarak, nötron kırınım tekniği periyodik tabloda komşu elementler arasında ayırt edebilme kabiliyetine sahiptir [60]. X

ışınımı kırınımı teknikleri bunun için uygun değildir çünkü komşu elementler birbirine çok yakın atomik dağılma faktörlerine sahiptirler ve bu yüzden bunların farkı makul miktarda dağılmayı fark edebilmek için çok küçük olur. Bu yüzden, X ışını kırınımı gözlemlerinin diğer tekniklerle de doğrulanması istenir. Örneğin, geçirme elektron mikroskobu çalışmaları tam bir amorf fazın fotoğraflarında kontrast eksikliğini doğrulayabilir. Diferansiyel termal (ısı) analiz (DTA) çalışmaları esnasında cam geçiş sıcaklığının görünümü bir amorf fazın varlığının açık ve şüphesiz göstergesidir. Fakat bir cam geçişi kristalleşme başlangıcı ile engellenebilir (çünkü cam geçiş ve kristalleşme sıcaklığı birçok metalik sistemlerde birbirine çok yakındır) ve bu yüzden çoğu durumlarda gözlemlenmeyebilir. Bununla birlikte, DTA çalışmaları amorf fazın kristalleştiğini gösteren numuneyi ısıtmadan sonra bir ekzotermik çıkıntının varlığını gösterebilir. Eğer malzeme aşırı ince taneli ise (nanokristalli, amorf değil), sadece bu alaşımlarda tane büyümesi, tane sınırı serbest enerjisindeki azalmayla, bu tanelerin yüksek sıcaklıklara ısıtılmasıyla olabilir. Tane büyümesinin diğer göstergeleri tarama çıkıntılarıdır. Bunlar yüksek sıcaklıklarda düşük ve geniştirler; ayrıca, bu çıkıntılar ön tavlama sonra yüksek sıcaklıklara dönerler [61]. Bu yüzden mikroskopi, kırınım ve termal analiz gibi tekniklerin bir kombinasyonu kullanılarak MA teknikleriyle üretilen numunelerin amorf ve küçük tane olduğu ayırt edilebilmelidir.

4. METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELER

4.1. Kompozit Malzemelerin Tanımı

Farklı malzeme özelliklerini tek bir malzemede toplamak ya da yeni bir özellik elde etmek amacı ile iki veya daha fazla malzemenin makro düzeyde birleştirilmesi ile üretilen yeni malzeme “Kompozit Malzeme” olarak adlandırılır. Kompozit malzeme temel olarak matriks olarak adlandırılan ana yapı ve takviye elemanından oluşmaktadır. Kompozit malzeme üretiminde, aşağıdaki özelliklerin bir veya birkaçının geliştirilmesi hedeflenmektedir [65].

- Mekanik dayanımı
- Yorulma dayanımı
- Aşınma dayanımı
- Korozyon dayanımı
- Kırılma tokluğu
- Yüksek sıcaklıktaki özellikler
- Isıl iletkenlik
- Elektrik iletkenliği
- Akustik özellik
- Rijitlik
- Ağırlık azalması
- Estetik

4.2. Kompozit Malzemelerin Avantajları ve Dezavantajları

Kompozit malzemeler metal malzemelere göre önem kazanmışlardır. Kompozitlerin özgül ağırlıklarının düşük oluşu hafif konstrüksiyonlarda kullanımda büyük bir avantaj sağlamaktadır. Bu özellikleri ile kompozitler otomobil gövde ve tamponlarından deniz teknelerine, bina cephe ve panolarından komple banyo ünitelerine, ev eşyalarından tarım araçlarına kadar birçok sanayi kolunda problemleri çözümlenecek bir malzemedir.

Bu malzemelerin avantajlı olan yanları şöyle sıralanabilir;

Kompozitlerin çekme ve eğilme mukavemetinin birçok metalik malzemeye göre daha yüksek olması, büyük ve kompleks parçaların tek işlemle bir parça halinde

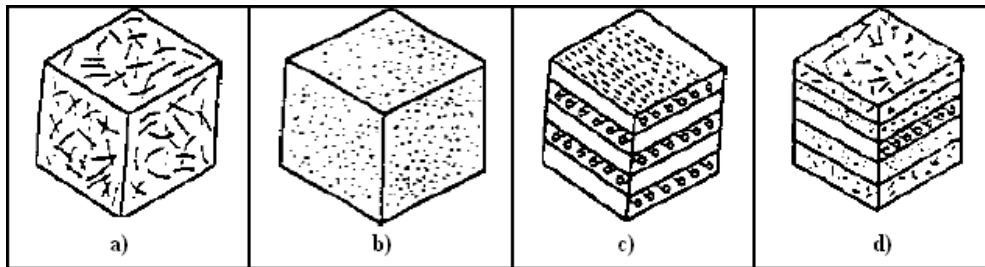
kaplanabilmesi, büyük enerji nakil hatlarında kompozitlerin iyi bir iletken ve gerektiğinde de başka bir yapıda iyi bir yalıtkan malzemesi olarak kullanılabilmesi, kompozit malzemelerin kimyevi madde tankları, boru ve aspiratörler, tekne ve diğer deniz araçları yapımında güvenle kullanılabilmesi, kompozitlerin ısıya dayanıklılık özelliği sayesinde yüksek ısı altında kullanılabilmesi, kalıplama esnasında reçineye ilave edilen pigmentler sayesinde kompozitlere istenen rengin verilebilmesi, kompozit malzemelerde süneklik nedeniyle doğal bir titreşim sönümleme ve şok yutabilme özelliğinin bulunmasıdır [66].

Kompozit malzemelerin uygun olmayan yanları da şu şekilde sıralanabilir;

Kompozit malzemelerdeki hava zerreciklerinin malzemenin yorulma özelliklerini olumsuz etkilemesi, kompozit malzemelerin değişik doğrultularda değişik mekanik özellikler göstermesi, aynı kompozit malzeme için çekme, basma, kesme ve eğilme mukavemet değerlerinin farklılıklar göstermesi, kompozit malzemelerin delik delme, kesme türü operasyonlarının liflerde açılmaya sebep olmasından dolayı bu tür malzemelerde hassas imalattan söz edilememesi, hammaddenin pahalılığı ve malzemenin kalitesinde standartlaşmış bir kalite olmaması, onarılmalarının problemler yaratması, malzemelerin sınırlı raf ömürleri olması, bazı tür kompozitlerin soğutulularak saklanmalarının gerekmesidir [66].

4.3. Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması

Kompozitlerin gruplandırılmasında yapıdaki malzemelerin formuna göre bir sınıflama yapmak mümkündür. Kompozit malzemelerin sınıflandırılması (Şekil 4.1 a, b, c, d) olarak gösterilmiştir.



Şekil 4.1. Kompozit malzemelerin sınıflandırılması [67].

Kompozit malzemelerin sınıflandırılması şu şekildedir [67]

- a) Elyafly Kompozitler
- b) Paracıklı Kompozitler
- c) Tabakalı Kompozitler
- d) Karma Kompozitler

4.3.1. Elyafly Kompozitler

İnce elyafların matris yapıda yer almasıyla meydana gelmiştir. Uzun elyafların matris içinde birbirlerine paralel şekilde yerleştirilmeleri ile elyaflar doğrultusunda yüksek mukavemet sağlanırken, elyaflara dik doğrultuda oldukça düşük mukavemet elde edilir. Elyafların uzunluk/ap oranı arttıka matris tarafından elyaflara iletilen yük miktarı artmaktadır. Kompozit yapının mukavemetinde önemli olan diğeri bir unsur ise elyaf matris arasındaki bağıın yapısıdır. Matris yapıda boşluklar söz konusu ise elyaflarla temas azalacaktır. Fiberler, basit olarak bir boyutu diğeri boyutuna göre çok büyük olan malzeme olarak tanımlanabilir [65]. Fiber çeşitleri şunlardır;

- Cam fiberler
- Karbon fiberler
- Bor fiberler
- Yapay organik fiberler

4.3.2. Paracıklı Kompozitler

Bir matris malzeme içinde başka bir malzemenin paracıklar halinde bulunması ile elde edilirler. İzotrop yapılardır. Yapının mukavemeti paracıkların sertliğine bağlıdır. En yaygın tip plastik matris içinde yer alan metal paracıklardır.

4.3.3. Tabakalı Kompozitler

Farklı elyaf yönlenmelerine sahip tabakaların bileşimi ile çok yüksek mukavemet değerleri elde edilir. Isıya ve neme dayanıklı yapılardır. Tabakalı kompozitler metallere göre hafif ve aynı zamanda mukavemetli olmaları nedeniyle tercih edilen malzemelerdir.

4.3.4. Karma (Hibrid) Kompozitler

Aynı kompozit yapıda iki ya da daha fazla elyaf çeşidinin bulunması olasıdır. Bu tip kompozitlere hibrid kompozitler denir. Bu alan yeni tip kompozitlerin geliştirilmesine uygun bir alandır.

4.4. Kompozit Malzemelerin Kullanımı

Günlük ve ticari hayatta kullanım amacıyla, yaygın şekilde cam elyafı, cam, keçe ve cam dokuma ile polyester reçineden yapılan çeşitli ürünler kullanılmaktadır. Cam elyaf oranı % 30-40 arasındır. Çay tepsisi, masa, sandalye, depo, küvet, tekne, bot ve otomotiv sanayi bu kompozitlerin uygulama örnekleridir. Ayrıca formika, baskılı devre plakası, elektrikçi fiberleri, spor malzemeleri ve araç şarjı, atlama sırtıkları, kaynak takımı, tenis raketi, yarış kanoları değişik kompozit malzemelerden yapılan ürünlerdir.

Uzay ve havacılık sanayisinde kompozit malzemelerin kullanımı basta hafiflik ve sağlamlık nitelikleri sayesinde. Amaç daha az yakıt harcamak, daha yüksek hıza ulaşmak ve verimliliği sağlamaktır. Bu kullanımda sadece maddi kazanç düşünülmeyp stratejik performanslar da dikkate alınmıştır. Özellikle titreşim, yorulma ve ısı dayanımı gibi nitelikler uzay ve havacılık sanayinde birleşik malzemelerin önde gelen avantajlarıdır

Kompozit malzemeler, değerli niteliklerinden dolayı uzay ve havacılık araçlarında gittikçe daha fazla kullanılmaktadır. Bugün bir av bombardıman uçağında kompozit malzeme kullanımı toplam uçak ağırlığının yarısına ulaşmış bulunmaktadır. Bu sayede bor karbür, silisyum karbür, alümina karbon, cam ve kevlar elyafı değişik reçinelerle değişik kompozit malzeme yapımında kullanılmaktadır.

Kompozit malzemelerin silah üretiminde kullanımı pek yaygın olmamakla beraber 3000 bara kadar dayanabilen 60 ve 81 mm gibi küçük çaplı havanlar için bazı çalışmalar olmuştur. Bu silahlar hafifliği nedeniyle piyadenin savaş performansını artırıcı niteliktedir.

Roket üretiminde kompozit malzemelerin rolü oldukça büyüktür. Örnek olarak M72 de motor lançeri cam elyafı ve epoksiden, Apilasta ve diğer tanksavar roketlerde gövde kısmen kevlar ve epoksiden, M77 MLRS de lüle (nozzle) karbon kompozit malzemesinden yapılmaktadır.

Mühimmat üretiminde de kompozit malzemeler kısmen kullanılmaktadır. M19 A/T mayınında gövde ABS reçine ve cam elyaf parçacıklarından, bu mayına ait küçük ve büyük belleville yayları cam doku ve fenolik reçineden yapılmışlardır. 155mm'lik ICM

mühimmatı gövdelerinde cam elyafı epoksi sargı vardır. Miğfer konusunda keklar ve değişik reçineler kullanılmaktadır.

Kurşungeçirmez yeleklerde günümüzde bitişli keklardan, balistik testler için zırh levhaları cam ve fenolik reçineler imal edilmektedir ve tasarım alternatiflerinin bulunmasıyla git gide artacak ve birçok avantajlarıyla insanlığın hizmetine verilmiş olacaktır [67].

4.5. Kompozit Malzemelerin Üretimi

Kompozit malzemeleri üretmek için aşağıdaki faktörlerin yerine getirilmesi gerekir [68].

- Elyafların eşit aralıklı ve homojen bir dağılım göstermesi,
- Yüksek dayanımlı elyaf lar mekanik temaslara karşı hassas olduğundan elyaf ların kırılmasının önlenmesi,
- Elyaf ve matris arasında kuvvetli bir ara yüzey bağının oluşturması vb.dir.

Üretim tekniği; elyafa, matrise, parça şekline ve istenilen mekanik ve fiziksel özelliklere göre belirlenmektedir.

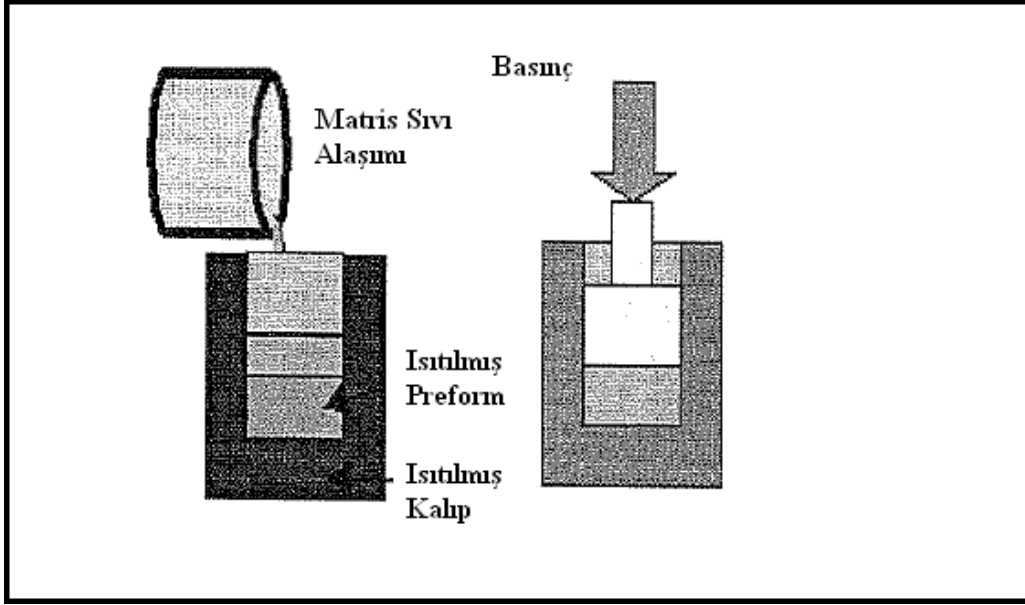
Metal matrisli kompozit malzemelerin üretim teknikleri şu şekildedir [68].

4.5.1. Sıvı Metal Emdirmesi

Bu metotta prensip, önce istenilen şekilde uygun bağlayıcı kullanılarak master hazırlanır. Kompozitte tasarlanan elyaf hacim içeriği ve doğrultuları bu aşamada yapılır. Hazırlanan bu model kalıp içerisine yerleştirilmekte ve ergimiş metal enjekte edilerek bu masterın ıslatılması sıvı metal emdirilerek sağlanır, bu sırada organik bağlar yanar ve katılaşmaya bırakılır.

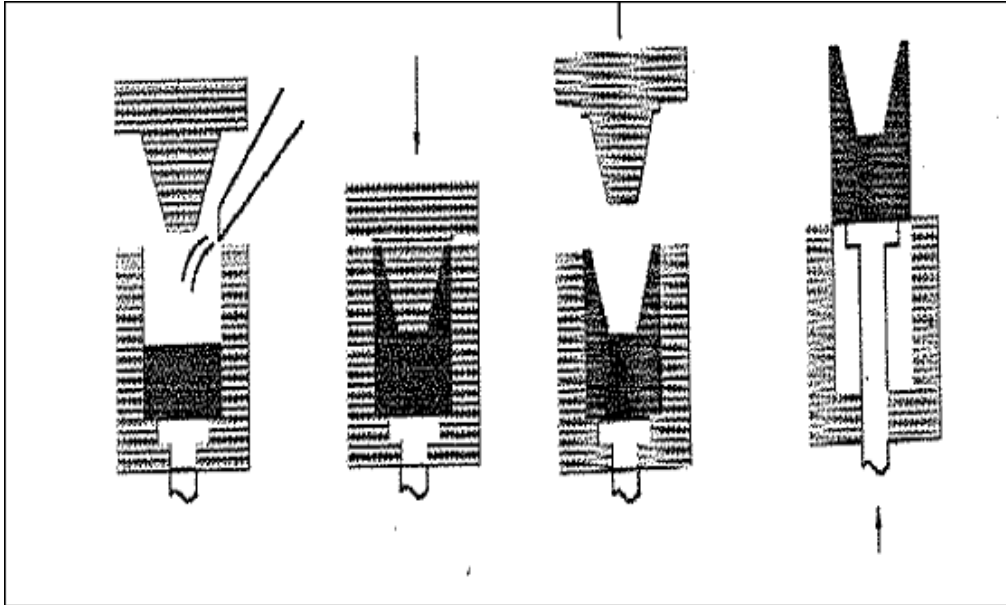
4.5.2. Sıkıştırılmalı veya Sıvı Dövme Döküm Tekniği

Bu yöntemde takviyeden oluşturulmuş preform veya yatağa şekil 4.2’de görüldüğü gibi sıvı alaşım hidrolik basınç altında emdirilmektedir. Sıvıyı soğutma etkisinden kaçınmak için kalıp, preform ve zımba ön ısıtmaya tabi tutulmaktadır.



Şekil 4.2. Sıkıştırma döküm yöntemi [68].

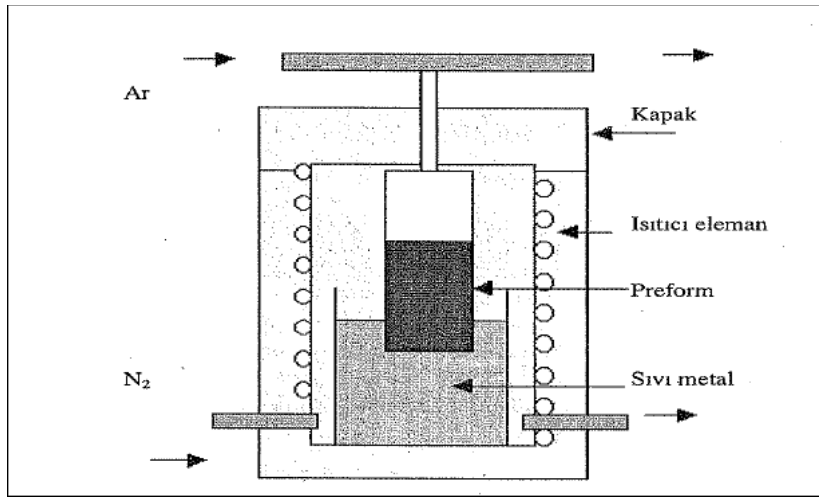
Sıvı dövme ile metal emdirme tekniğinin şematik resmi ve aşamaları Şekil 4.3'te gösterilmiştir. Bu teknikte, önceden ısıtılmış seramik elyafların sıvı metal içerisine veya metal kalıp içine uygun bağlayıcılarla yerleştirilen master elyafların basınç altında sıvı metalle emdirilerek katılaşması kısa sürede gerçekleşmektedir. Bu aşamalar şekildeki sırasına göre boşaltma, dökme, sıkıştırma ve çıkartma olarak sıralanabilir.



Şekil 4.3. Düşey makina ile sıkırtmalı veya sıvı dövme döküm işleminin basamakları [68].

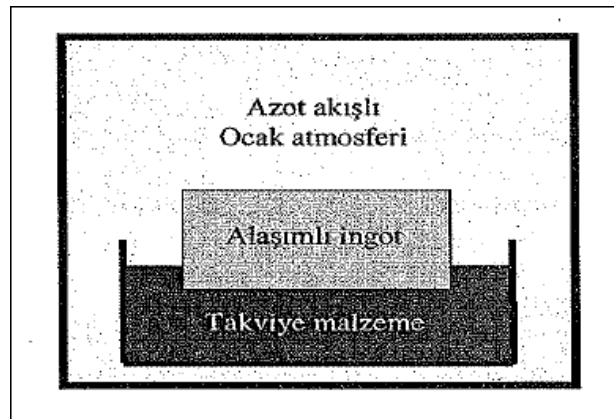
4.5.3. Basıncılı ve Basıncsız İnfiltrasyon

Bu şekildeki bir sistem şekil 4.4'te gösterildiği gibi bir ucu basınç ünitesi içerisine yerleştirilmiş pota içerisindeki sıvı metale daldırılmıştır. Diğer ucu normal atmosfer veya vakuma bağlanmış ve içerisinde takviye malzeme bulunan bir silindirden meydana gelmektedir. Takviye geçişi engelleyecek şekilde silindir içerisine yerleştirilir. Silindir içerisindeki bu parçacıklar sıvı metale daldırılır veya başka bir yerde ön ısıtmaya tabi tutulur.



Şekil 4.4. Basıncılı infiltrasyon metodu [68].

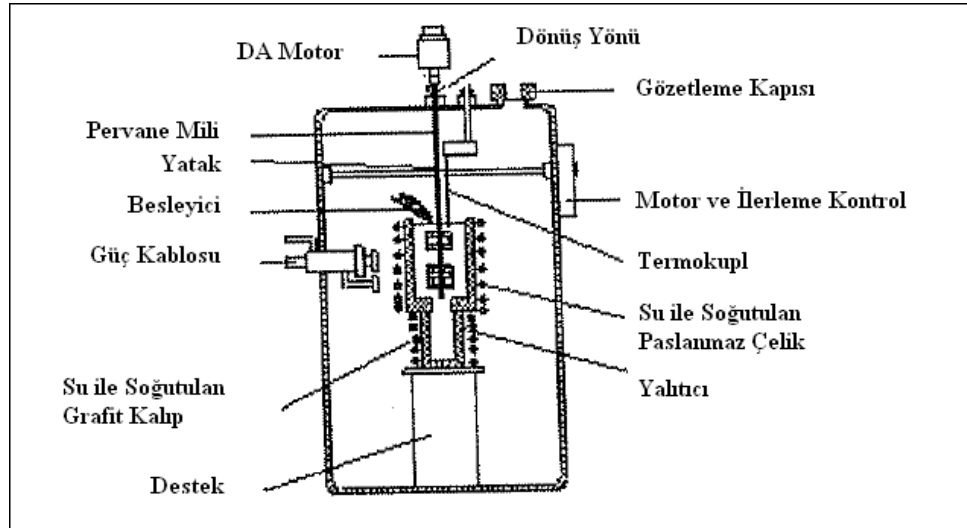
Basıncsız infiltrasyon metodunda Şekil 4.5'te gösterildiği gibi; sıvı metalin takviye parçacık içerisine kendi kendine infiltrasyonunu sağlayan bu yöntemde paketlenmiş seramik toz yatak azot atmosferinde basınç uygulanmaksızın Al-Mg alaşımının infiltrasyonu sağlanabilir.



Şekil 4.5. Basıncsız infiltrasyon metodu [68].

4.5.4. Sıvı Metal Karıştırması

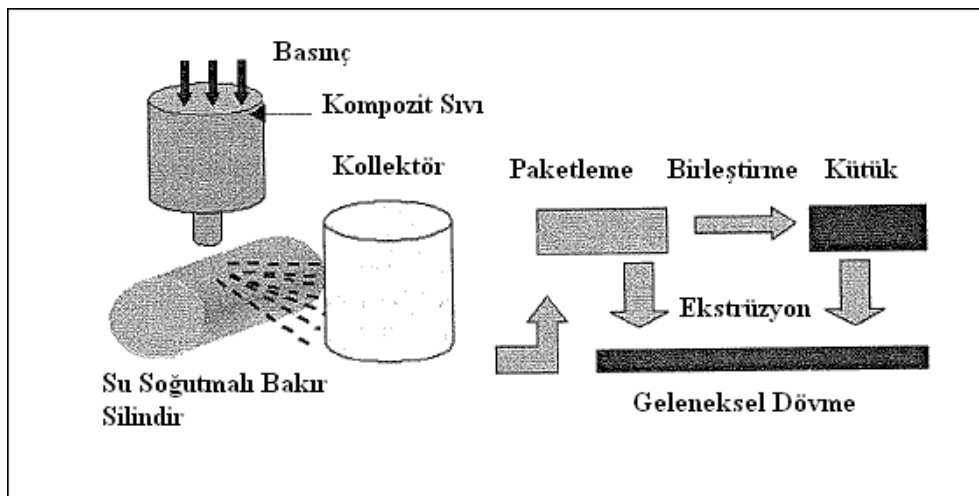
Sıvı metal karıştırması yöntemi; karıştırma, kalıplama, sıkıştırma ve kurutma basamaklarından oluşmaktadır.



Şekil 4.6. Ergimiş metal karıştırılması yöntemiyle kompozit üretim ünitesi.

4.5.5. Hızlı Katılaştırma Yöntemi

Şekil 4.7’de görüldüğü gibi, basınç altında suyla soğutulan bakır disk üzerine sıvı jeli halinde verilerek (40-60) μm kalınlığında, (6-8) μm uzunluğunda, (0,5-0,7) μm genişliğinde lamelsi tozlar elde edilir. Bunlar bir araya getirilerek değişik ikincil işlemlere tabi tutulur.



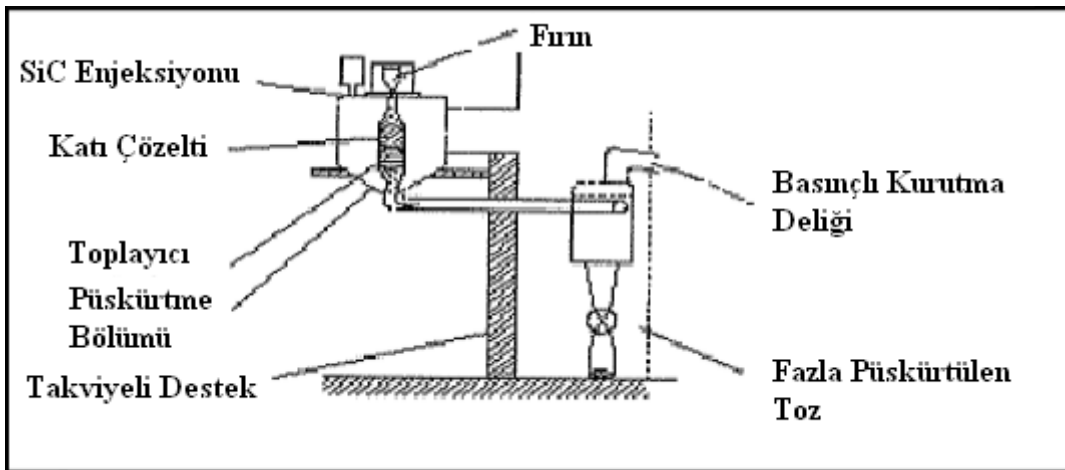
Şekil 4.7. Hızlı katılaştırma prosesi ile kompozit üretim yöntemi [68].

4.5.6. Yarı Katı Karıştırma

Bu yöntemde katı ile sıvı arasındaki sıcaklığa sahip yarı katı karıştırmak suretiyle yapılan takviye ilave tekniğidir.

4.5.7. Plazma Püskürtme

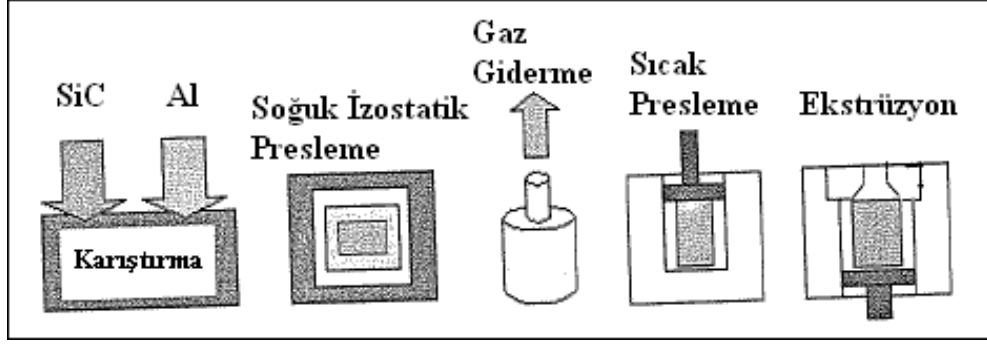
Bu teknikte püskürtülecek alaşım, indüksiyon fırınında ergitilir ve potaya basınç uygulanır. Şekil 4.8’de gösterildiği gibi ergimiş alaşım püskürtülürken aynı zamanda parçacıklı elyaflar atomize edilmiş sıvı içerisine enjekte edilerek, önceden ısıtılmış alt katman üzerine çökeltilir ve toplayıcı üzerinde katı bir çökelti oluşur. Soğuduktan sonra kaplanmış çökeltmiş çubuk haddelenmesi için göbekten çıkartılır.



Şekil 4.8. Plazma püskürtme aygıtının şematik görünümü.

4.5.8. Toz Metalurjisi Tekniği

Bu teknikte, toz halindeki metal ve seramik malzemeler birleştirilebilir. Bu metot da, tozlar istenilen şekli oluşturmak için tasarlanan hacim oranlarında karıştırılıp kalıp içerisine konularak preslenir. Presleme işlemi soğuk ya da sıcak olarak yapılabilir. Toz metalurjisinin temel aşamaları şekil 4.9’da gösterilmiştir [68].



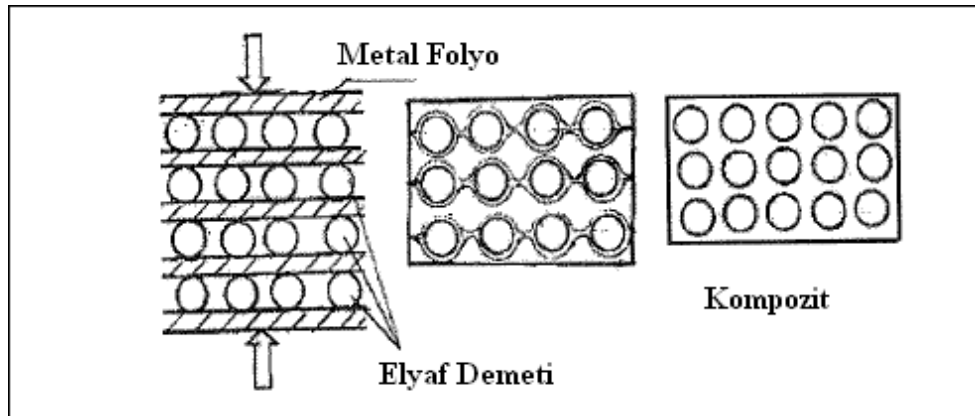
Şekil 4.9. Toz metalurji yönteminin temel aşamaları.

4.5.9. Difüzyon Bağlama ve Vakumda Presleme

Bu metotla birleştirme, yüksek basınç ve sıcaklıkta yapılır. Boron, silisyum karbür, alüminyum oksit, karbon gibi tek filamentli elyaf ya da elyaf demetleri ile alüminyum ve titanyum gibi matris malzemeleri tabakalar halinde kullanılarak takviyeli kompozit malzemeler üretilir.

4.5.10. Sıcak Presleme ve Sıcak İzostatik Presleme

Bu işlem Al, Mg ve Ti gibi metal matrisli kompozit panelleri üretmek için kullanılır. Filamentler metal matristen oluşan ince folyo tabakalar arasına Şekil 4.10'da gösterildiği gibi yerleştirilir ve kompoziti yerinde tutmak için bir bağlayıcı ile spreylene ve sonra bağlayıcı yakılarak ayrılır [68].



Şekil 4.10. Folyo matris ile filamentlerin kesit görünümü [68].

5. AŞINMA

Temas eden yüzeylerden mekanik etkilerle malzeme kaybına aşınma denir. Başka bir deyişle kullanılan malzemelerin başka malzemelerle (katı-sıvı-gaz) teması neticesinde mekanik etkenlerle yüzeyden küçük parçacıkların ayrılması sonucu meydana gelen ve istenilmeyen yüzey bozulması şeklinde tarif edilir.

Birbiriyle temas eden yüzeylerde sürtünme kuvvetleri güç kaybına, aşınma ise işleme toleranslarının kötüleşmesine neden olduğundan aşınma çok önemli bir parametredir [69]. Bir aşınma sisteminde;

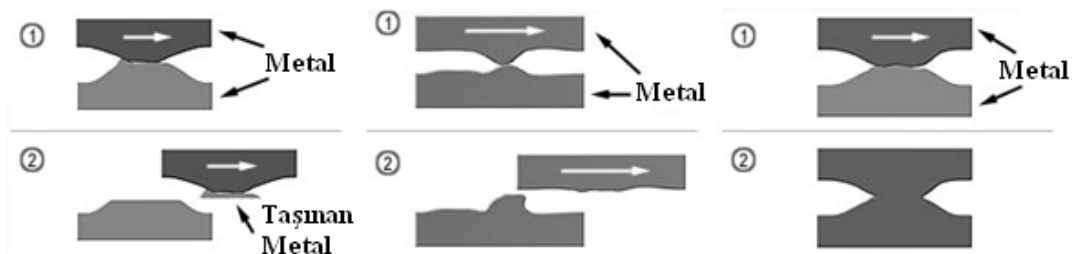
- a) Ana malzeme (aşınan)
- b) Karşı malzeme (aşındıran)
- c) Ara malzeme
- d) Yük
- e) Hareket,

aşınmanın temel unsurlarıdır.

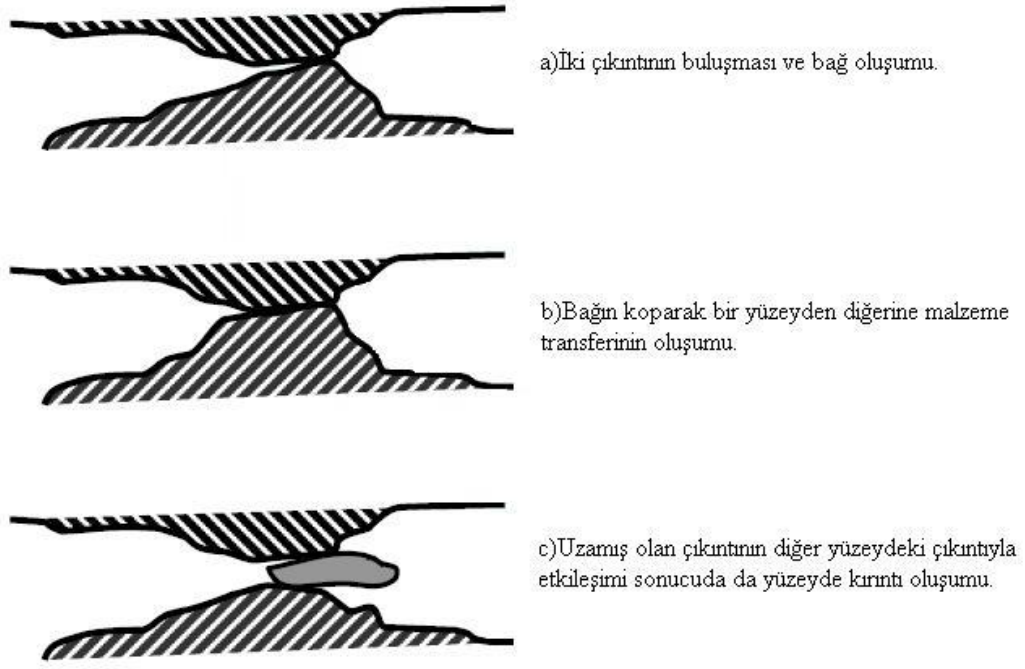
5.1. Aşınma Mekanizmaları

5.1.1. Adhezif Aşınma (Yapışma Aşınması)

Yapışma aşınması olarak da adlandırılan Adhezif aşınma, en sık rastlanılan aşınma türü olmasına rağmen, genellikle hasarları hızlandırıcı etkide bulunmaz. Adhezif aşınma en genel olarak, karşılıklı etkileşim içerisinde birbirlerine göre göreceli olarak hareket eden iki yüzeyin birisinden bir parçacığın koparak diğer yüzeye yapışması sonucunda, bir yüzeyden diğer yüzeye olan malzeme taşınımı olarak tanımlanabilir [69].



Şekil 5.1. Adhezif aşınma örnekleri.



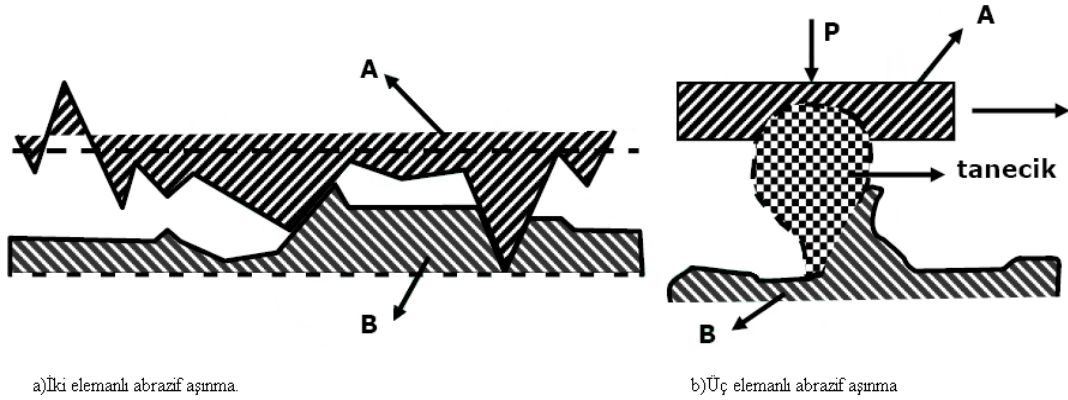
Şekil 5.2. Adhezif aşınmanın meydana gelişinin şematik olarak gösterimi.

Adhezif Aşınmanın Önlenmesi:

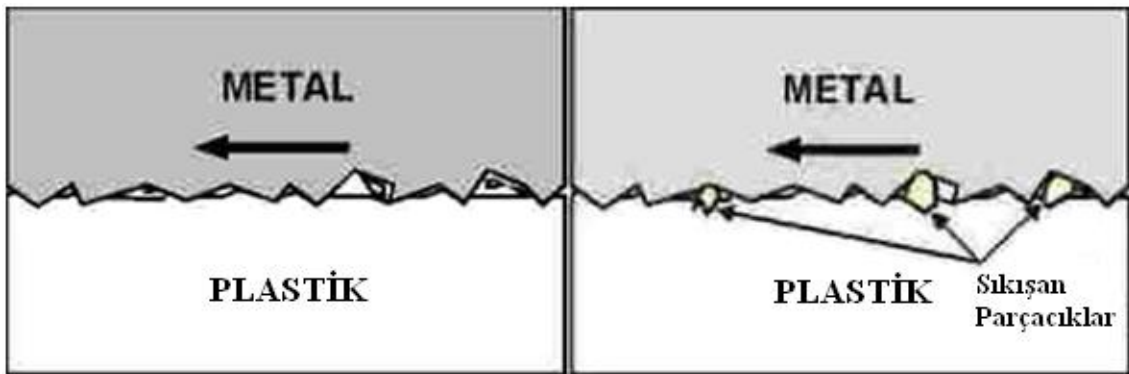
- 1. Yağlama:** İyi bir yağlamayla sürtünme azalır, ısı uzaklaştırılır. Sonuçta mikro kaynak bölgeleri önlenir.
- 2. Birbirleri içerisinde çözünmeyen metaller kullanmak:** Birbiri içerisinde çözünmeyen iki metal bir arada kullanılırsa mikro kaynaklanma engellenir. Ama pratikte kullanımı çok sınırlıdır.
- 3. Düz yüzeyler kullanmak:** Eğer temas eden yüzeylerde çıkıntılar yoksa aşınma meydana gelmez.
- 4. Metal-metal temasını önlemek:** Bu aşınmayı meydana getiren metal-metal yüzeylerinde kimyasal filmler oluşturursak (fosfat kaplama gibi) aşınmayı engellemiş oluruz.

5.1.2. Abrazif Aşınma

Yırtılma veya çizilme aşınması olarak adlandırılır. Genel olarak malzeme yüzeylerinin kendisinden daha sert olan partiküllerle basınç altında etkileşip sert partikülün malzeme yüzeyinden parça koparmasına abrazif aşınma denir. İki elemanlı ve üç elemanlı olmak üzere ikiye ayrılır [69].



Şekil 5.3. İki elemanlı ve üç elemanlı abrazif aşınma.



Şekil 5.4. Abrasif aşınma örneği.

Abrasif Aşınmanın Önlenmesi:

- 1. Yüzey Sertliğini Arttırmak:** Abrasif aşınmanın engellenmesinde en etkili yoldur fakat bu durumda malzemenin gevrek olarak kırılma riski artacaktır.
- 2. Abrasif Parçacıkları Uzaklaştırmak:** Sert partiküllerin sistemden uzaklaştırılmasıyla abrazif aşınma engellenir. Kullanılan hava su ve yağlarda kullanılan partiküller filtre edilerek sistemden uzaklaştırılırlar.

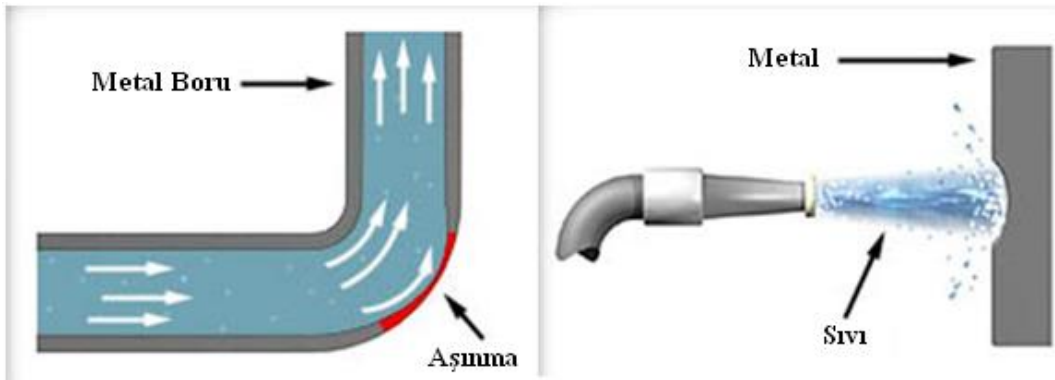
3. Aşınmış Parçaları Değiştirmek: Abrazif aşınmaya uğrayacak parçanın kolay bir şekilde değiştirilmesine imkân verecek tasarımların yapılmasıyla aşınma ortadan kaldırılır.

5.1.3. Yorulma Aşınması

Değişken tekrarlı yüklemeler sonucunda maksimum kayma gerilmelerinin bulunduğu yerlerde plastik deformasyon ve dislokasyona bağlı olarak çok küçük boşluklar meydana gelir, bu boşluklar zamanla yüzeye doğru ilerler, büyürler yüzeyde küçük çukurların ortaya çıkmasına sebep olurlar, buna yorulma aşınması denir. Bu aşınmalar dişli çarklarda rulmanlı yataklarda ve yuvarlanma hareketi yapan mekanizmaların yüzeyinde görülür.

5.1.4. Eroziyon Aşınma

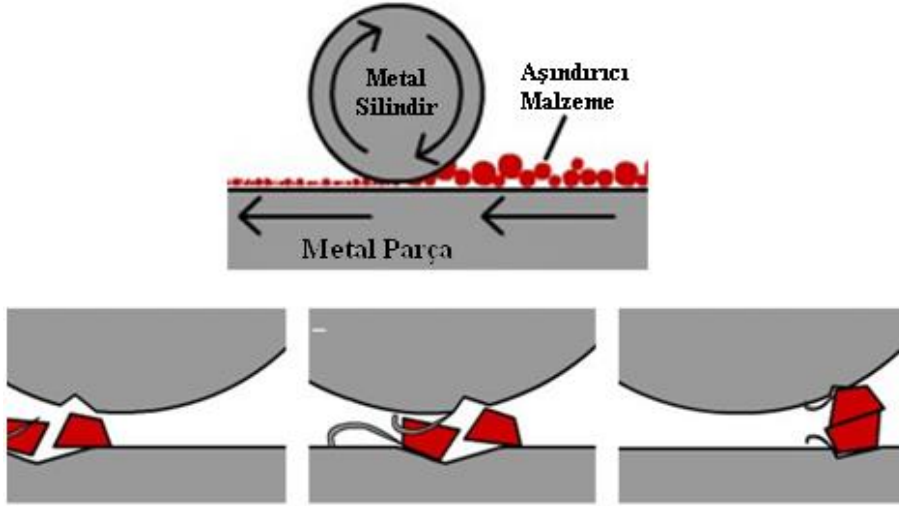
Eroziyon aşınma, bir sıvı veya taşıyıcı içerisindeki sert partiküllerin malzeme yüzeyinden yüksek hızlarda kayması ve yuvarlanması esnasında çok sayıda parça koparması sonucunda meydana gelir. En çok pompalarda, pervanelerde, fanlarda, nozullarda, boru ve tüplerin dirseklerinde görülür [69].



Şekil 5.5. Eroziyon aşınma örnekleri.

5.1.5. Öğütmeli Aşınma

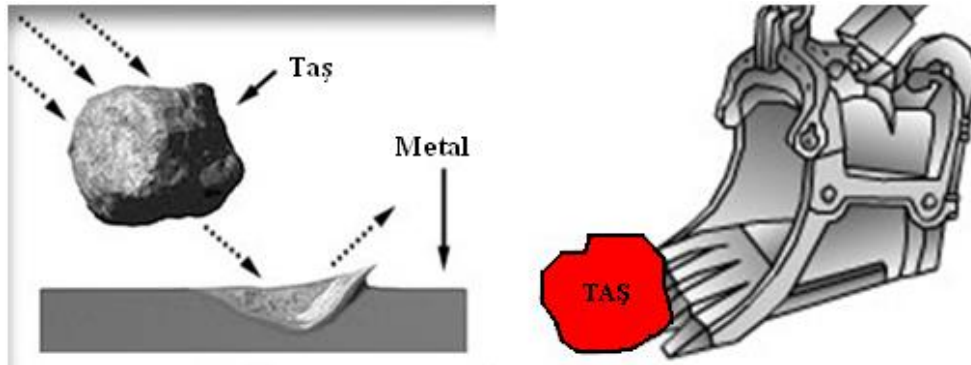
Yüksek basınç altındaki partiküllerin metal yüzeyi ile düşük hızlarda karşılaşmaları sonucunda metal yüzeyinden parçacıkların kesilip çok sayıda ufak çizikler açılarak kopartılması sonucu meydana gelir. En çok buldozer ve kepçe kesici uç yüzeylerinde aşınma sonucu körleşme oluşur. Bilyalı değirmenlerde görülür.



Şekil 5.6. Öğütmeli aşınma örneği.

5.1.6. Oymalı Aşınma

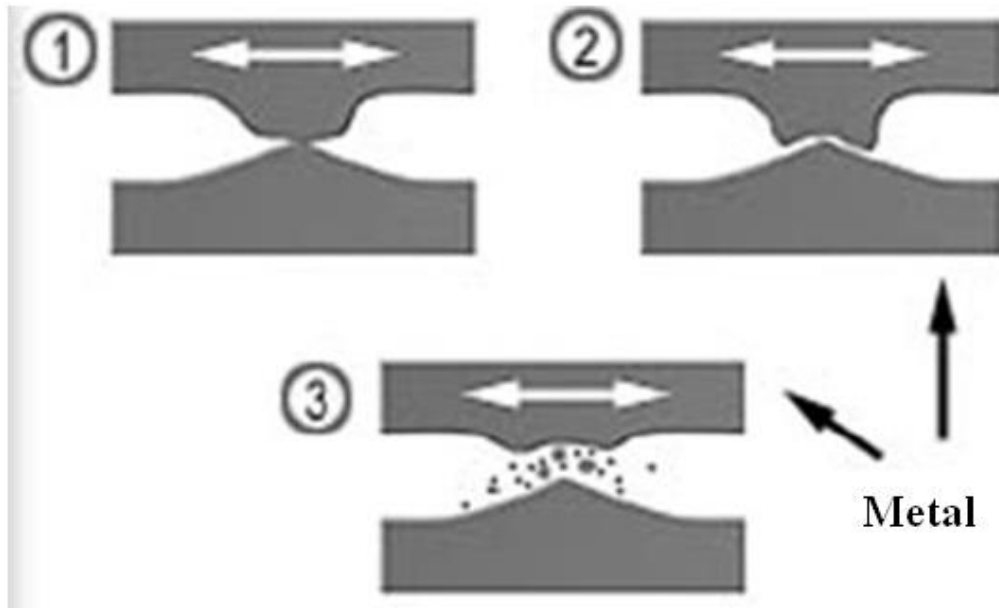
Bu aşınma tipi malzeme yüzeyinin çok yüksek gerilmelerdeki çarpma durumlarında yüzeyden bir parçanın kesilerek veya oyularak kopması sonucu meydana gelir. En çok hafriyat, madencilik ve petrol kuyularının delme işlemi yapan parçalarda görülür [69].



Şekil 5.7. Oymalı aşınma örnekleri.

5.1.7. Kazınmalı Aşınma

Bu aşınma tipi mikro kaynaşmanın meydana geldiği adhezif aşınmaya benzer, farkı ise adhezif aşınma birbiri üzerinde kayan yüzeylerde olurken kazınmalı aşınmada birbirine göre hareket etmeyen yüzeylerde gözükür. Titreşimli ortamda çalışan somun, perçin gibi bağlantı elemanları ve otomobil şaftlarının birleşme noktalarında ve yataklarında çok rastlanılan bir hasar tipidir [69].



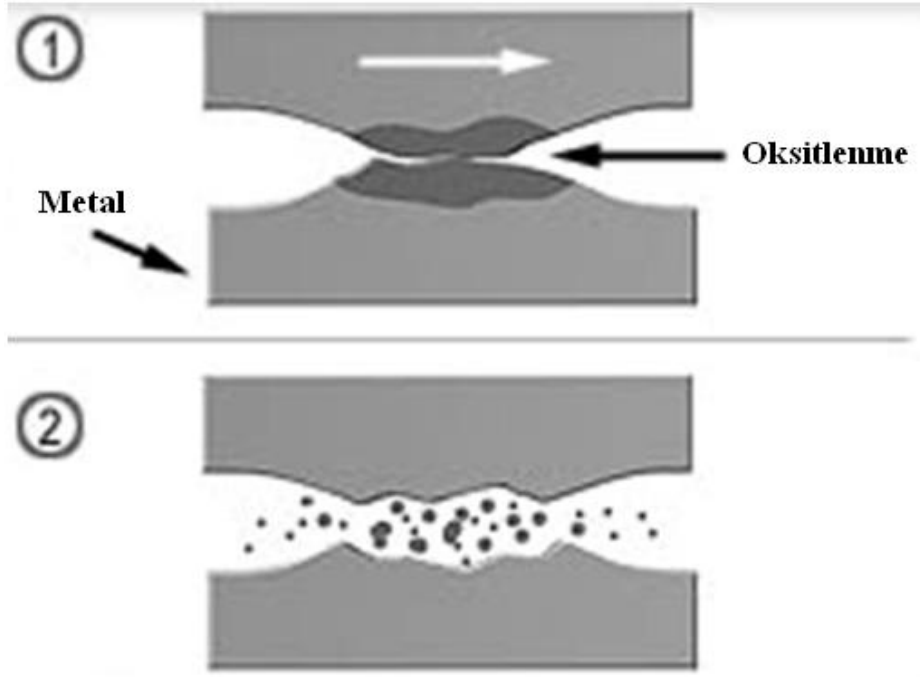
Şekil 5.8. Kazınmalı aşınmanın meydana gelişinin şematik olarak gösterimi.

5.1.8. Korozyif Aşınma

Bu aşınma tipinde çalışma ortamıyla parça yüzeyleri arasındaki etkileşim önemli rol oynar. Korozyif aşınma iki kademede gerçekleşir:

- a) Temas halindeki yüzeyler ortamla reaksiyona girer yüzeyde bir tabaka oluşur.
- b) Daha sonra temas noktasında çatlak oluşur veya abrazif etkiden dolayı oluşan tabaka hasara uğrar.

Burada en önemli faktör pastır. Bu ise okside neden olur. Oksitten korunmak için kaplama yapmak, reaksiyona girmeyecek alaşım elemanları seçmek gerekir.



Şekil 5.9. Korozyon aşınmanın meydana gelişinin şematik olarak gösterimi.

6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Üretilen numunelerde matris olarak Ni ve Al tozları, takviye elemanı olarak da yüksek karbonlu FeCrC tozu kullanılmıştır. Kullanılan Ni ve Al tozlarının boyutu 100 μm , FeCrC tozunun boyutu +37 -63 μm ' dir. FeCrC tozu için FeCrC ferro-alyaj çeneli kırıcıda öğütölüp 1-5 mm boyutuna düşürölüp, ardından halkalı değirmende öğütöldükten sonra, elekler yardımı ile elenip -63 μm boyutuna getirilmiştir. Ni, Al ve FeCrC tozlarının kimyasal bileşimleri Tablo 6.1, Tablo 6.2 ve Tablo 6.3'te verilmiştir. Ni, Al ve FeCrC tozları birlikte mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulmuştur. Mekanik alaşımlamada Spex tipi (1200 dev./dak.) yüksek enerjili öğütücü kullanılmıştır. Öğütücüde bilye çapı 10 mm olarak, bilye/toz oranı=10/1 olarak ve mekanik alaşımlama süresi 1, 2 ve 4 saat olarak seçilmiştir.

Tablo 6.1.Kullanılan Ni tozunun kimyasal kompozisyonu (%).

Ni	Diğer
99,98	0,02

Tablo6.2.Kullanılan Al tozunun kimyasal kompozisyonu (%).

Al	Fe	Si	Cu	Zn	Ti	Diğer
99,5	0,4	0,25	0,05	0,05	0,04	0,01

Tablo6.3.Kullanılan FeCrC tozunun kimyasal kompozisyonu (%).

C	S	Cr	Fe	Si	P
7,6	0,003	70	20,7	1,6	0,03

Mekanik alaşımlama işleminde takviye oranı ağırlıkça %5 ile %30 arasında belirlenmiştir. Mekanik alaşımlama işleminden sonra elde edilen karışıma yağlayıcı amaçlı olarak %2 miktarında çinko stearat katılarak 24 MPa'lık bir kuvvet altında sıkıştırma işlemi uygulanmıştır. Numuneler sıkıştırma işleminden sonra sinterlenmiştir. Sinter sıcaklığı 900-1100°C, sinter süresi ise 1-3 saat olarak belirlenmiştir. Tablo 6.4'te üretilen numuneler ve numunelere uygulanan deney parametreleri verilmiştir.

Tablo 6.4. Üretilen numuneler ve uygulanan deney parametreleri.

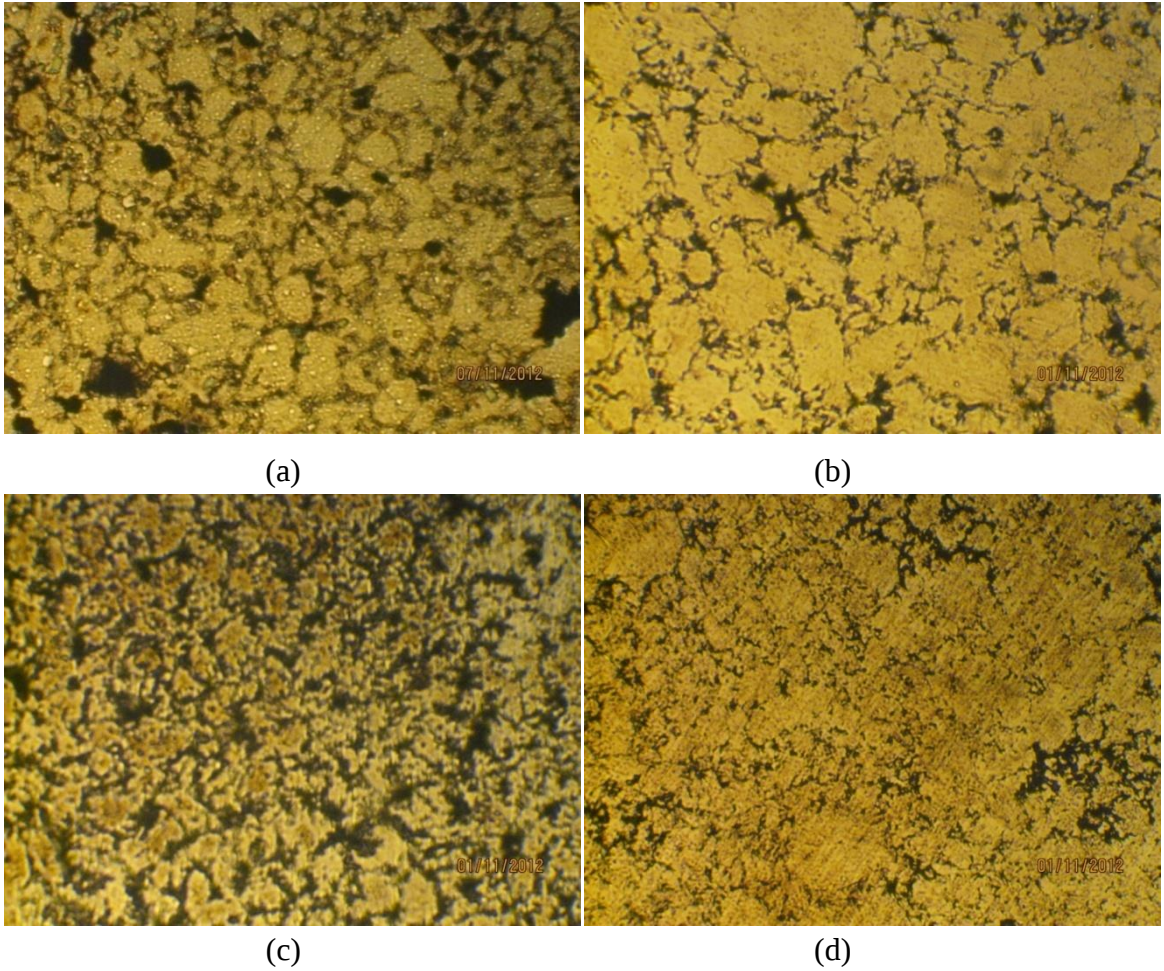
Numune No.	Sinter Sıcaklığı (°C)	Sinter Süresi (Saat)	Öğütme Süresi (Saat)	Takviye Oranı (% ağı.)
N1.1	800	1	1	10
N1.2	800	2	1	10
N2.1	900	1	1	0
N2.2	900	1	1	5
N2.3	900	1	1	10
N2.4	900	1	1	20
N2.5	900	1	1	30
N3.1	900	2	1	5
N3.2	900	2	1	10
N3.3	900	2	1	20
N4.1	1000	2	1	0
N4.2	1000	2	1	5
N4.3	1000	2	1	10
N4.4	1000	2	1	20
N5.1	1100	2	1	5
N5.2	1100	2	1	10
N5.3	1100	2	1	20
N6.1	1100	3	1	5
N6.2	1100	3	1	10
N6.3	1100	3	1	20
N7.1	1000	2	2	5
N7.2	1000	2	2	10
N7.3	1000	2	2	20
N8.1	1000	2	4	5
N8.2	1000	2	4	10
N8.3	1000	2	4	20
N9.1	600	1	1	10
N9.2	600	2	1	10
N10.1	700	1	1	10
N10.2	700	2	1	10
Ni	1000	2	1	0
Ni+FeCrC	1000	2	1	10
S1.5	1000	2	1	10

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

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

6.1. Optik İncelemeler

Mikroyapı görüntüleri için numuneler zımparalama ve parlatma işlemlerinden sonra nitrik asetik asit çözeltisi ile dağlanıp, dağlanan yüzeylerin optik mikroskopta fotoğrafları çekilmiştir. Numunelerin optik fotoğrafları EK 1’de verilmiştir. %10 takviyeli 2 saat sinterlenmiş ve 1 saat mekanik alaşımlanmış numunelerin 800, 900, 1000, 1100 °C sıcaklıkta sinterlenmeleri sonrası mikroyapı görüntüleri şekil 6.1’de verilmiştir.



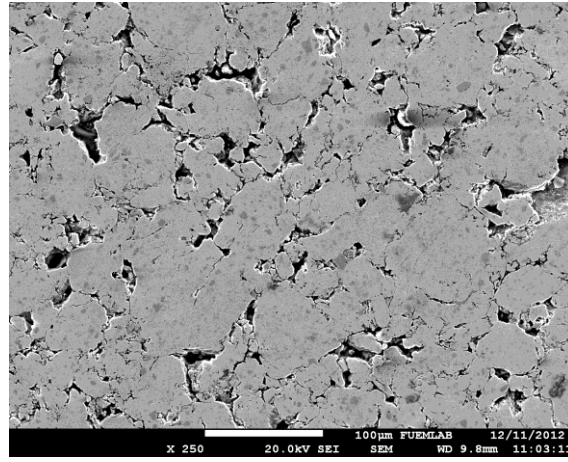
Şekil 6.1. Sıcaklık Değişimine göre numunelerin optik görüntüleri (5x15 Büyütme): **a)** 800 °C, **b)** 900 °C, **c)** 1000 °C, **d)** 1100 °C

Sinter sonrası sıcaklığın yapıdaki tane ebadı, karbürlerin ebadı ve difüzyon üzerinde etkili olduğu görülmektedir. Sıcaklık artışı ile birlikte yapıdaki tane sınır boşlukların oranı azalmıştır. Ayrıca yapıdaki karbürlerin ebatlarının düştüğü ve büyük ebatlı karbürlerin difüze oldukları görülmektedir. Tüm numunelerin optik fotoğrafları EK 1’de verilmiştir.

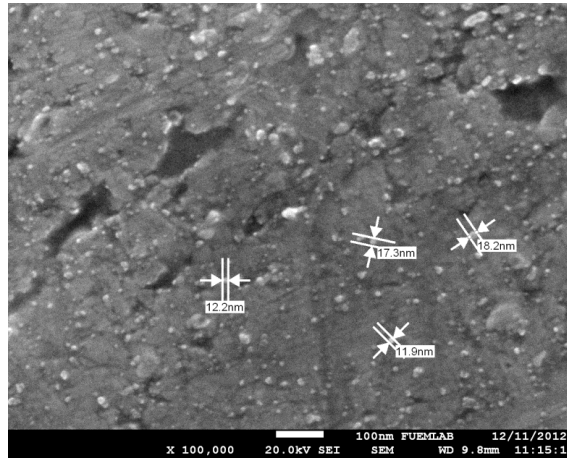
6.2. SEM Görüntüleri ve EDX Analizleri

Deney parametrelerine göre belirlenmiş bazı numunelerin SEM görüntüleri alınıp EDX analizleri ile elementsel konsantrasyon değişimleri tespit edilmiştir. Numunelerin SEM görüntüleri ve EDX analizleri sırasıyla EK 2 ve EK 3’te verilmiştir.

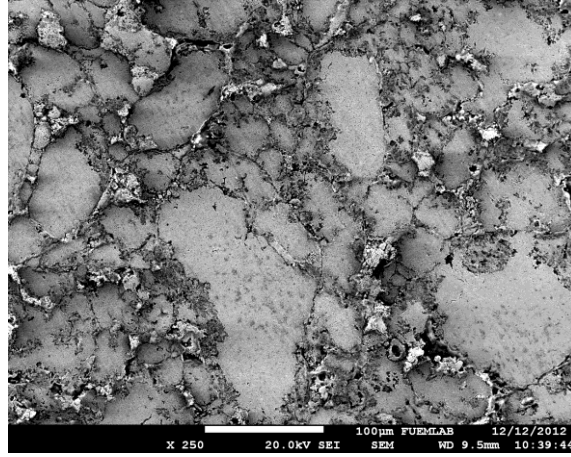
Sinterleme esnasında Ni ve Al tozları arasındaki ekzotermik reaksiyon ısı üretir. Bu ısı yoğunlaştırılmış katı alan temasının sağlandığı şartlarda difüzyon hızının artmasını sağlar ve daha yoğun bir yapının oluşmasına vesile olur. Oluşan fazların tipi ve miktarı M.A. süresine, takviye miktarına (% ağı.), sinter sıcaklığı ve süresine bağlıdır. N1.1 ve N7.2 numunelerinin mikroyapı görüntüleri Şekil 6.2a,b ve c’de verilmiştir.



(a)



(b)



(c)

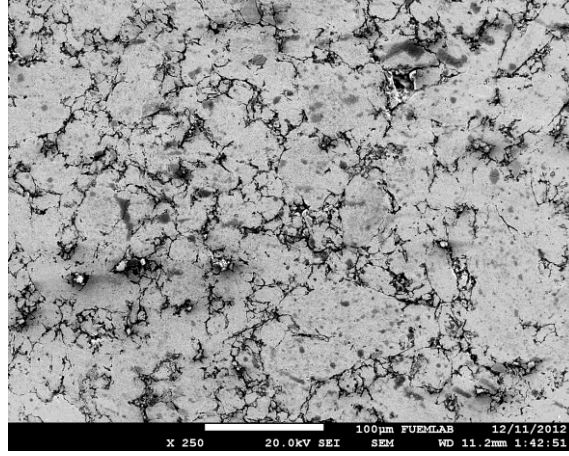
Şekil 6.2. N1.1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü: a) X250, b) X100000, c) N7.2 numunesi için X250.

SEM fotoğraflarından görüldüğü gibi; M_7C_3 karbürleri ve intermetalikler mikroyapı içinde paçacıklar halinde homojen bir şekilde dağılmıştır. M_7C_3 karbürlerinin varlığı intermetaliklerin şekillerini değiştirmiştir. XRD diyagramlarından görüldüğü gibi; krom karbürlerin takviye olarak kullanılması intermetalik faz oluşumunu engellemiştir. Mikroyapı Ni, Ni_3Al , $NiCrFe$, $NiAl$, Cr_7C_3 ve $Cr_{23}C_6$ fazlarından oluşmakta ve matris ise α -Ni fazı ve Ni_3Al intermetalliği içermektedir. Krom karbür miktarındaki artış intermetalik oluşumunu bastırmıştır.

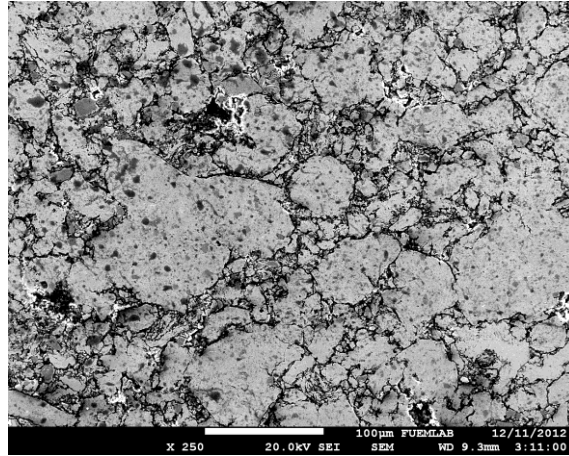
Ni, Al ve FeCrC tozları karıştırılarak M.A. işlemi sonucu elde edilen kompozitin dokusunda $NiCrFe$ katı çözeltisi oluşmuş ve bu katı çözeltinin sertliği yaklaşık 150-400 HV aralığında değişmiştir. Aynı yapıda, bazı bölgelerde Ni_3Al ve krom görülmektedir ve bu bölgelerin sertliği 500-800 HV olarak belirlenmiştir. MA süresi Ni_3Al konsantrasyonunu arttırmıştır ve süre 1 saatin üstüne çıkınca $M_{23}C_6$ karbürleri oluşmuştur. Sinterleme sıcaklığındaki artış Ni_3Al konsantrasyonunu yükseltmiştir fakat sinter sıcaklığının 1000 °C nin üzerinde uygulanması ile yapıda, kırılgan yapısından dolayı istenmeyen $M_{23}C_6$ karbürleri oluşmuştur. Takviye miktarı artırıldığında, takviye miktarı %30 olana kadar yapı içinde Ni_3Al oluşumu görülmüştür. Bu oranın üstünde matris daha fazla krom çözündüremediğinden yapıda karbürler oluşmaya başlamıştır.

SEM fotoğraflarından görüldüğü gibi numuneler özellikle Ni, Ni_3Al , $NiAl$, M_7C_3 ve diğer ikincil fazları içermektedir. Metalografik muayeneler ve XRD sonuçlarına bakıldığında, M_7C_3 takviyesinin var olduğu durumlarda $NiAl$ fazının hacimsel oranı %80-85 dir.

N2.2 ve N2.4 numunelerinin SEM görüntüleri Şekil 6.3a ve b'de verilmiştir. Mekanik alaşımlama süresi, sinter sıcaklığı ve sinter süresi sabit tutulup takviye oranı değiştirilmiştir.



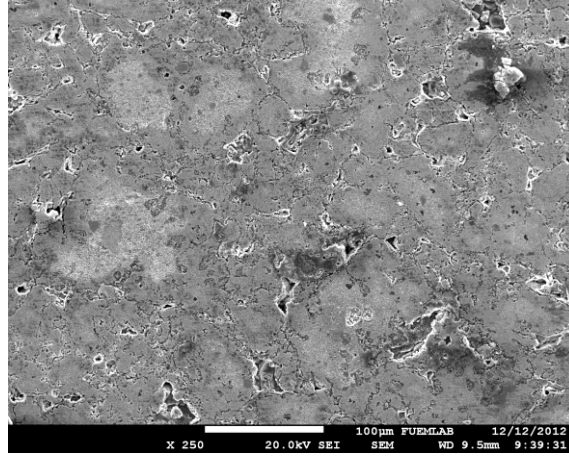
(a)



(b)

Şekil 6.3. Numunelerin SEM mikroyapı görüntüleri (X250) **a)** N2.2, **b)** N2.4.

Takviye oranı artışının tane ebadını düşürdüğü, intermetalik faz oranını azalttığı ve karbür oranını artırdığı görülmüştür. Dağlama çözeltisi, NiAl veya NiCrFe'e göre Ni_3Al ile daha hızlı etkileşime girmiştir. Beyaz fazlar veya çökelti fazları NiAl, gri faz veya matris ise Ni_3Al dir. Numunelerin mikroyapı fotoğraflarından; M_7C_3 parçacıkları matris içinde kısmen çözündüğü ve miktarının azaldığı görülmektedir. M_7C_3 karbürü oluşum sıcaklığına ve intermetalik fazlarının entalpisine bağlı olarak matris tane boyutu üzerinde etkili olmuştur.



(a)



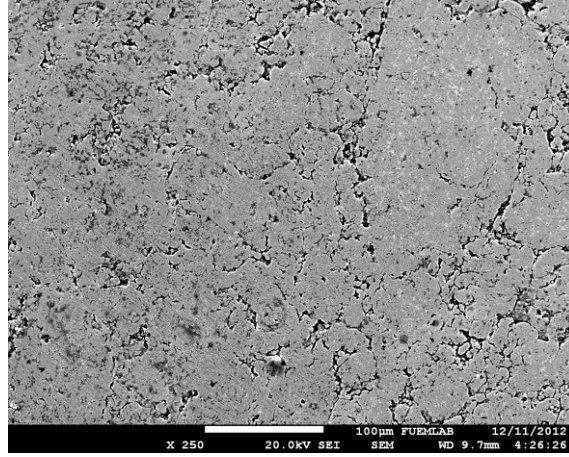
(b)

Şekil 6.4. N4.3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüleri: a) X250, b) X100000.

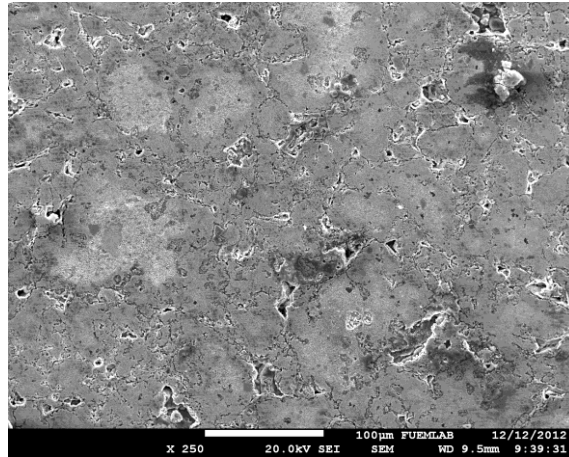
N4.3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü Şekil 6.4'te verilmiştir. Ni_3Al 'nin sinterlenmesi ardışık birkaç adımdan oluşan karmaşık bir reaksiyon sonucunda meydana gelmektedir. İlk olarak alüminyumca zengin NiAl_3 oluşur. Daha sonra, bu faz Ni fazı ile reaksiyona girerek NiAl yi oluşturur. NiAl 'nin civarındaki Ni mevcudiyetine bağlı olarak Ni_3Al oluşur. Sonuç olarak, sinter esnasında reaksiyon tamamlanmadan NiAl ve Ni_3Al intermetalik fazları birlikte bulunur. Mikroyapıya bakıldığında M_7C_3 partiküllerinin kısmen çözüldüğü ve boyutlarının 2-5 μm düştüğü görülmüştür. EDS analizlerine bakıldığında Cr, Fe ve C atomlarının matriste çözüldüğü görülmüştür. Dahası, bu atomların çözünmesi mikroyapıyı değiştirmiştir ve M_7C_3 oranındaki artış Ni_3Al fazının hacimsel %'sini etkilemiştir. Mikroyapı değişimi üzerinde M_7C_3 karbürünün çözünmesi etkindir, çünkü Cr, Fe ve C atomlarının varlığı Ni_3Al nin kimyasal potansiyelini ve NiAl oluşum sisteminin sıcaklığını düşürür.

Stokiometrik Ni-Al bileşimi %50 sıvı faz olduğu ve sinter sıcaklığının 600-700 °C

arası olduđu zaman oluşur, bundan dolayı sinter sıcaklığı kademeli olarak 600 den 1100 °C'e yükselir. N4.3 ve N5.2 numunelerinin mikroyapı fotoğrafları karşılaştırıldığında N5.2 numunesinde tane sınırlarındaki ikincil fazların boyutlarının arttığı görünmüştür. (Şekil 6.5 ve şekil 6.6)



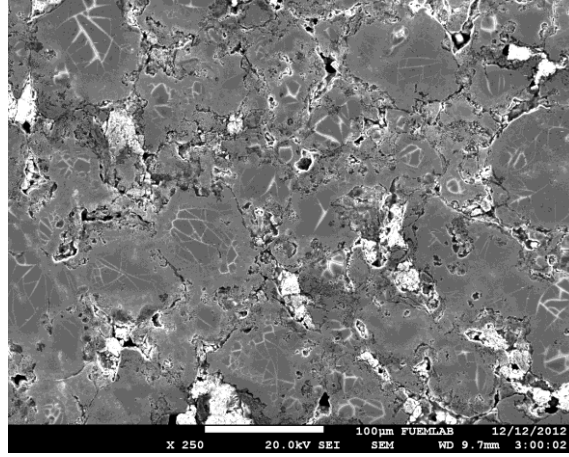
Şekil 6.5. N5.2 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü (X250).



Şekil 6.6. N4.3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü (X250).

M_7C_3 takviye tanecikleri yapı içinde ekzotermik reaksiyon ile çözülmüşlerdir. Bu çözünüm M.A. işlemi esnasında gerçekleşmiştir ve ekzotermik reaksiyon sıcaklığı M_7C_3 takviye partiküllerinin çözünme sıcaklığına erişmiştir. Tane sınırındaki ikincil fazların ve boşlukların boyutları artmış ve sinter sıcaklığındaki yükselişe bağlı olarak tane boyutu düşmüştür. M_7C_3 takviyesinin artışı çözünme oranını ve reaksiyon sıcaklığını değiştirmiştir. Sinter sıcaklığı alüminatlar ve benzerlerinin ergime sıcaklığına erişirse yapı içerisinde istenmeyen ergime sıcaklığı düşük empürite veya bunların gaz formları oluşur. Bunun sonucunda bölgesel olarak büyük boşluklar oluşur. Numune N8.2'de 1000 C deki sinter

esnasında alüminyumca zengin fazın erimesi sonucu yeni bir mikroyapı oluştuğu düşünülmektedir.



Şekil 6.7. N8.2 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü (X250).

Sinter reaksiyonu katı Ni ve Al'ce zengin sıvının etkileşimini kapsar. Bu etkileşim türü çoğunlukla bir reaksiyon difüzyon modeli ile açıklanır. Ürün katmanındaki büyüme kütle transferine bağlıdır ve büyüme katmanının çözünmesiyle alakalı değildir. Örnek verecek olursak, Ni'nin doymamış Al sıvısı içerisindeki çözünmesi gösterilebilir. Bu olay esnasında Ni_3Al 800 °C nin üzerinde oluşur. İlk katman Al_3Ni içeren katı-sıvı etkileşimi sonucu oluşur. Aynı anda sıcaklık sürekli olarak yükselir ve katmanın kademeli olarak çözünmesine yol açar. Sıcaklık 800 °C olduğunda Al_3Ni erimeye başlar. Ni parçacıkları ile temas halinde olan Al_3Ni katmanı Ni açısından daha zengin fazların oluşumuna yol açar. Daha da önemlisi, mikroyapı mekanik alaşımlanmış Ni-Al tozlarının üzerinde etkisi olan yaygın bir reaksiyon mekanizması sonucu oluşur. SEM mikroyapılarına ve XRD sonuçlarına bakıldığında M_7C_3 karbürlerinin çözünmesi rahatlıkla görülebilir. Numunelerde üretim parametrelerine bağlı reaksiyon bölgesindeki sıcaklık kaybı reaksiyonun tamamlanmamasına sebep olur. 600 °C lik sinter sıcaklığı için M_7C_3 karbür çözünmesi karbürün merkezinde olur ve 800 °C de ise bazı karbürlerin tamamında görülebilir. Si atomlarının M_7C_3 den Ni matrise difüzyon oranı, Ni ve Al atomlarının matristen M_7C_3 e difüzyon oranından daha yüksektir. Bundan dolayı, Kirkendal etkisi sonucu M_7C_3 karbür çözünmesi sonucunda boşluklar ortaya çıkar. XRD sonuçlarına bakıldığında N4.3 numunesinde çözünmemiş M_7C_3 karbür oranı azalmış ve NiAl intermetalikleri oranı artmıştır.

M_7C_3 -NiAl kompozitlerinin mikrosertlikleri tablo 6.5'te verilmiştir. Numunelerin

mikrosertlik deęerleri dięer arařtırmacıların raporladıęı alıřmalardaki NiAl deęerlerinden daha yksektir. Bunların arasındaki mikrosertlik farkının sebebi muhtemelen yksek i gerginlikler olabilir. Kompaktlanmıř numuneler hacimce yaklařık %1-3 arasında bořluk ierir. Sinter sıcaklıęındaki ykselme veya yapıdaki matris NiAl fazının miktarındaki dřř numuneler ierisindeki bořluk yzdesinde nemli bir deęiřiklięe sebep olmamıřtır. M_7C_3 -Ni-Al kompozitlerdeki yoęunlařma mekanizması saf NiAl kompozitlerindeki oluřum mekanizmasına gre farklı olabilir. M_7C_3 -Ni-Al kompozitlerde kk hacimli oranda znmemiř M_7C_3 tanecikleri kalmıřtır. Sinter sıcaklıęının ykselmesi ile yapıda intermetalik fazların oluřum reaksiyonları bařlar ve aynı zamanda sıvı faz oluřumu da gerekleřmiřtir. Reaksiyonun ilerlemesi ile sıvı fazın miktarında dřř grlmřtr. Sıvı faz, ekzotermik reaksiyonun tamamlanması ile kaybolur. Ancak, sıvı fazın kısa bir sre varlıęı, paracıkların ikincil blgelerde yoęunlařması aısından (bu periyot esnasında) fayda saęlar. M_7C_3 -Ni-Al kompozitlerde ekzotermik reaksiyondan kaynaklanan ısı retimi ve sıvı faz miktarı saf Ni-Al ile karřılařtırıldıęında daha azdır. Sonu olarak, yoęunlařtırma iin gereken zaman daha fazladır. Matris fazının miktarı dřk olduęunda sıvı fazın miktarı btn bořlukları doldurmak iin yeterli gelmez (řekil.6.6 ve řekil 6.7).

Tablo 6.5. Adiyatik sıcaklık, mikrosertlik, fazların oluřum entalpileri ve tane ebatları.

	Sinter Sıcaklıęı (°C)	Adiyatik Sıcaklık (°C)	Matris	Ni ₃ Al			M ₇ C ₃ Takviye	
			Mikrosertlik (HV)	Mikrosertlik (HV)	Ebat (nm)	Entalpi (J/mol)	Mikrosertlik (HV)	Ebat (m)
N1.2	800	750	132	571	9-19	7.8	1926	3,2
N3.2	900	-	404	673	20-35	-	1690	4,55
N4.3	1000	-	204	435	15-123	-	947	-
N5.2	1100	-	208	-	83-126	-	-	-
N7.2	1000	-	159	-	55-240	-	1753	-
N8.2	1000	-	206	-	10-160	-	-	-
N1.1	800	785	339	775	12-15	7.2	1427	3,12
N2.2	900	-	496	688	16-20	-	1378	3,92
N2.4	900	-	223	636	15-25	-	1692	2,95
N2.5	900	-	-	-	-	-	-	-
N4.1	1000	-	265	-	-	-	-	-
N9.2	600	1381	-	968	40	1.2	-	-
N10.1	700	1341	-	964	20	0.7	-	-
N10.2	700	1334	-	800	10	0.04	-	-

6.3. XRD Analizleri

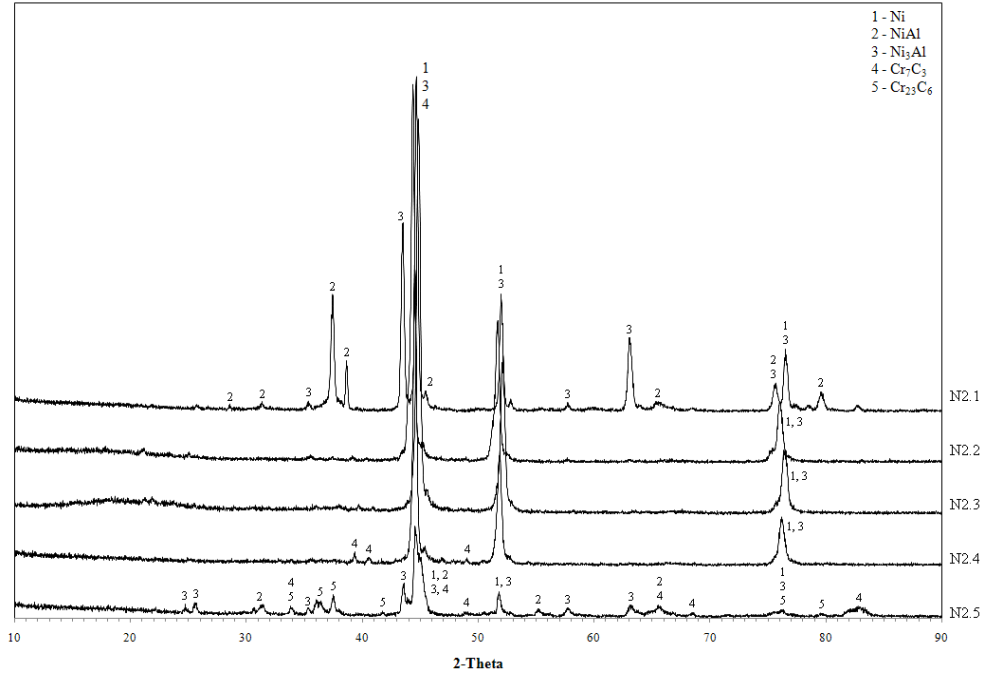
XRD sonuları kompozitlerin bařlıca M_7C_3 , NiAl ve Ni₃Al fazlarını ierdięini gsterir (řekil 6.8-řekil 6.11). Kompozisyon ve ısı sentezi ne olursa olsun

numuneler benzer mikroyapılara sahiplerdir. Sinter sıcaklığının 650 den 850 °C'ye artışı sonrası matris ile M_7C_3 karbürleri arasında daha sorunsuz ve boşluksuz bir geçiş olduğu görülmüştür. Bu olumlu gelişme mikrosertlik değerlerini olumlu etkilemiş ve değerler yükselmiştir. Sıcaklığın daha fazla arttırıldığı 1000 °C'de matris fazının tanelerinin büyümesine yol açtığı ve sertlik değerlerinin düştüğü görülmektedir.

Numunelerde tam yoğun kompaktlar sinter sıcaklığının 15 dk. boyunca 850 °C'de olduğu durumda sağlanmıştır. Kompozitlerin yüksek sinter sıcaklığının altında olduğu durumlarda NiAl nin hacimsel %'si %38'e kadar artmıştır. Bu oranda M_7C_3 ilavesinin etkisi belirginleşir. Sinter sonrası sıcaklık Ni-Al sistemindeki bütün intermetaliklerin ergime sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklığa ulaşır. Bu sıvı fazın oluşumu ve sıvı fazın sinteri boyunca yoğunlaştırması ile sonuçlanır. Yoğunlaştırmanın tamamlanması için gerekli zaman sıvı fazın hacimsel oranına bağlıdır. Bu süre sıvı fazın hacimsel oranının düşmesi ile artar.

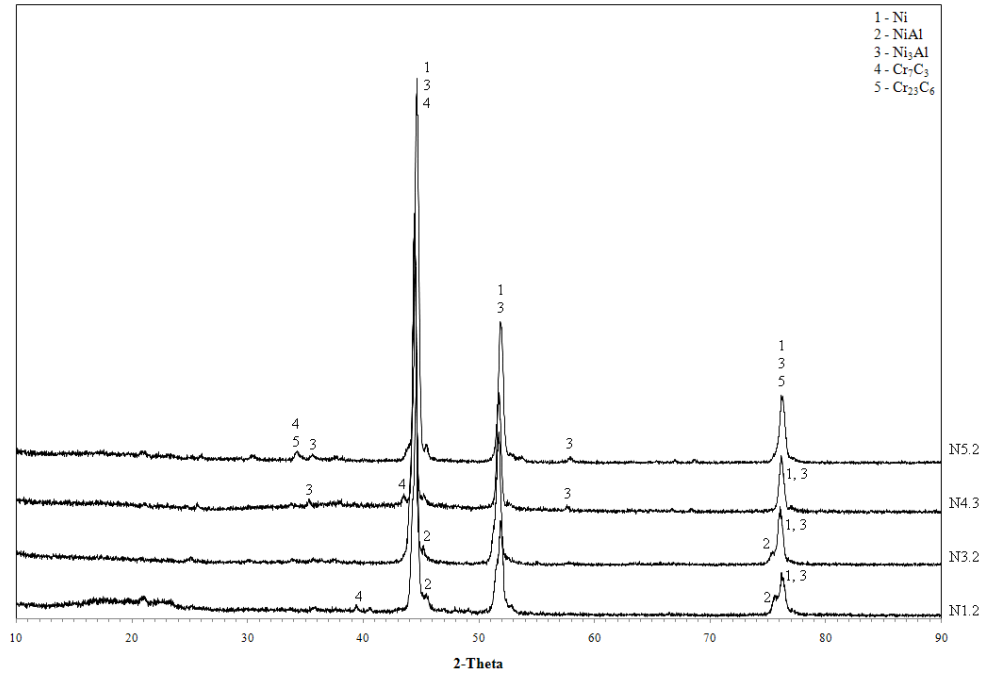
M_7C_3 -NiAl numunelerinin XRD sonuçlarında elementel Ni ya da Al görülmemiştir. Bununla birlikte numuneler karşılaştırıldığında NiAl konsantrasyonu değişmiştir (Tablo 6.4). Numunelerde sıvı fazın oluşumu M_7C_3 ve kompozitlerin diğer bileşenleri arasındaki reaksiyonu arttırır. Cr'un bir bölümü Ni_3Al fazında tüketilmiş olabilir. Mikroyapı Ni_3Al intermetalik matrisinde eş eksenli M_7C_3 taneleri içerir.

Mikroyapıda oluşan faz ve bileşikler tespit etmek amacıyla Bruker D8 Advance markalı cihazda 1,5406 dalga boyunda XRD incelemeleri yapılmıştır. XRD analizleri deney parametrelerine göre belirlenmiş belli numunelere uygulanmıştır. XRD grafikleri deney parametreleri doğrultusunda; sinter sıcaklığı, öğütme süresi, öğütme türü ve takviye miktarı değişimine göre hazırlanmıştır. Takviye miktarı değişimine göre XRD grafiği şekil 6.8'de verilmiştir.



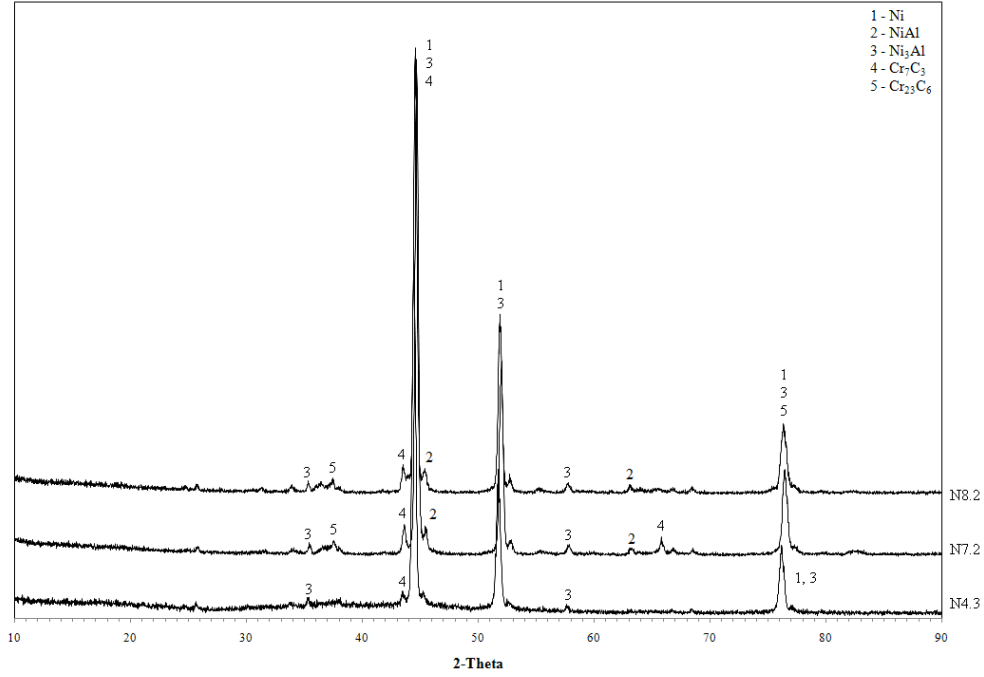
Şekil 6.8. Takviye miktarı değişimine göre XRD grafiği.

Takviye miktarı değişimine göre numunelerin XRD grafikleri incelendiğinde, N2.1 ve N2.5 numaralı numunede diğer numunelere göre daha belirgin NiAl ve Ni₃Al piki görülmüştür. Ayrıca N2.5 numaralı numunedeki karbür pikleri diğer numunelere göre daha belirgindir. Sinter sıcaklığı değişimine göre XRD grafiği Şekil 6.9’da verilmiştir.



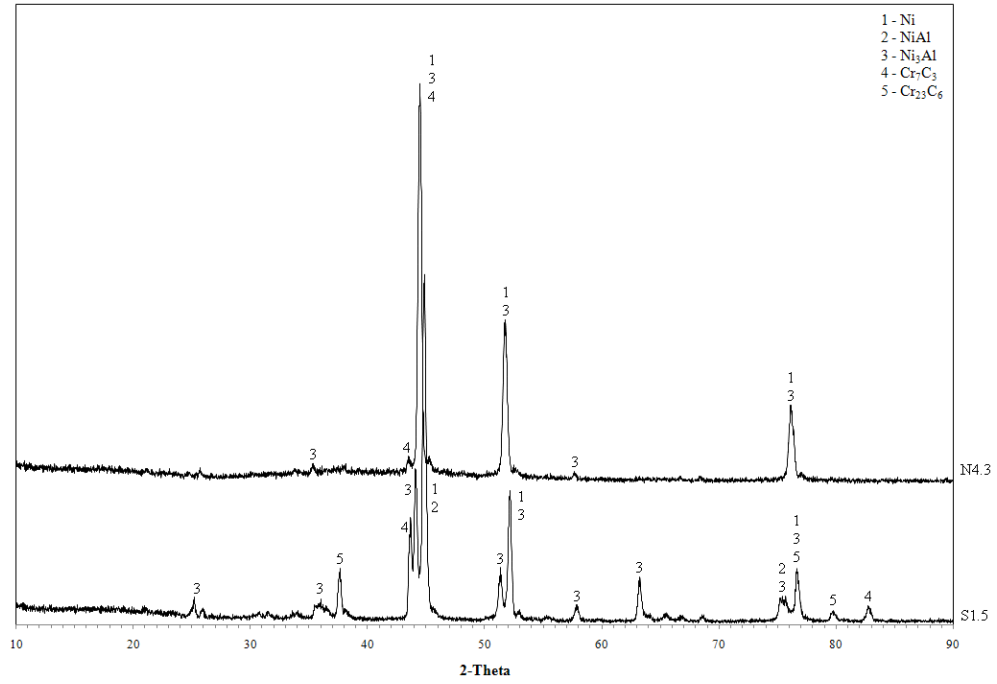
Şekil 6.9. Sinter sıcaklığı değişimine göre XRD grafiği.

Sinter sıcaklığı değişimine göre numunelerin XRD grafikleri karşılaştırıldığında, N1.2 ve N3.2 numaralı numunelerde NiAl oluşumu görülmektedir. Diğer taraftan N4.3 ve N5.2 numaralı numunelerde Ni_3Al piklerinin sayısı artmıştır. Ayrıca diğer numunelerden farklı olarak N5.2 numaralı numunede Cr_{23}C_6 oluşumu görülmüştür. Öğütme süresi değişimine göre XRD grafiği şekil 6.10’da verilmiştir.



Şekil 6.10. Öğütme süresi değişimine göre XRD grafiği.

Öğütme süresi değişimi dikkate alındığında N4.3 nolu numunesinden farklı olarak N7.2 ve N8.2 numaralı numunelerde NiAl ve Cr_{23}C_6 oluşumu görülmektedir. Ayrıca N7.2 numaralı numunede Cr_7C_3 ’e ait pikler daha belirgindir. Öğütme türü değişimine göre XRD grafiği şekil 6.11’de verilmiştir.

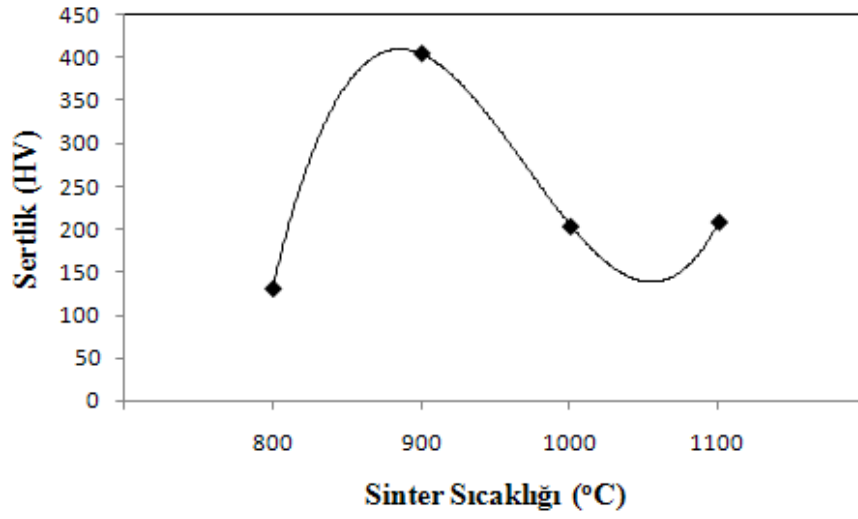


Şekil 6.11. Öğütme türü değişimine göre XRD grafiği.

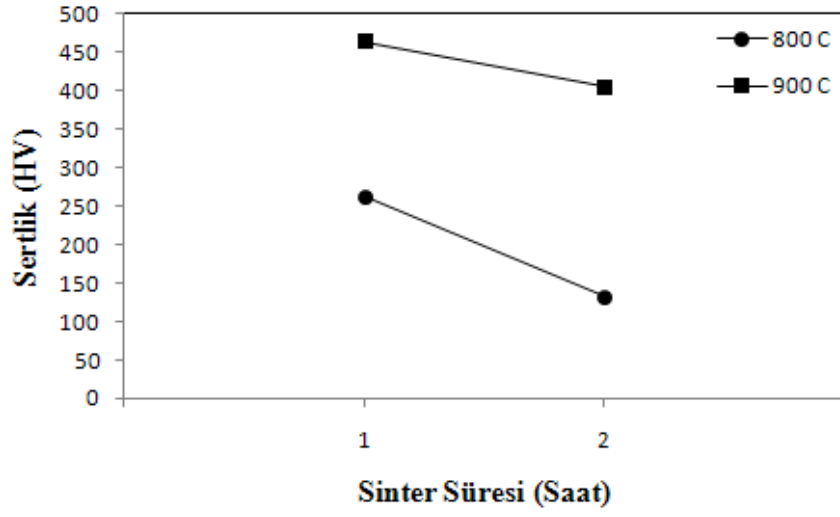
Sadece takviye elemanının öğütüldüğü numune ile matris ve takviye elemanının birlikte öğütüldü numunenin XRD grafiklerini karşılaştıracak olursak, S1.5 numaralı numunede NiAl ve Cr_{23}C_6 oluşumu görmekteyiz. Ayrıca S1.5 numaralı numunede daha belirgin Ni_3Al piki görülmektedir.

6.4. Mikrosertlik

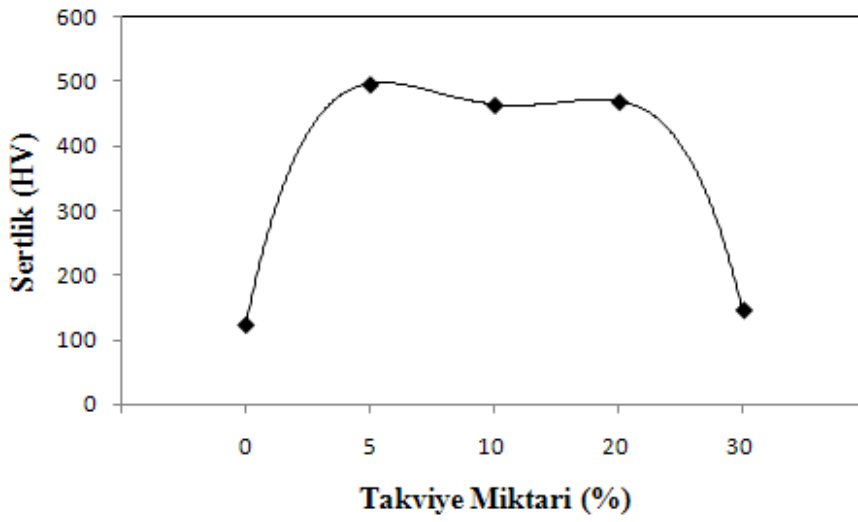
AntonPaar marka mikrosertlik cihazı ile 10 gr yük altında numunelerin yüzeyindeki mikrosertlik değişimi HV olarak belirlenmiştir. Deney parametreleri doğrultusunda sinter sıcaklığı, sinter süresi, öğütme süresi ve takviye miktarı değişimine göre mikrosertlik değişimleri incelenmiştir. Deney parametrelerine göre mikrosertlik değerlerinin değişimleri şekil 6.12’de verilmiştir.



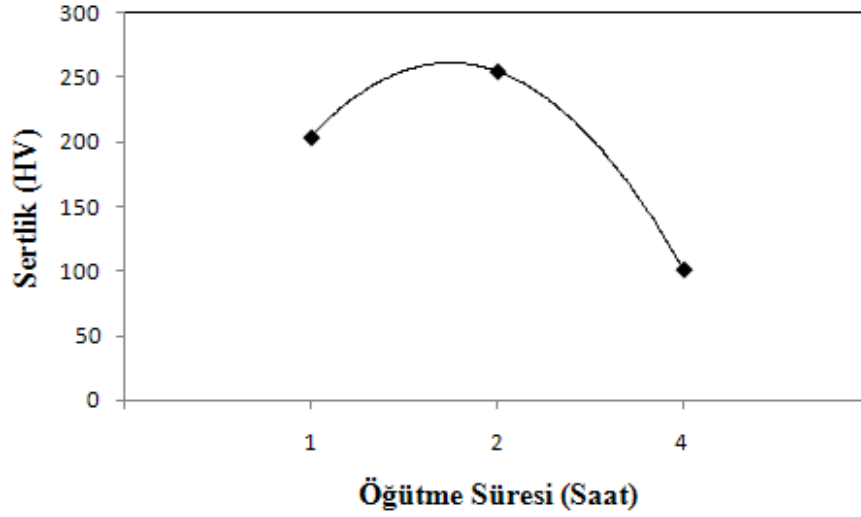
(a)



(b)



(c)



(d)

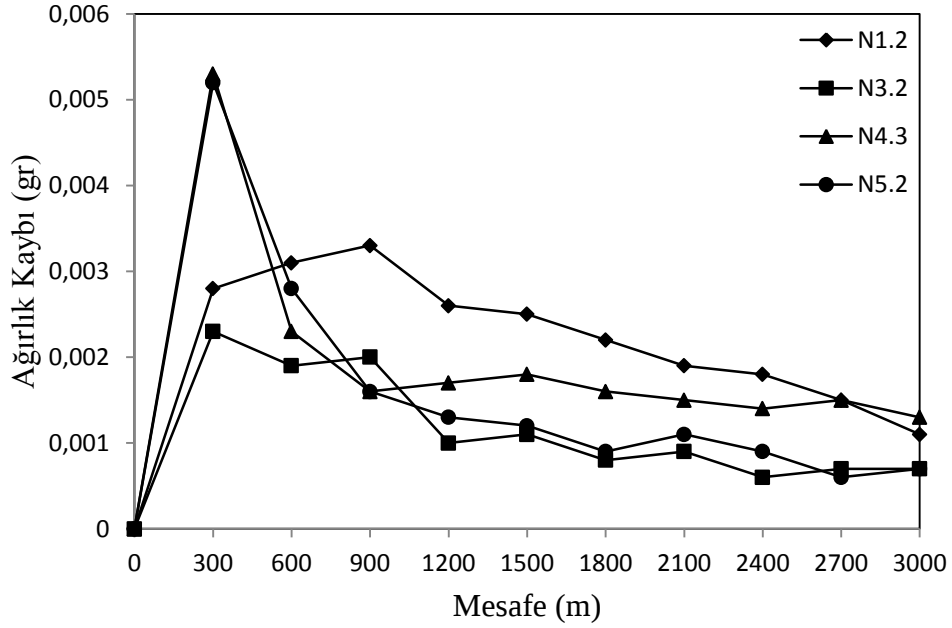
Şekil 6.12. Deney parametrelerine göre mikrosertlik değerlerinin değişimleri: **a)** Sinter sıcaklığı değişimine göre, **b)** Sinter süresi değişimine göre, **c)** Takviye miktarı değişimine göre, **d)** Öğütme süresi değişimine göre.

Sinter sıcaklığı değişimine göre numunelerin mikrosertlik değerleri incelendiğinde en yüksek sertlik değerinin 900 °C’de, en düşük sertlik değerinin ise 800 °C’de olduğu görülmektedir. Sinter süresi değişimi ele alındığında, hem 800 °C’de hem de 900 °C’de üretilen numunelerde sinter süresi artışı ile mikrosertlik değerinde düşüş görülmüştür. Numunelerdeki takviye miktarı değişimi ele alındığında, eklenen takviye miktarı ağırlıkça %5, %10 ve %20 iken mikrosertlik değerleri takviyesiz numunenin mikrosertlik değerine göre yüksek olduğu görülmüştür. Ancak, mikrosertlik değerlerindeki bu artış %30 takviye miktarında görülmemiştir. Öğütme sürelerinin mikrosertlik değerleri üzerindeki etkileri karşılaştırıldığında, 2 saat’lik öğütme süresindeki sertlik değerlerinin maksimum, 4 saat’lik öğütme süresindeki sertlik değerlerinin minimum olduğu görülmektedir.

6.5. Aşınma Testleri

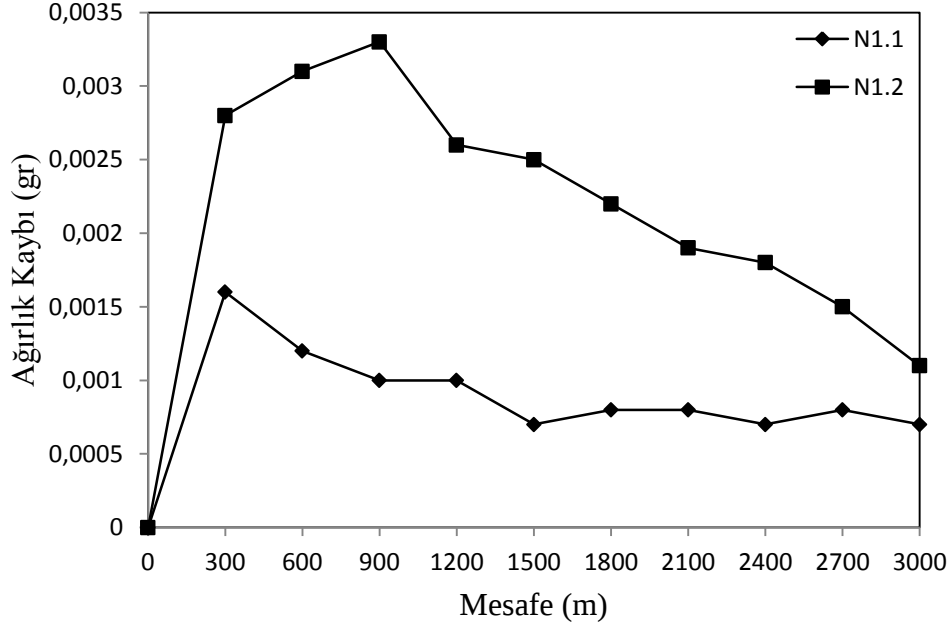
Üretilen numunelerin aşınma davranışlarını belirlemek için numuneler adhesiv aşınma testlerine tabi tutulmuştur. Bu testlerde pin-on disc yöntemi kullanılmış olup testler sırasında elmas aşındırıcı kullanılmış ve aşındırıcının dönüş hızı dakikada 66,7 devir olarak belirlenmiştir. Numuneler 40 N yük altında 3000 m mesafe tamamlamış olup her 300 m’de ağırlık kayıpları ölçülmüştür. 40 N yük haricinde 20 N ve 60 N’luk yükler altında da testler yapılmıştır.

Deney parametrelerine göre belirlenmiş numunelere aşınma testleri uygulanarak numunelerin aşınma davranışları test edilmiştir. Bu testlerde numunelerin mesafe değişimine ve uygulanan yük değişimine göre ağırlık kaybı üzerinden aşınma davranışları incelenmiştir. Sinter sıcaklığı değişimine göre numunelerin aşınma grafiği şekil 6.13'te verilmiştir.



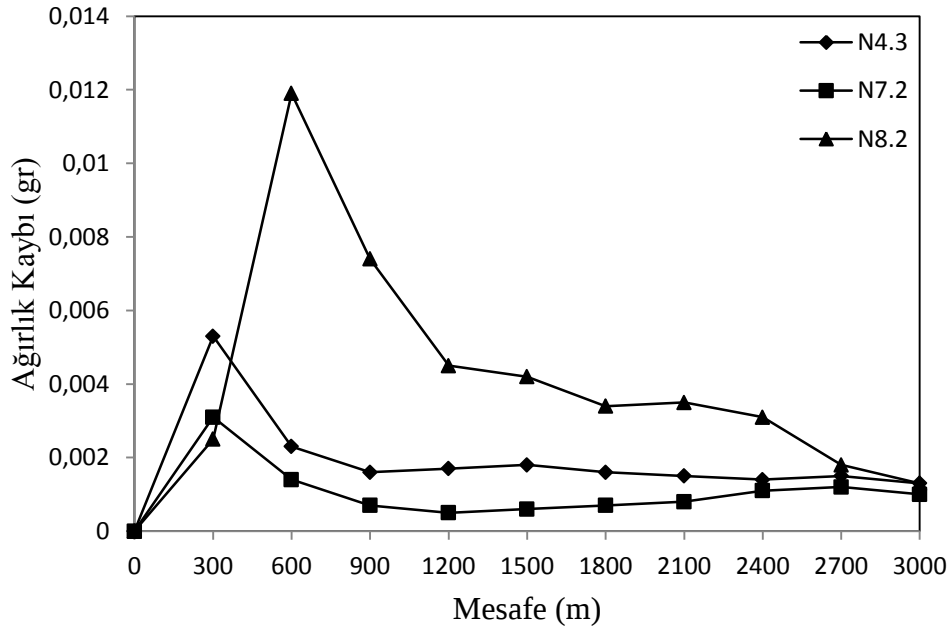
Şekil 6.13. Sinter sıcaklığı değişimine göre numunelerin aşınma grafiği.

Sinter sıcaklığı değişimine göre numunelerin aşınma grafiğine baktığımızda, N4.3 ve N5.2 numaralı numunelerin 300 m mesafedeki ağırlık kayıplarının daha fazla olduğu görülmektedir. Sinter süresi değişimine göre numunelerin aşınma grafiği şekil 6.14'te verilmiştir.



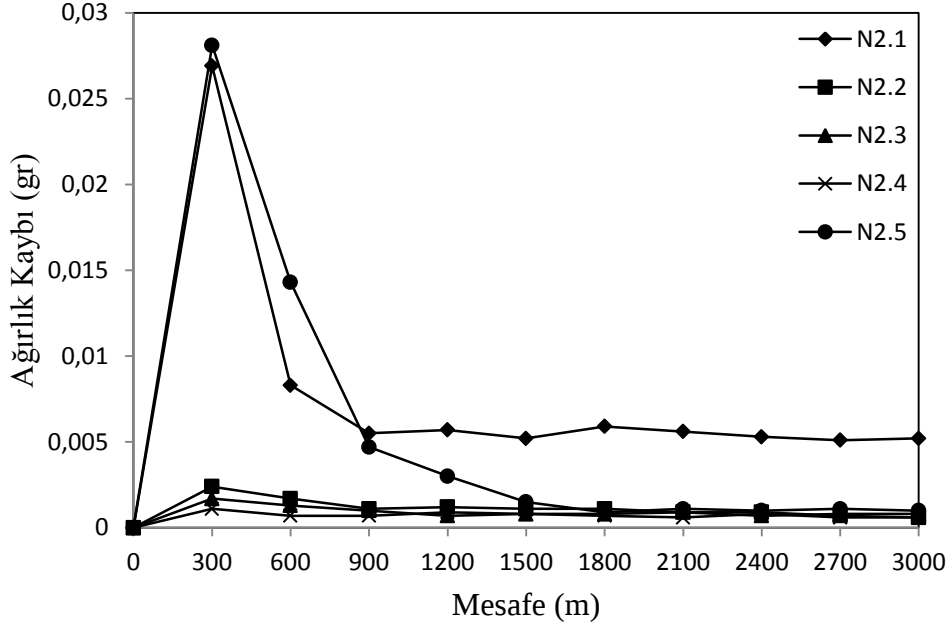
Şekil 6.14. Sinter süresi değişimine göre numunelerin aşınma grafiği.

Sinter süresi değişimine göre numunelerin aşınma grafiğine baktığımızda, N1.2 numaralı numunenin her mesafe noktasında daha yüksek ağırlık kayıplarına sahip olduğu görülmektedir. Öğütme süresi değişimine göre numunelerin aşınma grafiği şekil 6.15'te verilmiştir.



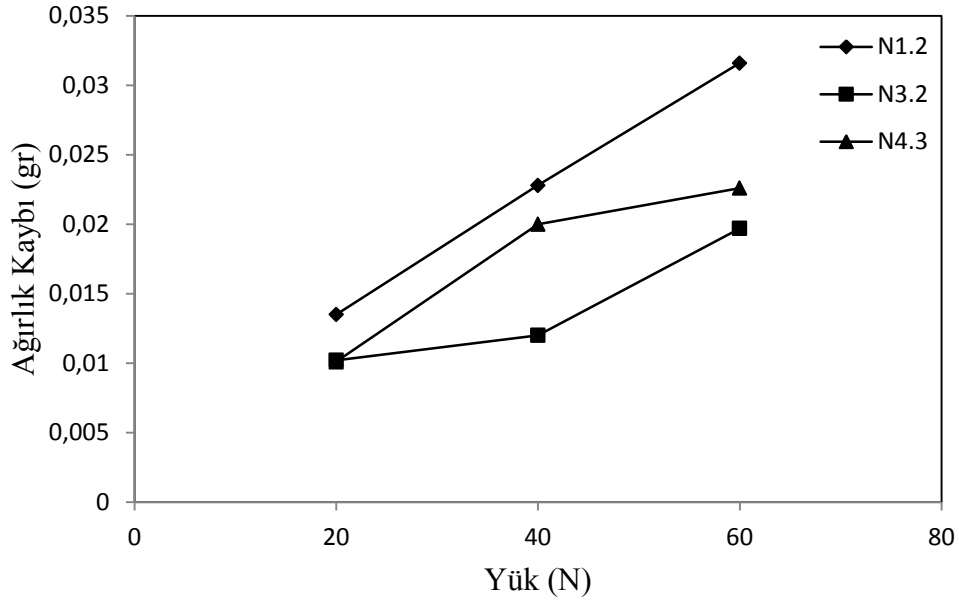
Şekil 6.15. Öğütme süresi değişimine göre numunelerin aşınma grafiği.

Öğütme süresi değişimine göre numunelerin aşınma grafiğine baktığımızda, N4.3 ve N7.2 numaralı numunelerin ağırlık kayıpları benzerlik gösterirken N8.2 numaralı numunenin ağırlık kayıpları daha yüksek değerlere sahiptir. Takviye miktarı değişimine göre numunelerin aşınma grafiği şekil 6.16’da verilmiştir.



Şekil 6.16. Takviye miktarı değişimine göre numunelerin aşınma grafiği.

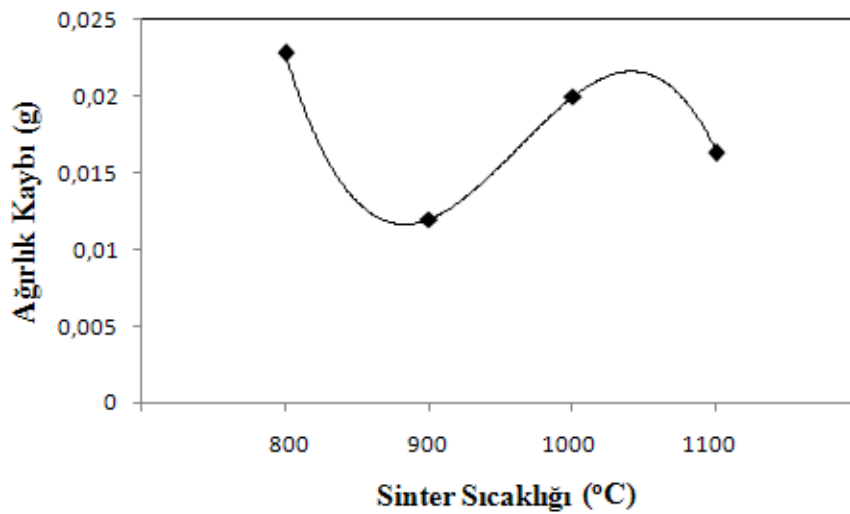
Takviye miktarı değişimine göre numunelerin aşınma grafiğini ele aldığımızda, N2.2, N2.3 ve N2.4 numaralı numunelerin ağırlık kayıpları her mesafede hemen hemen aynı iken N2.1 ve N2.5 numaralı numunelerin ağırlık kayıpları özellikle 300, 600 ve 900 m mesafelerde daha yüksek değerlere sahiptir. Ayrıca N2.1 numaralı numune 900 m’ den sonraki mesafe noktalarında da yüksek ağırlık kaybı değerlerine sahiptir. Uygulanan yük değişimine göre numunelerin aşınma grafiği şekil 6.17’de verilmiştir.



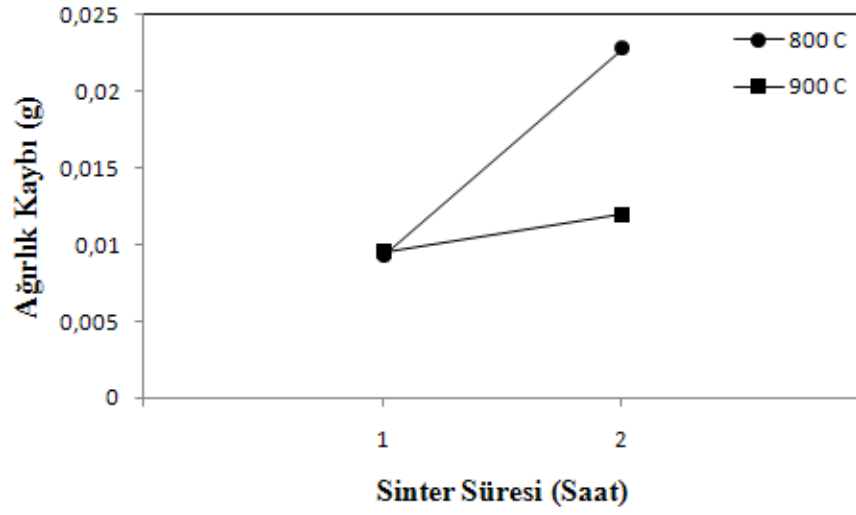
Şekil 6.17. Uygulanan yük değişimine göre numunelerin aşınma grafiği.

Uygulanan yük değişimine göre numunelerin aşınma grafiği dikkate alındığında N1.2 numaralı numunenin farklı yükler altındaki ağırlık kayıpları doğrusal bir çizgi oluştururken N3.2 numaralı numunenin 60N yük altındaki ağırlık kaybı normalden daha fazla, N4.3 numaralı numunenin 60N yük altındaki ağırlık kaybı normalden daha az olduğu görülmektedir.

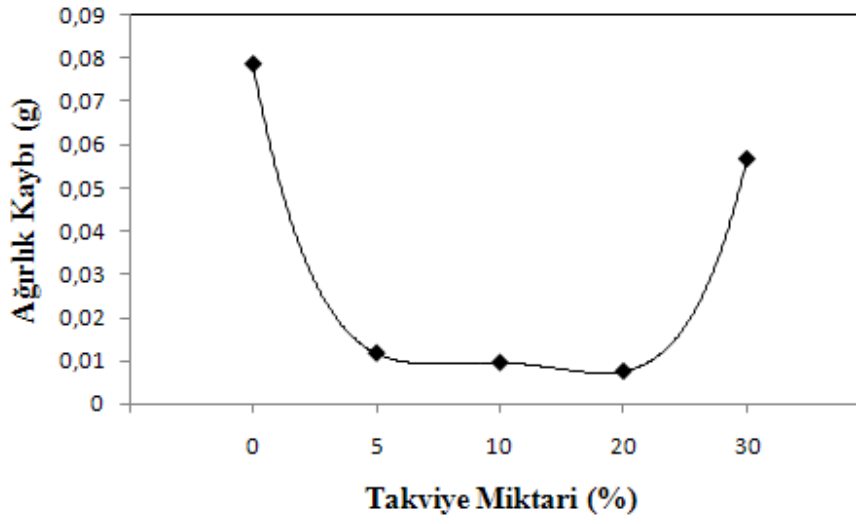
Numunelerin ağırlık kayıplarının incelenip, bu ağırlık kayıplarının numunelerin diğer karakteristik özellikleri ile ilişkisi de incelenmiştir. Bunun yanı sıra numunelerin diğer karakteristik özellikleri arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Deney parametrelerinin ağırlık kaybı üzerindeki etkileri şekil 6.18’de verilmiştir.



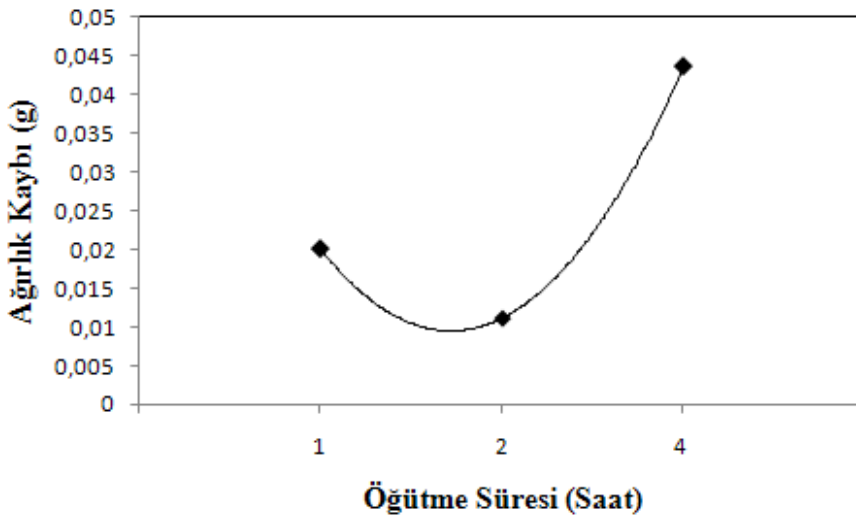
(a)



(b)



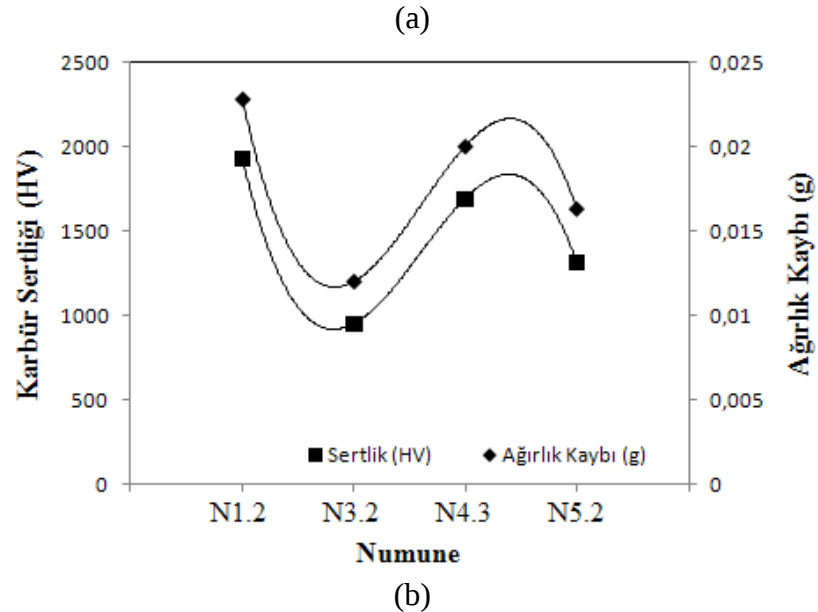
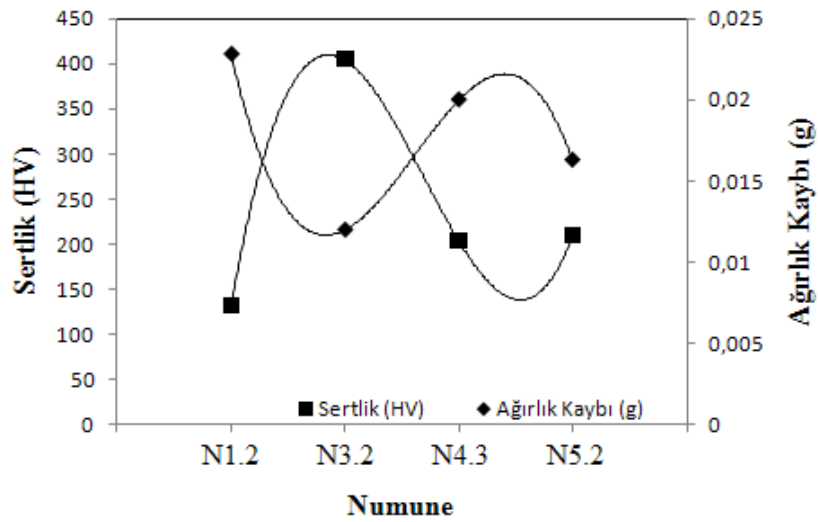
(c)

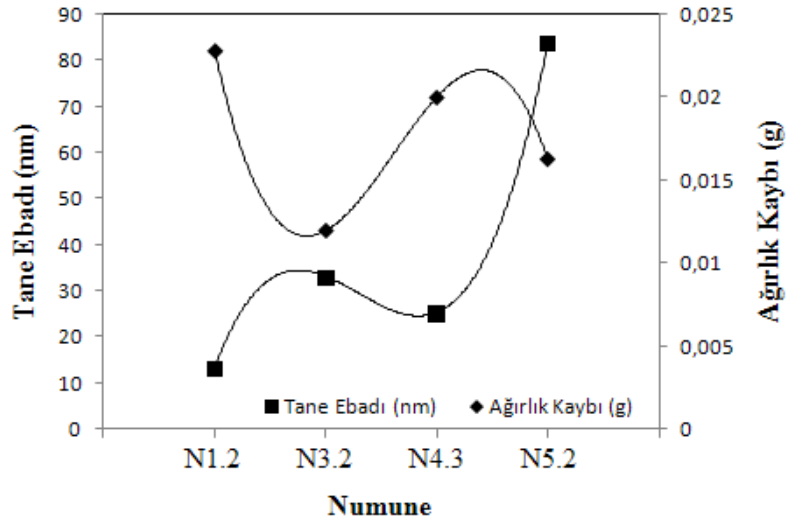


(d)

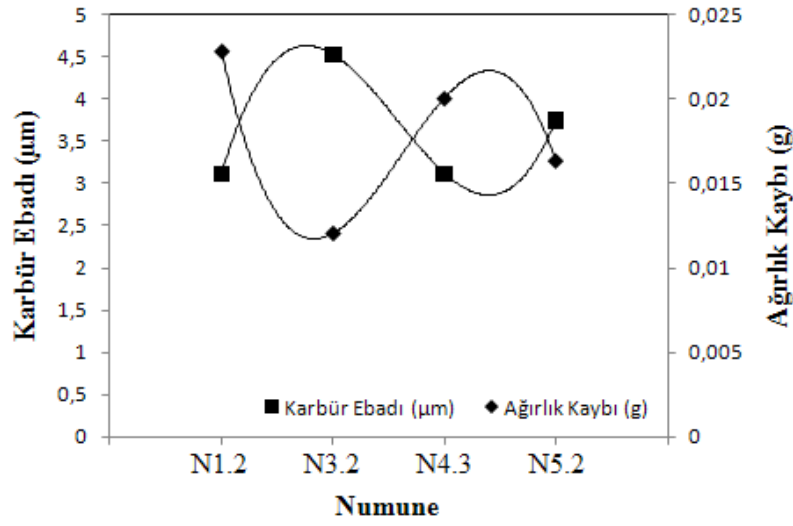
Şekil 6.18. Deney parametrelerinin ağırlık kaybı üzerindeki etkileri: **a)** Sinter sıcaklığı değişimi, **b)** Sinter süresi değişimi, **c)** Takviye miktarı değişimi, **d)** Öğütme süresi değişimi.

Sinter sıcaklığı değişimine göre numunelerin ağırlık kayıpları incelendiğinde en yüksek ağırlık kaybı miktarının 800 °C’de, en düşük ağırlık kaybı miktarının ise 900 °C’de olduğu görülmektedir. Sinter süresi değişimi ele alındığında, hem 800 °C’de hem de 900 °C’de üretilen numunelerde sinter süresi artışı ile ağırlık kaybı miktarı da artmıştır. Numunelerdeki takviye miktarı değişimi ele alındığında, eklenen takviye miktarı ağırlıkça %5, %10 ve %20 iken ağırlık kaybı miktarları takviyesiz numunenin ağırlık kaybı miktarına göre daha düşük olduğu görülmüştür. Ancak, ağırlık kaybı miktarlarındaki bu düşüş %30 takviye miktarında görülmemiştir. Öğütme sürelerinin ağırlık kaybı miktarları üzerindeki etkileri karşılaştırıldığında, 2 saat’lik öğütme süresindeki ağırlık kaybı miktarının minimum, 4 saat’lik öğütme süresindeki ağırlık kaybı miktarının maksimum olduğu görülmektedir. Numunelerin karakteristik özellikleri arasındaki ilişkiler şekil 6.19’da verilmiştir.

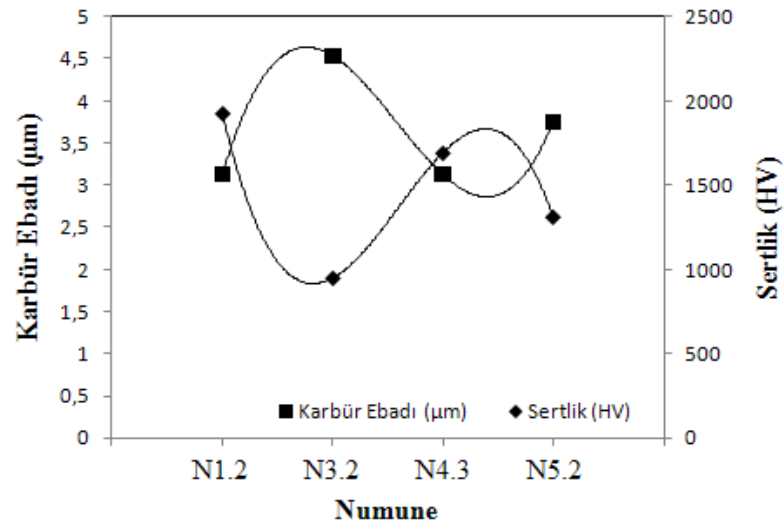




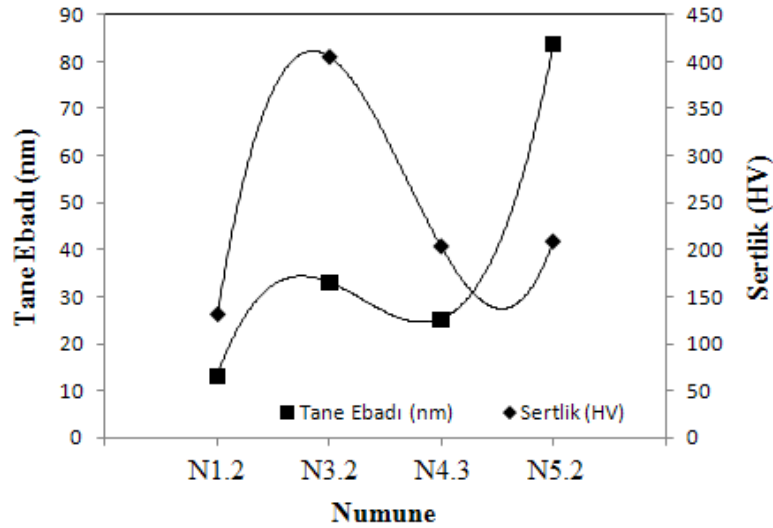
(c)



(d)



(e)

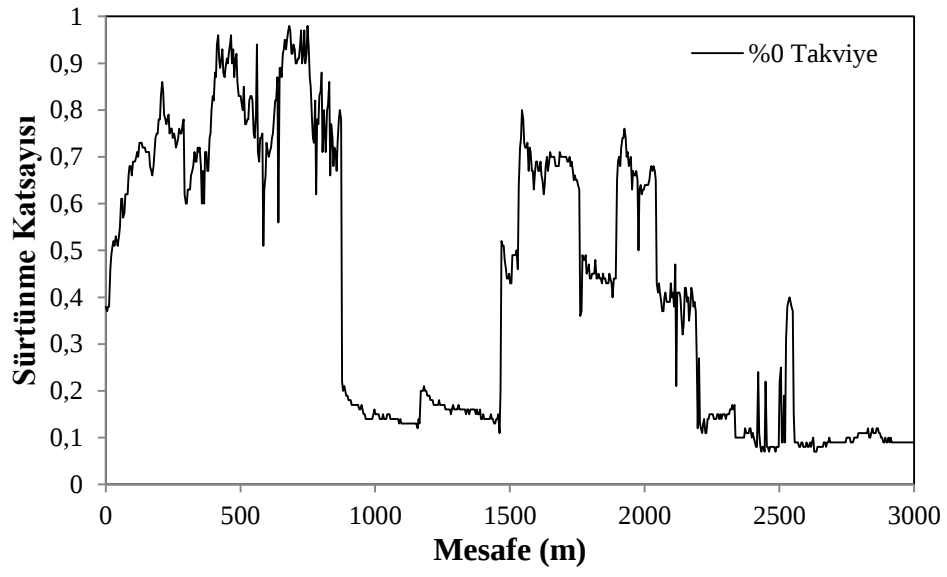


(f)

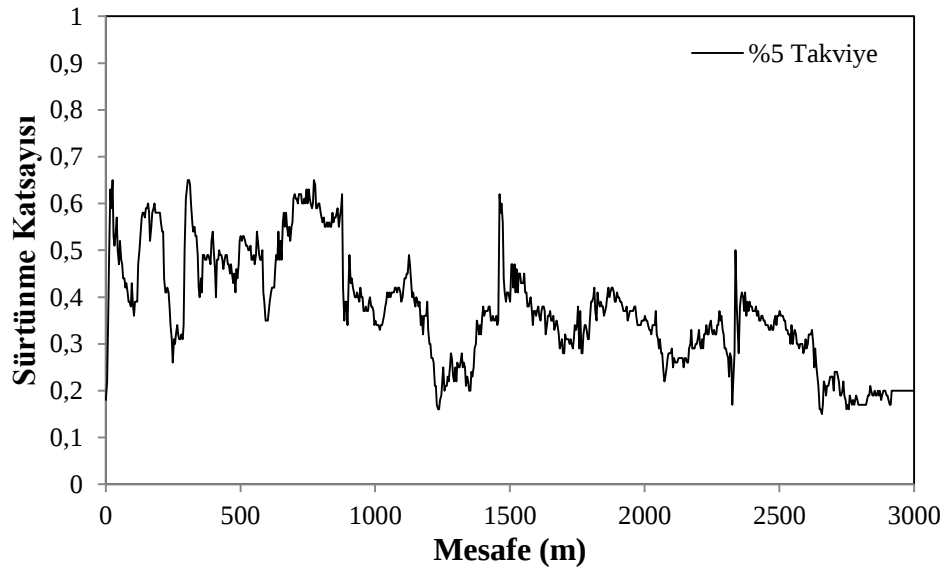
Şekil 6.19. Numunelerin karakteristik özellikleri arasındaki ilişkiler: **a)** Ağırlık Kaybı-Sertlik, **b)** Ağırlık Kaybı-Karbür Sertliği, **c)** Ağırlık Kaybı-Tane Ebadı, **d)** Ağırlık Kaybı-Karbür Ebadı, **e)** Karbür Ebadı-Serlik, **f)** Tane Ebadı-Serlik.

Numunelerin sertlik ve ağırlık kaybı değerleri karşılaştırıldığında bu iki karakteristik özellik arasında ters orantı olduğu görülmektedir. Numunelerin karbür sertliği ve ağırlık kaybı değerleri karşılaştırıldığında bu iki karakteristik özellik arasında doğru orantı olduğu görülmektedir. Numunelerin tane ebadı ve ağırlık kaybı değerleri karşılaştırıldığında bu iki karakteristik özellik arasında ters orantı olduğu görülmektedir. Numunelerin karbür ebadı ve ağırlık kaybı değerleri karşılaştırıldığında bu iki karakteristik özellik arasında ters orantı olduğu görülmektedir. Numunelerin karbür ebadı ve sertlik değerleri karşılaştırıldığında bu iki karakteristik özellik arasında ters orantı olduğu görülmektedir. Numunelerin tane ebadı ve sertlik değerleri karşılaştırıldığında bu iki karakteristik özellik arasında doğru orantı olduğu görülmektedir.

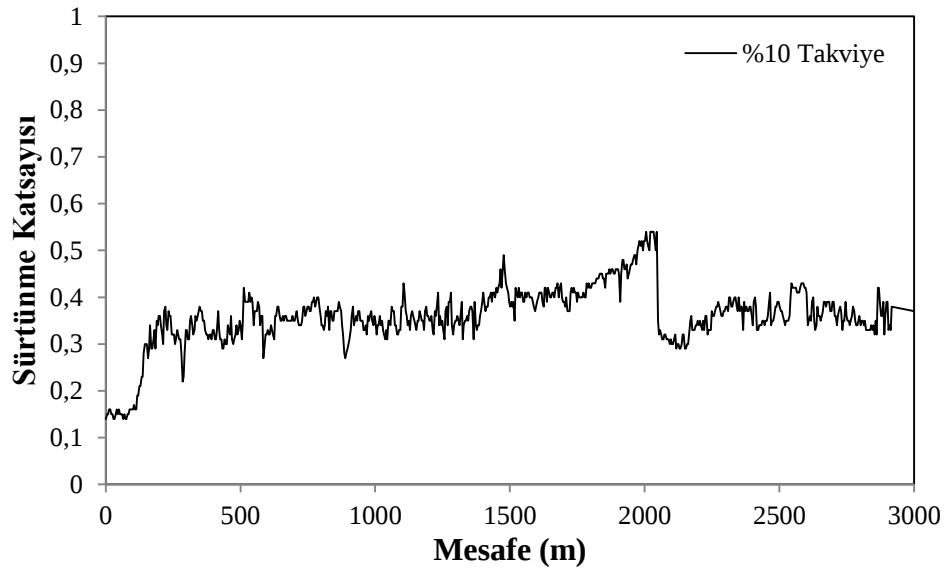
Numunelerin aşınma testleri sırasında sürtünme katsayıları elde edilmiştir ve bu katsayı değerleri kullanılarak numunelerin sürtünme katsayılarının değişimini veren grafikler oluşturulmuştur. Uygulanan deney parametrelerine göre belirlenen numunelerin sürtünme katsayısı değişim grafikleri EK 4'te verilmiştir. Takviye miktarı değişimine göre sürtünme katsayısı değişim grafikleri şekil 6.20'de verilmiştir.



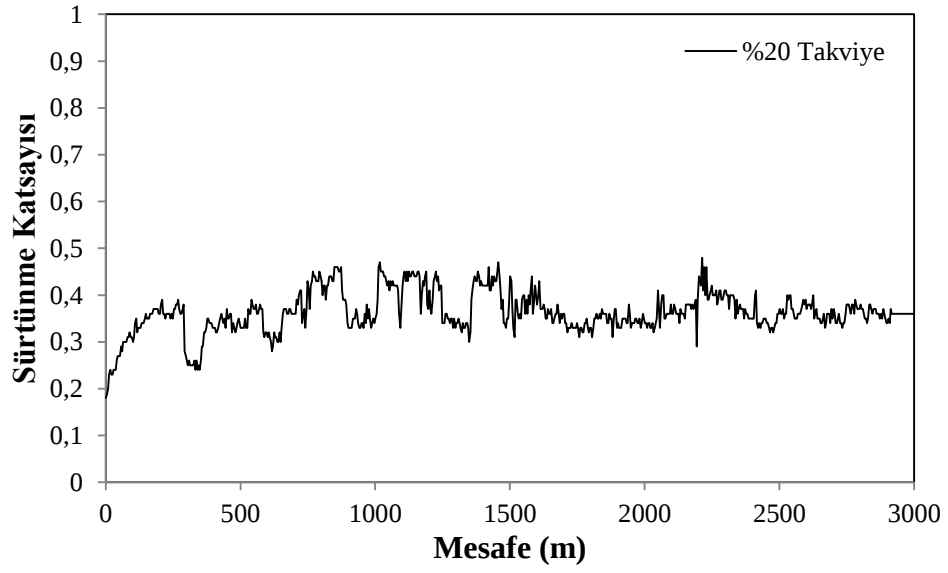
(a)



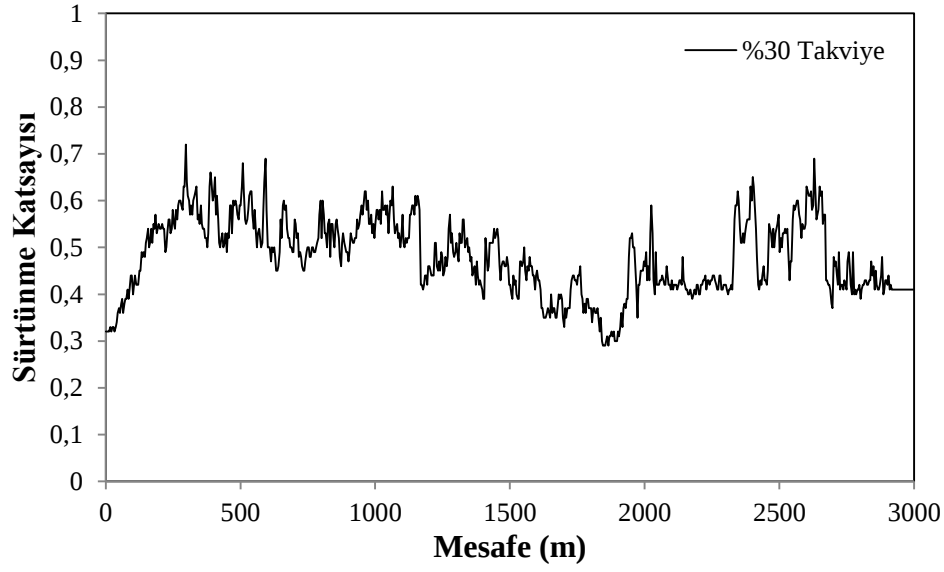
(b)



(c)



(d)



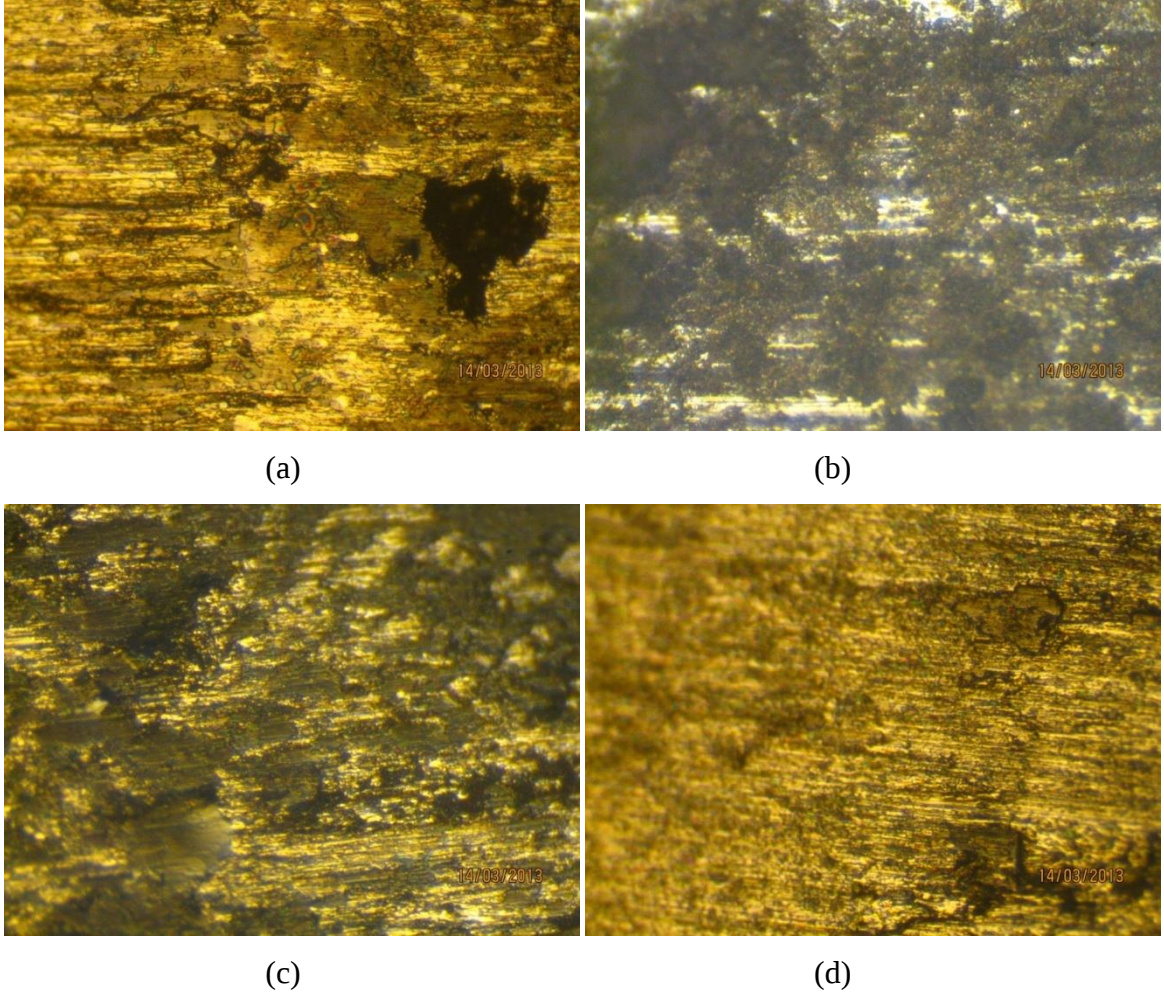
(e)

Şekil 6.20. Takviye miktarı değişimine göre numunelerin 4 KG yük altında sürtünme katsayısı değişim grafikleri: **a)** N2.1 numaralı numune, **b)** N2.2 numaralı numune, **c)** N2.3 numaralı numune, **d)** N2.4 numaralı numune, **e)** N2.5 numaralı numune.

Üretilen numunelerdeki takviye miktarını dikkate aldığımızda; en düşük sürtünme katsayısı değerleri %5, %10 ve %20 oranında takviye elemanı içeren numunelerde görülmüştür. Takviye oranına bağlı olarak sürtünme katsayısı %20 takviye içeriğine dek düşmüştür. Takviye oranı bu değerin üzerine çıktığında sürtünme katsayısı artmıştır. Ayrıca sürtünme katsayısındaki süreklilik, değişim de takviye oranına bağlı düşmüştür. Bu duru aşınma oranı ile doğrudan ilişkili olarak kendini göstermiştir.

6.6. Aşınma Fotoğrafları

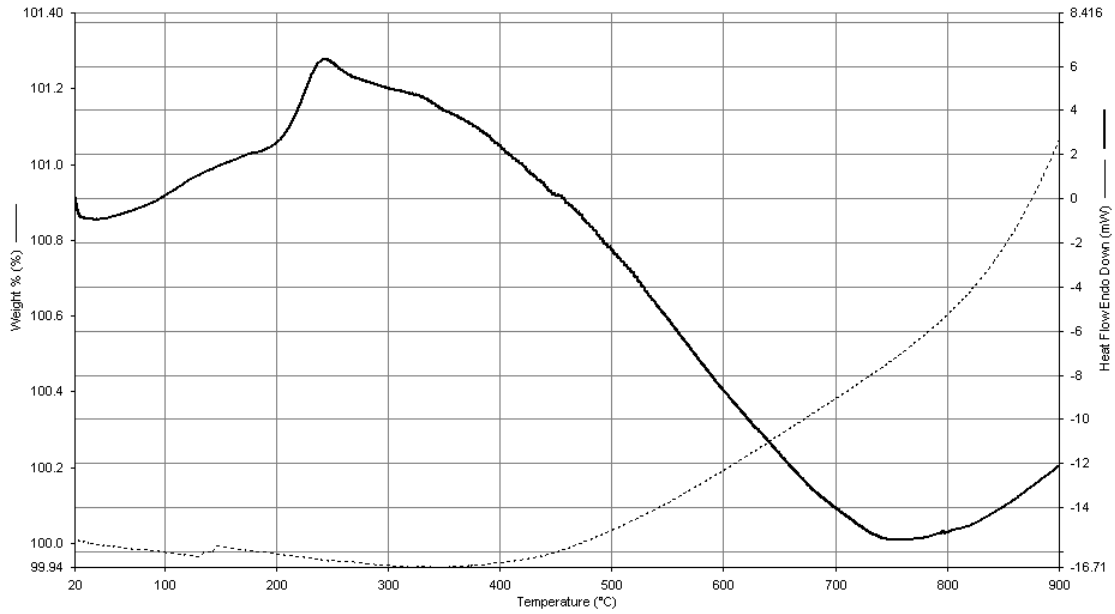
Aşınma testlerine tabi tutulan numunelerin aşınma testleri tamamlandıktan sonra aşınan bölgelerin optik fotoğrafları çekilmiştir. Numunelerin aşınma fotoğrafları EK 5’te verilmiştir. Numunelerin aşınma fotoğrafları sıcaklık değişimine göre şekil 6.21’de verilmiştir.



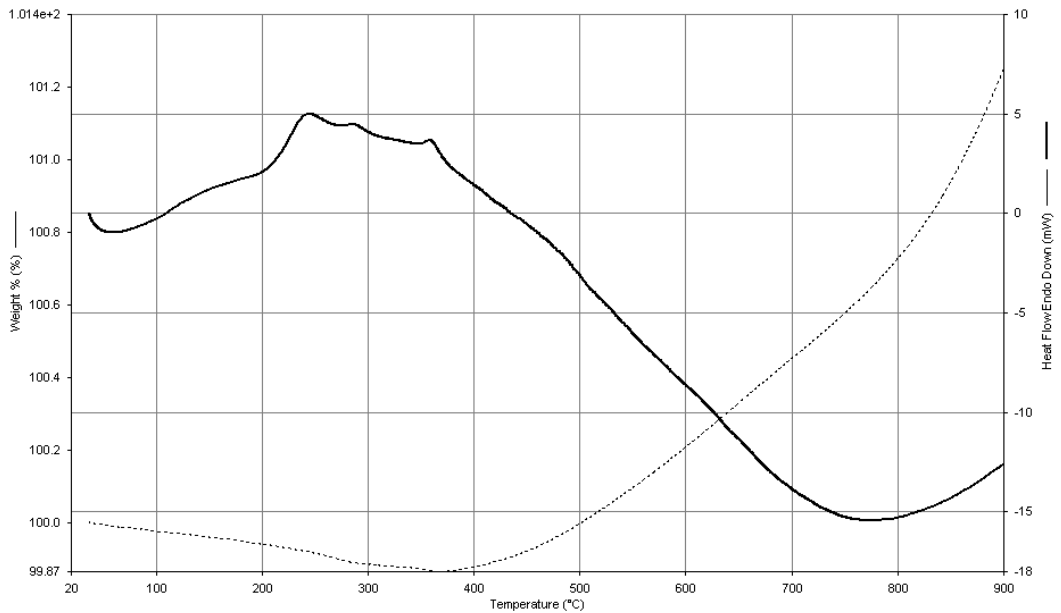
Şekil 6.21. Sıcaklık Değişimine göre numunelerin aşınma testleri sonrası optik görüntüleri (10x15 Büyütme):
a) N1.2 numaralı numune, **b)** N3.2 numaralı numune, **c)** N4.3 numaralı numune, **d)** N5.2 numaralı numune.

6.7. DTA Analizleri

DTA analizi yapmak amacı ile %0 ve %10 oranında takviye elemanı içeren ve mekanik alaşımlama için 1 saat spex tipi öğütme cihazında öğütülmüş 2 ayrı yoz halindeki örnekten DTA verileri elde edilmiştir. Bu veriler şekil 6.5'te verilmiştir.



(a)



(b)

Şekil 6.22. DTA analizleri: **a)** Takviye elemanı içermeyen ve 1 saat öğütülmüş toz numune, **b)** %10 takviye elemanı içeren ve 1 saat öğütülmüş toz numune.

DTA analizleri incelendiğinde takviyeli ve takviyesiz numunelerde sırasıyla yaklaşık 740 °C ve 780 °C sıcaklıklarında endotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. Bu reaksiyonun NiAl intermetalik oluşum reaksiyonu olduğu tahmin edilmektedir. Ayrıca grafikler incelendiğinde numuneye eklenen takviye elemanının reaksiyonun oluşması için gereken aktivasyon enerjisini arttırdığı görülmektedir. Bu nedenle takviyeli numunede reaksiyon sıcaklığının daha yüksek olduğu düşünülmektedir. NiAl oluşumu takviyesiz numunelerde 1350 °C sıcaklıkta tezahür ederken takviye oranı ve sinter sıcaklığına bağlı olarak ortalama olarak 750 °C sıcaklığa kadar düşebilir. Bu durumun yapı içine difüze olan Cr konsantrasyonu ile ilişkili olabileceği kanaatine varılmıştır. Yapı içinde Cr konsantrasyonuna bağlı olarak Ni₃Al fazının ebadı ve faz yoğunluğu da değişim göstermiştir. Sinter sıcaklığının 1000 °C sıcaklığa ulaşmasıyla Ni₃Al fazı tespit edilemeyecek kadar küçülmüş, aynı zamanda takviye karbürlerin de tamamen çözüldüğü belirlenmiştir.

7. DENEY SONUÇLARI

Sinter sıcaklığına bağlı olarak kompozitin tane boyutu 1000 °C'ye kadar azalma gösterir. Bu sıcaklığın üstünde tane sınırı intermetalikleri ortaya çıkmıştır. İdeal M_7C_3 takviye oranı %20 olarak tespit edilmiştir. Bu oranda mikro boyuttaki karbürler aşınma oranını düşmüş ve tane sınırı boşlukları oluşmuştur.

M_7C_3 karbür takviyesi oranındaki artış çözünme oranını ve etkin reaksiyon sıcaklığını değiştirir. Alüminyumca zengin fazın erimesi yeni oluşturulmuş mikroyapının sinterini başlatır ve sinter reaksiyonu katı Ni ve Al'ca zengin sıvı faz arasındaki belli bir ilişki reaksiyonlarını içerir.

Sinter ve çözünme esnasında M_7C_3 , Cr, Fe ve C atomlarının çözündüğü bütün fazlar ve bu atomların özünmesi mikroyapıyı değiştirmiştir. Cr konsantrasyonuna bağlı olarak Al_3Ni fazının çözünme sıcaklığı yükselir ve Al_3Ni_2 fazı yapıda görülmez. M_7C_3 takviyesindeki artış Ni_3Al fazının hacimce %'sini artırır. Taneler arası faz NiAl'dir matris Ni_3Al 'dir. Tane sınırlarındaki ikincil fazın ve boşlukların boyutu artmıştır ve tanelerin büyüklükleri sinter sıcaklığı ile azalmıştır. Al'ca zengin fazın erimesi yeni oluşturulmuş mikroyapının sinterini başlatır ve sinter reaksiyonu katı Ni ve Al'ca zengin sıvı faz arasındaki belli bir ilişki reaksiyonlarını içerir. Sinter sıcaklığına bağlı olarak az ya da çok NiAl ve Ni_3Al fazları oluşabilir. Sinter sıcaklığındaki değişim geçici sıvı faz oluşumunu, sinter sıcaklığı değerini, numunenin kısmi erimesini ve ortalama yoğunlaştırmayı etkiler.

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

En yüksek ağırlık kaybı 800 °C'de, en düşük ağırlık kaybı 900 °C'de elde edilmiştir. 800 °C ve 900 °C'de üretilen numunelerde sinter süresi artışı ile ağırlık kaybı miktarı artmıştır. Takviye miktarı artışına paralel olarak %5, %10 ve %20 ağırlık kaybı azalmıştır. Takviyesiz numunenin ağırlık kaybına göre takviye numunelerin aşınma dirençlerinin yüksek olduğu belirlenmiştir. Ancak, ağırlık kaybı miktarlarındaki bu düşüş %30 takviye miktarında görülmemiştir. 2 saat'lik öğütme süresindeki ağırlık kaybı miktarının minimum, 4 saat'lik öğütme süresindeki ağırlık kaybı miktarının maksimum olduğu görülmüştür.

DTA analizleri incelendiğinde takviyeli ve takviyesiz numunelerde sırasıyla yaklaşık 740 °C ve 780 °C sıcaklıklarında endotermik bir reaksiyon olduğu görülmektedir. Bu reaksiyonun NiAl intermetalik oluşum reaksiyonu olduğu tahmin edilmektedir. Ayrıca grafikler incelendiğinde numuneye eklenen takviye elemanının reaksiyonun oluşması için gereken aktivasyon enerjisini arttırdığı görülmektedir. Bu nedenle takviyeli numunede reaksiyon sıcaklığı daha yüksek olduğu düşünülmektedir.

Yapılan çeşitli analizlerin sonuçları değerlendirilip, birbirleri ile karşılaştırıldığı zaman deney parametreleri arasından en sağlıklı olanları belirleyebiliriz. Üretilen numunelerden elde ettiğimiz sonuçları incelediğimizde; sinterleme sıcaklığı olarak 900 °C'nin en ideal sıcaklık olduğu görülmektedir. Ayrıca sinterleme süresi olarak 1 saatlik süre ile elde edilen numuneler, 2 ve 3 saatlik sinterleme işlemi ile üretilen numunelere göre daha iyi sonuçlar vermiştir. Takviye elemanı olarak kullandığımız FeCrC tozunun numune içindeki miktarı %20 oranına kadar olumlu sonuçlar vermiş olup, takviyeli numuneler aşınma miktarı ve sertlik bakımından takviyesiz numuneye göre üstünlük sağlamıştır. Ni, Al ve FeCrC tozlarının mekanik alaşımlanması işleminde en ideal öğütme süresinin 2 saat olduğu görülmüştür.

KAYNAKLAR

1. Benjamin, J. S., 1988, **Mechanical Alloying**, A Perspective, Proc. Conf. Of New Materials By MA Techniques E D. By E. Arzt and L. Shultz, alw-Hirasu, 3-7.
2. Suryanarayana, C, 2001, **Mechanical Alloying and Milling**, Progress in Materials Science, vol. 46, pp. 1-184.
3. Benjamin JS. 1976, Sei Amer, 234(5):40-8.
4. Benjamin JS., In: Arzt E, Schultz L, 1989, **New materials by mechanical alloying techniques**. Oberursel, Germany: DGM Informationgesellschaft, pp. 3-18.
5. Benjamin JS. 1990, **Metal Powder Rep**, 45:122-7.
6. Ermakov AE, 1981, Yurchikov EE, **Barinov VA. Phys Met Metallogen** 52(6):50-8.
7. Koch CC, Cavin OB, McKamey CG, Scarbrough JO. 1983, **Appl Phys Lett**, 43:1017-9.
8. Heinicke G. 1984, **Tribochemistry.**, Akademie Verlag, Berlin.
9. McCormick PG. 1995, **Mater Trans Japan Inst Metals**, 36:161-9.
10. Maurice DR, Courtney TH. 1990, **Metall Trans**, A21:289-303.
11. <http://www.usace.army.mil/usace-docs/eng-manuals/em1110-2-3401/c-2.pdf>
12. KUSOGLU, I. M., ÇELİK, E., ÇETİNEL, H., ÖZDEMİR, I., DEMİRKURT, O., ONEL, K., ‘‘Wear behavior of flame-sprayed Al₂O₃-TiO₂ Coatings on plain carbon steel substrates’’ Surface & Coating Technology 200, Sayfa 1173-1177, 2005
13. Sago, A.S., Newkirk, J.W., and Brasel, G.M., 1997, **Rapid Mechanical Alloying For Metal Powder Production**, Adv. in PM, vol. 2, part 11-3.
14. Weeber, AW, Bakker H, deBoer FR. 1986, Europhys Lett, 2:445-8.
15. Sago, A.S., Newkirk, J.W., and Brasel, G.M., 1998, **Metal Injection Molding of Mechanically Alloyed Advanced Materials**, Adv. in PM, vol. 2, part 5-93.
16. ÖZBİLEN, S., Toz Metalürjisi Ders Notları.
17. UYGUR, E., 1996, Toz Metalürjisi Ekonomik Bir Üretim Tekniği, **1. Ulusal Toz Metalürjisi Konferansı**, 16-17 Eylül, s. 447-484, Ankara.
18. Awakumov EG. 1986, **Mechanical Methods of Activation of Chemical Processes**. Novosibirsk, Russia: Nauka.
19. McCormick PG. 1995, **Mater Trans Japan Inst Metals**, 36:161-9.
20. Aikin BJM, Juhas JJ. In: Froes FH, Hebeisen JC, 1997, **Advanced particulate materials and processes** D 1997. Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation,, p. 287-94.

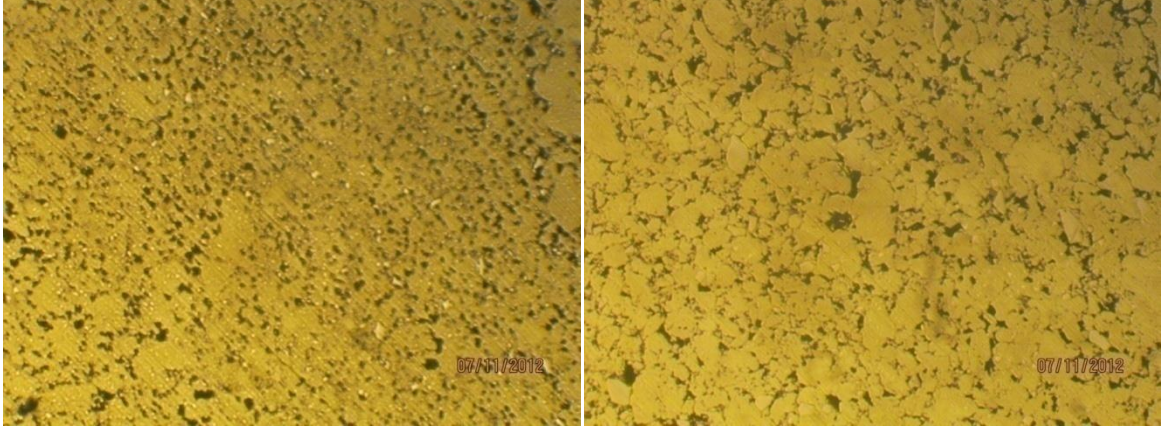
21. El-Eskandarany MS, Aoki K, Suzuki K. J., 1990, **Less-Common Metals**, 167, 113-8.
22. Gaffet E, Malhouroux-Gaffet N. J., 1994, **Alloys and Compounds**, 205:27-34.
23. LeBrun P, Froyen L, Delaey L., 1992, **Mater Sci and Engng**, A1 57:79-88.
24. Chariot F, Gaffet E, Zeghmati B, Bernanrd F, Niepce JC, 1999, **Mater Sci and Engng**, A262:279-88.
25. ASLANOGLU, Z., 1994, Demir-Karbon Sisteminin Mekanik Alaşımlama Tekniği İle Üretim Süreçlerinin İncelenmesi ve karakterizasyonu, **İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi**, İstanbul.
26. Benjamin JS., 1976, **Sci Amer**, 234(5):40-8.
27. Lee PY, Yang JL, Lin HM. J., 1998, **Mater Sci**, 33:235-9.
28. Koch CC, 1993, **Nanostructured Mater**, 2:109-29.
29. Suryanarayana C, 1995, **Internat Mater Rev**, 40:41 -64.
30. Benjamin JS., 1976, **Sci Amer**, 234(5):40-8.
31. Gilman PS, Benjamin JS., 1983, **Annu Rev Mater Sci**, 13:279-300.
32. Benjamin JS, Volin TE., 1974, **Metali Trans**, 5:1929-34.
33. Lee PY, Koch CC, 1988, **J Mater Sci**, 23:2837-45.
34. Davis RM, Koch CC, 1987, **Scripta Metali**, 21:305-10.
35. Lee PY, Koch CC, 1987, **Appl Phys Lett**, 50:1578-80.
36. Harris CC, 1967, **Trans Soc Min Engrs**, 238:17.
37. Davis RM, McDermott B, Koch CC, 1988, **Metali Trans**, A19:2867-74.
38. Koch CC. In: Cahn RW,. 1991, **Processing of metals and alloys, vol. 15 of materials science andbtechnology D a comprehensive treatment**. Weinheim, Germany: VCH Verlagsgesellschaft GmbH, p. 193-245.
39. Ivanov E., 1992, **Mater Sci Forum**, 88±90:475-80.
40. Padden, S.A. and Reed, J.S., 1993, **Grindings Kinetics and Wear During Attrition Milling**, Am. Cer. Soc. Bull., vol 77, pp. 101-103.
41. KARA, H., 1996, Elementel W ve C Tozlarından Mekanik Alaşımlama Süreçleri Sonucu Geliştirilen WC Toz Alaşımı ile Sinter WC-Co Alaşımının Mikroyapısal Karakterizasyonu, **I.T.U. Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi**, İstanbul.
42. Becker, G.E., 1986, **Attrition Mill Fine Grinding of Advanced Ceramic Powders, Conference of Advenced Ceramics**, Ohio, Feb.
43. Kerr, M.C., and Reed, J.S., 1992, **Comparative Grinding Kinetics and Grinding Energy During Ball Milling and Attrition Milling**, Am. Cer. Soc. Bull., vol. 71, pp. 1809-1816.

44. Suryanarayana C, 1995, **Intermetallics**, 3:153-60.
45. Suryanarayana C, Ivanov E, Noufi R, Contreras MA, Moore JJ. 1999, **J Mater Res** 14:377-83.
46. Watanabe R., Hashimoto H., Park Y-H., In: Pease III LF., Sansoucy RJ., 1991. **Advances in powder metallurgy**, vol. 6. Princeton, Metal Powder Industries Federation, 1. p. 119-30.
47. Gavrillov D, Vinogradov O, Shaw WJD. In: Poursartip A, Street K, 1995, **Proc Inter. Conf.on Composite Materials**, ICCM-10, vol. III. Woodhead Publishing, p. 11.
48. Takacs L, Pardavi-Horvath M. J., 1994, **Appl Phys**, 75:5864-6.
49. Kis-Varga, Beke DL. 1996, **Mater Sci Forum**, 225-227:465-70.
50. Suryanarayana C, Chen GH, Froes FH. 1992, **Scripta Metall Mater**, 26:1727-32.
51. Miki M, Yamasaki T, Ogino Y. 1992, **Mater Trans Japan Inst Metals**, 33:839-44.
52. Chen Y, Williams JS., 1996, **Mater Sci Forum**, 225-227:881-8.
53. Ogino Y., Yamasaki T, Maruyama S., Sakai R.J., 1990, **Non-Cryst Solids** 117/118:737-40.
54. Lee PY, Koch CC, 1987, **Non-Cryst Solids**, 94:88-100.
55. Lee PY, Koch CC. 1987, **J Non-Cryst Solids**, 94:88-100.
56. Harris AM, Schafer GB, Page NW. 1993, **Mater Sci Lett**, 12:160-1.
57. McCandlish LE, Seegopaul P, Wu L. In: Kneringer G, RoEdhammer P, Willhartitz P, 1997, Proc. 14th **International Plansee Seminar**, vol. 4. Reutte, Tyrol, Austria: Plansee AG, p.363-75.
58. Lonnberg B., 1994, **Mater Sci**. 29:3224-30.
59. Cargill III GS. 1975, **Solid State Phys**, 30:227.
60. Hunt J, Soletta I, Battezzati L, Cowlam N, Cocco G. 1993, **Alloys and Compounds**, 194:311-7.
61. Chen LC, Spaepen F. 1991, **Mater Sci and Engng**, A133:342-5.
62. Bolderev, V.V., "Reactivity of Solids", **Elsevier Scientific**, 519, (1988).
63. Schaffer, G.B., and McCormick, **Metall Transaction A**, 23:835, (1989).
64. Schaffer, G.B., and McCormick, **Metall Transaction A**, 22:3019, (1991).
65. Kılıç, E., 2006. Kompozit Malzemededen Yapılan Yaprak Yayların Analizi. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 71s, İzmir.
66. Arıcasoy, O., 2006. İstanbul Ticaret Odası, Kompozit Sektör Raporu, İstanbul.
67. Ünal, O., 2007. Kompozit Malzemelerin Özellikleri ve Sınıflandırılması <http://www.insaatmuhendisligi.net/index.php?=438.0>.

68. Şahin, Y., 2000. Kompozit Malzemelere Giriş. Gazi Kitabevi Yayını, 327s. Ankara.
69. E.S. Kayalı, N. Eruslu, M. Ürgen, Y. Taptık, H. Çimenoglu; Hasar Analizi Seminer Notları, TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası, İstanbul, 1997.
70. M. Darabara, G.D. Papadimitriou, L. Bourithis, Production of Fe-B-TiB₂ metal matrix composites on steel surface, Surface & Coatings Technology 201 (2006) 3518–3523.

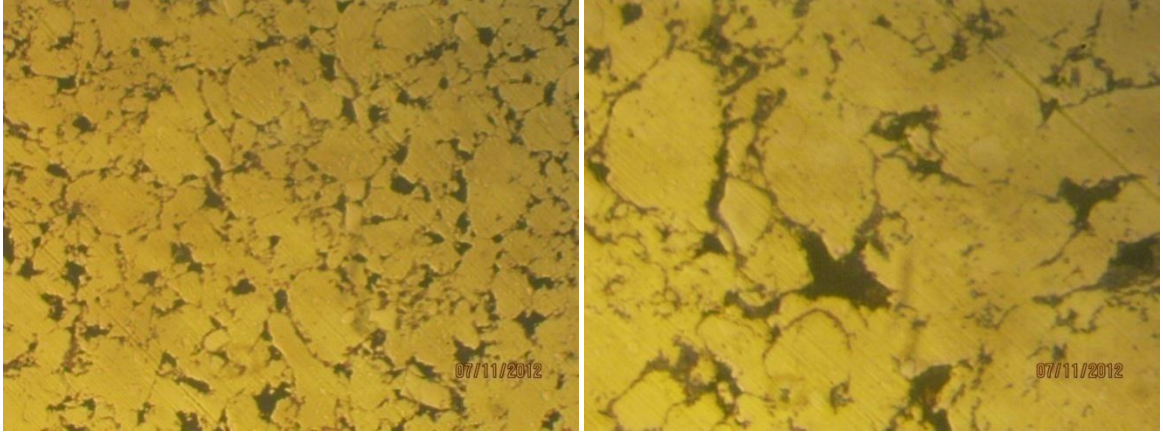
EKLER

EK 1. Numunelerin Optik Fotoğrafları



(a)

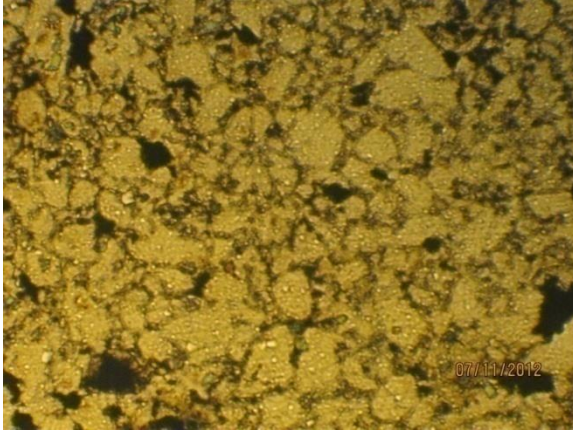
(b)



(c)

(d)

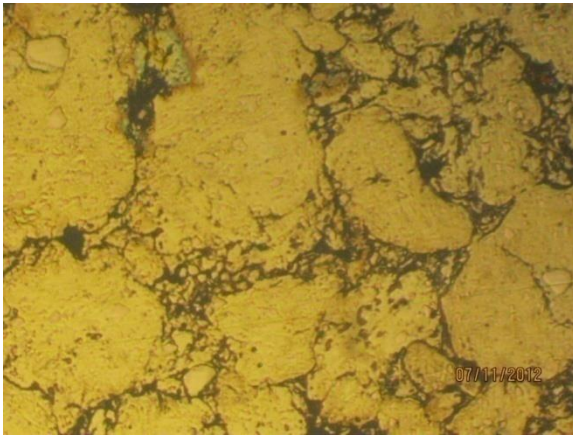
Şekil 1. N1.1 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



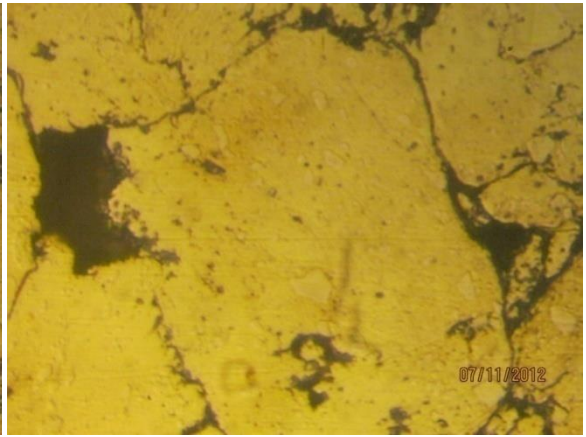
(a)



(b)

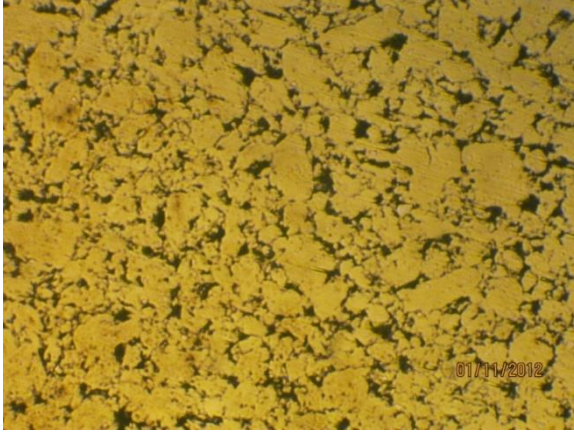


(c)

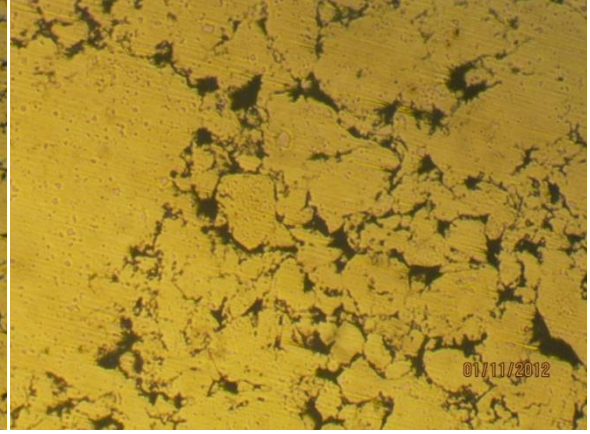


(d)

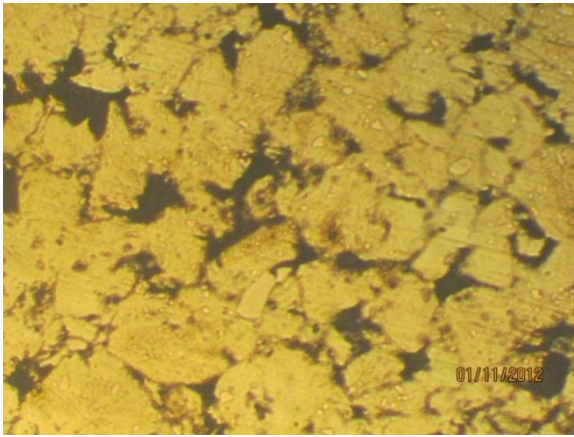
Şekil 2. N1.2 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



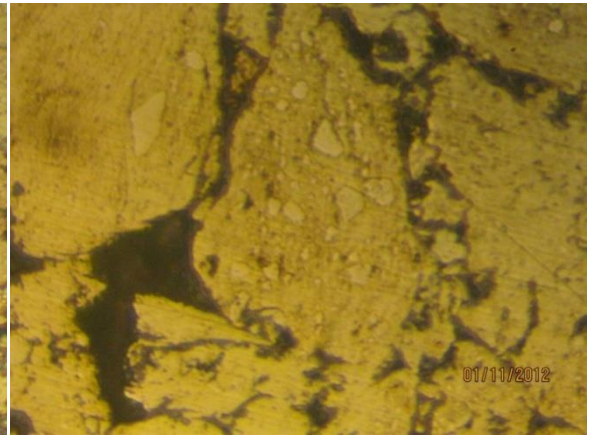
(a)



(b)

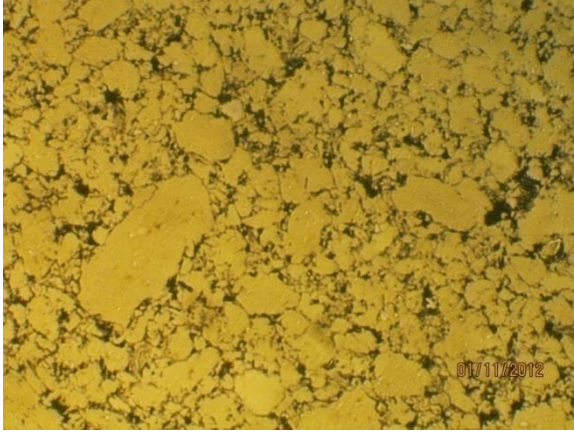


(c)

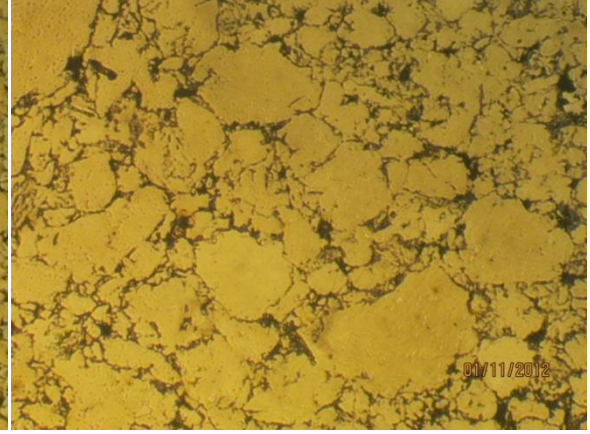


(d)

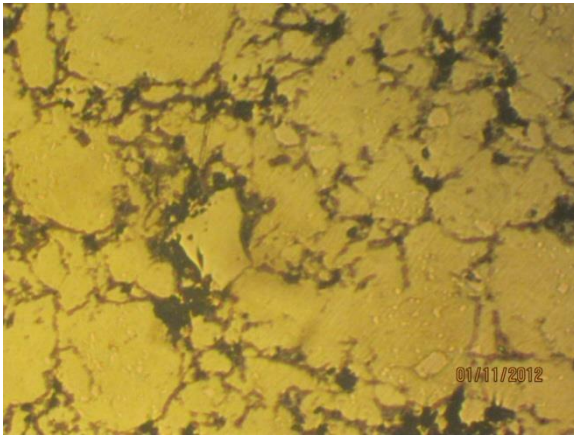
Şekil 3. N2.2 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



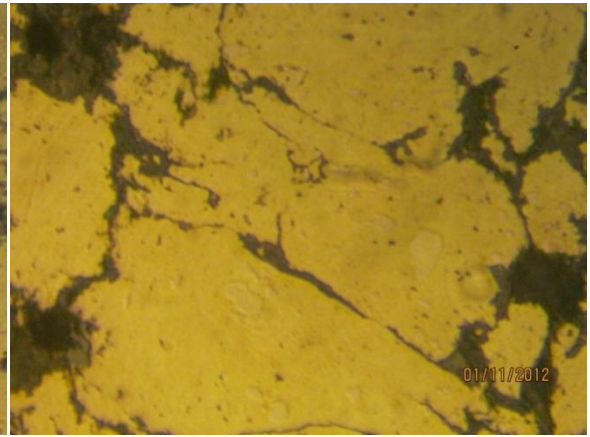
(a)



(b)

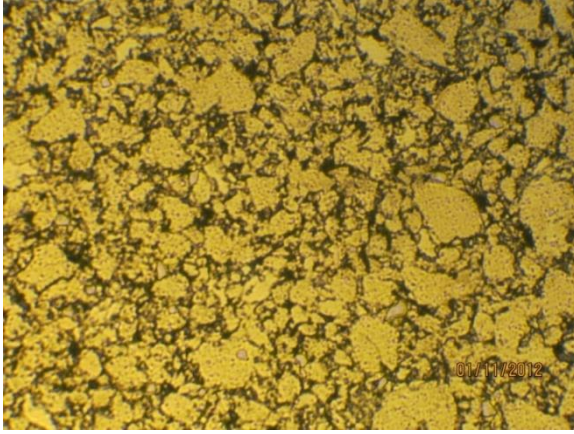


(c)

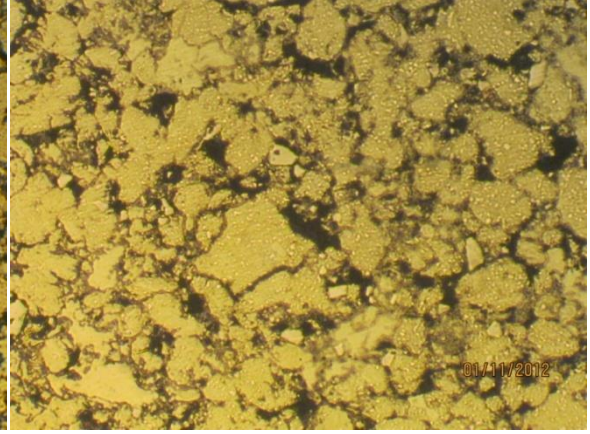


(d)

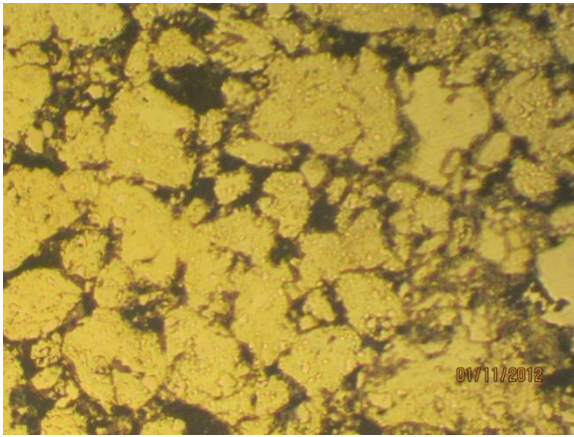
Şekil 4. N2.3 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



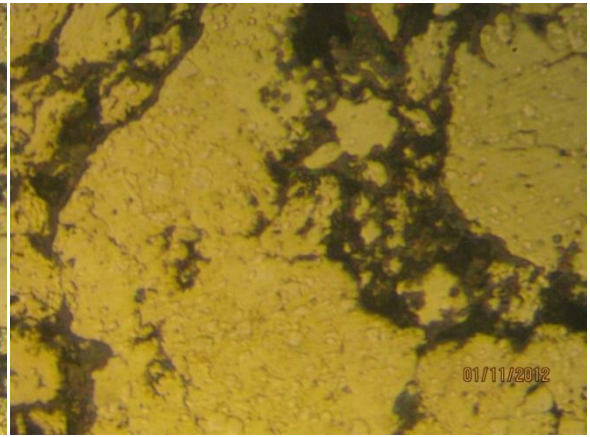
(a)



(b)

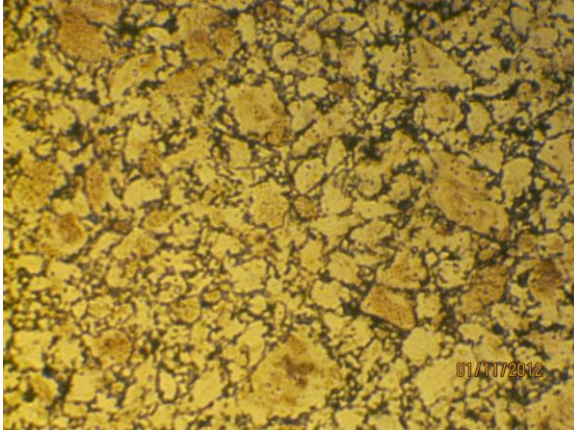


(c)

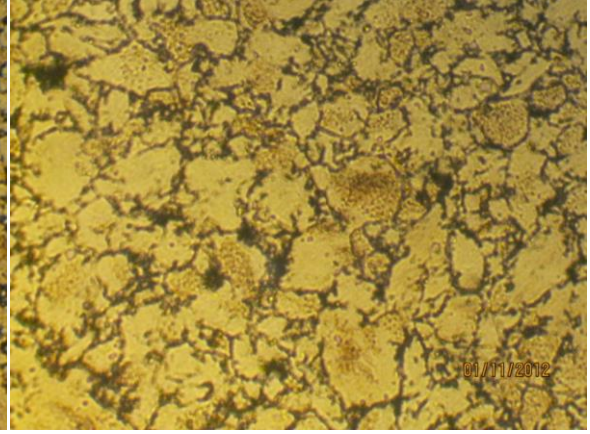


(d)

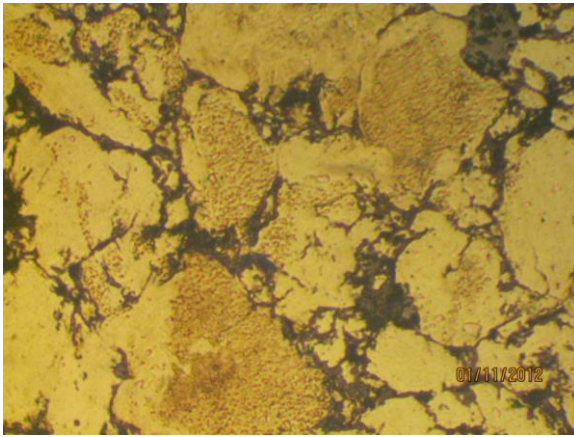
Şekil 5. N2.4 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



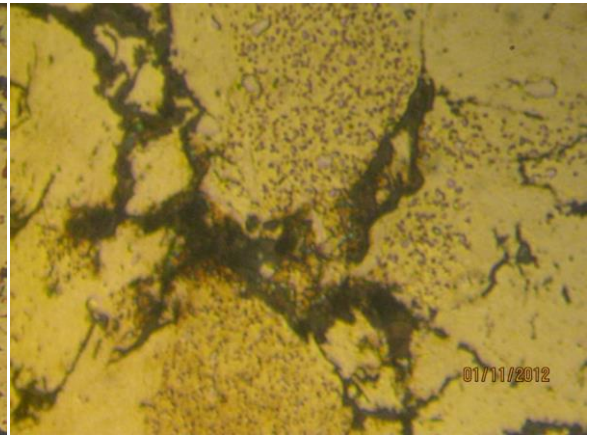
(a)



(b)

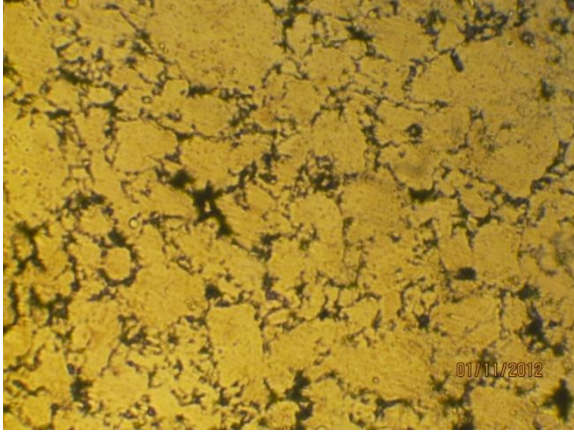


(c)

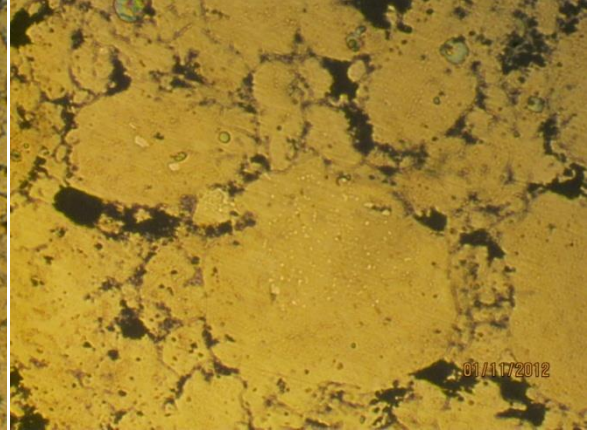


(d)

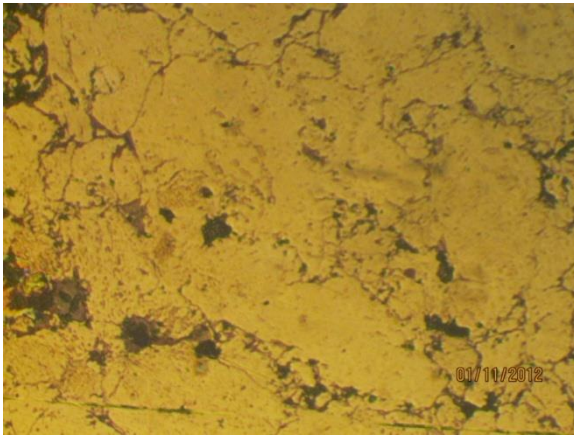
Şekil 6. N3.1 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



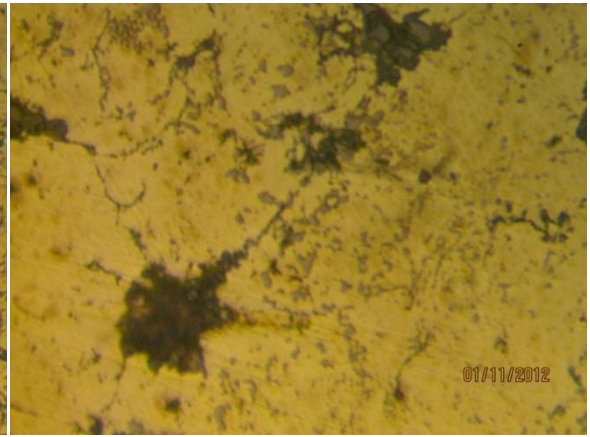
(a)



(b)

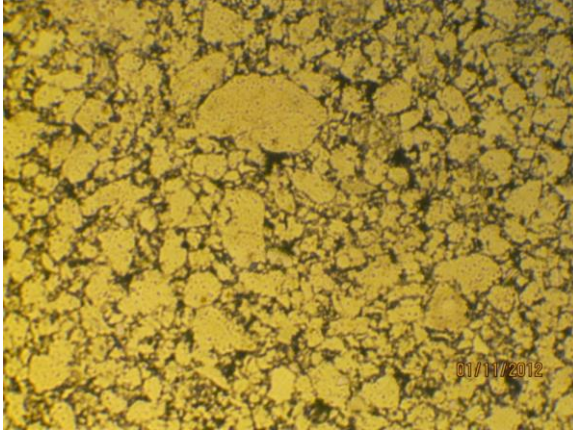


(c)

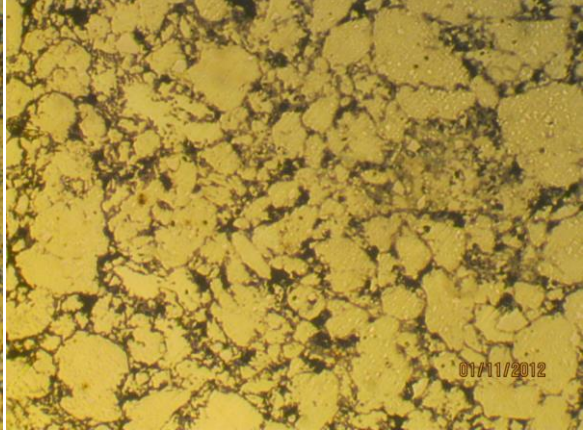


(d)

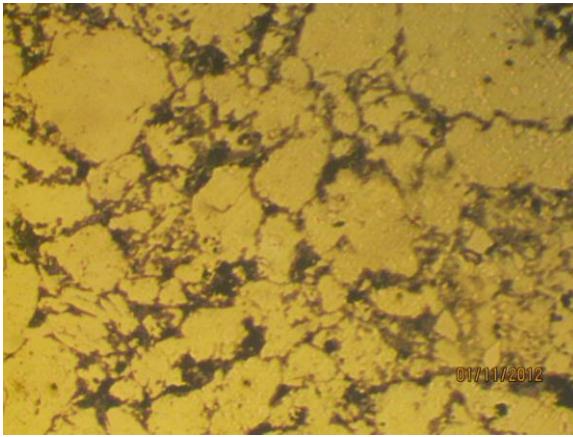
Şekil 7. N3.2 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



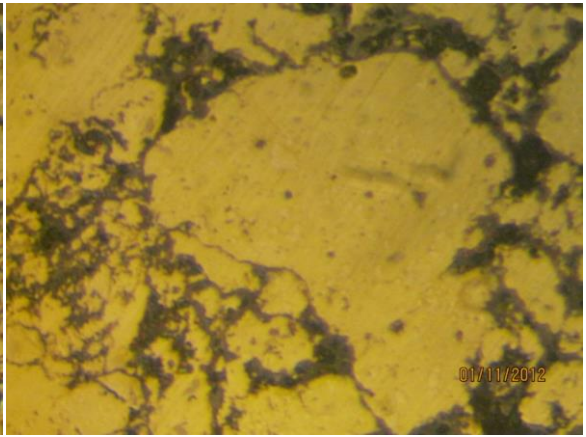
(a)



(b)

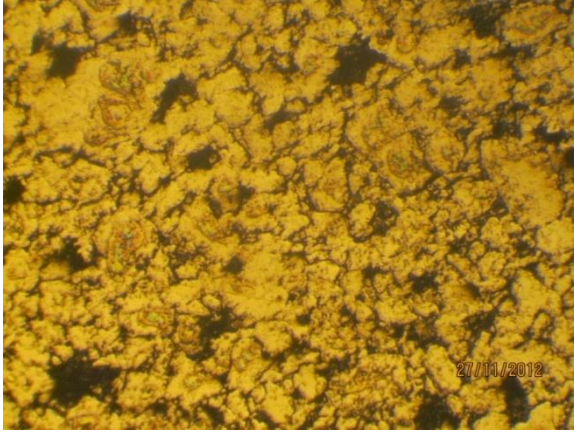


(c)

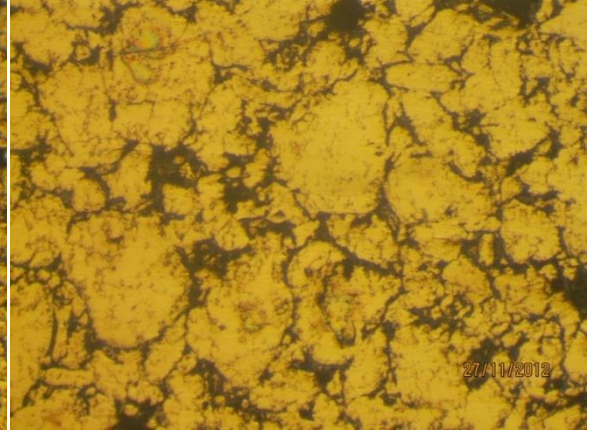


(d)

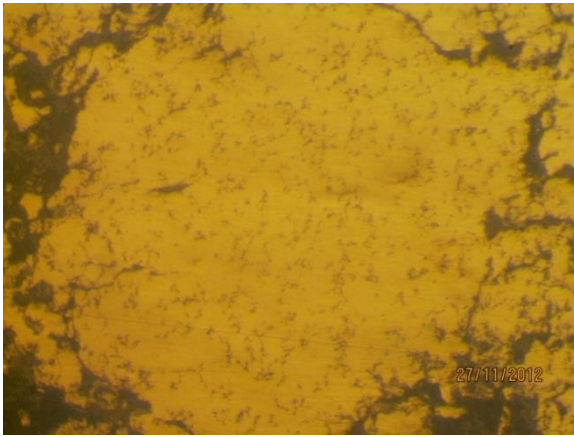
Şekil 8. N3.3 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



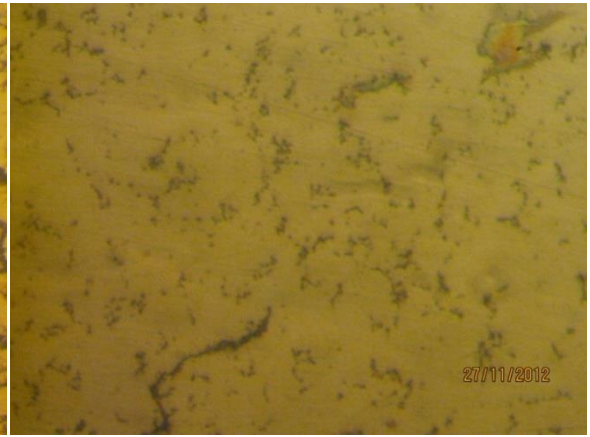
(a)



(b)

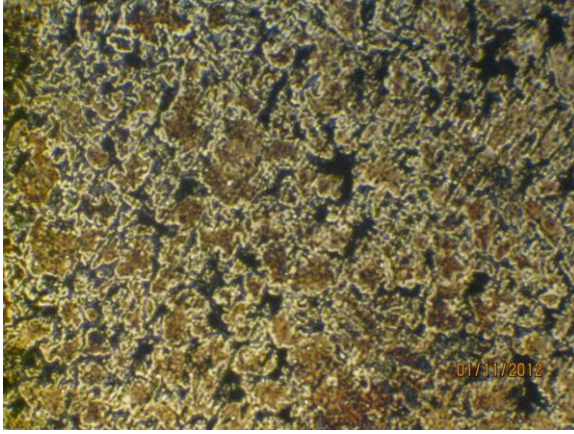


(c)

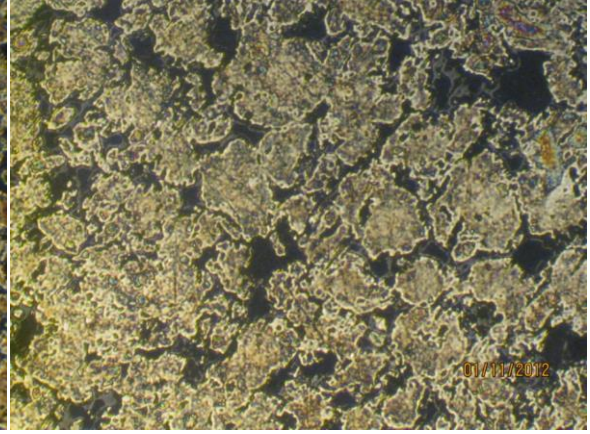


(d)

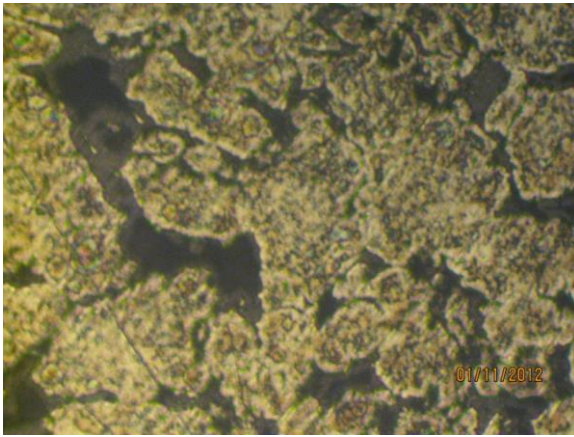
Şekil 9. N4.1 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



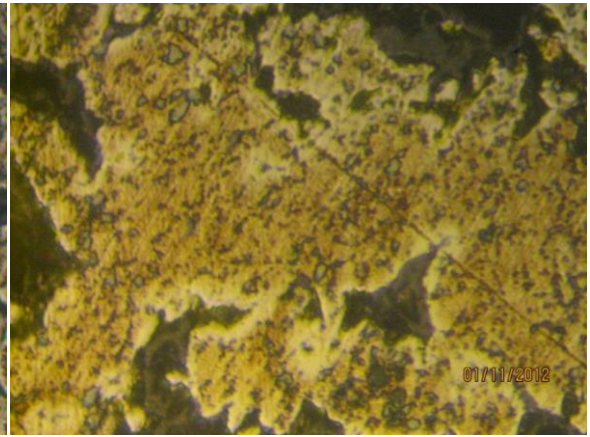
(a)



(b)

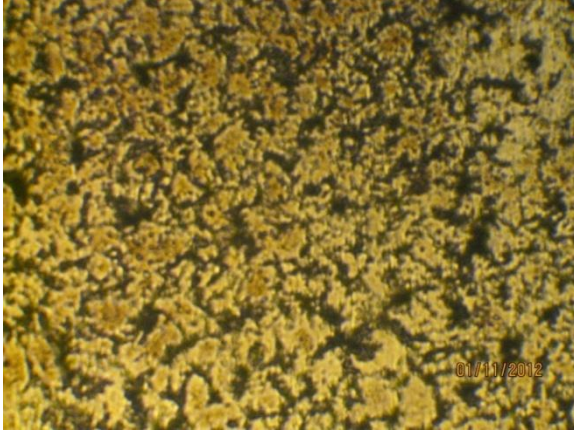


(c)

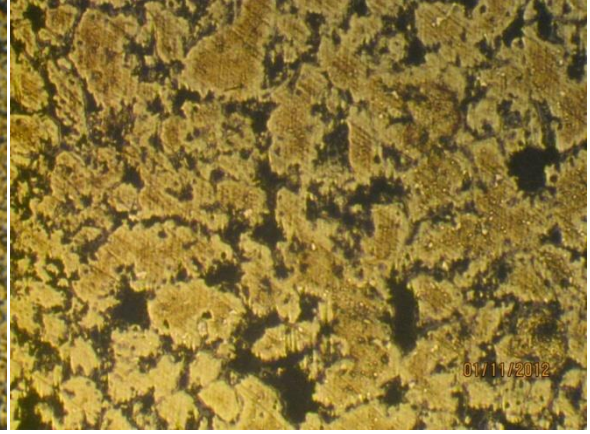


(d)

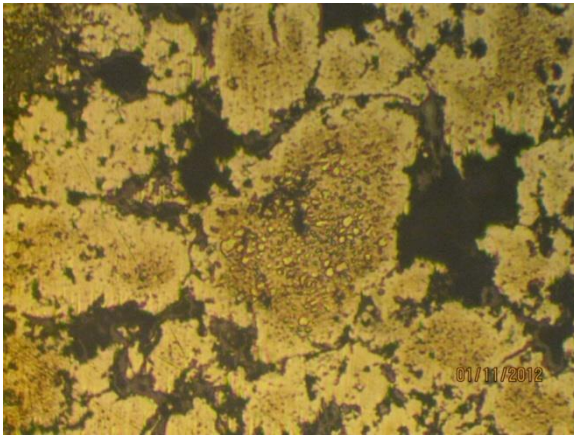
Şekil 10. N4.2 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



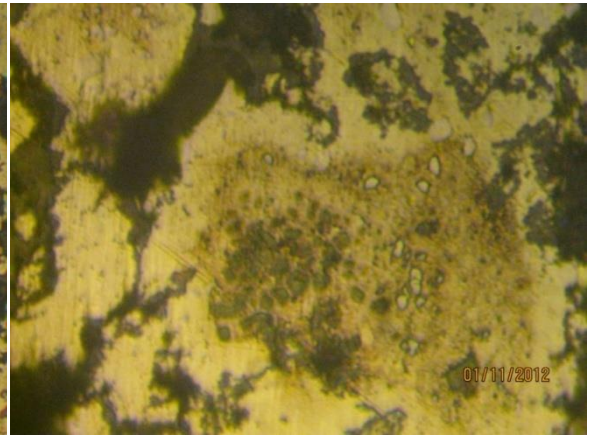
(a)



(b)

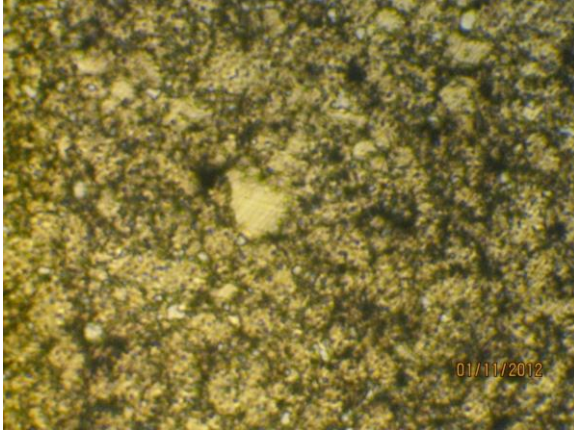


(c)

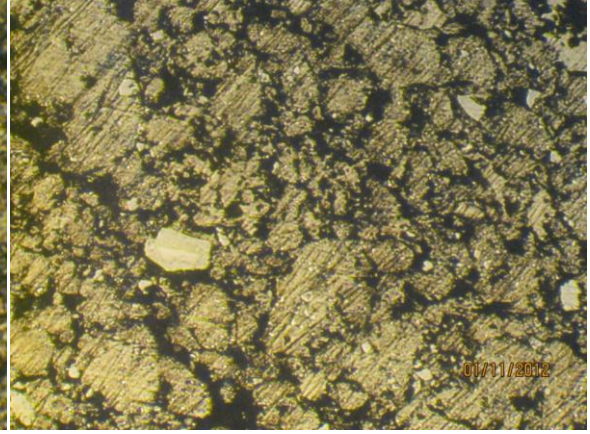


(d)

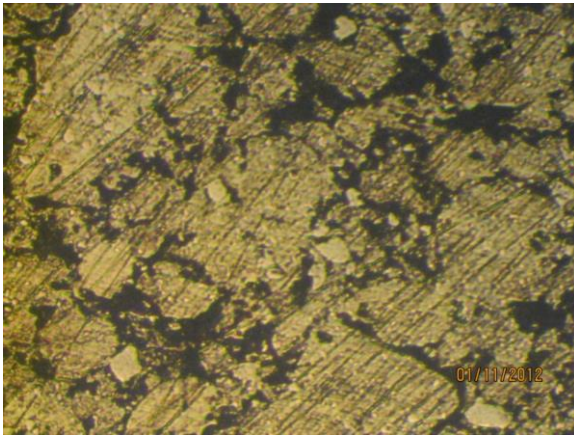
Şekil 11. N4.3 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



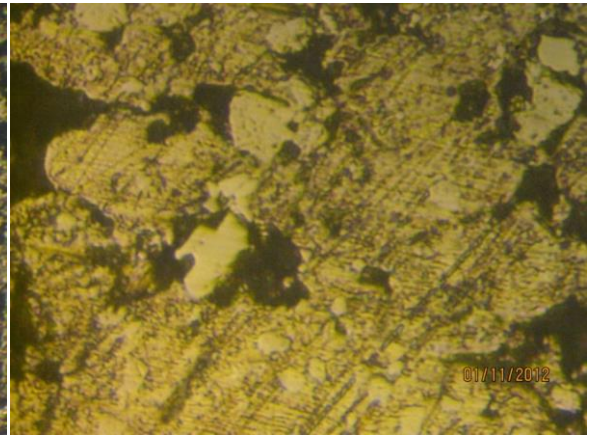
(a)



(b)

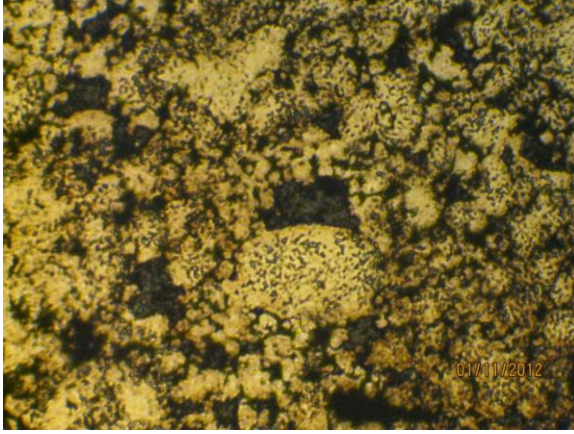


(c)

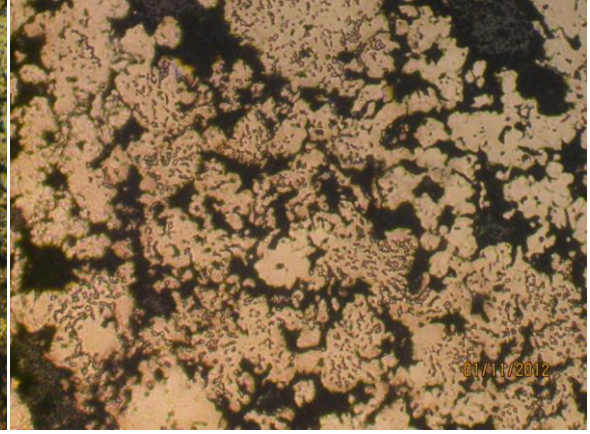


(d)

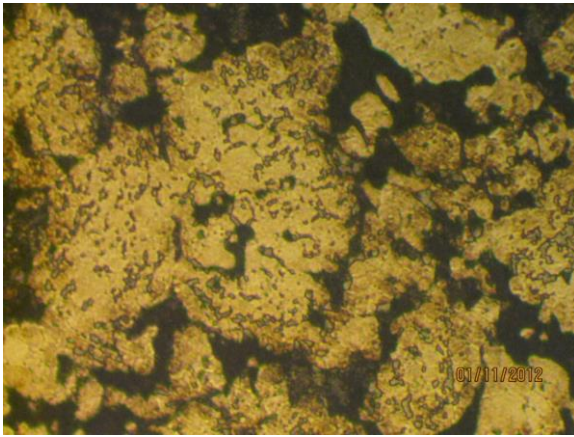
Şekil 12. N4.4 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



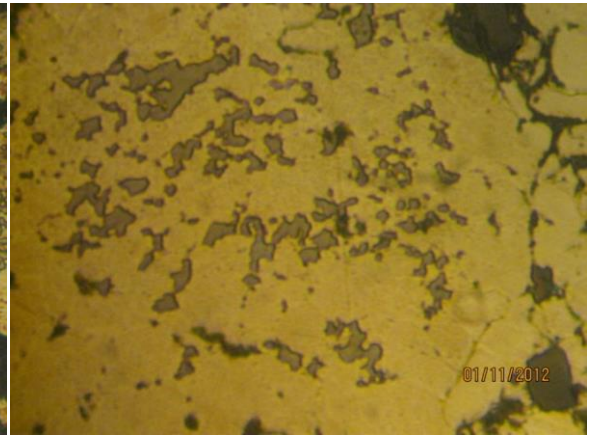
(a)



(b)

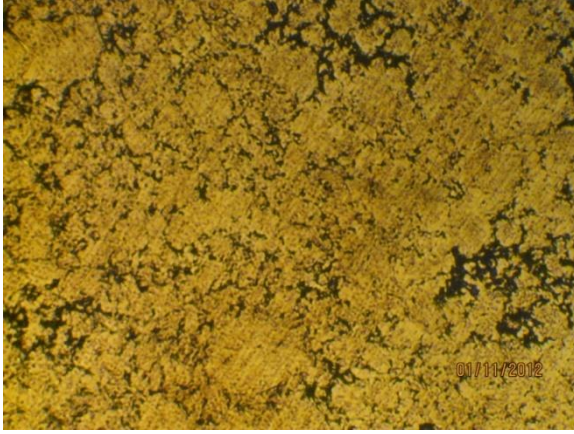


(c)

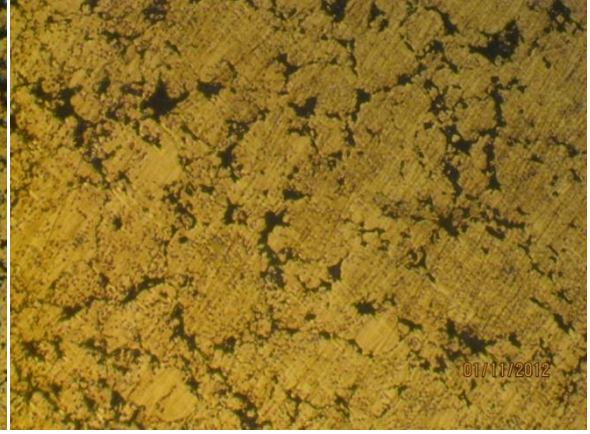


(d)

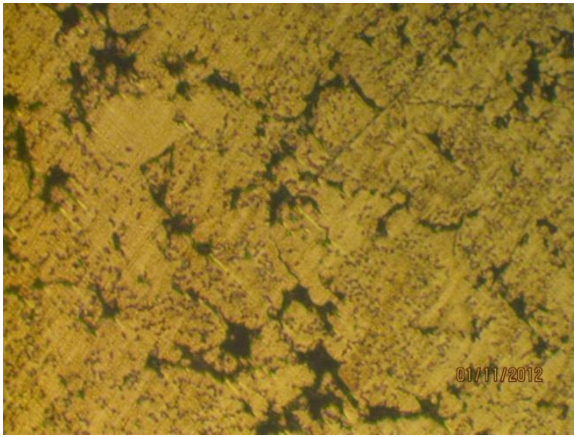
Şekil 13. N5.1 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



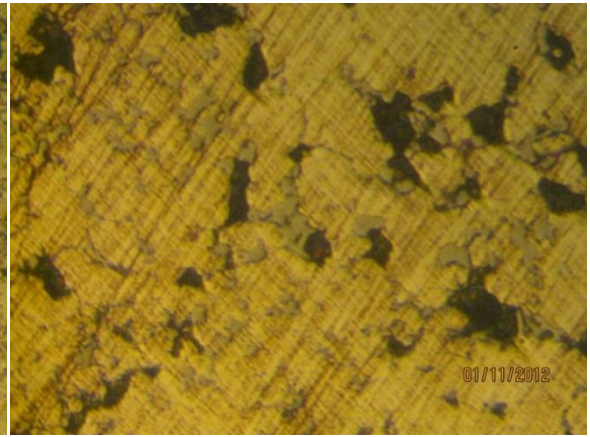
(a)



(b)

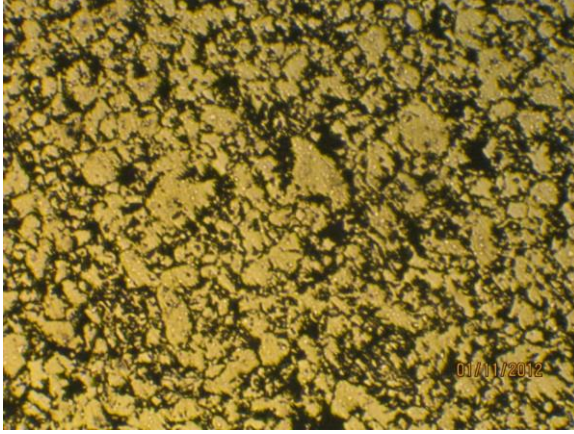


(c)

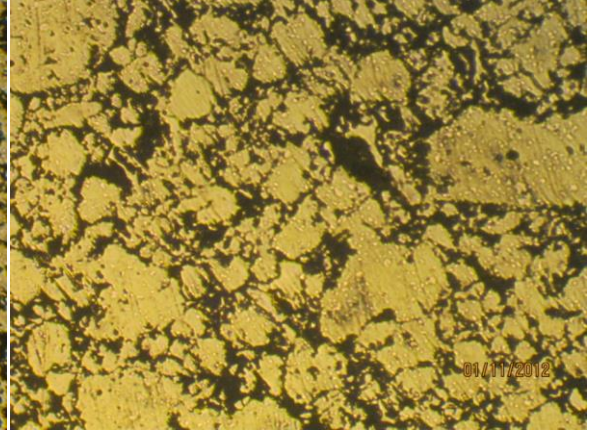


(d)

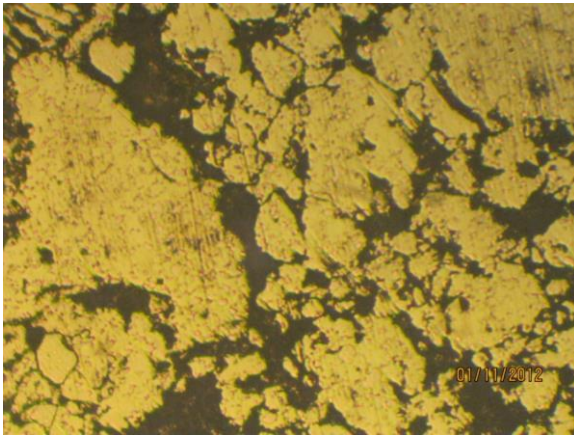
Şekil 14. N5.2 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



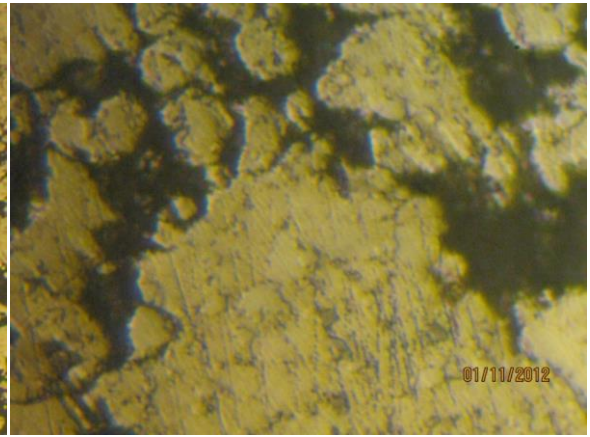
(a)



(b)

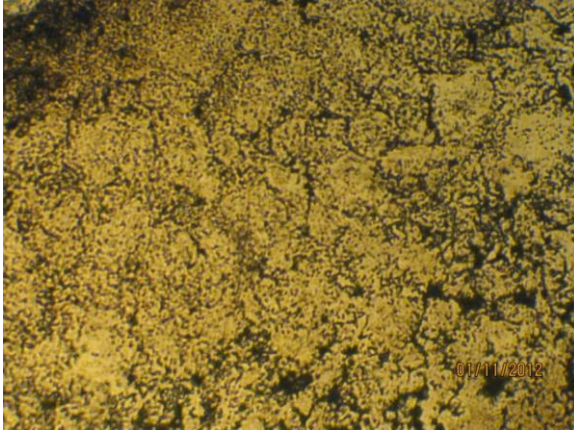


(c)

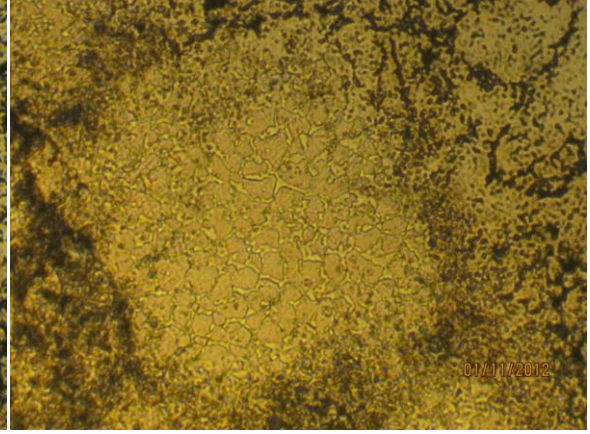


(d)

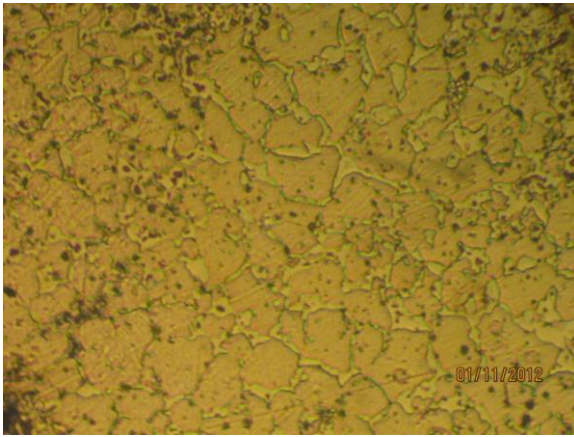
Şekil 15. N5.3 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



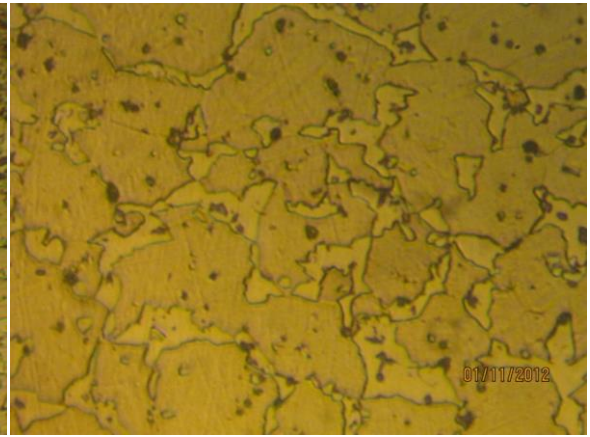
(a)



(b)

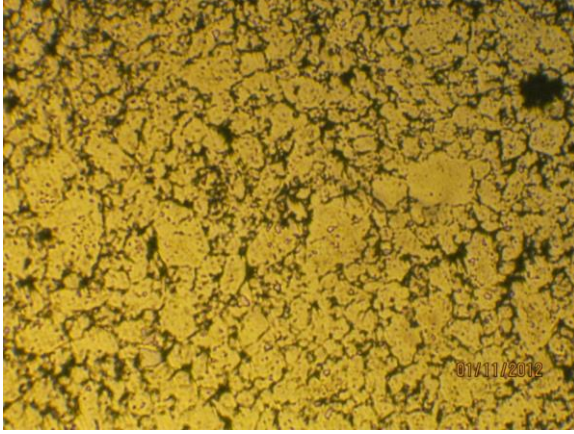


(c)

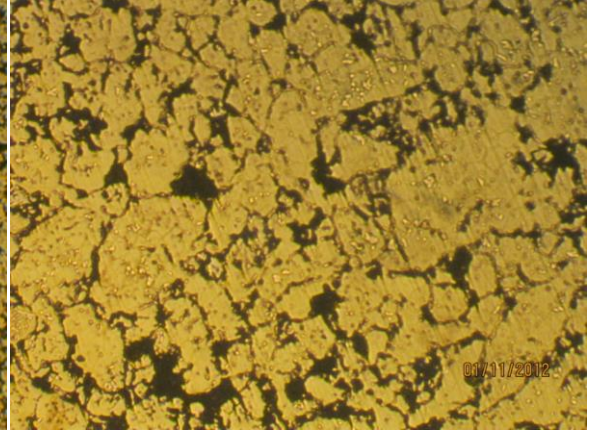


(d)

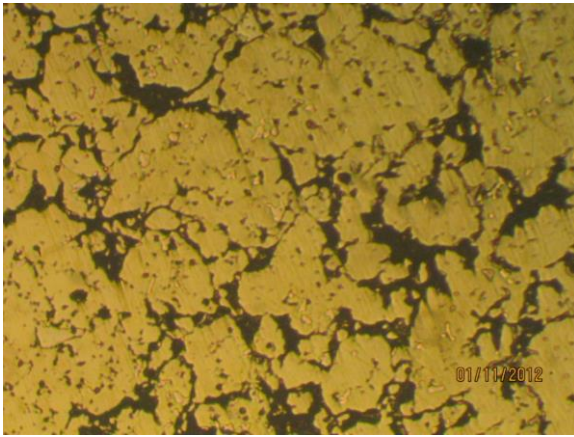
Şekil 16. N6.1 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



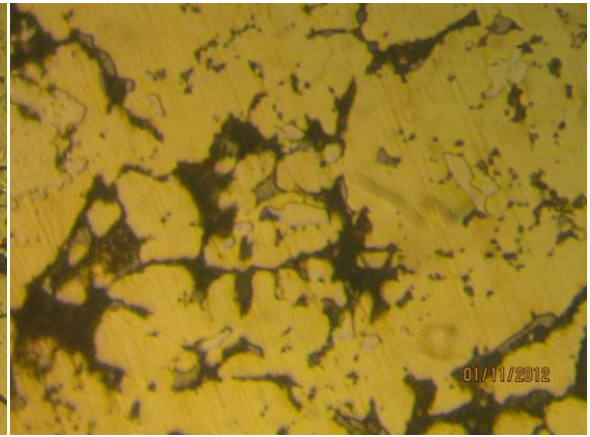
(a)



(b)

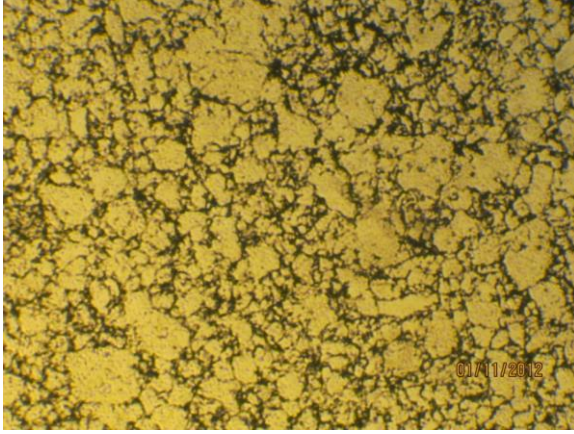


(c)

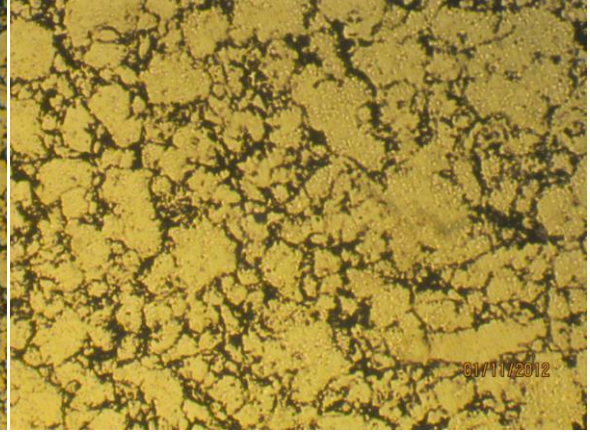


(d)

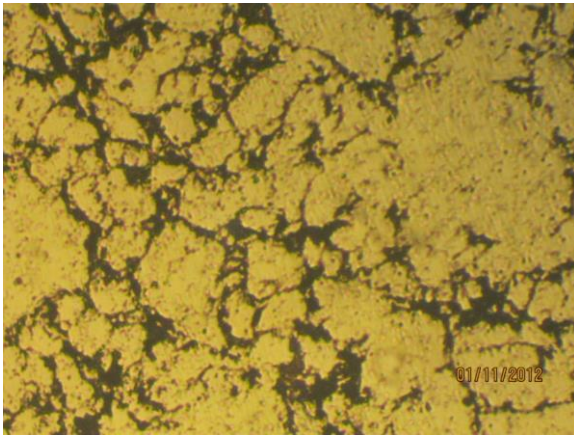
Şekil 17. N6.2 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



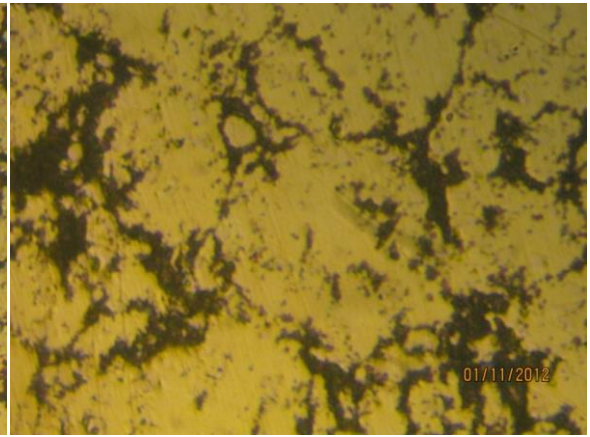
(a)



(b)

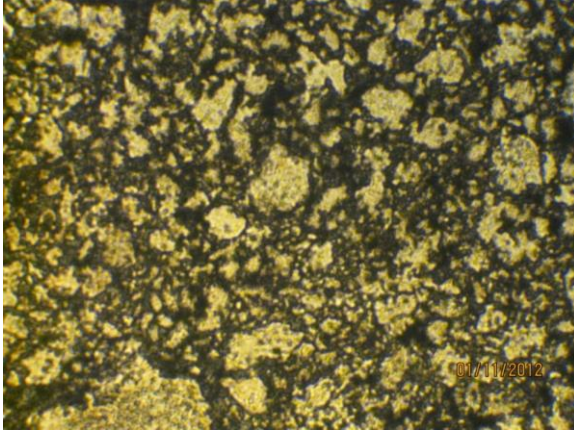


(c)

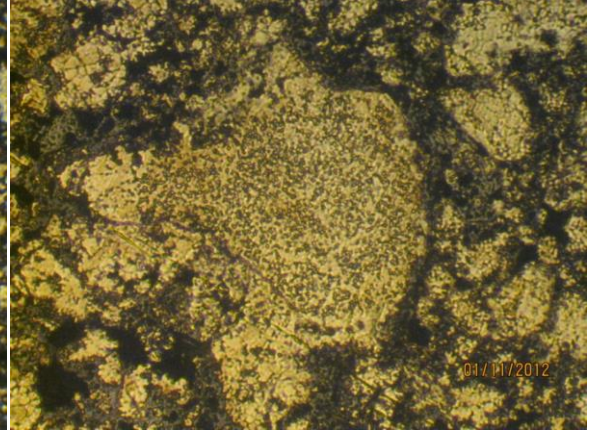


(d)

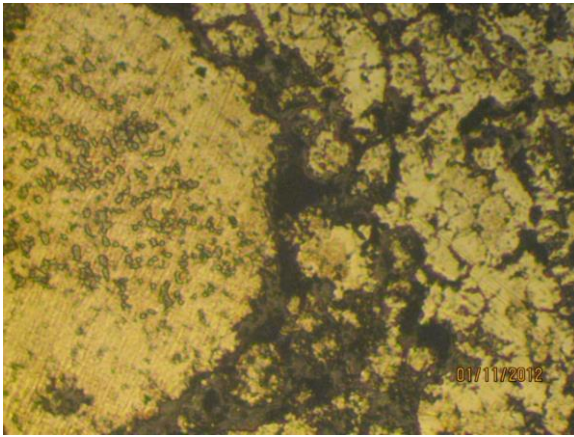
Şekil 18. N6.3 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



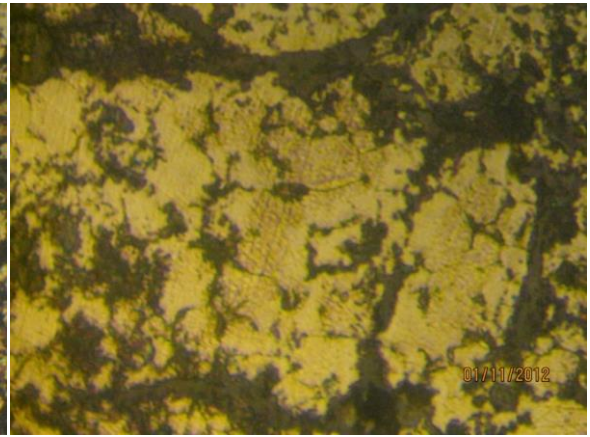
(a)



(b)

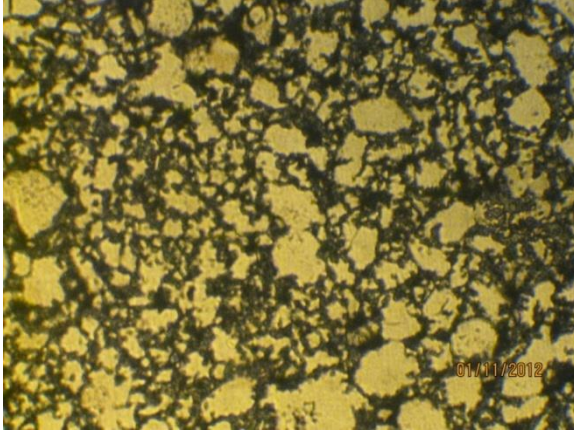


(c)

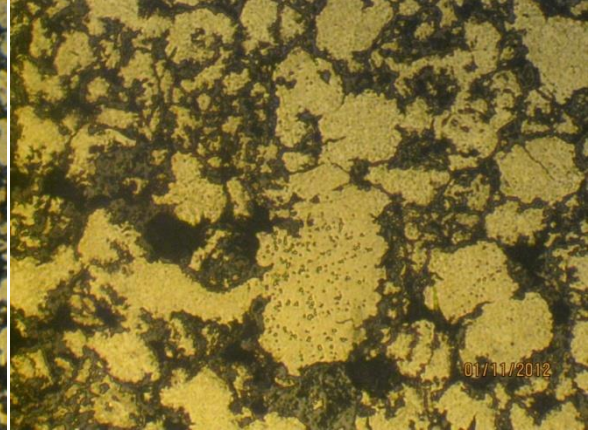


(d)

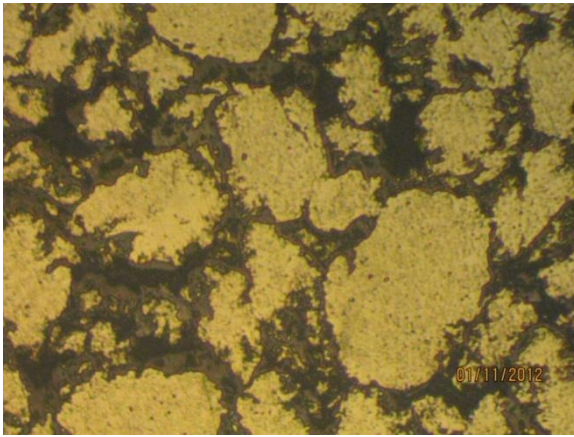
Şekil 19. N7.1 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



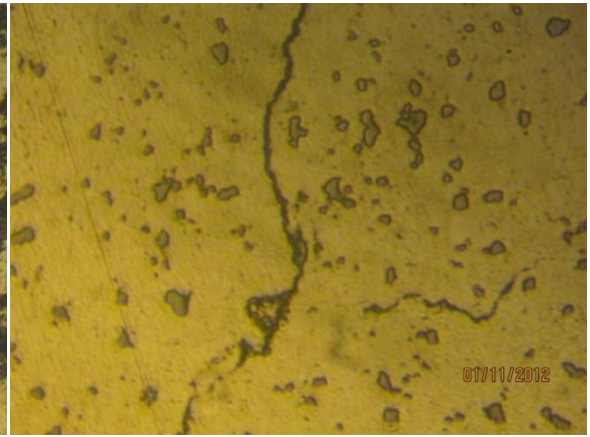
(a)



(b)

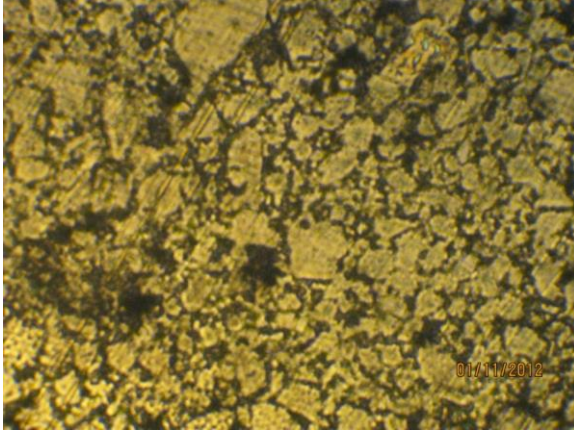


(c)

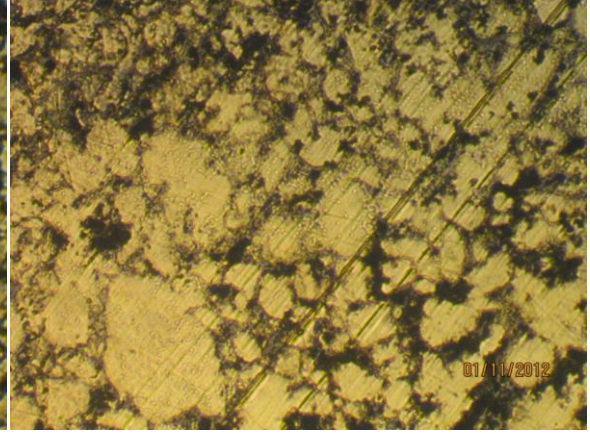


(d)

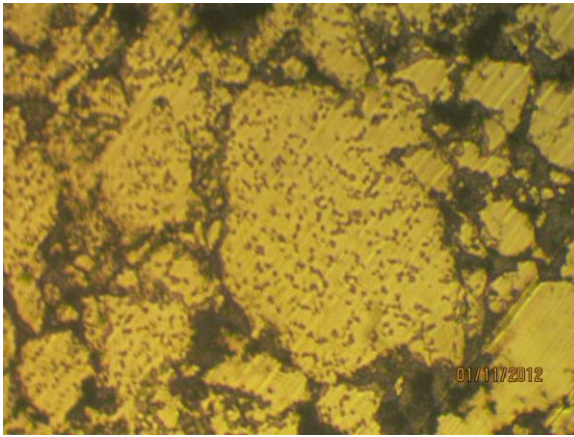
Şekil 20. N7.2 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



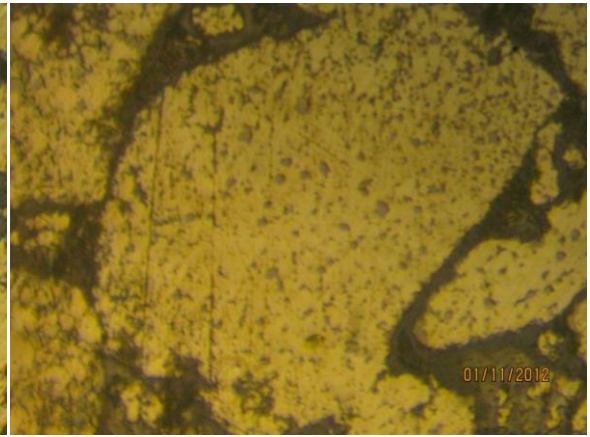
(a)



(b)

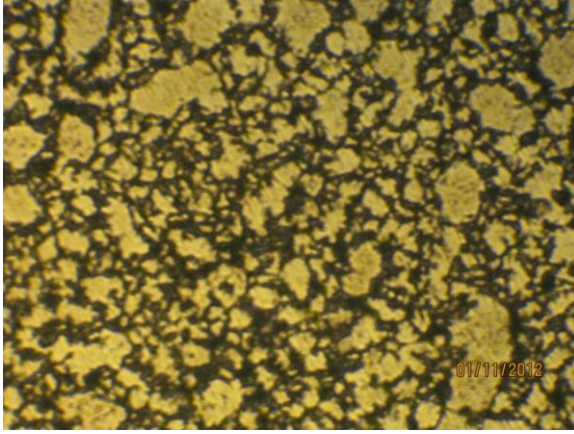


(c)

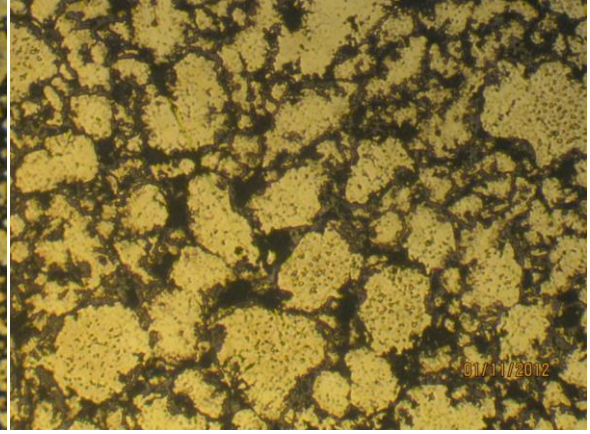


(d)

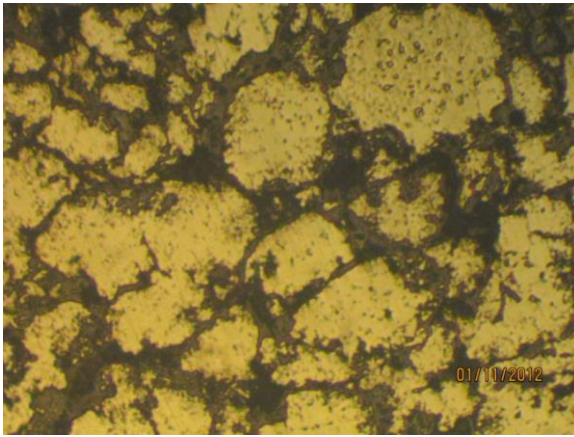
Şekil 21. N7.3 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



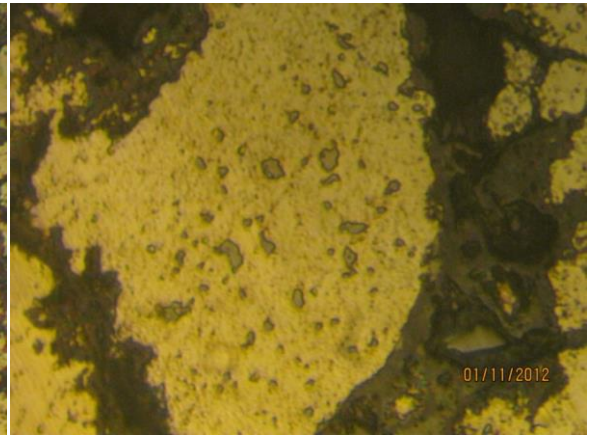
(a)



(b)

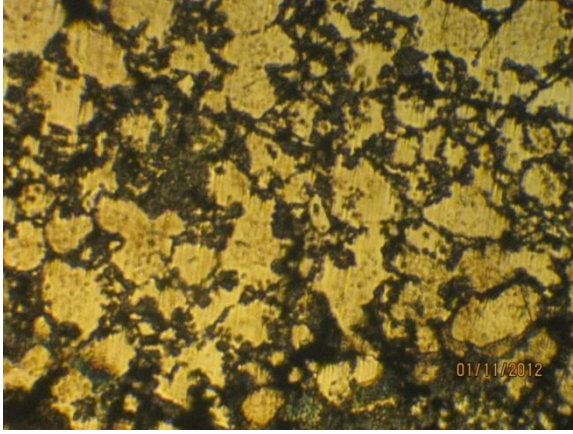


(c)

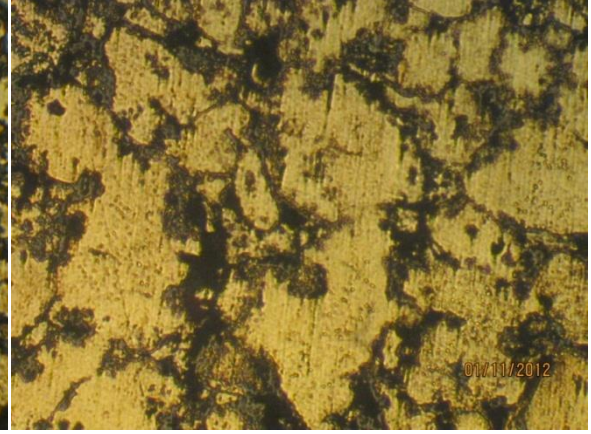


(d)

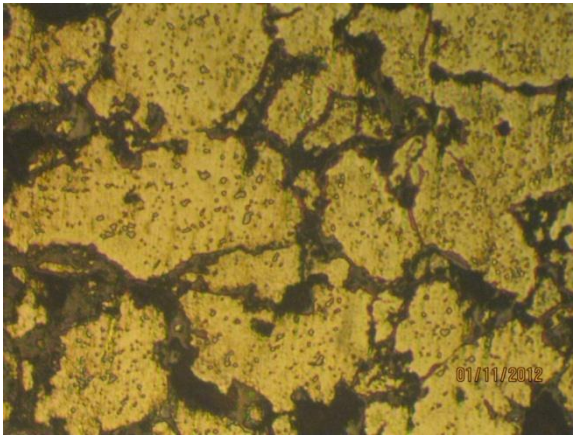
Şekil 22. N8.1 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



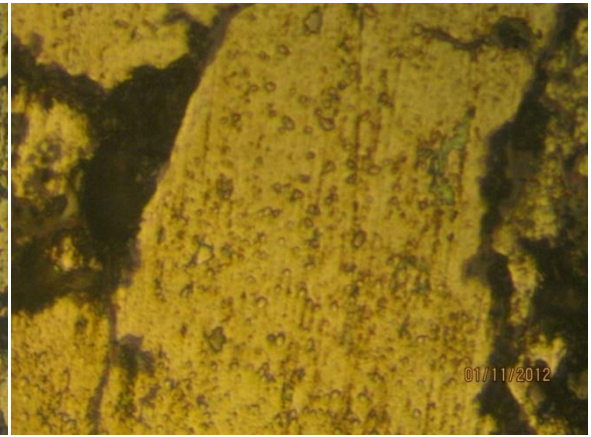
(a)



(b)

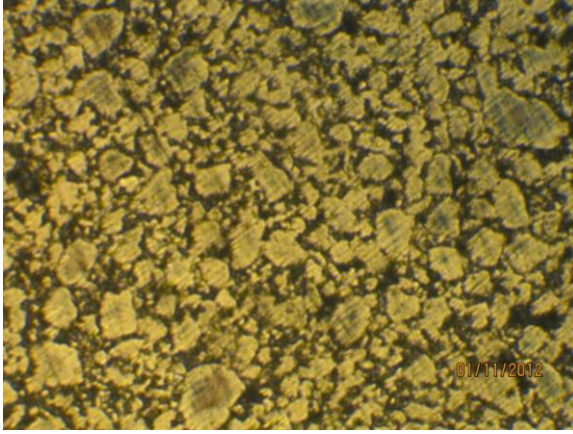


(c)

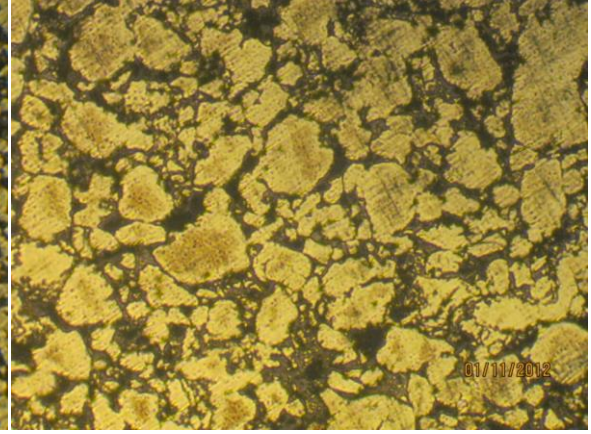


(d)

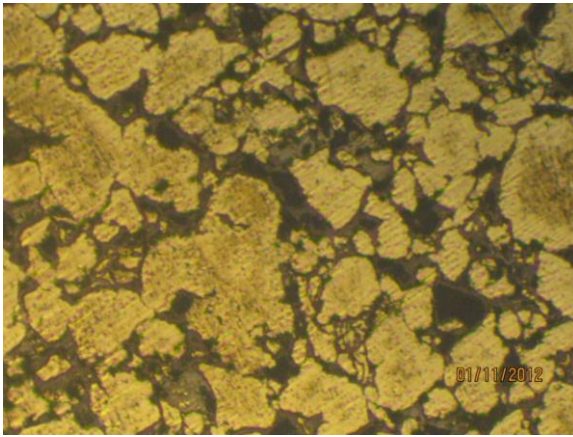
Şekil 23. N8.2 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



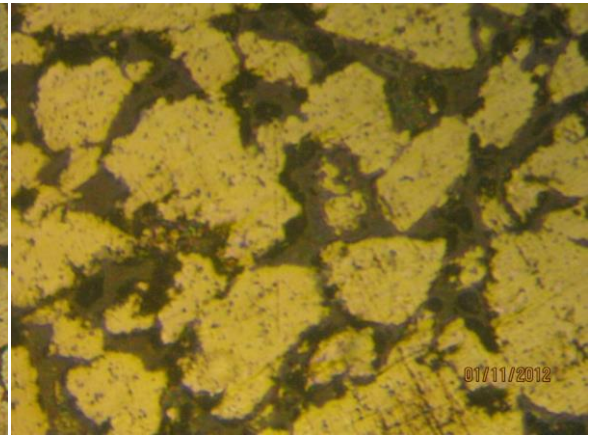
(a)



(b)

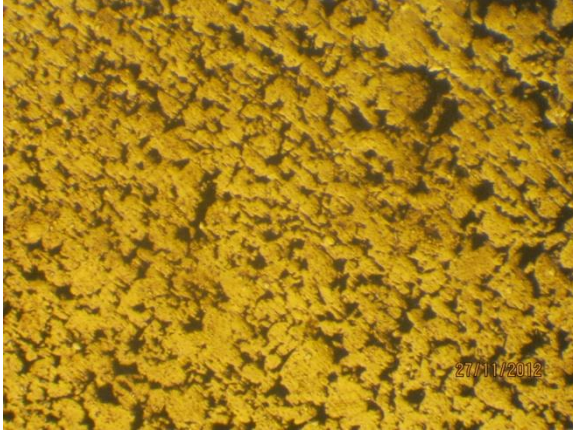


(c)

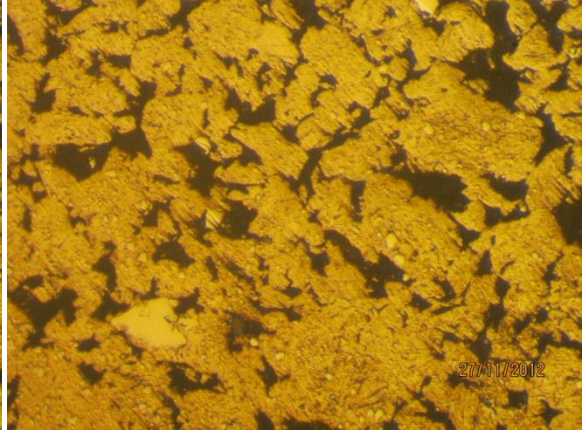


(d)

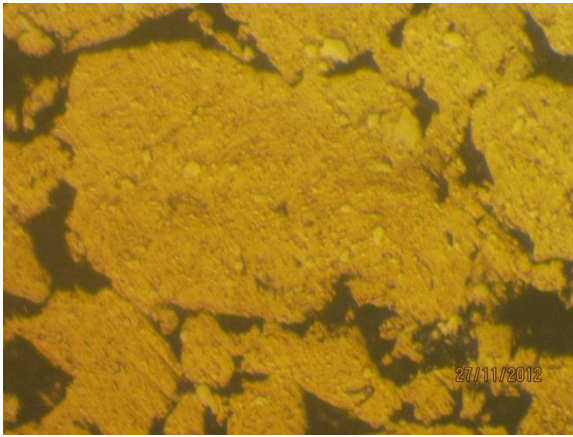
Şekil 24. N8.3 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



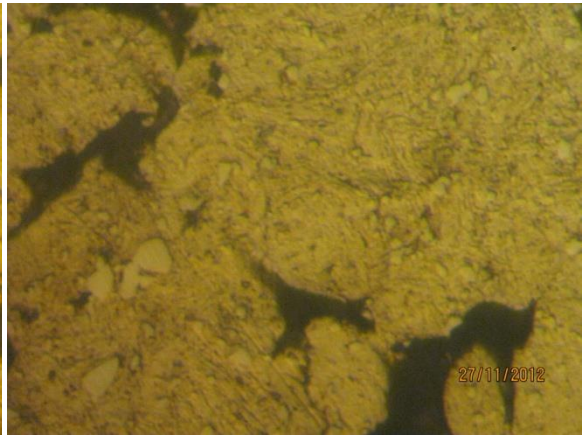
(a)



(b)

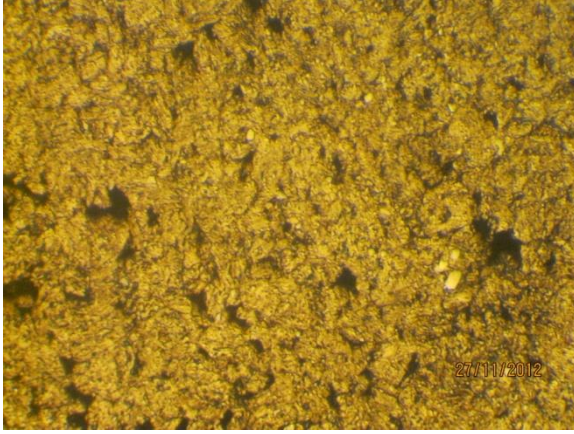


(c)

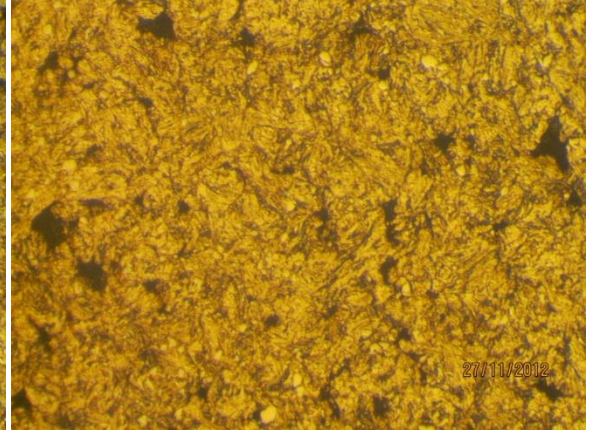


(d)

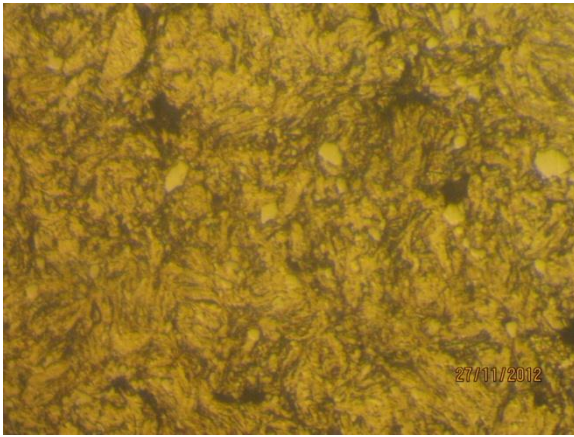
Şekil 25. N9.1 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



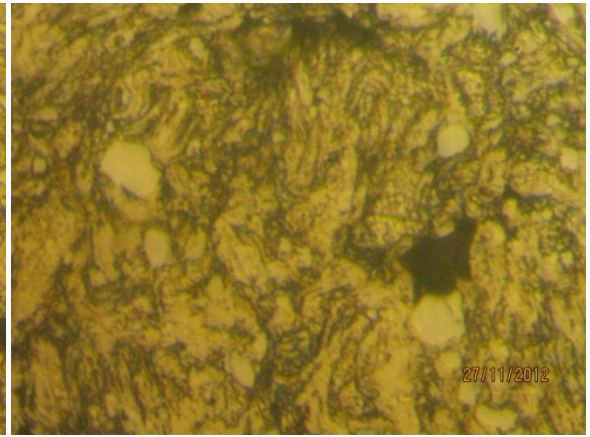
(a)



(b)

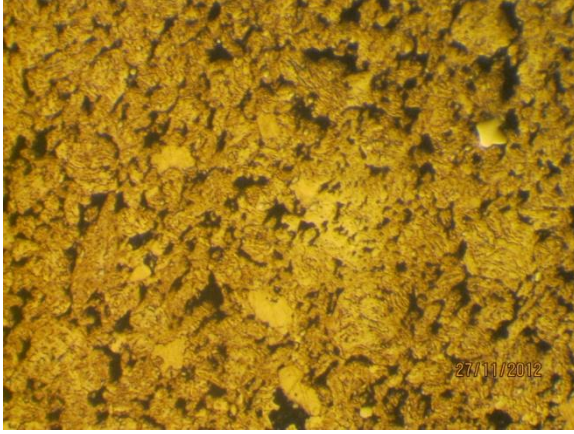


(c)

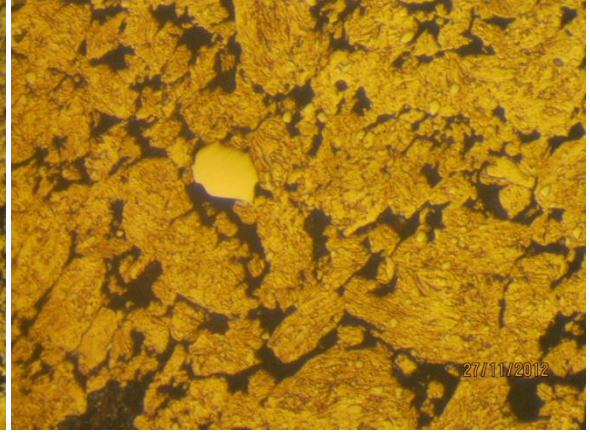


(d)

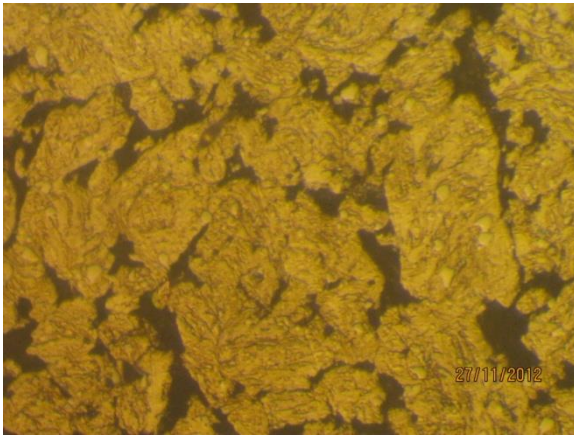
Şekil 26. N9.2 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



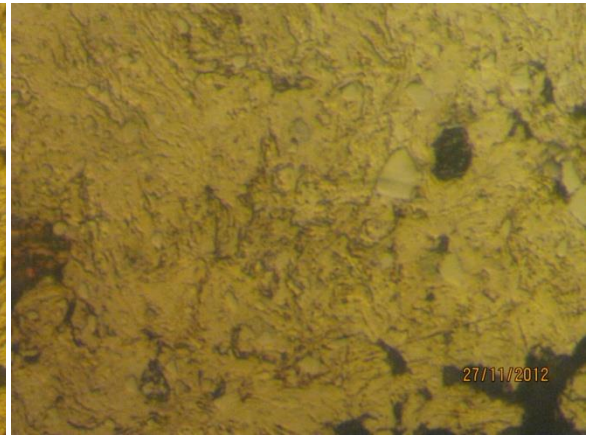
(a)



(b)

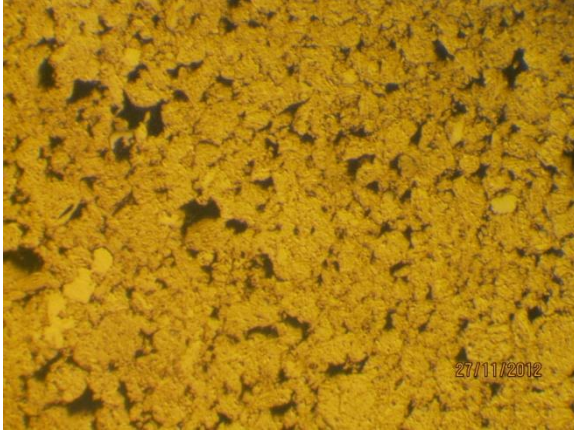


(c)

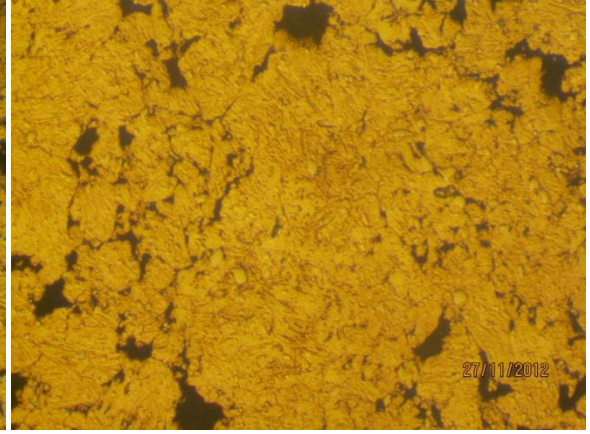


(d)

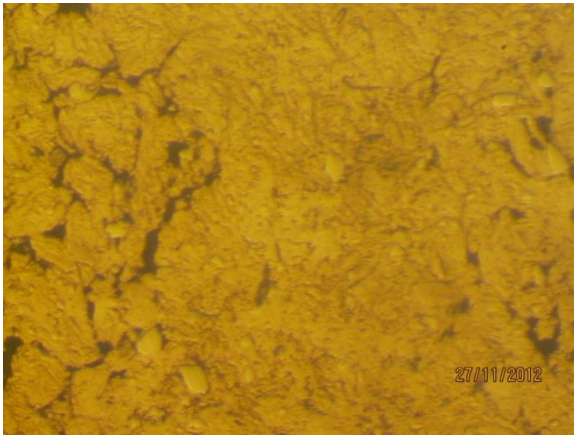
Şekil 27. N10.1 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



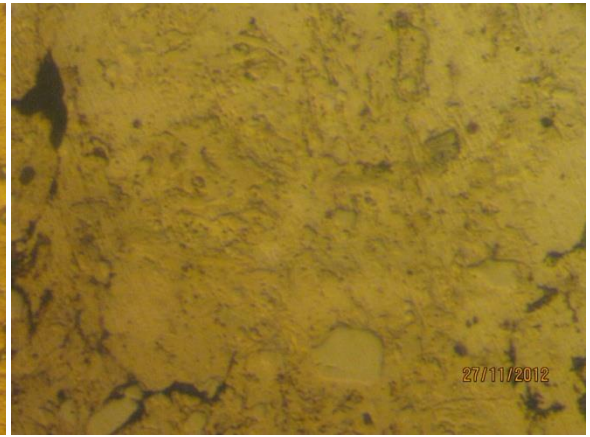
(a)



(b)



(c)

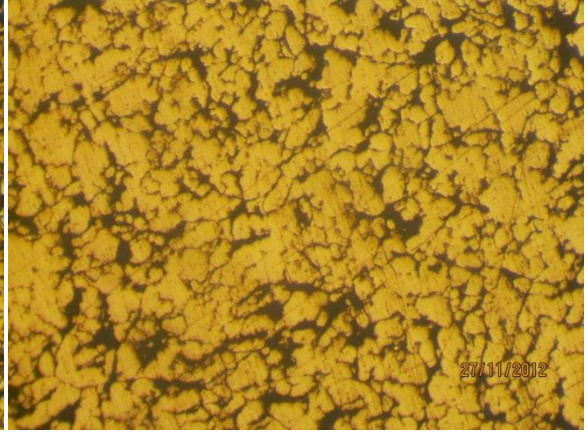


(d)

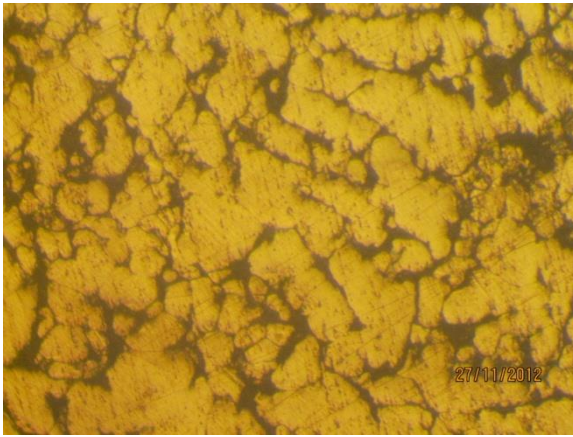
Şekil 28. N10.2 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



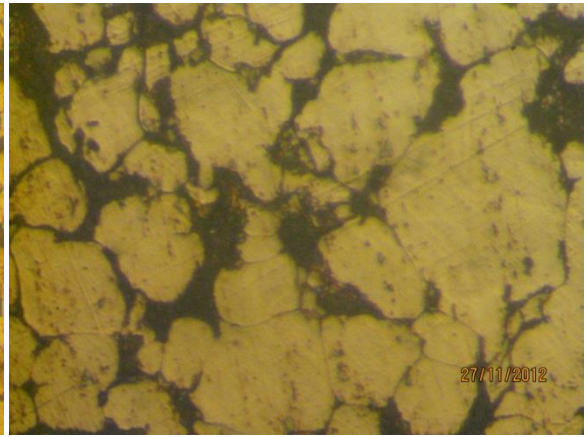
(a)



(b)

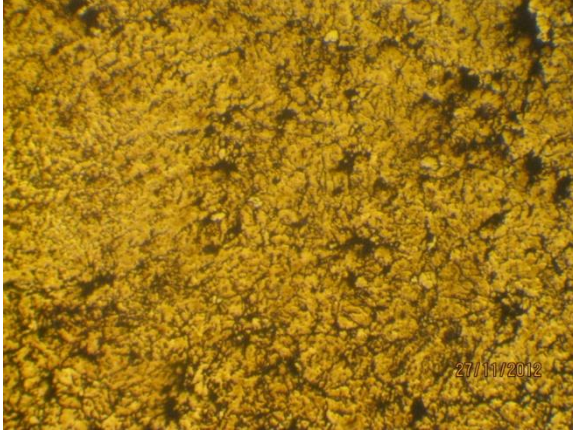


(c)

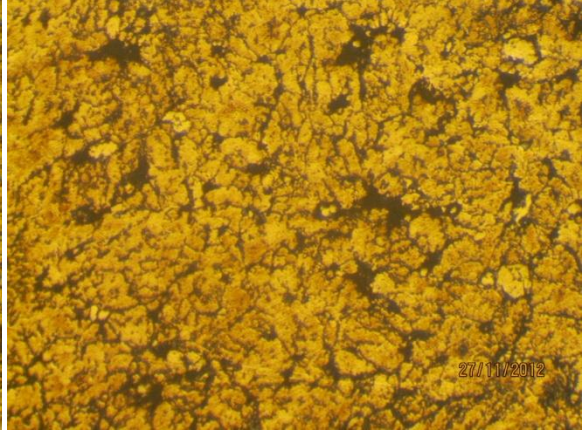


(d)

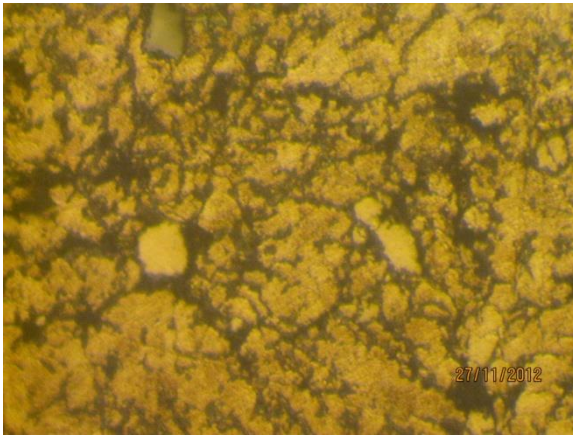
Şekil 29. Ni numunesine ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



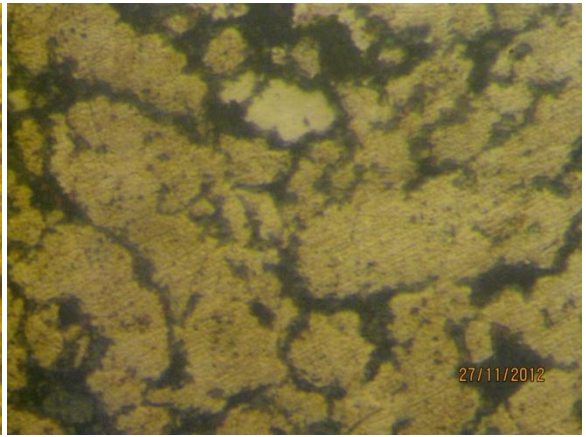
(a)



(b)

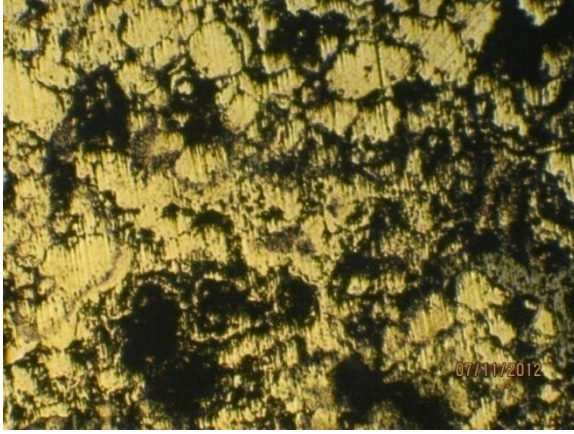


(c)

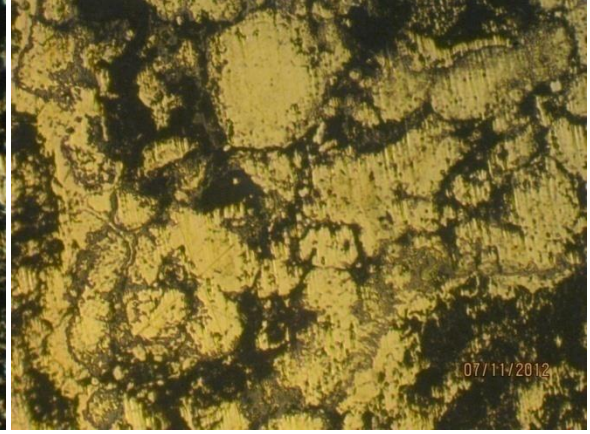


(d)

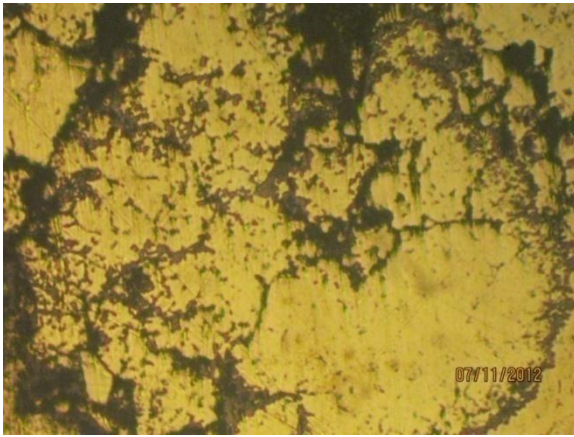
Şekil 30. Ni+FeCrC numunesine ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.



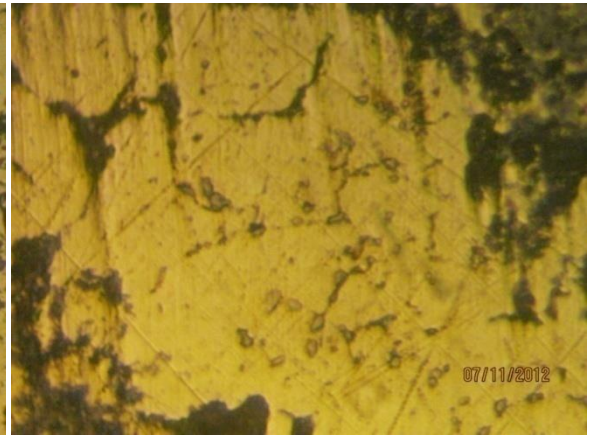
(a)



(b)



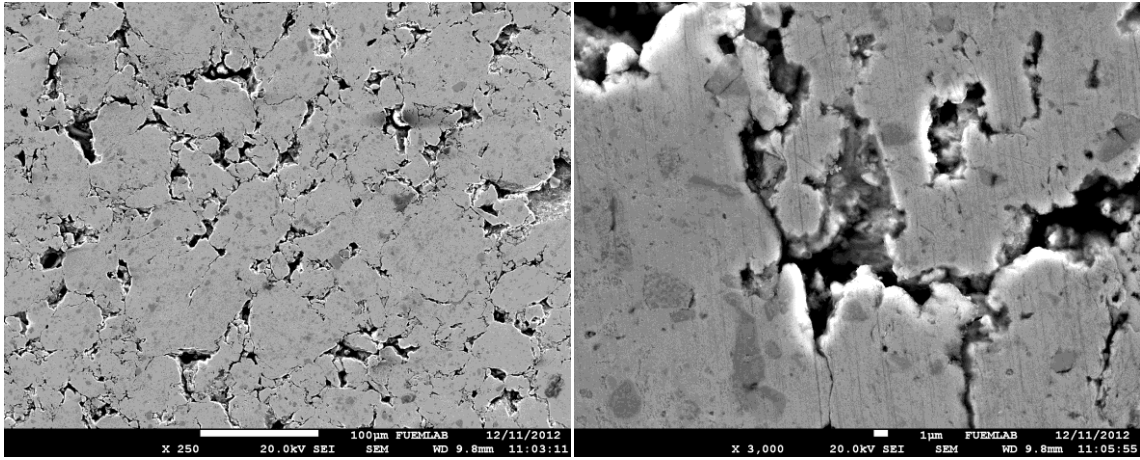
(c)



(d)

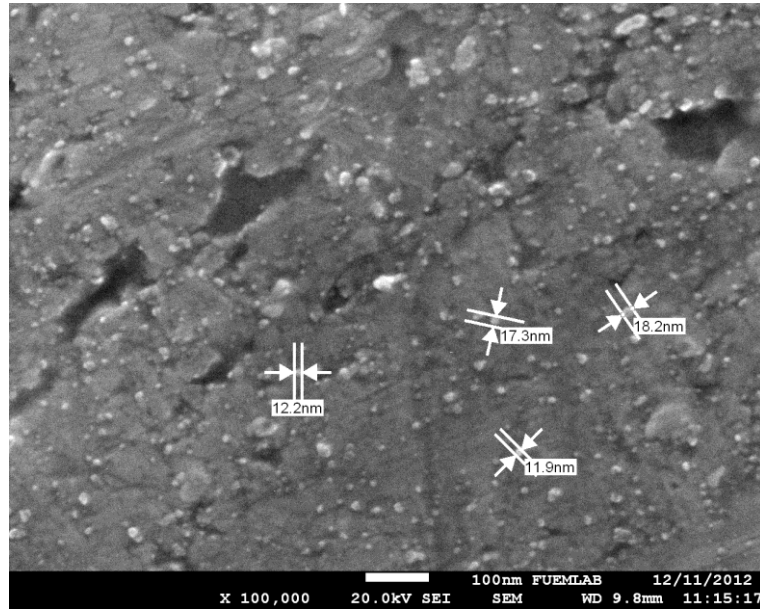
Şekil 31. S1.5 numaralı numuneye ait optik fotoğraflar: a) 5x15 Büyütme, b) 10x15 Büyütme, c) 20x15 Büyütme, d) 50x15 Büyütme.

EK 2. Numunelerin SEM Görüntüleri



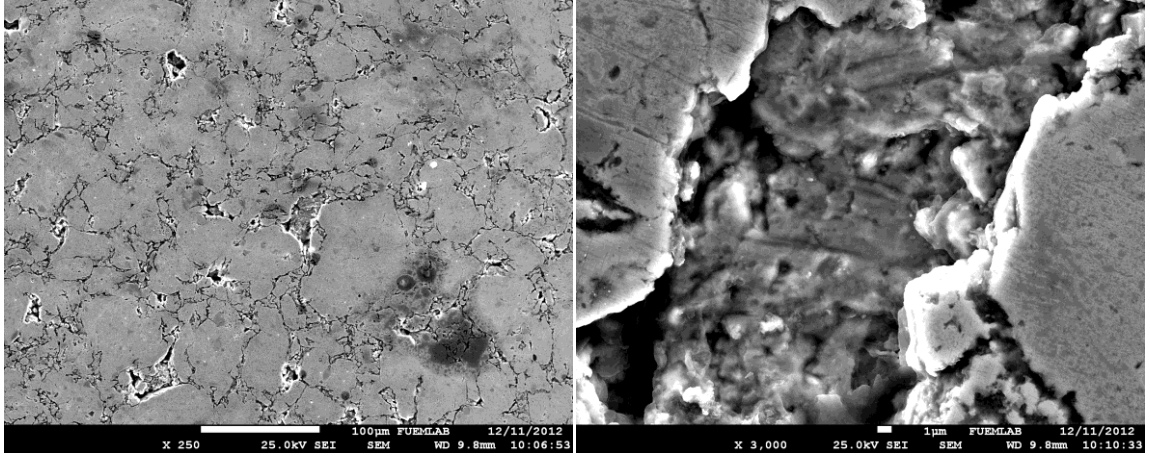
(a)

(b)



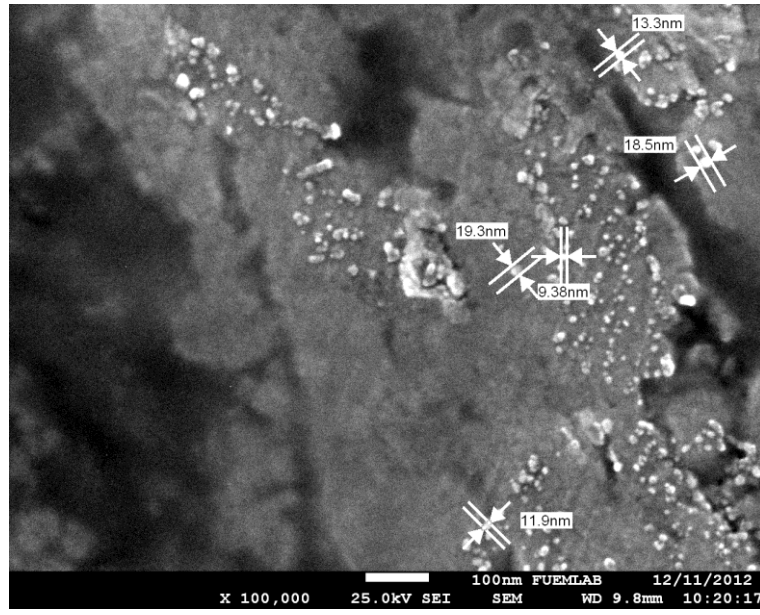
(c)

Şekil 1. N1.1 numaralı numuneye ait SEM fotoğrafları: a) 250 Büyütme, b) 3000 Büyütme, c) 100000 Büyütme



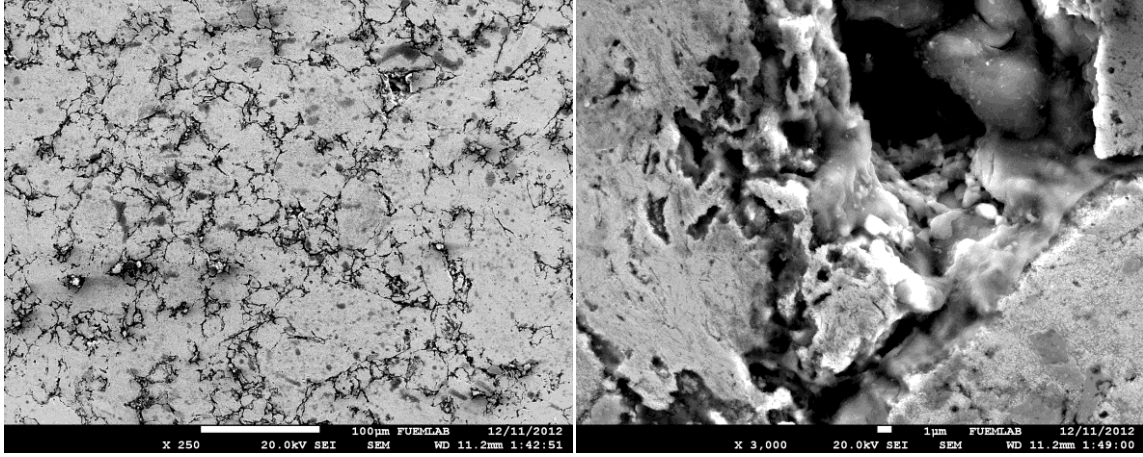
(a)

(b)



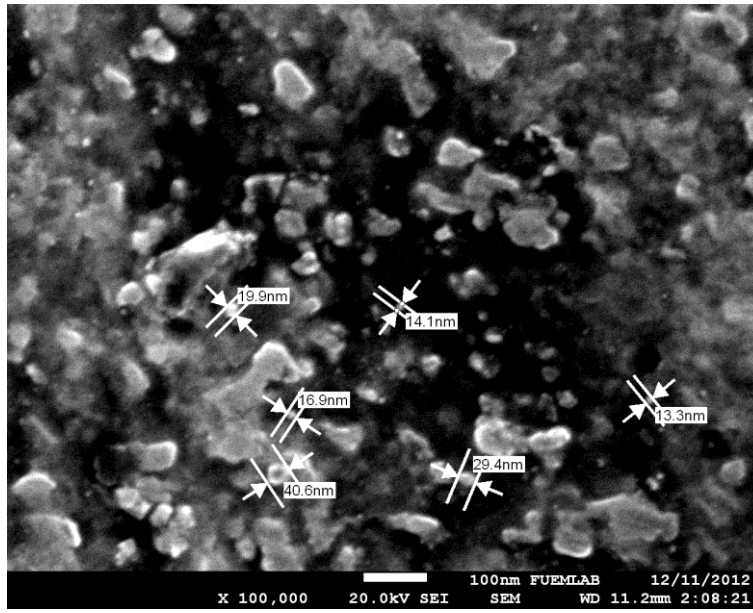
(c)

Şekil 2. N1.2 numaralı numuneye ait SEM fotoğrafları: a) 250 Büyütme, b) 3000 Büyütme, c) 100000 Büyütme



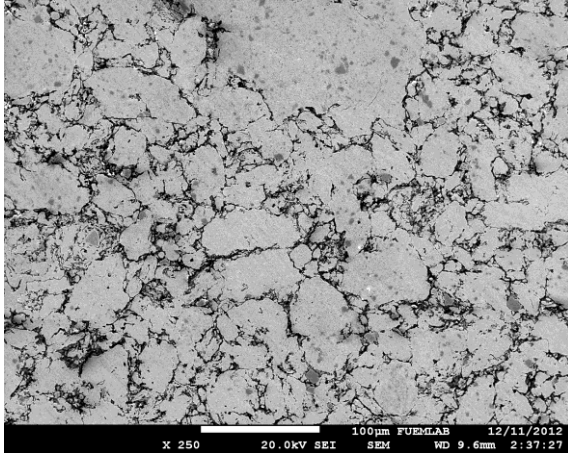
(a)

(b)

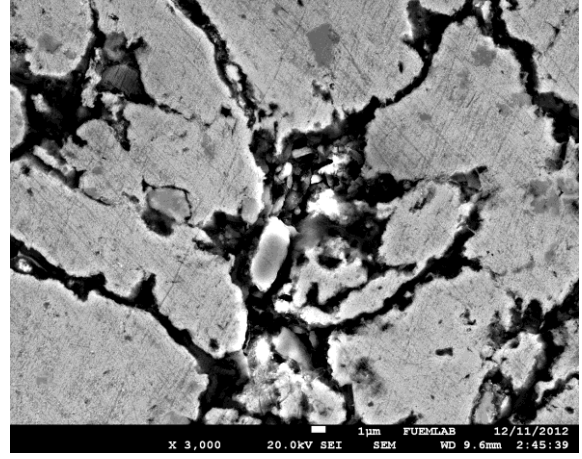


(c)

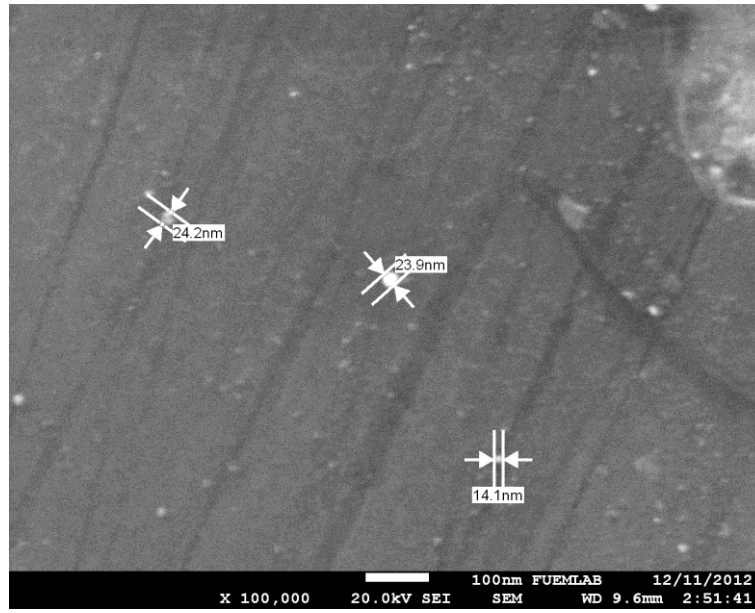
Şekil 3. N2.2 numaralı numuneye ait SEM fotoğrafları: a) 250 Büyütme, b) 3000 Büyütme, c) 100000 Büyütme



(a)

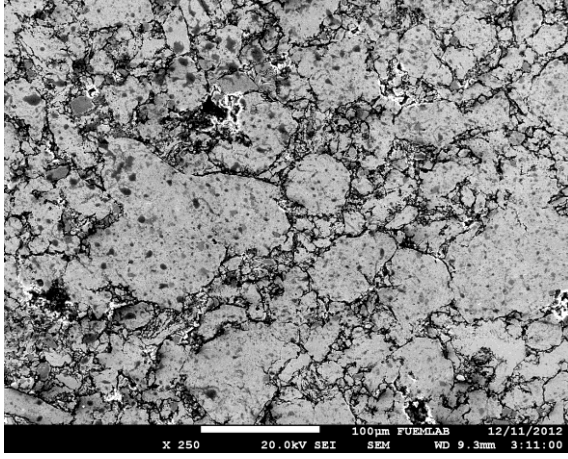


(b)

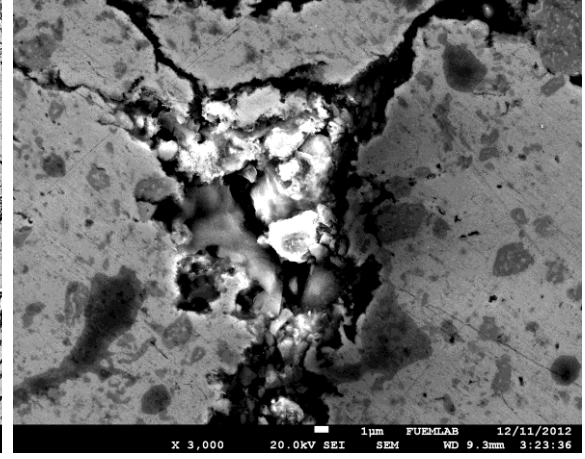


(c)

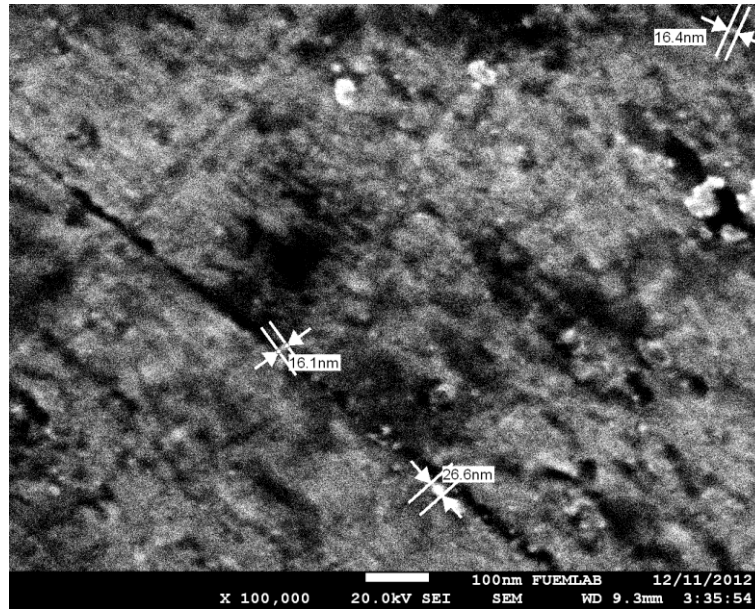
Şekil 4. N2.3 numaralı numuneye ait SEM fotoğrafları: a) 250 Büyütme, b) 3000 Büyütme, c) 100000 Büyütme



(a)

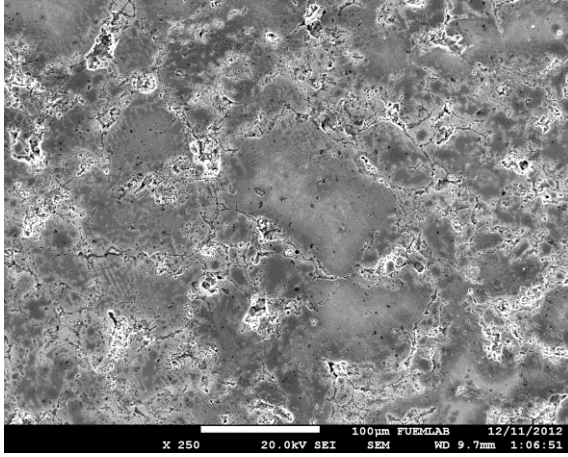


(b)

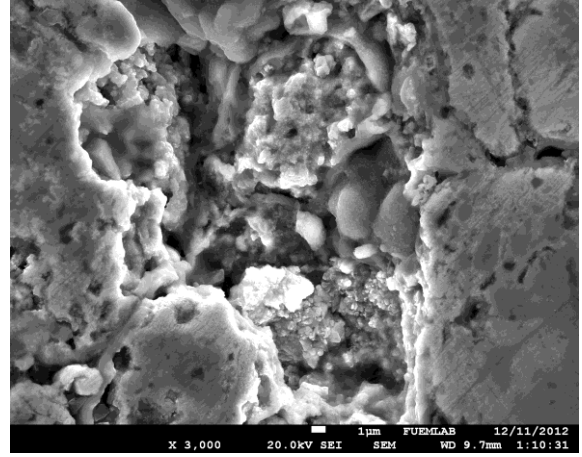


(c)

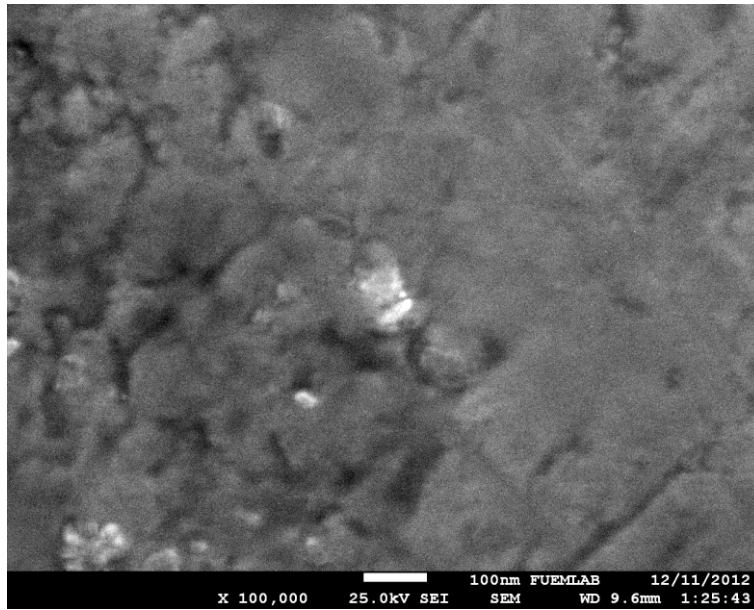
Şekil 5. N2.4 numaralı numuneye ait SEM fotoğrafları: a) 250 Büyütme, b) 3000 Büyütme, c) 100000 Büyütme



(a)

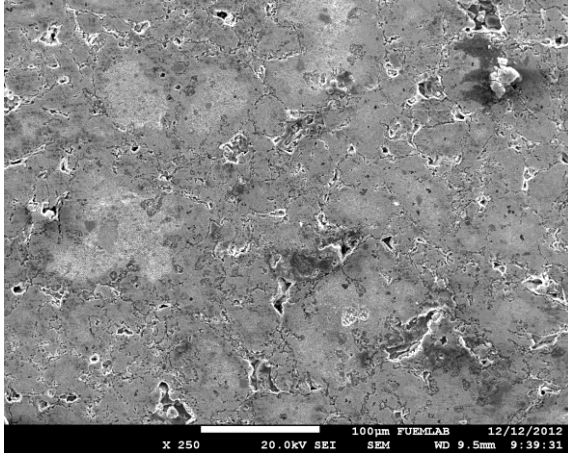


(b)

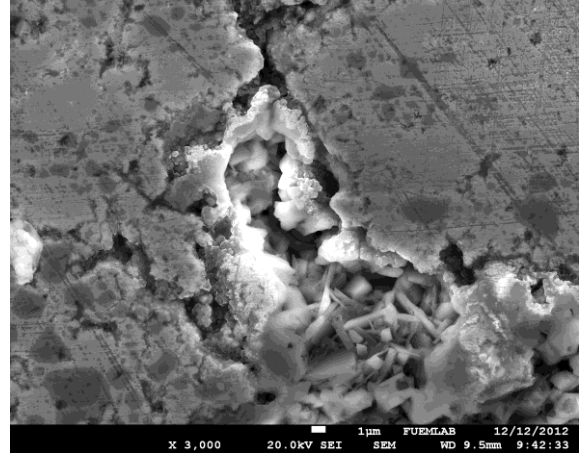


(c)

Şekil 6. N3.2 numaralı numuneye ait SEM fotoğrafları: a) 250 Büyütme, b) 3000 Büyütme, c) 100000 Büyütme



(a)

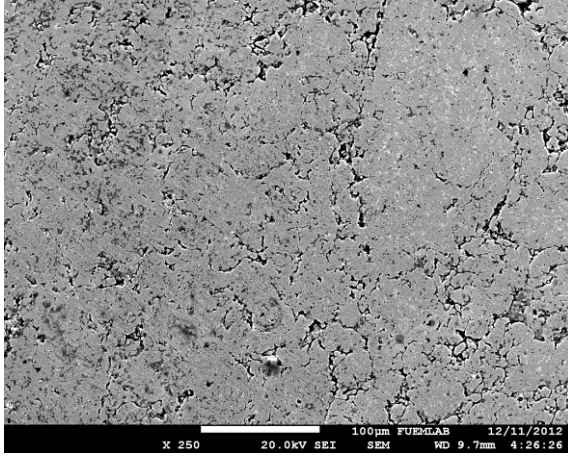


(b)

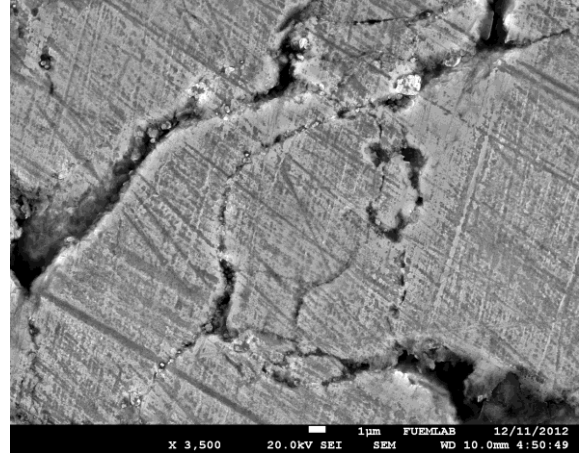


(c)

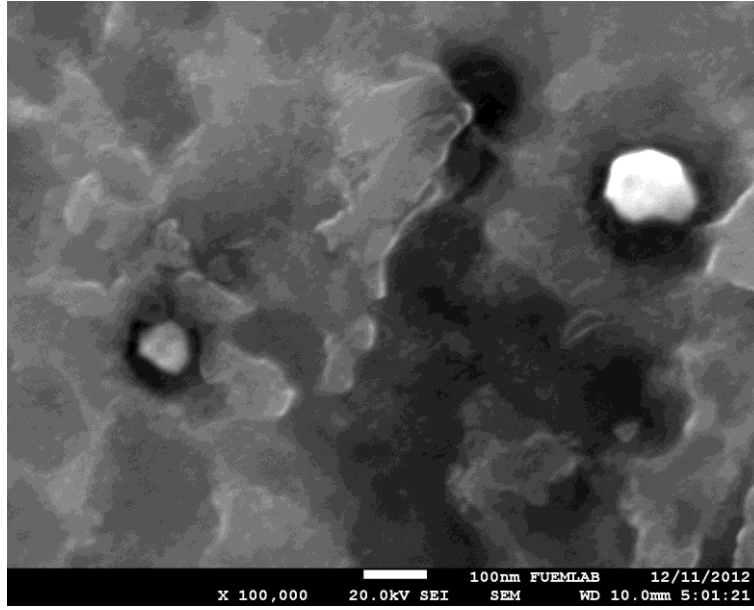
Şekil 7. N4.3 numaralı numuneye ait SEM fotoğrafları: a) 250 Büyütme, b) 3000 Büyütme, c) 100000 Büyütme



(a)

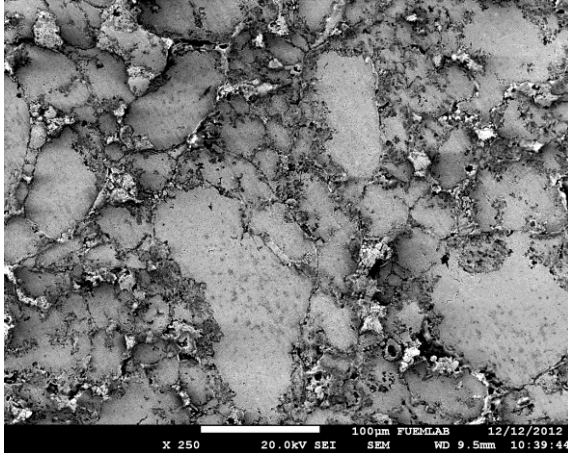


(b)

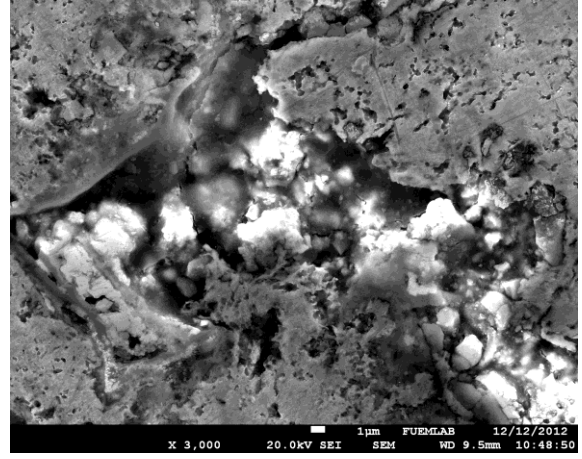


(c)

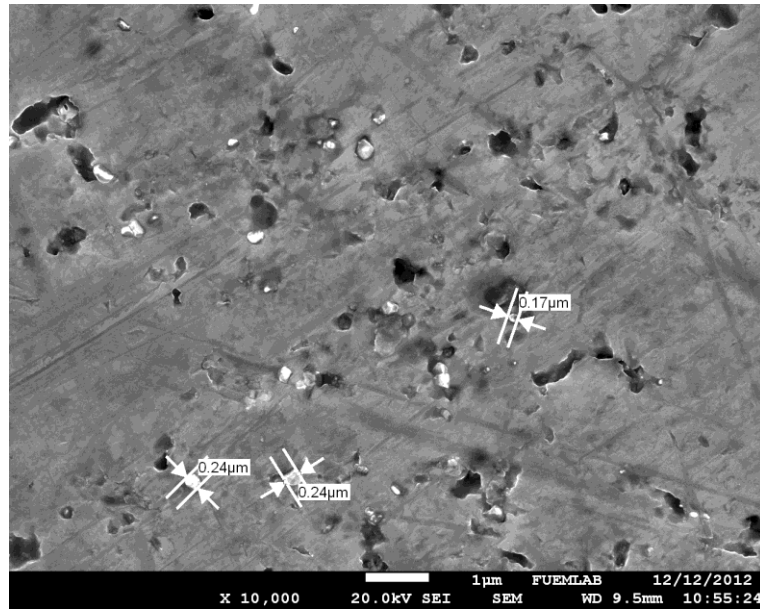
Şekil 8. N5.2 numaralı numuneye ait SEM fotoğrafları: a) 250 Büyütme, b) 3500 Büyütme, c) 100000 Büyütme



(a)

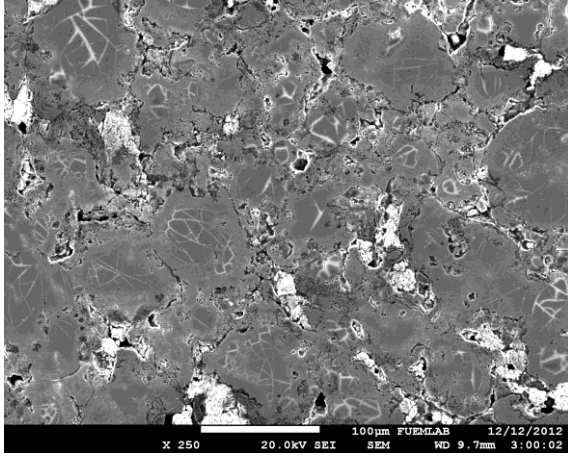


(b)

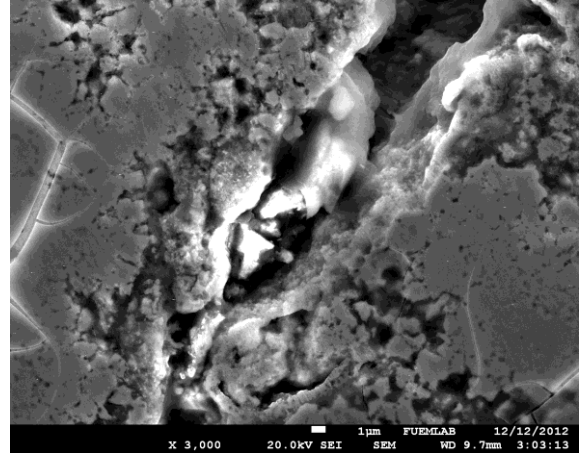


(c)

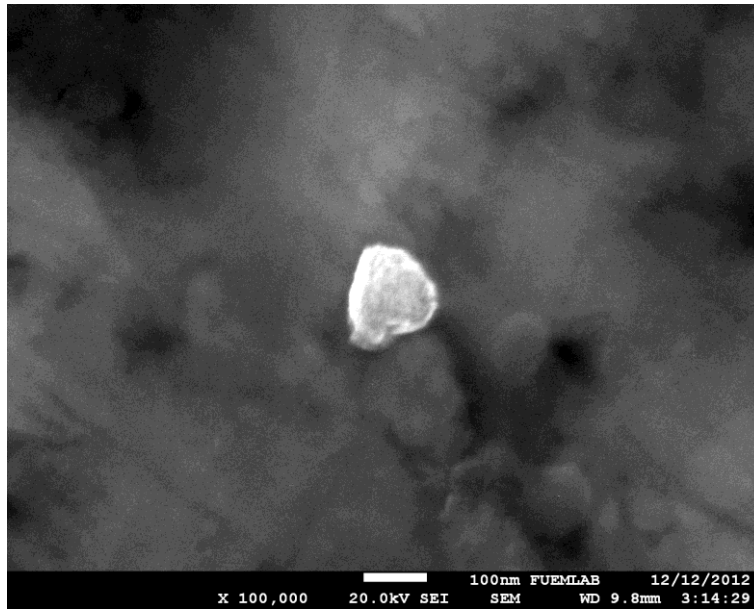
Şekil 9. N7.2 numaralı numuneye ait SEM fotoğrafları: a) 250 Büyütme, b) 3000 Büyütme, c) 10000 Büyütme



(a)



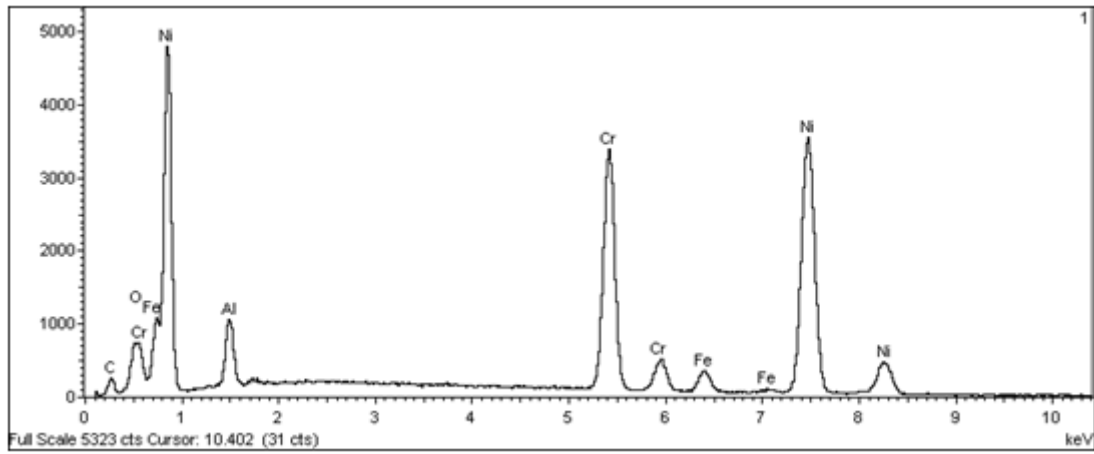
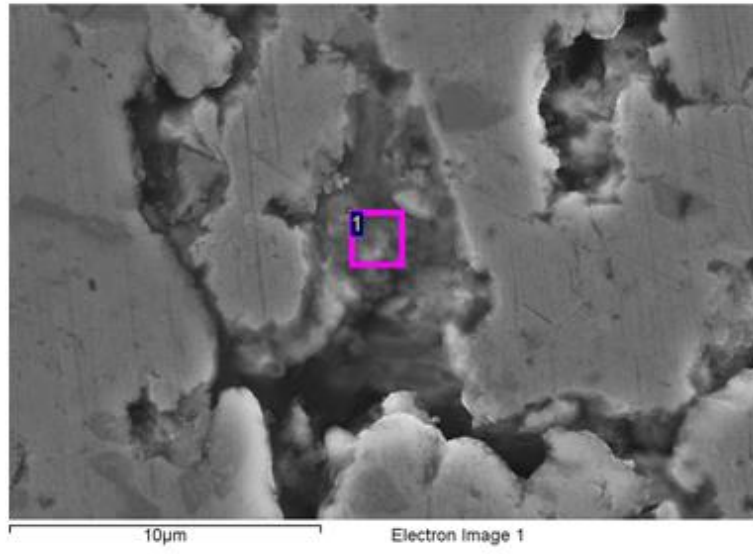
(b)



(c)

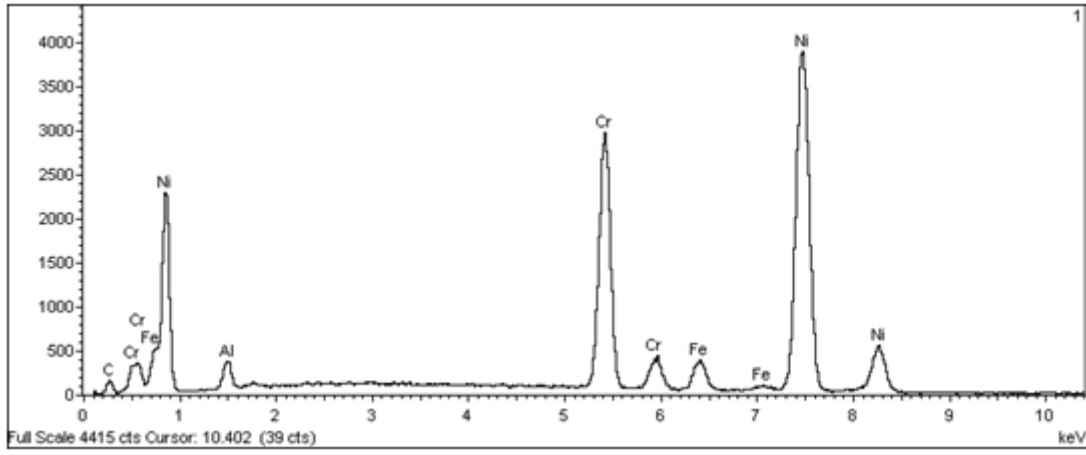
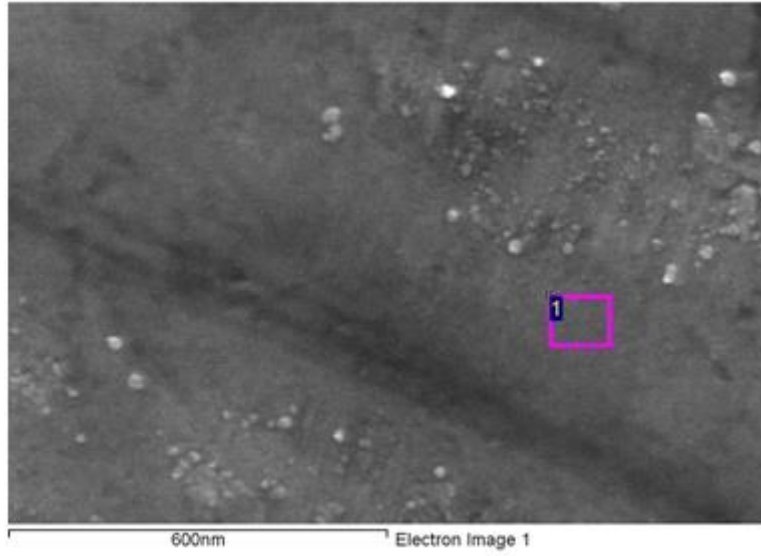
Şekil 10. N8.2 numaralı numuneye ait SEM fotoğrafları: a) 250 Büyütme, b) 3000 Büyütme, c) 100000 Büyütme

EK 3. Numunelerin EDX Analizleri



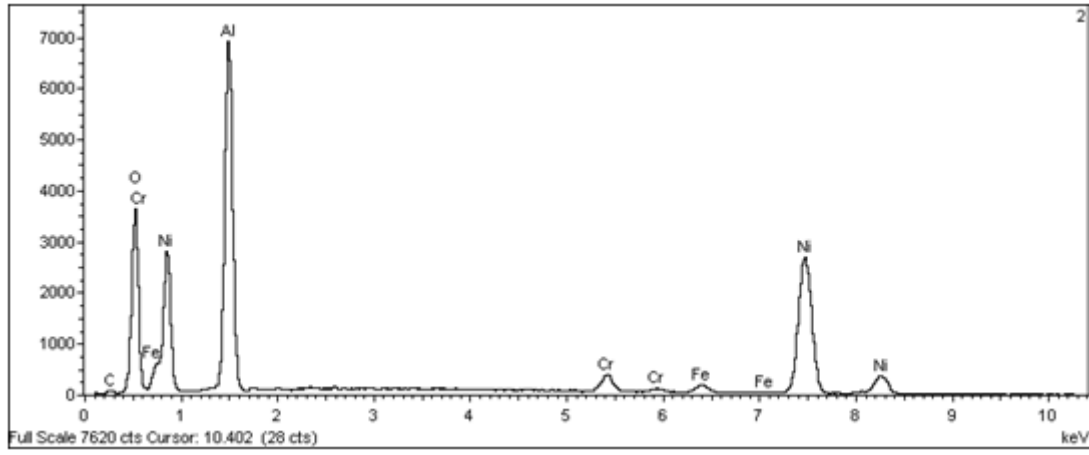
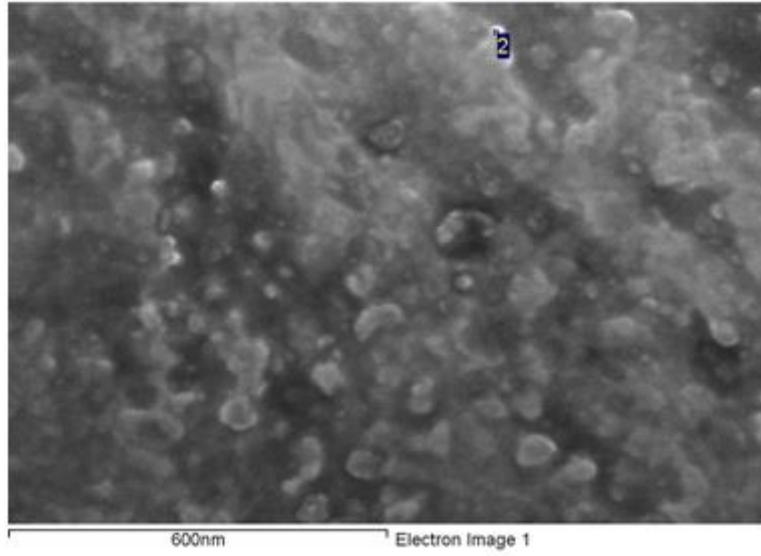
Element	Ağırlık (%)	Atomik (%)
C	7.94	26.41
O	2.91	7.27
Al	4.33	6.40
Cr	24.51	18.82
Fe	2.82	2.02
Ni	57.48	39.09

Şekil 1. N1.1 numaralı numunenin EDX analizi.



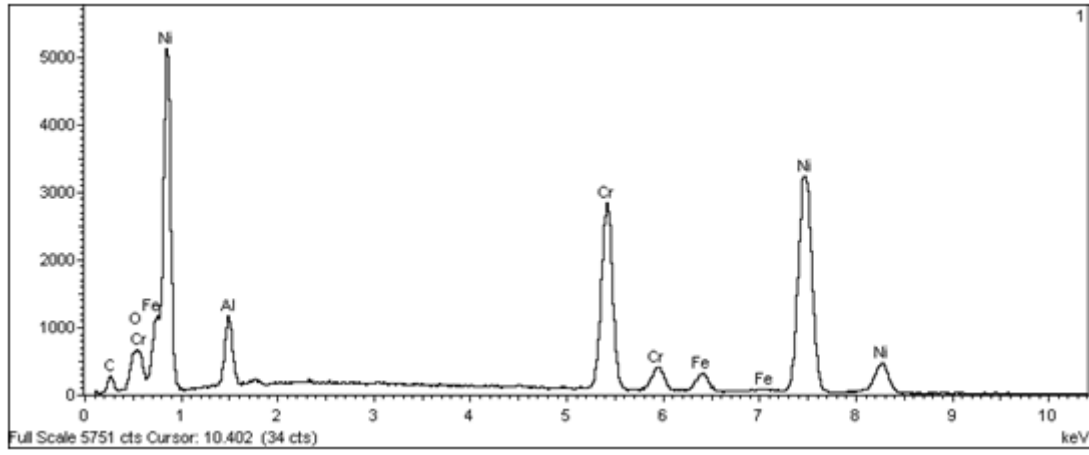
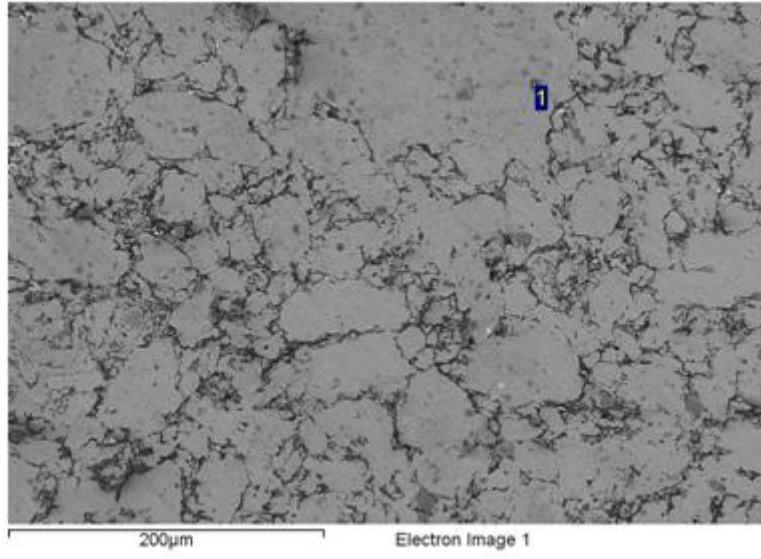
Element	Ağırlık (%)	Atomik (%)
C	10.59	35.14
Al	2.64	3.89
Cr	22.34	17.12
Fe	3.42	2.44
Ni	61.01	41.40

Şekil 2. N1.2 numaralı numunenin EDX analizi.



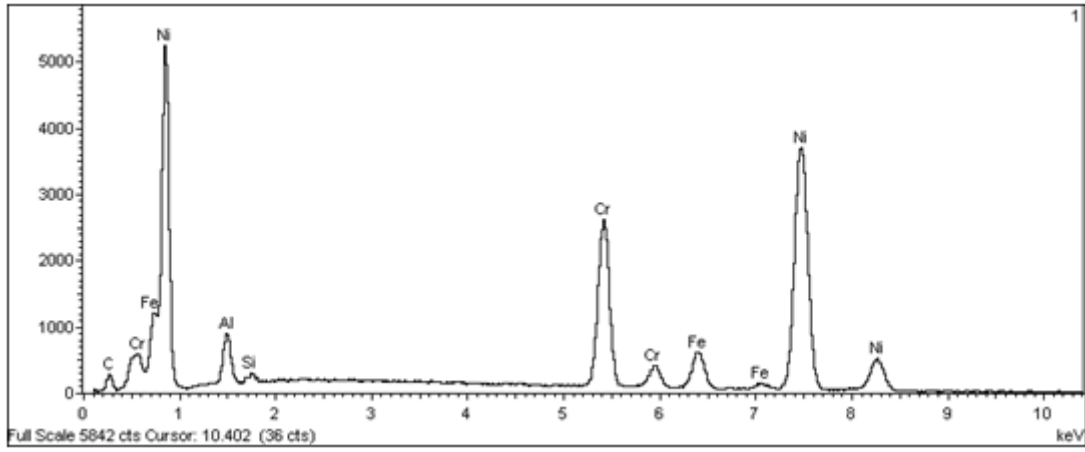
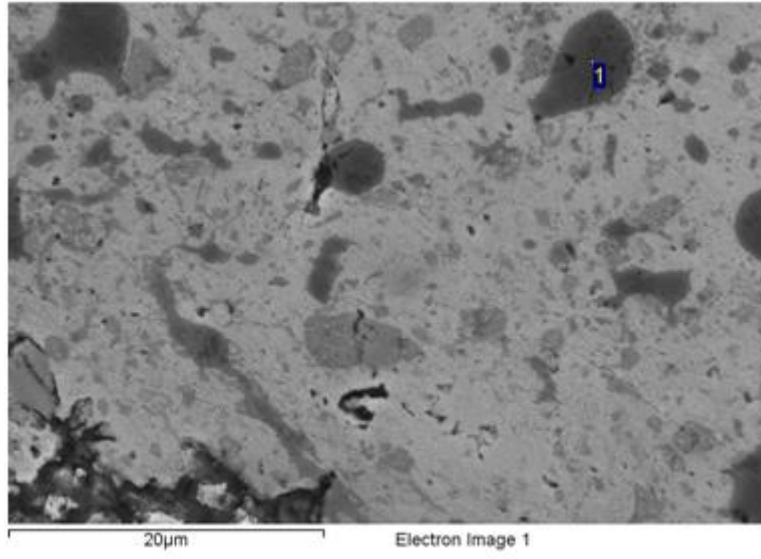
Element	Ağırlık (%)	Atomik (%)
C	3.39	7.65
O	28.17	47.77
Al	23.51	23.65
Cr	2.25	1.17
Fe	1.40	0.68
Ni	41.28	19.08

Şekil 3. N2.2 numaralı numunenin EDX analizi.



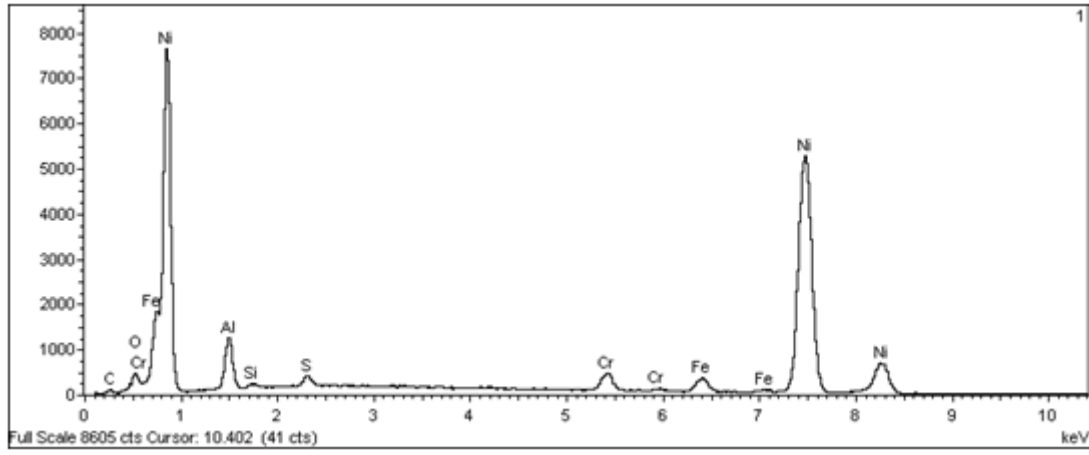
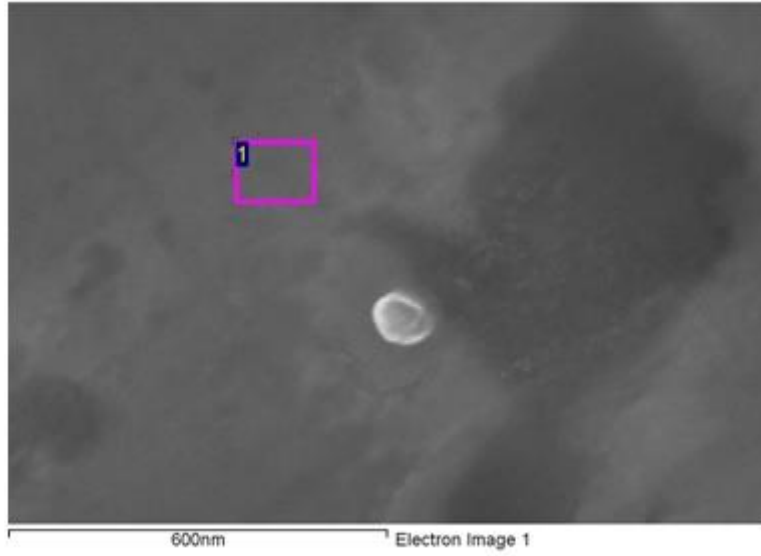
Element	Ağırlık (%)	Atomik (%)
C	9.25	30.03
O	2.14	5.22
Al	5.01	7.23
Cr	22.06	16.55
Fe	2.90	2.03
Ni	58.64	38.95

Şekil 4. N2.3 numaralı numunenin EDX analizi.



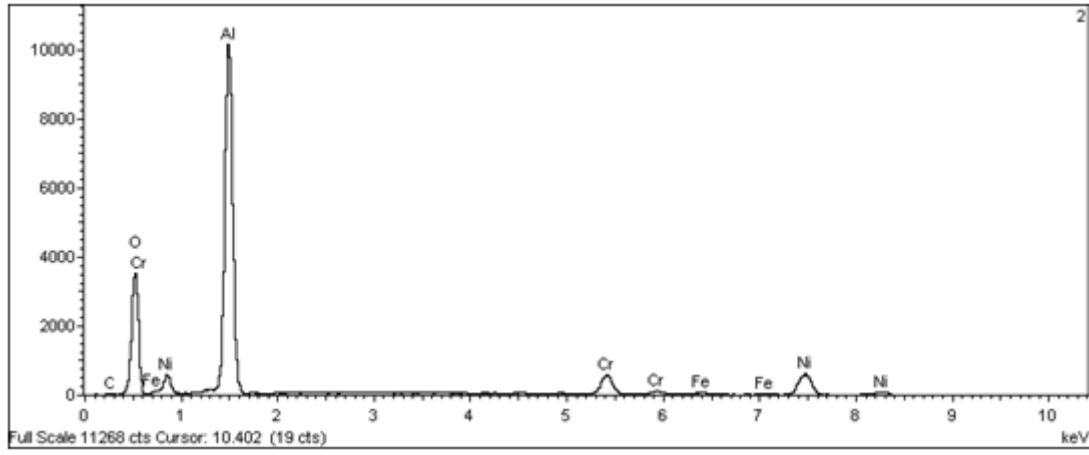
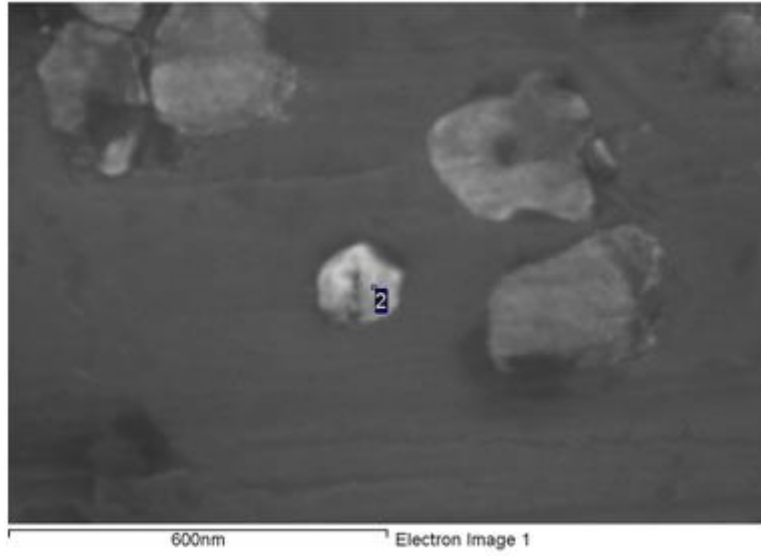
Element	Ağırlık (%)	Atomik (%)
C	8.69	30.02
Al	3.62	5.58
Cr	19.15	15.29
Fe	5.81	4.32
Ni	62.18	43.97

Şekil 5. N2.4 numaralı numunenin EDX analizi.



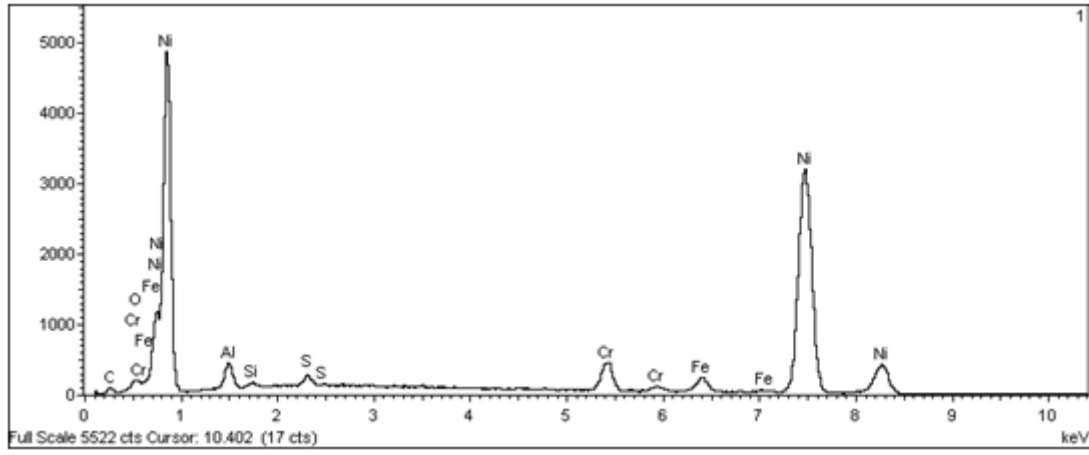
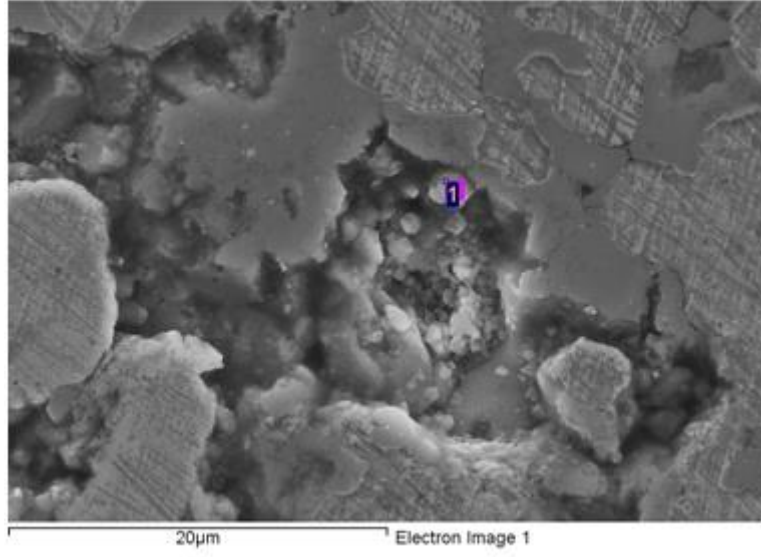
Element	Ağırlık (%)	Atomik (%)
C	3.43	13.01
O	2.79	7.94
Al	5.53	9.35
Cr	2.61	2.29
Fe	2.50	2.04
Ni	81.99	63.67

Şekil 6. N3.2 numaralı numunenin EDX analizi.



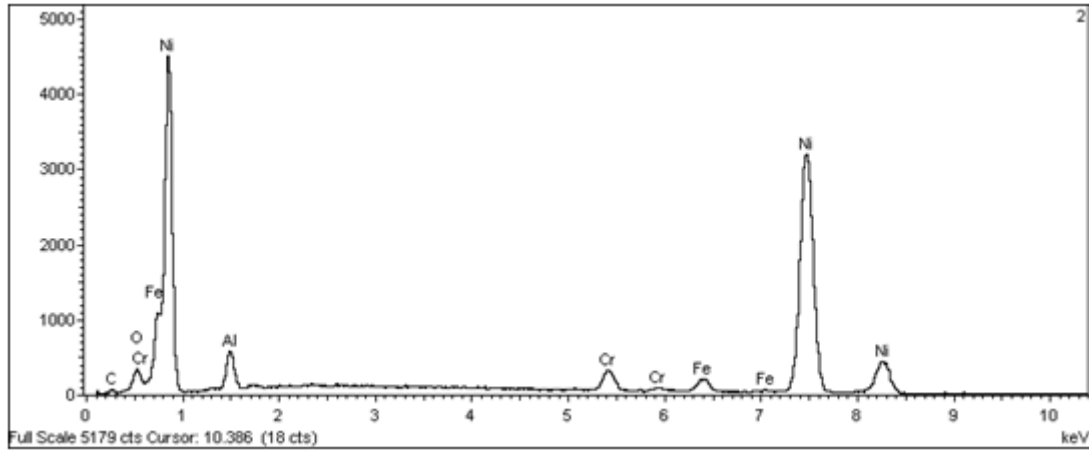
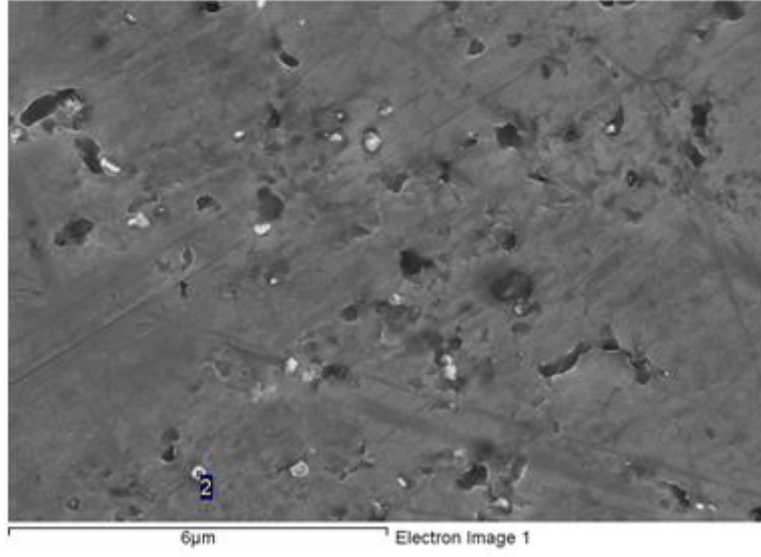
Element	Ağırlık (%)	Atomik (%)
C	3.06	5.70
O	39.72	55.60
Al	36.92	30.64
Cr	5.94	2.56
Fe	0.92	0.37
Ni	13.44	5.13

Şekil 7. N4.3 numaralı numunenin EDX analizi.



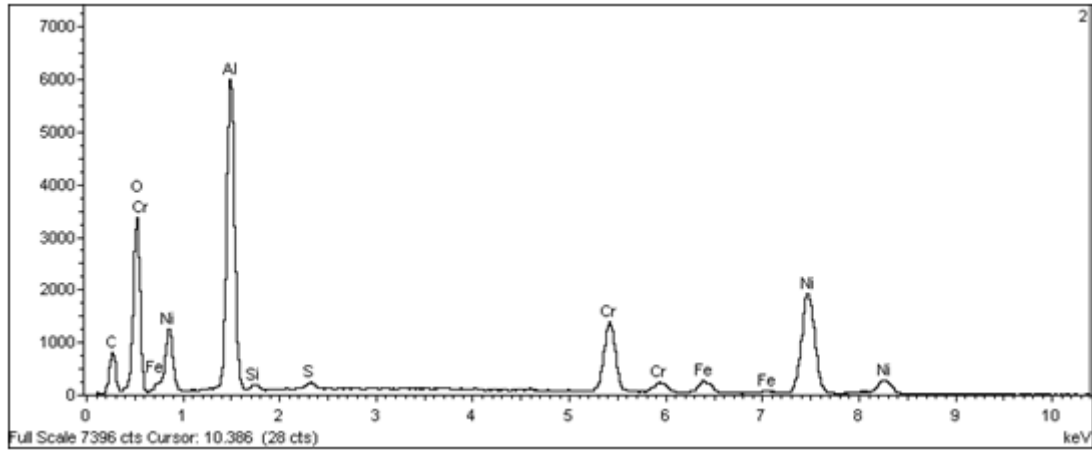
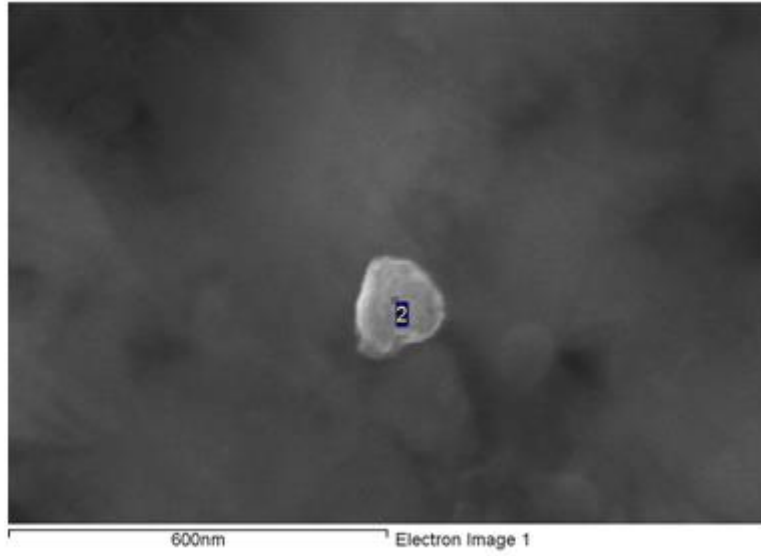
Element	Ağırlık (%)	Atomik (%)
C	5.30	19.93
O	1.48	4.17
Al	2.87	4.81
Cr	4.78	4.15
Fe	2.64	2.14
Ni	81.55	62.76

Şekil 8. N5.2 numaralı numunenin EDX analizi.



Element	Ağırlık (%)	Atomik (%)
C	3.33	12.73
O	3.53	10.13
Al	4.32	7.35
Cr	3.18	2.80
Fe	2.34	1.92
Ni	83.30	65.07

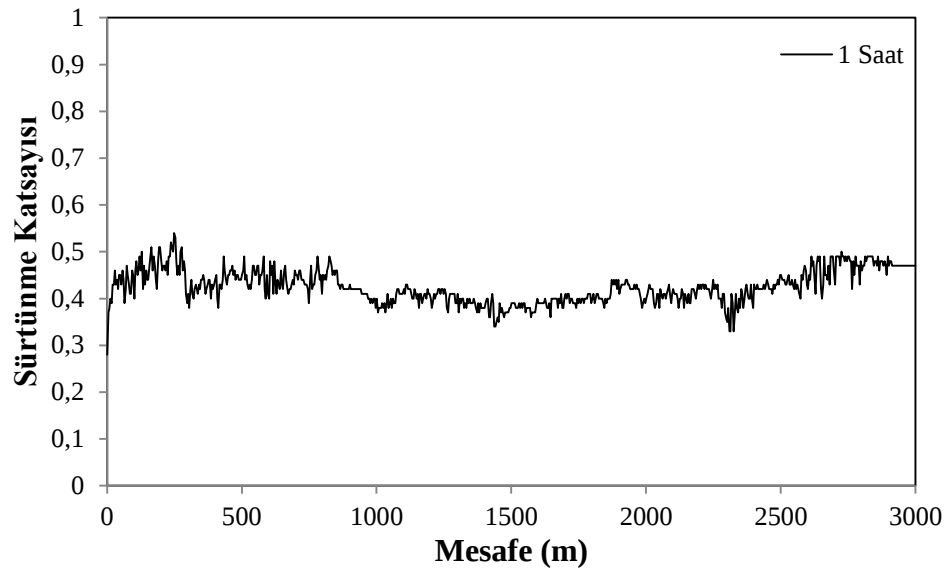
Şekil 9. N7.2 numaralı numunenin EDX analizi.



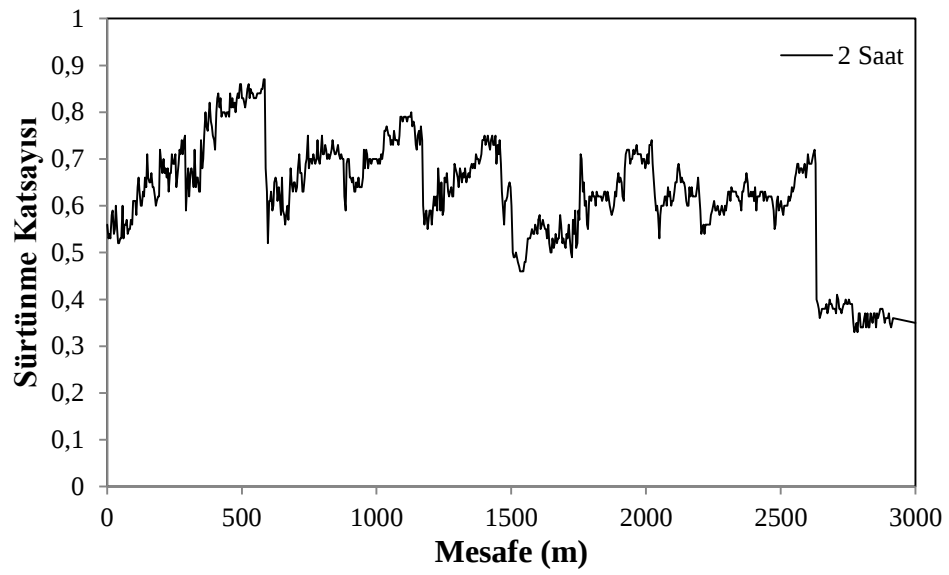
Element	Ağırlık (%)	Atomik (%)
C	19.39	34.92
O	28.45	38.46
Al	15.61	12.51
Cr	8.23	3.42
Fe	1.84	0.71
Ni	25.85	9.52

Şekil 10. N8.2 numaralı numunenin EDX analizi.

EK 4. Numunelerin Sürtünme Katsayısı Değişim Grafikleri

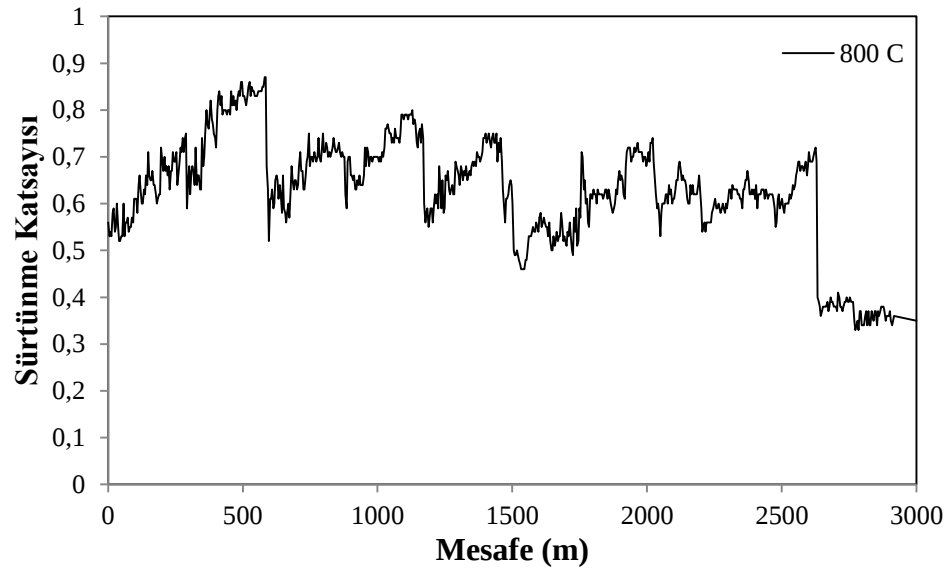


(a)

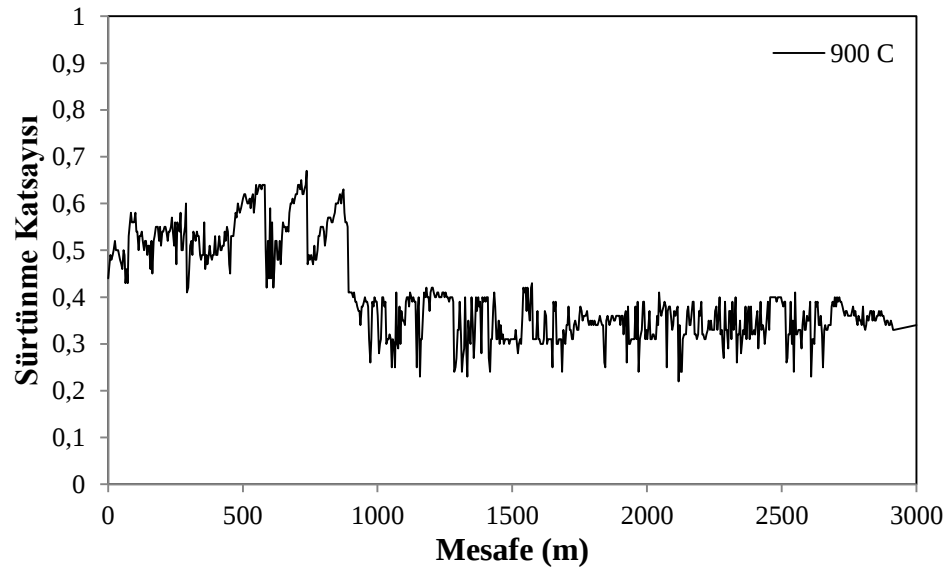


(b)

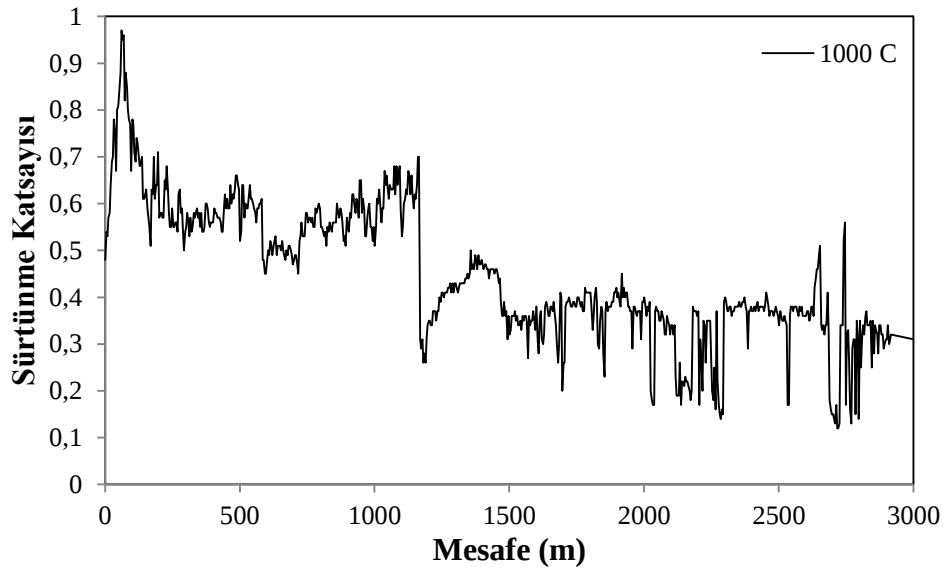
Şekil 1. Sinter süresi değişimine göre numunelerin 4 KG yük altında sürtünme katsayısı değişim grafikleri: a) N1.1 numaralı numune, b) N1.2 numaralı numune.



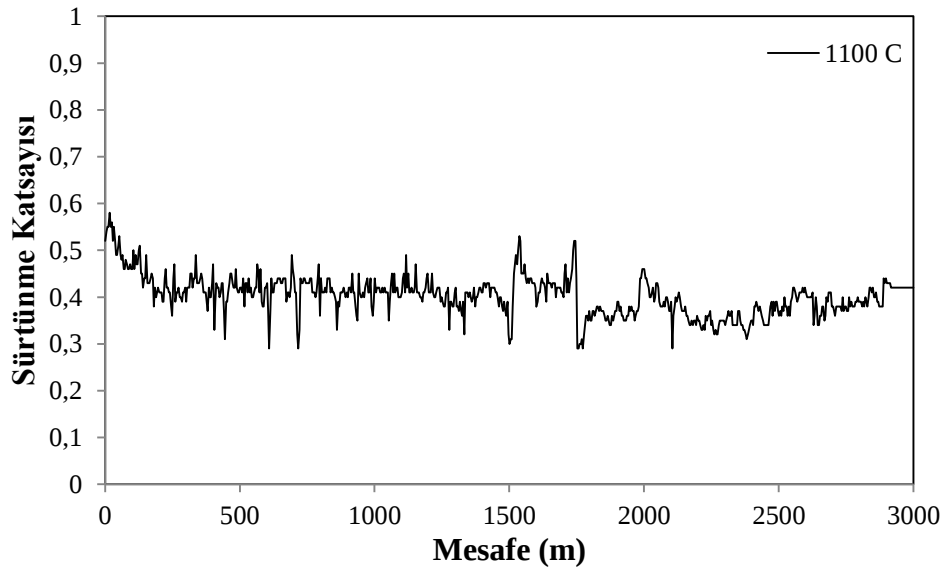
(a)



(b)

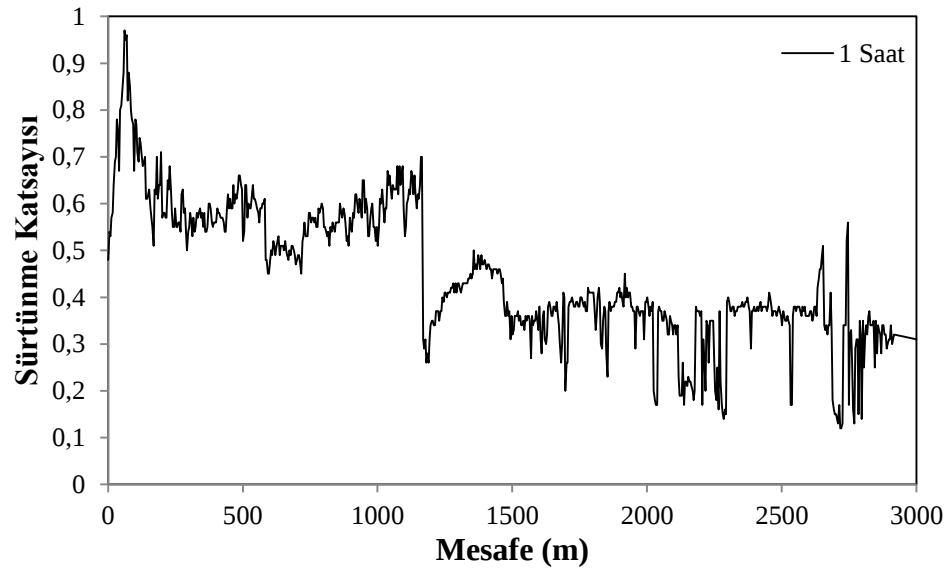


(c)

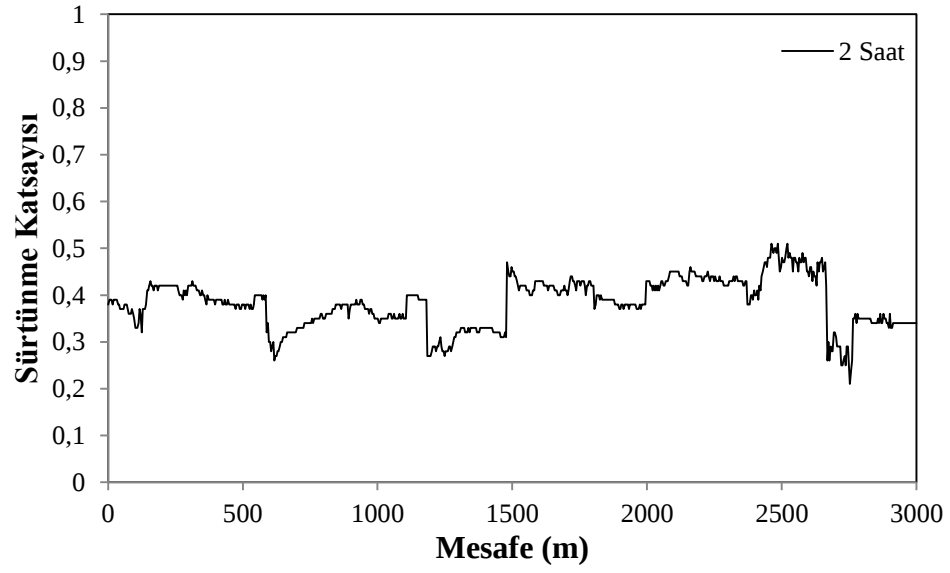


(d)

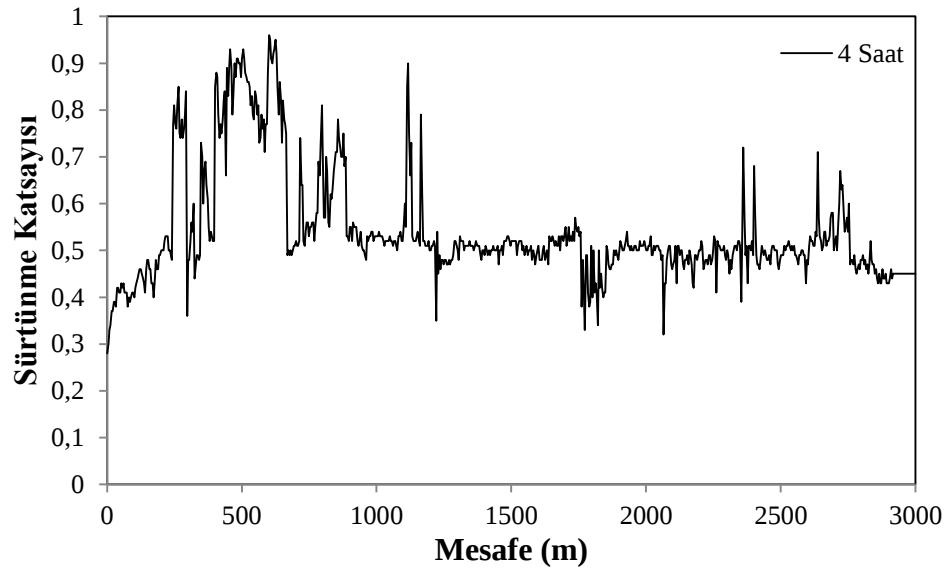
Şekil 2. Sıcaklık değişimine göre numunelerin 4 KG yük altında sürtünme katsayısı değişim grafikleri: a) N1.2 numaralı numune, b) N3.2 numaralı numune, c) N4.3 numaralı numune, d) N5.2 numaralı numune.



(a)

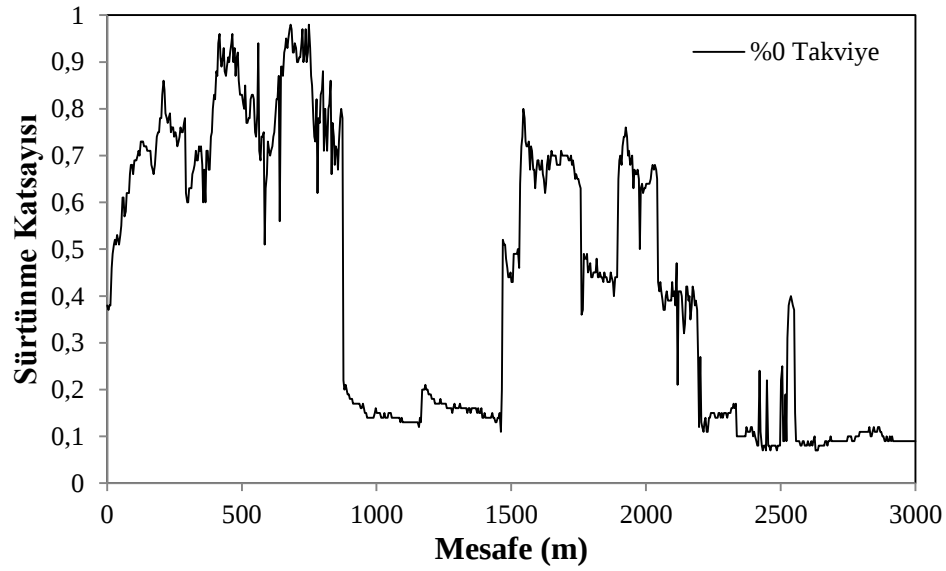


(b)

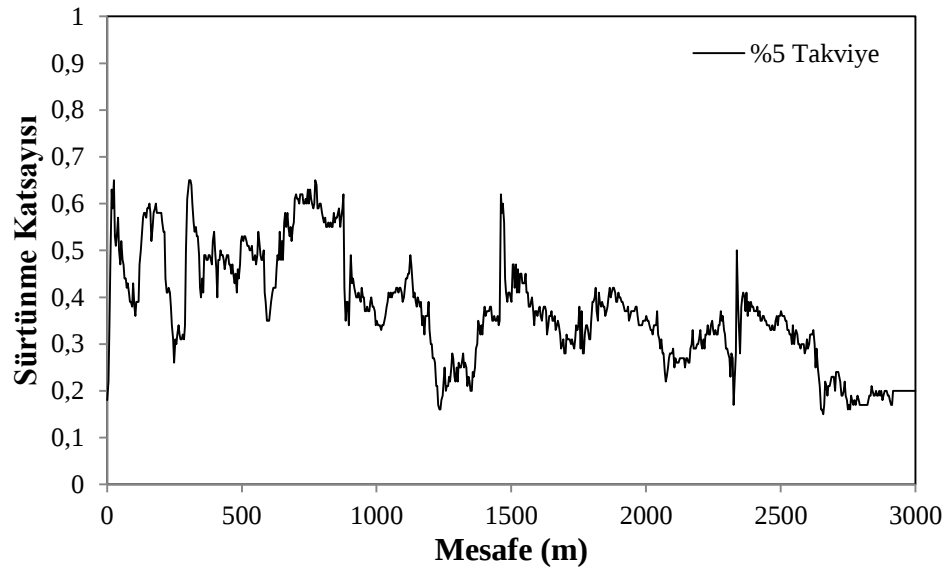


(c)

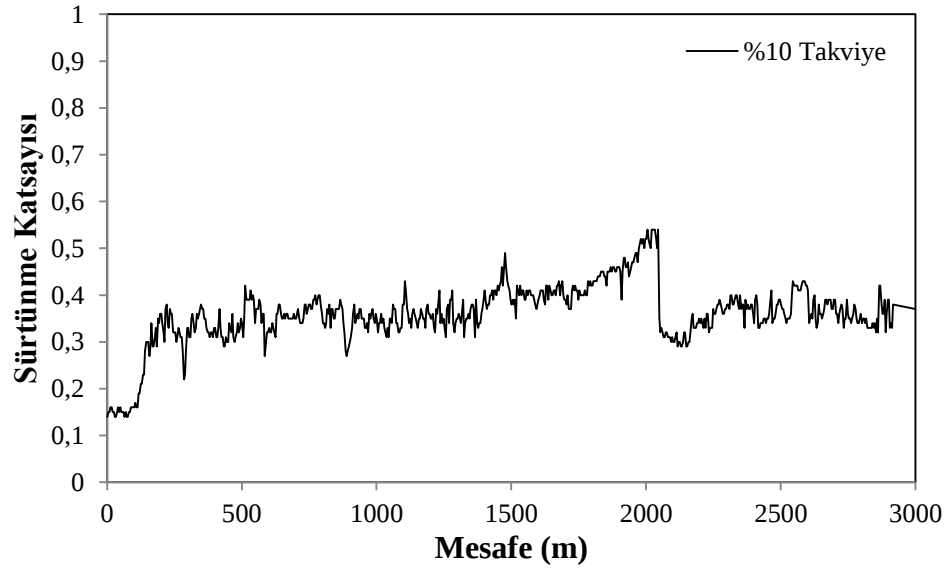
Şekil 3. Öğütme süresi değişimine göre numunelerin 4 KG yük altında sürtünme katsayısı değişim grafikleri: a) N4,3 numaralı numune, b) N7.2 numaralı numune, c) N8,2 numaralı numune.



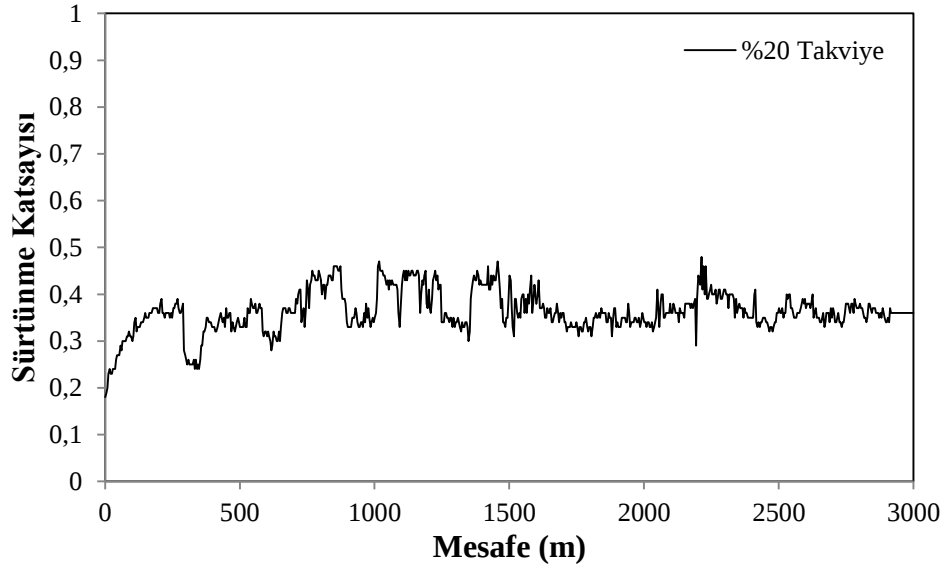
(a)



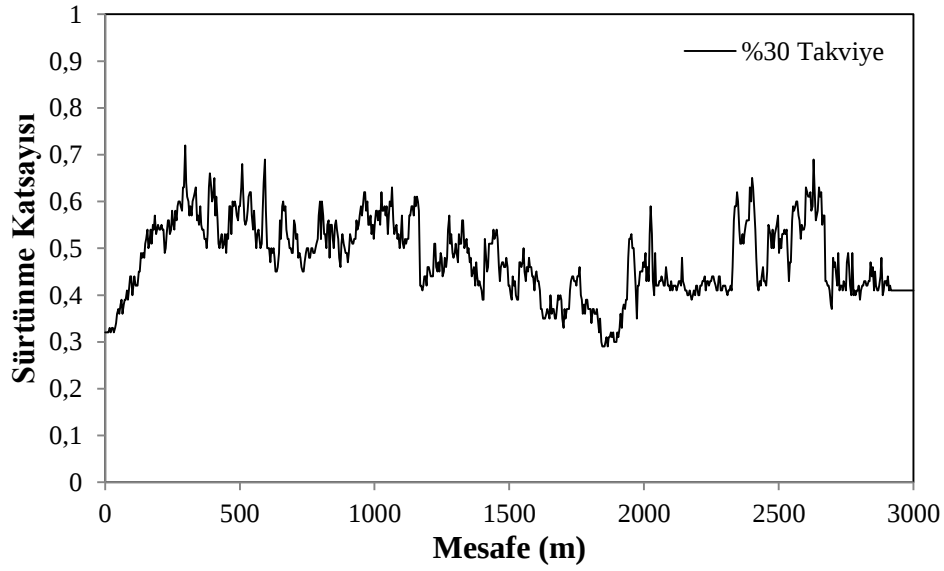
(b)



(c)

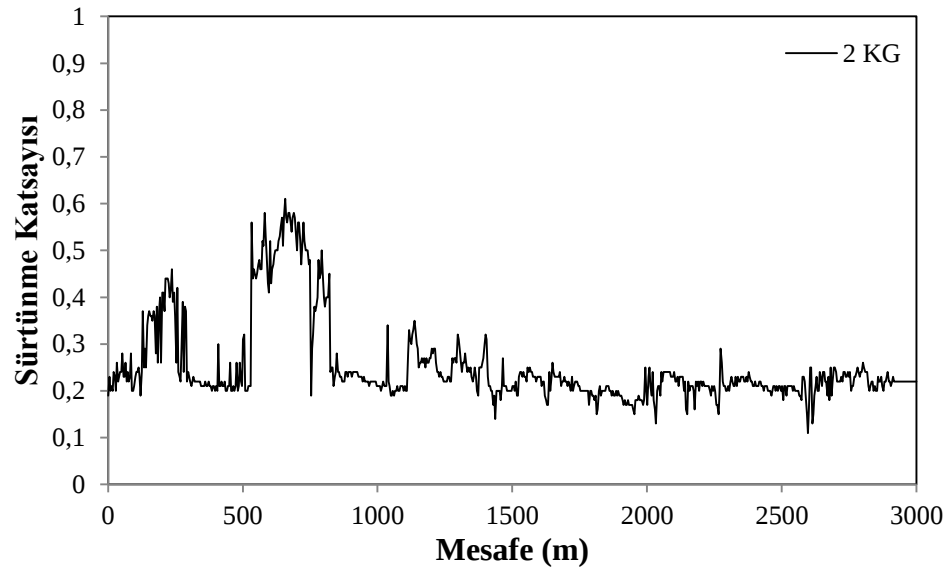


(d)

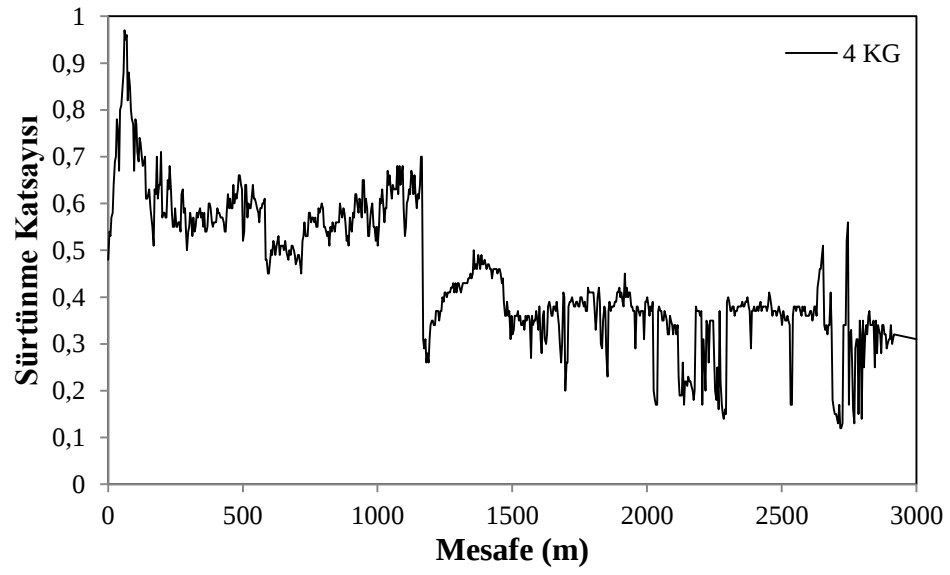


(e)

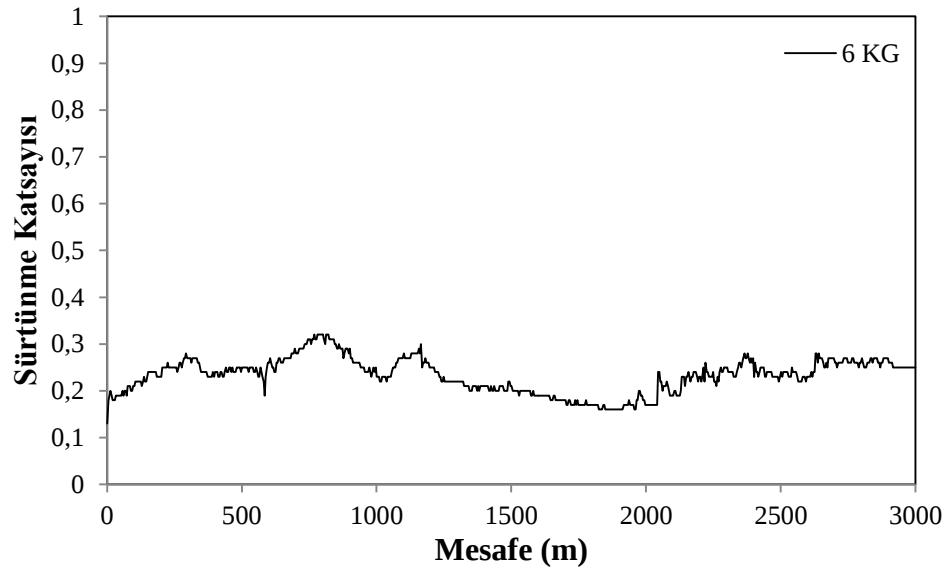
Şekil 4. Takviye miktarı değişimine göre numunelerin 4 KG yük altında sürtünme katsayısı değişim grafikleri: a) N2.1 numaralı numune, b) N2.2 numaralı numune, c) N2.3 numaralı numune, d) N2.4 numaralı numune, e) N2.5 numaralı numune.



(a)



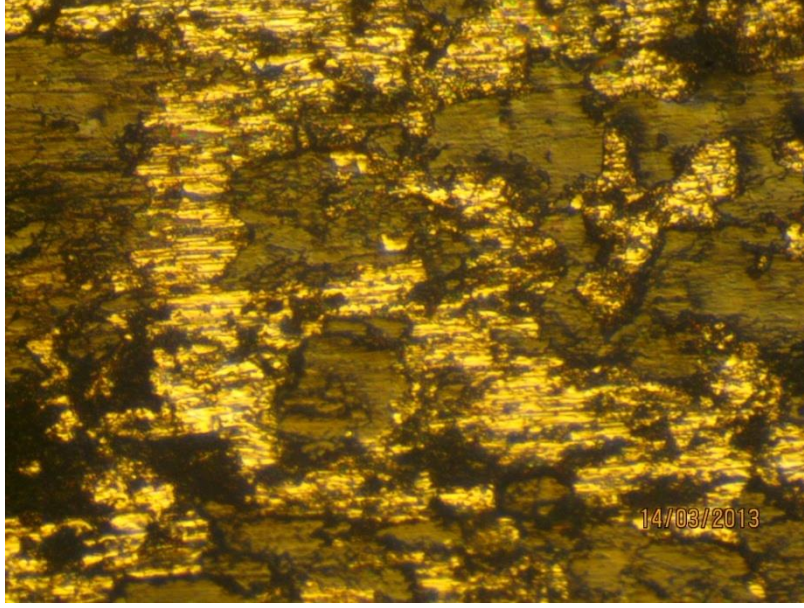
(b)



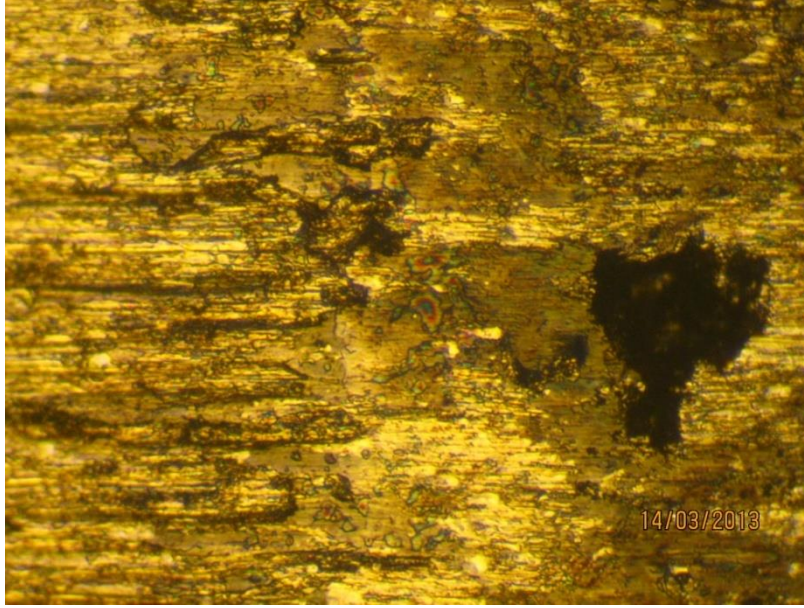
(c)

Şekil 5. Uygulanan yük değişimine göre numunelerin sürtünme katsayısı değişim grafikleri: a) N4.3 numaralı numune (2 KG Yük altında), b) N4.3 numaralı numune (4 KG Yük altında), c) N4.3 numaralı numune (6 KG Yük altında).

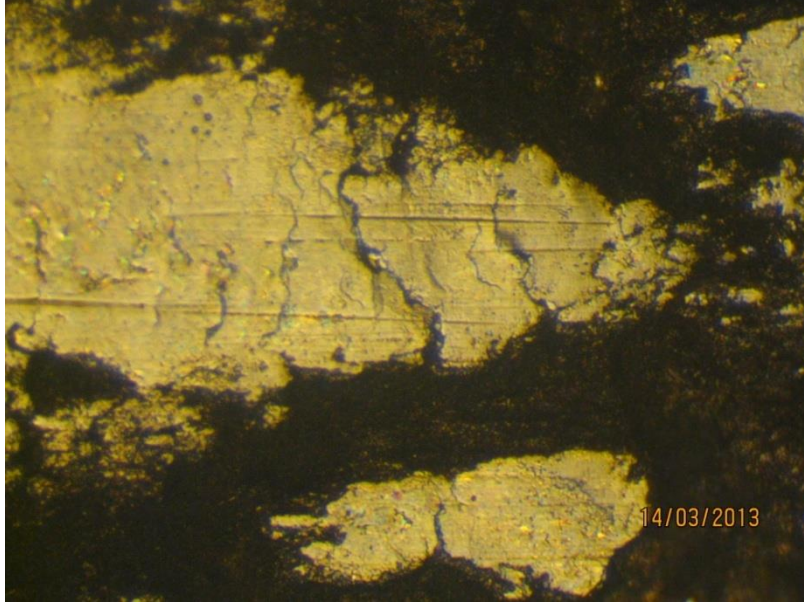
EK 5. Numunelerin Aşınma Fotoğrafları



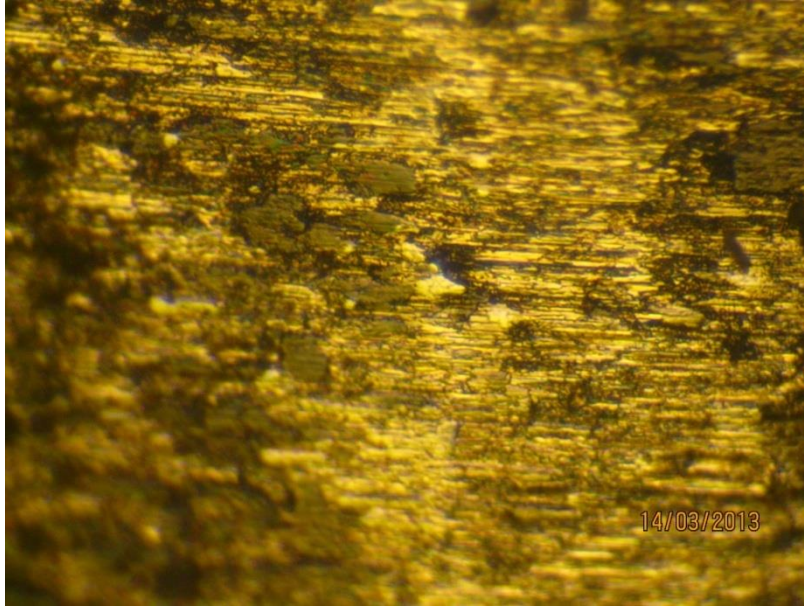
Şekil 1. N1.1 numaralı numuneye ait aşınma fotoğrafı (10x15 büyütme).



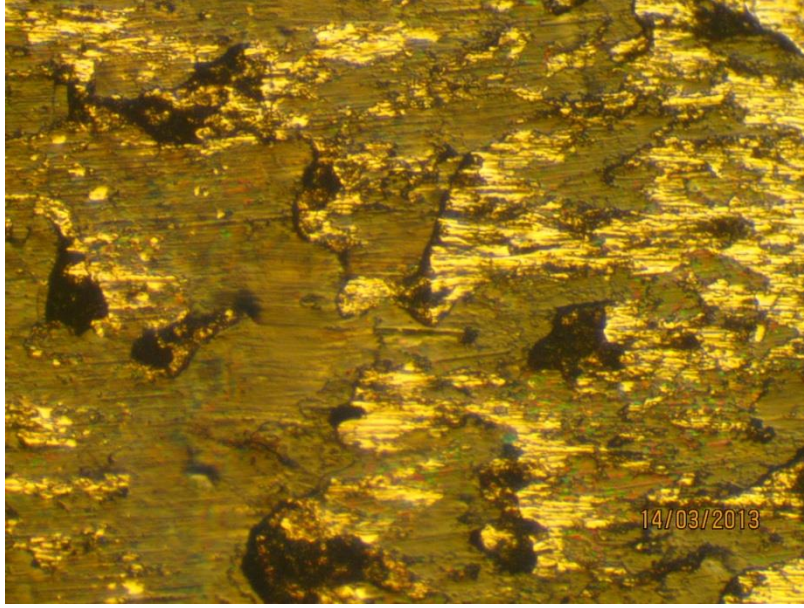
Şekil 2. N1.2 numaralı numuneye ait aşınma fotoğrafı (10x15 büyütme).



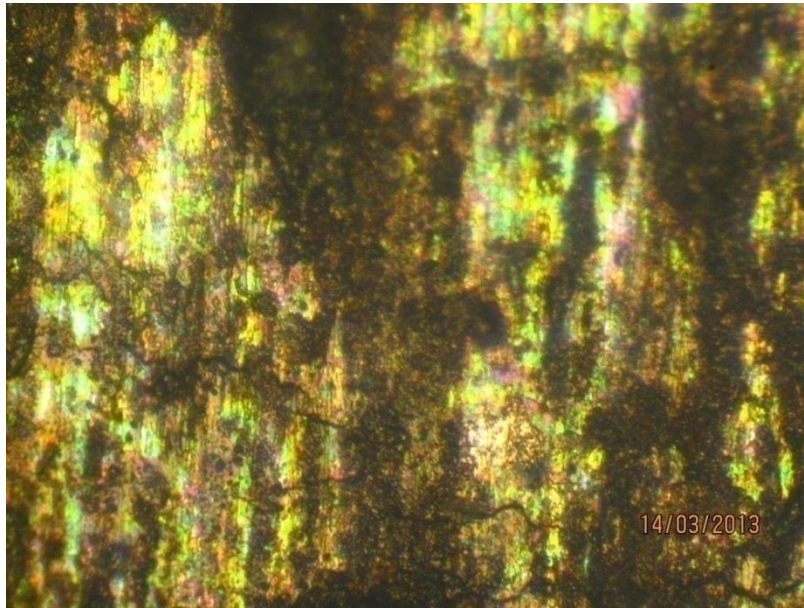
Şekil 3. N2.1 numaralı numuneye ait aşınma fotoğrafı (10x15 büyütme).



Şekil 4. N2.2 numaralı numuneye ait aşınma fotoğrafı (10x15 büyütme).



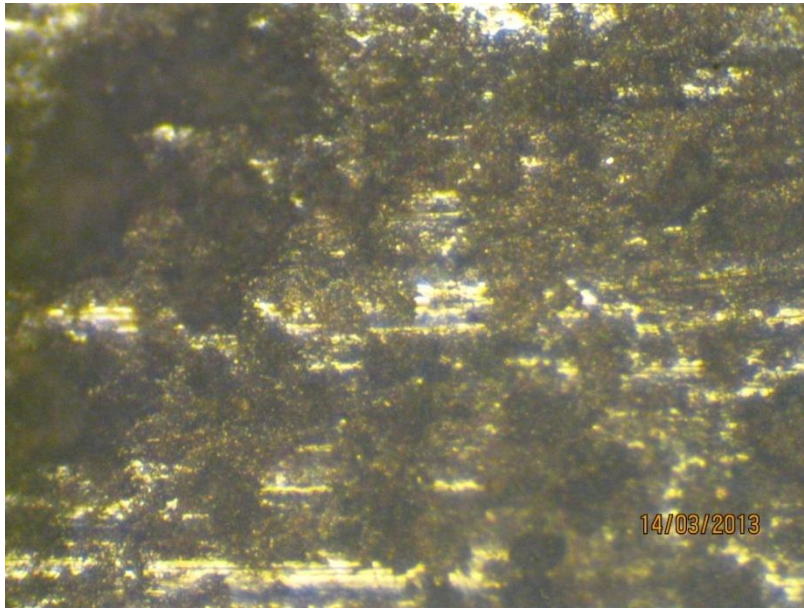
Şekil 5. N2.3 numaralı numuneye ait aşınma fotoğrafı (10x15 büyütme).



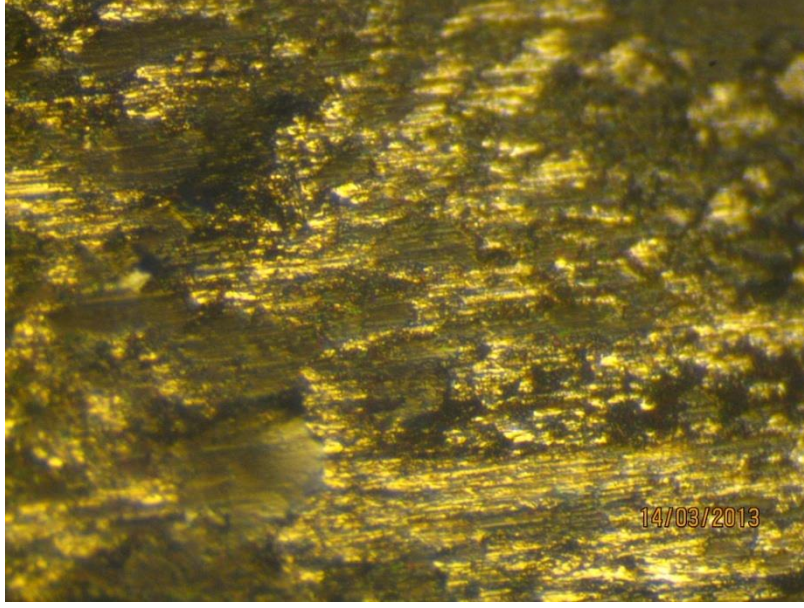
Şekil 6. N2.4 numaralı numuneye ait aşınma fotoğrafı (10x15 büyütme).



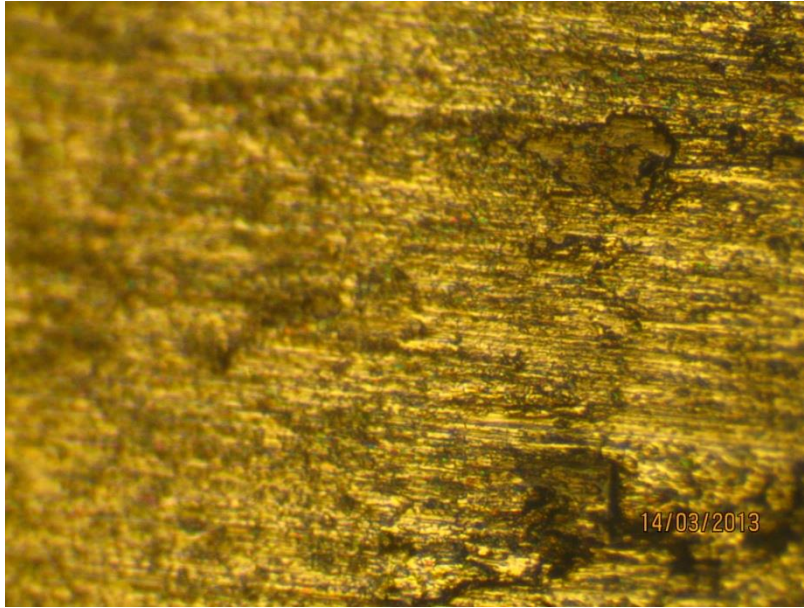
Şekil 7. N2.5 numaralı numuneye ait aşınma fotoğrafı (10x15 büyütme).



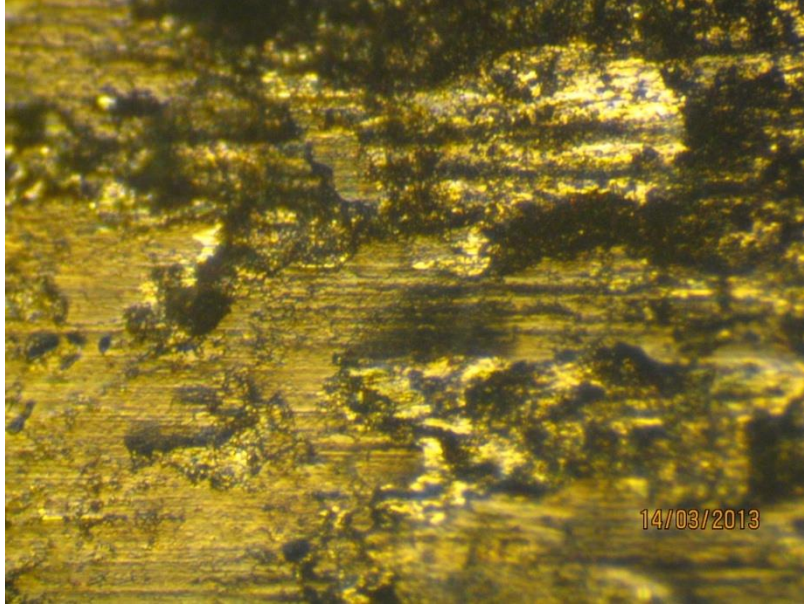
Şekil 8. N3.2 numaralı numuneye ait aşınma fotoğrafı (10x15 büyütme).



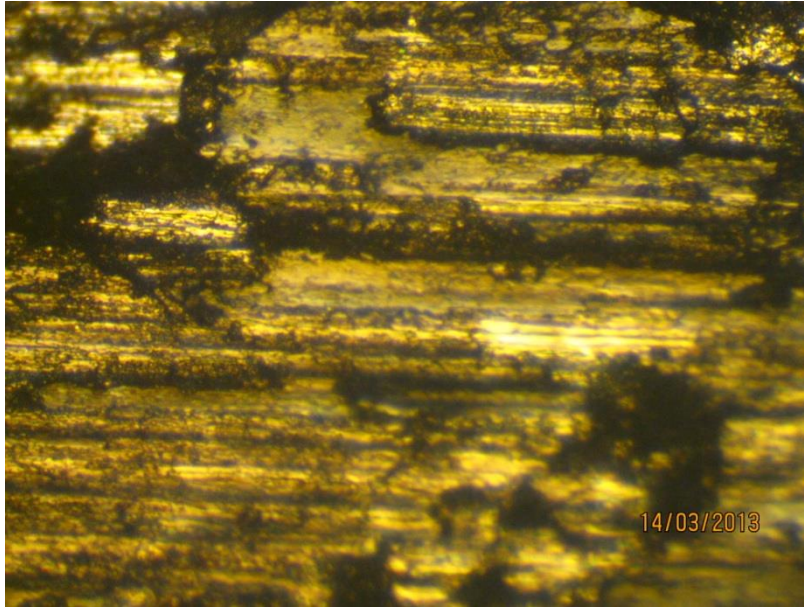
Şekil 9. N4.3 numaralı numuneye ait aşınma fotoğrafı (10x15 büyütme).



Şekil 10. N5.2 numaralı numuneye ait aşınma fotoğrafı (10x15 büyütme).



Şekil 11. N7.2 numaralı numuneye ait aşınma fotoğrafı (10x15 büyütme).



Şekil 12. N8.2 numaralı numuneye ait aşınma fotoğrafı (10x15 büyütme).

ÖZGEÇMİŞ

21 Şubat 1987’de Elazığ’da doğdu. İlköğretimini İstanbul’da tamamladı. 2004 yılında Elazığ Balakgazi Lisesinden mezun oldu. 2005 yılında Fırat Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde mühendislik eğitimine başladı ve 2010 yılında mezun oldu. Aynı yıl içinde Fırat Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde Yüksek lisans Eğitimine başladı ve halen devam etmekte. 2013 yılında Batman Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde Araştırma Görevlisi olarak göreve başladı ve halen devam etmekte.