



T.C.
KONYA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

**TiC/316L KOMPOZİT TOZLARIN MEKANİK
ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

Cihad NAZİK

DOKTORA TEZİ

**Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim
Dalı**

Temmuz-2019
KONYA
Her Hakkı Saklıdır

TEZ KABUL VE ONAYI

Cihad NAZİK tarafından hazırlanan “ TiC/316L KOMPOZİT TOZLARIN MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU ” adlı tez çalışması 11/07/2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Konya Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı’nda DOKTORA TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Başkan

Prof. Dr. Ahmet AKDEMİR



Danışman

Prof. Dr. Necmettin TARAKÇIOĞLU



Üye

Prof. Dr. Mustafa ACARER



Üye

Dr. Öğr. Üyesi Mehmet YILDIRIM



Üye

Dr. Öğr. Üyesi İlyas ŞAVKLIYILDIZ



Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Prof. Dr. Hakan KARABÖRK
Enstitü Müdürü

Bu tez çalışması Selçuk Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından 17101007 nolu proje ile desteklenmiştir.

TEZ BİLDİRİMİ

Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

DECLARATION PAGE

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all material and results that are not original to this work.



Cihad NAZİK

Tarih: 11/07/2019

ÖZET

DOKTORA TEZİ

TiC/316L KOMPOZİT TOZLARIN MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Cihad NAZİK

Konya Teknik Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Necmettin TARAKÇIOĞLU

2019, 148 Sayfa

Jüri

Prof. Dr. Necmettin TARAKÇIOĞLU

Prof. Dr. Ahmet AKDEMİR

Prof. Dr. Mustafa ACARER

Dr. Öğr. Üyesi Mehmet YILDIRIM

Dr. Öğr. Üyesi İlyas ŞAVKLIYILDIZ

Bu çalışmanın amacı TiC/316L kompozit tozlarını mekanik alaşımlama yöntemi ile farklı takviye oranlarında (ağı. %0, 1, 3, 10) ve öğütme sürelerinde (0, 1, 3, 5, 7 ve 10 saat) üretmek, karakterize etmek ve toz metalurjik yöntemlere uygunluğu belirlemektir. Tozların morfolojik karakterizasyonu SEM analizi ile yapılmıştır. Tozların küresel şekli kısa öğütme sürelerinde korunmakta iken öğütme süresinin artması ile pulsu yapıya dönüşmüştür. 5-7 saat öğütme sürelerinde soğuk kaynaklanma ve plastik deformasyon etkisi ile 200-300 nm kalınlığında ve ortalama 40 µm parçacık boyutlarında pulsu toz üretilmiştir. Tüm tozlarda 10 saat sonunda aşırı pekleşmeye bağlı olarak küçük ve düzensiz parçacık oluşumu artmıştır. Üretilen tozların kristalografik karakterizasyonu XRD analizi ile yapılmıştır ve tozların kristalit boyutu , kafes mikro-gerinimi ve dislokasyon yoğunluğu özellikleri belirlenmiştir. Öğütme süresinin ve takviye oranının artması ile kristalit boyutu düşmüş , kafes mikro-gerinimi ile dislokasyon yoğunluğu değerleri artmıştır. Tüm gruplar arasında en düşük kristalit boyutu (8 nm), en yüksek kafes mikro-gerinimi (% 1.01) ve yine en yüksek dislokasyon yoğunluğu ($13.55 \cdot 10^{15}$ çizgi/m²) %3 TiC takviyeli ve 10 saat öğütülmüş tozlarda elde edilmiştir. X-Işını kırınım desenleri incelendiğinde TiC parçacıklarının matris içerisinde homojen dağılımı için 3 saatlik öğütme süresinin yeterli olduğu görülmüştür. Tozların kristalografik karakterizasyonundan sonra mikrosertlik değerlerine bakılmıştır ve beklendiği gibi en yüksek sertlik değeri, en yüksek takviye oranına ve öğütme süresine sahip olan %10 TiC takviyeli 10 saat öğütülmüş toz grubunda elde edilmiştir (1082 HV). Bunun yanında toz enjeksiyon kalıplama yönteminde hammadde olarak kullanılabilen bu tozlar bir bağlayıcı yardımı ile besleme stoğu haline getirilmiş ve enjeksiyon kalıplanabilirliğinin belirlenebilmesi için reolojik karakterizasyonu yapılmıştır. Reoloji deneyleri sonucunda elde edilen kayma gerilimi ve kayma hızı verilerine basit lineer regresyon analizi yapılarak besleme stoklarının akış davranış indeksleri belirlenmiştir. Öğütülmemiş olan tozların hepsi enjeksiyon kalıplama yöntemine uygun karakteristik özellikler sergilerken pulsu toz oluşumu sonrasında akış özelliklerinin olumsuz yönde etkilendiği saptanmıştır. Öğütme süresinin maksimum olduğu 10 saat sonrasında ise toz boyutu tekrar küçüldüğünden öğütülmemiş tozların akış özelliklerine benzer davranış sergilemiştir. Sonuç olarak toz enjeksiyon kalıplama besleme stoğuna uygun kompozit toz üretilmiş ve karakterize edilmiştir. Ayrıca literatürde yapılan çalışmalar dikkate alındığında, üretilen bu kompozit tozların diğer üretim yöntemlerinden olan geleneksel soğuk-sıcak pres ve modern üretim tekniklerinden olan eklemeli üretime uygun olduğu belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: 316L , Eklemeli üretim, Kristalografi, Mekanik alaşımlama , Reoloji , TiC, Toz enjeksiyon kalıplama , Toz metalurjisi

ABSTRACT

PhD THESIS

CHARACTERIZATION OF TiC/316L COMPOSITE POWDERS PRODUCED BY MECHANICAL ALLOYING METHOD

Cihad NAZİK

Konya Technical University
Institute of Graduate Studies
Department of Metallurgical and Materials Engineering

Advisor: Prof. Dr. Necmettin TARAKÇIOĞLU

2019, 148 Pages

Jury

Prof. Dr. Necmettin TARAKÇIOĞLU

Prof. Dr. Ahmet AKDEMİR

Prof. Dr. Mustafa ACARER

Asst. Prof. Dr. Mehmet YILDIRIM

Asst. Prof. Dr. İlyas ŞAVKLIYILDIZ

This study aims to produce TiC/316L composite powders at different reinforcement ratios (0, 1, 3, 10 wt. %) and milling times (0, 1, 3, 5, 7 and 10 hours) by the mechanical alloying method and determine their suitability for powder metallurgical methods. The morphological characterization of the powders was carried out using SEM analysis. While the spherical shape of the powders is preserved their form during short milling times, the spherical shape has turned into a flake structure with increasing milling time. Flake powders, 40 µm average particle size with a thickness of 200-300 nm, were obtained at 5-7 hours milling time due to cold welding and plastic deformation effect. After 10 hours milling, it was found that small and irregular particle formation increased in all powder group because of excessive hardening mechanism. The crystallographic characterization of the milled powders was analyzed using the XRD method. Moreover, the average crystallite size, lattice micro-strain and, dislocation density of the milled powders have assessed by XRD data. As a result of increased milling time and reinforcement ratio; crystallite size decreased, lattice strain and dislocation density values increased. Among all groups; the lowest crystallite size (8 nm), the highest lattice micro-strain (1.01%) and the highest dislocation density ($13.55 \cdot 10^{15}$ lines/m²) were obtained in 3 wt. % TiC reinforced, and 10 hours milled powders. When X-ray diffraction patterns were examined, it was observed that 3 hours milling time was sufficient for a homogenous distribution of TiC particles into the Fe matrix. After the crystallographic characterization of the powders, the microhardness values were evaluated and, as expected, the highest hardness value was obtained in 10 hours milled and 10 wt. % TiC reinforced powder group (1082 HV). Besides, these powders, which can be used as raw materials in the powder injection molding method, were brought into feedstock with the help of a binder. Then rheological characterization was fulfilled to determine injection moldability. A simple linear regression analysis was performed on the shear stress and shear rate data obtained as a result of rheology experiments and then flow behavior indexes of feedstocks were obtained. It was observed all the unmilled (as-received or pre-mixed for 3 minutes) powders exhibited suitable characteristic properties for injection molding. However, the flow properties of the powders adversely affected, especially after pulsed powder formation. As a result of the decreased powder size after the maximum milling time (10 hours), it was monitored that milled powders exhibited similar flow characteristics behavior as unmilled powders. Consequently; composite powders were produced and characterized according to powder injection molding feedstock. Also, when the literature survey was examined, it was deduced that these composite powders are suitable for the conventional cold-hot press production and modern additive manufacturing methods.

Keywords: 316L, Additive manufacturing, Crystallography, Mechanical alloying, Powder injection molding, Powder metallurgy, Rheology, TiC

TEŞEKKÜR

Doktora çalışmamın her aşamasında desteğini esirgemeyen ve deneyimleri ile bana yol gösteren değerli danışman hocam Prof. Dr. Necmettin TARAKÇIOĞLU'na ve tez izleme komitesi üyeleri Prof. Dr. Ahmet AKDEMİR ve Prof. Dr. Mustafa ACARER'e teşekkür ederim.

Bu çalışmaya tez projesi ile destek veren Selçuk Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğüne ve bölümün altyapı imkanlarını kullanımımıza sunan ve benden maddi ve manevi desteğini esirgemeyen Karadeniz Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünde görev yapmakta olan başta Prof. Dr. Aykut ÇANAKÇI olmak üzere Prof. Dr. Ümit ALVER'e, Doç. Dr. Temel VAROL'a, Dr. Öğr. Üyesi Fatih ERDEMİR'e ve Arş. Gör. Serdar ÖZKAYA'ya ve diğer öğretim elemanlarına teşekkür ederim. Özellikle XRD analizi bölümünde verdikleri teknik desteklerinden dolayı Dr. Öğr. Üyesi İlyas ŞAVKLIYILDIZ'a ve Dr. Fatih ÖZKALAYCI ve Arş. Gör. Emin SALUR'a ayrıca teşekkür ederim.

Maddi ve manevi olarak beni sürekli ve sabırla destekleyen, bugünlere gelmeme vesile olan ve haklarını asla ödeyemeyeceğim canım anne ve babam; Saniye NAZİK ve Hüseyin NAZİK'e, abilerim Tahsin NAZİK ve Faruk NAZİK'e, kardeşlerim Furkan NAZİK ve Rıdvan NAZİK'e , dostlarım Mesut TÜRLÜ, Levent OKUYUCU ve Salih GÜLTEKİN'e teşekkür ederim.

Doktora tezimi bu süreçte her türlü sıkıntıya beraber göğüs gerdiğimiz sevgili eşim Betül NAZİK'e ve kadim dostum Fatih ULUDAĞ'a ithaf ediyorum.

Cihad NAZİK
KONYA-2019

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR	vi
İÇİNDEKİLER	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR	x
1. GİRİŞ	1
2. KOMPOZİT MALZEMELER.....	3
2.1. Metal Matrisli Kompozitler	4
2.2. Üretim Yöntemleri	5
2.2.1. Katı faz üretim yöntemleri	5
2.2.1. Sıvı faz üretim yöntemleri	5
3. TOZ METALURJİSİ	6
3.1. Metal Tozların Üretimi	6
3.1.1. Elektrolitik ayrıştırma yöntemi	6
3.1.2. Kimyasal yöntemler	6
3.1.3. Atomizasyon yöntemi	6
3.1.4. Mekanik alaşımlama yöntemi	7
4. MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ.....	8
4.1. Öğütücü Tipleri.....	9
4.1.1. Spex tipi	9
4.1.2. Atritör tipi	10
4.1.3. Gezegen tipi	10
4.2. Öğütme İşlemi Değişkenleri	11
4.2.1. Öğütme hızı.....	11
4.2.2. Hazne ve bilye malzemesi	12
4.2.3. Bilye/toz ağırlık oranı	12
4.2.4. Öğütme süresi	13
4.2.5. Kap doluluk oranı	13
4.2.6. Öğütme sıcaklığı	13
4.2.7. Öğütme işlem kontrol katkısı.....	14
4.3. Öğütme Mekanizmaları	16
4.3.1. Giriş	16
4.3.2. Bilye-toz-bilye çarpışmaları	16
4.4. Öğütme Sistemleri	19
4.4.1. Sünek-sünek sistem.....	19
4.4.2. Sünek-gevrek sistem	21
4.4.3. Gevrek-gevrek sistem	23

5. TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA YÖNTEMİ.....	24
5.1. Genel Bilgiler.....	24
5.2. İşlem Basamakları.....	26
5.2.1. Toz çeşitleri ve özellikleri.....	26
5.2.2. Bağlayıcı çeşitleri ve özellikleri	27
5.2.3. Besleme stoğu hazırlama	28
5.2.4. Enjeksiyon kalıplama.....	29
5.2.5. Bağlayıcı giderme	29
5.2.6. Sinterleme	29
6. REOLOJİ	33
6.5.1. Newtonsal olmayan akış tipleri.....	34
6.5.2. Temel reoloji terimleri	35
6.5.3. Newtonsal olmayan akışlarda kuvvet yasası yaklaşımı	37
6.5.4. Cihaz tipleri.....	38
7. KAYNAK ARAŞTIRMASI	39
7.1. Mekanik Alaşım Parametreleri	39
7.2. Toz Enjeksiyon Kalıplama Parametreleri	41
7.3. Çalışma Özetleri	44
7.4. Çıkarımlar	47
8. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	48
8.1. Giriş	48
8.2. Malzemeler	48
8.2.1. Matris ve takviye tozlarına ait genel bilgiler	48
8.2.2. 316L matris tozu	49
8.2.3. TiC takviye tozu.....	50
8.2.4. Bağlayıcı bileşenleri	51
8.3. Yöntem.....	52
8.4. Kompozit Tozların Hazırlanması.....	53
8.4.1. Malzeme bileşimi.....	56
8.5. Toz Morfolojisi Analizi	57
8.6. Toz Boyutu Analizi.....	57
8.7. Toz Sertliği	58
8.8. XRD Analizi	59
8.9. Kritik Toz Yükleme Oranı	61
8.10. Besleme Stoğunun Hazırlanması	62
8.11. Reolojik Karakterizasyon	62
9. KARAKTERİZASYON	64
9.1. Ön Çalışmalar	65
9.2. Toz Morfolojisi Analizi	70
9.2.1. %0 TiC takviyeli tozların morfolojik analizi	71
9.2.2. %1 TiC takviyeli tozların morfolojik analizi	72
9.2.3. %3 TiC takviyeli tozların morfolojik analizi	73

9.2.4. %10 TiC takviyeli tozların morfolojik analizi	74
9.3. Toz Boyutu Analizi.....	75
9.3.1. Takviyesiz tozların parçacık boyutu analizi	76
9.3.2. %1 TiC takviyeli tozların parçacık boyutu analizi.....	78
9.3.3. %3 TiC takviyeli tozların parçacık boyutu analizi.....	80
9.3.4. %10 TiC takviyeli tozların parçacık boyutu analizi.....	82
9.3.5. Parçacık boyutu ve spesifik yüzey alanı üzerine takviye oranının etkisi.....	85
9.4. Kristalografik Karakterizasyon	89
9.4.1. Takviyesiz tozların kristalografik özellikleri	92
9.4.2. %1 TiC takviyeli tozların kristalografik özellikleri	95
9.4.3. %3 TiC takviyeli tozların kristalografik özellikleri	99
9.4.4. %10 TiC takviyeli tozların kristalografik özellikleri	102
9.4.5. Takviye oranı ve öğütme süresinin kristalit boyutu üzerine etkisi	107
9.4.6. Takviye oranı ve öğütme süresinin kafes mikro-gerinimi üzerine etkisi....	108
9.4.7. Takviye oranı ve öğütme süresinin dislokasyon yoğunluğu üzerine etkisi	109
9.5. Mikrosertlik Deneyi	110
9.6. Reolojik Karakterizasyon	112
9.6.1. Kritik toz yükleme oranı	112
9.6.2. Bağlayıcı bileşenlerinin TGA analizi	113
9.6.2. Besleme stoğu hazırlama	114
9.6.3. Takviyesiz tozların reolojik özellikleri	117
9.6.4. %1 TiC takviyeli tozların reolojik özellikleri	120
9.6.5. %3 TiC takviyeli tozların reolojik özellikleri	122
9.6.6. %10 TiC takviyeli tozların reolojik özellikleri	124
10. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	126
10.1. Sonuçlar	126
10.2. Öneriler	127
KAYNAKLAR	128
EKLER	135
ÖZGEÇMİŞ	148

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

316L	Düşük karbonlu AISI 316 paslanmaz çelik
Al ₂ O ₃	Alüminyum oksit
B ₄ C	Bor karbür
SiC	Silisyum karbür
SiO ₂	Silisyum dioksit
TiC	Titanyum karbür
TiN	Titanyum nitrür
WC	Tungsten karbür
d ₅₀	Ortalama parçacık boyutu
Pa	Pascal
$\dot{\gamma}$	Kayma hızı
τ	Kayma gerilimi
n	Akış davranış indeksi
η	Dinamik viskozite
g	Yoğunluk
Å	Angström

Kısaltmalar

AA7075	Alüminyum alaşımı 7075
AISI	Amerika Demir ve Çelik Endüstrisi (American Iron and Steel Institute)
BM	Brezilya mumu (Carnabua wax)
BTO	Bilye-toz ağırlık oranı
CN	Çin
DY	Dislokasyon yoğunluğu
DYPE	Düşük yoğunluklu polietilen
dev/dk	Devir/dakika
HMK	Hacim merkezli kübik
HK	Knoop sertlik değeri (Hardness Knoop)
İKK	İşlem kontrol katkısı

KB	Kristalit boyutu
KM	Kafes mikro-gerinimi
KTYO	Kritik toz ykleme oranı
MA	Mekanik alařımlama
MMK	Metal matrisli kompozit
m ² /g	Metrekare/gram
OPB	Ortalama paracık boyutu
PE	Polietilen
PEG	Polietilen glikol
PM	Parafin mum
PP	Polipropilen
PPM	Milyonda bir (Parts per million)
SYA	Spesifik yzey alanı
SA	Stearik asit
TEK	Toz enjeksiyon kalıplama
VSD	Vikers sertlik deęeri
YMK	Yzey merkezli kbik
YYPE	Yksek yoęunluklu polietilen
XRD	X-Iřımı kırınımı (X-Ray diffraction)

1. GİRİŞ

Teknolojik gelişmeler geleneksel malzemelerin yeni uygulama alanlarında özelliklerinin yetersiz olduğunu göstermektedir. Bu durum, amaca uygun özelliklere sahip yeni malzemelerin kullanımını gerekli kılmaktadır. Bu nedenle, bilim insanları; farklı sahalarda geniş kullanıma ve daha iyi mekanik özelliklere sahip yeni kompozit malzemeler geliştirmektedirler (Liu ve ark., 2019).

Özellikle metal matrisli kompozit (MMK) malzemeler, takviye malzemesi ile güçlendirilmemiş metal malzemelere nispeten daha üstün mekanik ve termal özelliklere sahiptirler. Yüksek termal kararlılık, özgül mukavemet ve aşınma direnci bunlara en iyi örneklerdir (Kishawy, 2012).

MMK'lerin üretilmesinde döküm (Mousavi Anijdan ve Sabzi, 2018), metal infiltrasyon (Bouzegzi ve ark., 2018), plazma püskürtme (Zhang ve ark., 2018), ekstrüzyon (Pak ve ark., 2016), toz metalurjisi (Trinh ve ark., 2018) gibi birçok metot kullanılmaktadır. Birçok araştırmacı ince taneli ve homojen mikroyapı elde etmek için toz metalurjisi yöntemini son yıllarda daha çok kullanmaya başlamıştır. Bunların yanında bu kompozitlerin fiziksel ve mekanik özelliklerinin geliştirilmesi için kullanılan takviye malzemelerinin başında SiC, Al₂O₃, B₄C ve TiC gibi seramikler gelmektedir (Sanjay ve ark., 2017).

Toz metalurjisi yöntemlerinden olan toz enjeksiyon kalıplama (TEK) özellikle boyutsal hassasiyet gerektiren, küçük ve karmaşık şekilli metalik parçaların üretiminde hassas döküme alternatif olarak geliştirilmiş günümüzde uygulama alanı hızla genişleyen bir imalat yöntemidir (Gökmen, 2014).

TEK yönteminde genelde metal veya seramik malzeme üretimi yapılırken kompozit malzeme üretiminde arzu edilen seviyeye henüz ulaşamamıştır. Diğer yöntemlere nispeten sürecin karmaşık olması, takviye edilen malzemenin matris malzemesi ile yeterli bağ kuramaması, toz şekli ve boyutu gibi dezavantajlar bu duruma neden olmaktadır. Öte yandan diğer bir toz metalurjisi yöntemi olan mekanik alaşımlama (MA) metodunda takviye malzemesinin matris malzemesi içerisine homojen dağıtılması ve matris-takviye ara yüzey bağının güçlü olması nedeniyle mekanik özelliklerin iyileştirildiği birçok araştırmacı tarafından ortaya konulmuştur. (Suryanarayana, 2004; Azimi ve ark., 2015; Liu ve ark., 2018).

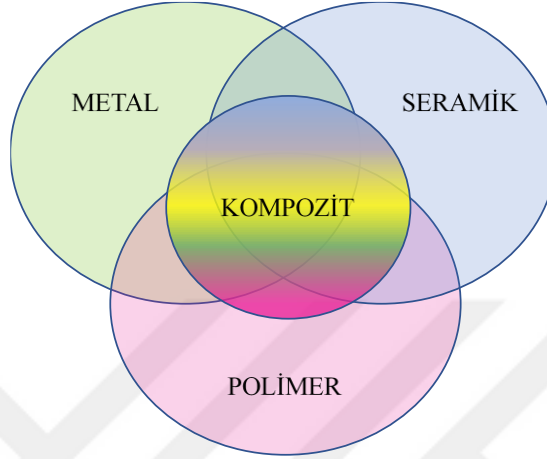
Bu çalışmanın amacı; TEK yönteminde kompozit malzeme üretilirken karşılaşılan yukarıda bahsedilen sınırlamaları kaldırmak için, ilk aşamada mekanik alaşımlama

metoduyla metal matrisli kompozit toz (TiC/316L) üretmek, karakterize etmek ve ikinci aşamada bu tozlardan üretilen besleme stoklarının reolojik özelliklerinin belirlenmesiyle toz enjeksiyon kalıplama yöntemine uygulanabilirliğini incelemektir.

Bu tez çalışmasının ilk aşamasında TiC/316L kompozit tozları mekanik alaşımlama metodu ile farklı takviye oranları ve öğütme sürelerinde üretilmiştir. Üretilen tozlar; toz boyutu, SEM ve XRD analizleri yapılarak karakterize edilmiştir. İkinci aşamada ise; elde edilen kompozit tozları Parafin mum/Polipropilen/Stearik Asit (PM/PP/SA)'ten oluşan bağlayıcı karışımı ile karıştırılarak besleme stokları hazırlanmıştır. Hazırlanan besleme stoklarının rotasyonel (tork) reometre ile reolojik özellikleri belirlenmiş ve kayma gerilmesi – kayma hızı grafiklerine lineer regresyon analizi uygulanarak hangi besleme stoğunun enjeksiyon kalıplama metodu için uygun olduğu tahmin edilmiştir.

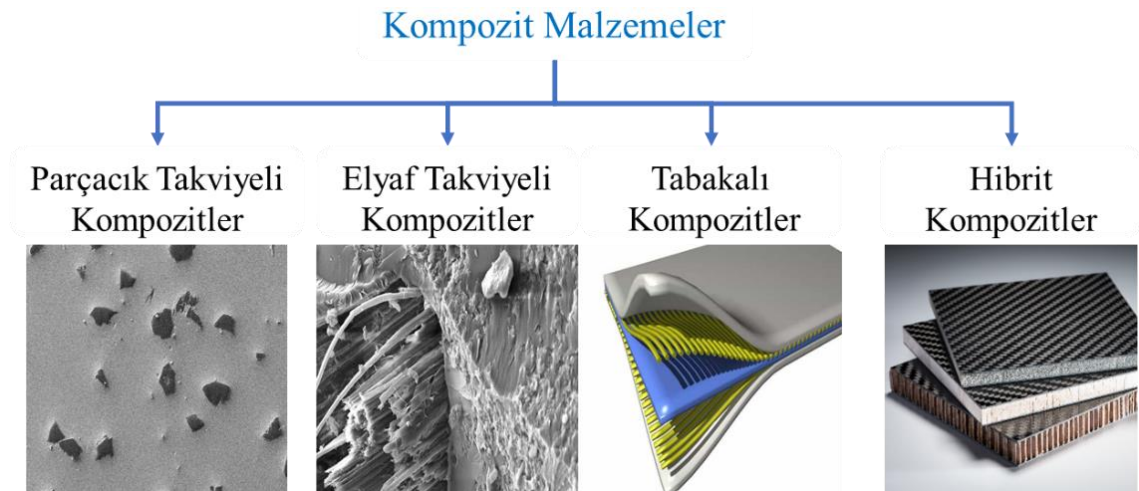
2. KOMPOZİT MALZEMELER

Kompozit malzemeler, özellikleri bakımından farklı iki ya da daha çok mikro/makro bileşenin karışımı veya birleşimiyle oluşan ve kendisini oluşturan bileşenlerden daha üstün özellikler gösteren malzemelerdir (Smith, 2012).



Şekil 2.1. Kompozit malzemede kullanılan matrisler

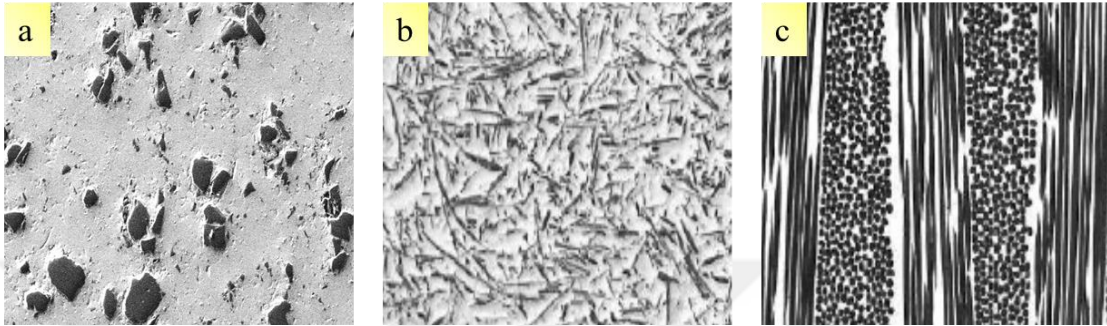
Kompozit malzemeler değişik kriterler esas alınarak sınıflandırılabilir. Kompozitin ana dokusunu oluşturan matris malzemesine göre yapılan sınıflandırma şekil 2.1’de gösterilmiştir. Ancak uygulamada en yaygın olarak kullanılan sınıflandırma kompozite mukavemet kazandıran takviye malzemesine göre yapılır. Bu sınıflandırma şekil 2.2’de gösterilmektedir (Parçacık takviyeli ve elyaf takviyeli kompozitlere ait SEM resimleri sırasıyla (Nazik, 2013; Glória ve ark., 2015)).



Şekil 2.2. Kompozit malzemelerin takviye malzemesine göre sınıflandırılması

2.1. Metal Matrisli Kompozitler

Metal matrisli kompozitler (MMK) ve özellikle de parçacık takviyeli MMK'lerin, havacılık, otomotiv ve denizcilik uygulamalarındaki kullanım alanları giderek artmaktadır. Takviye malzemesinin görünümüne göre MMK'lerin sınıflandırılması şekil 2.3'te gösterilmiştir.



Şekil 2.3. Takviye malzemesinin geometrisine göre MMK'lar, a) Parçacık takviyeli b) Kısa elyaf takviyeli c) Sürekli elyaf takviyeli

Matrisin esas görevi uygulanan yükü takviye malzemesine transfer etmek ve dağıtmaktır. Yükün iyi bir şekilde transfer edilebilmesi, matris ile takviye arasındaki ara yüzey bağının iyi olmasına bağlıdır. MMK'lerde matris malzemesi olarak genelde Fe, Al, Ti, Mg ve Ni kullanılır.

Son zamanlarda demir esaslı matrisler, düşük maliyet, iyi mekanik özellik ve diğer matrislere kıyasla daha yüksek mukavemete sahip olmaları nedeniyle araştırmacıların dikkatini çekmiştir (Dammak ve ark., 2014).

Demir esaslı matrisler arasında 316L paslanmaz çelik alaşımları, mükemmel süneklik ve çok iyi korozyon direncine sahip oldukları için endüstride büyük bir kullanım alanına sahiptir.

Bununla birlikte, bu alaşımların yüksek sıcaklıklarda (> 900 °C) uygulanabilirliğinin sınırlı olması ve bunun yanında düşük aşınma direnci nedeniyle kullanımı engellenmektedir. Bu problemin üstesinden gelmek için 316L alaşımları, sert ve ince seramik parçacıkların matris içerisine homojen bir şekilde dağıtılması ile güçlendirilebilir (Abenojar ve ark., 2002)

2.2. Üretim Yöntemleri

Metal matrisli kompozit malzemelerin üretim yöntemleri aşağıda verilmiştir.

2.2.1. Katı faz üretim yöntemleri

- Difüzyonla bağlama
- **Toz metalurjisi (TM)**
- Haddeleme

2.2.1. Sıvı faz üretim yöntemleri

- Sıvı Metal İnfiltrasyon
- Basıncılı İnfiltrasyon
- Basıncısız İnfiltrasyon
- Sıkıştırma Döküm
- Sıvı Metal Karıştırma
- Plazma Püskürtme



3. TOZ METALURJİSİ

Toz metalurjisi yönteminde ana hedef, metal ve alaşımların tozlarını ergitmeden basınç ve sıcaklık yardımıyla iş parçası haline getirmektir. Sinterleme de denilen bu ısıl işlem tozların birbirine difüzyon ile bağlanmasını sağlayarak, malzemenin mukavemetini arttırmaktadır.

3.1. Metal Tozların Üretimi

Tozların birçok özelliklerini, üretimde kullanılan teknikler tayin etmektedir. Tozların ortalama tane boyutu ve tozların şekli üretim yöntemine bağlı olarak, nano boyuttan, mikro boyuta ve küreselden, karmaşık şekle kadar çok farklı olabilmektedir (Ünal, 2018).

Birçok toz üretim tekniği arasından, ticari olarak şu teknikler kullanılmaktadır;

- Elektrolitik ayrıştırma yöntemi
- Kimyasal yöntemler
- Atomizasyon yöntemi
- Mekanik alaşımlama yöntemi

3.1.1. Elektrolitik ayrıştırma yöntemi

Elektroliz yöntemiyle, oksitlerden oluşan tozlar katoda akım vermek suretiyle elektrolitik banyoda çökertilir ya da katot da toplanır. Elektrolitik banyoda bakır sülfat ve sülfürik asit kullanılmaktadır. Bu yöntemde genelde çok yüksek saflıkta bakır tozları imal edilmektedir.

3.1.2. Kimyasal yöntemler

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

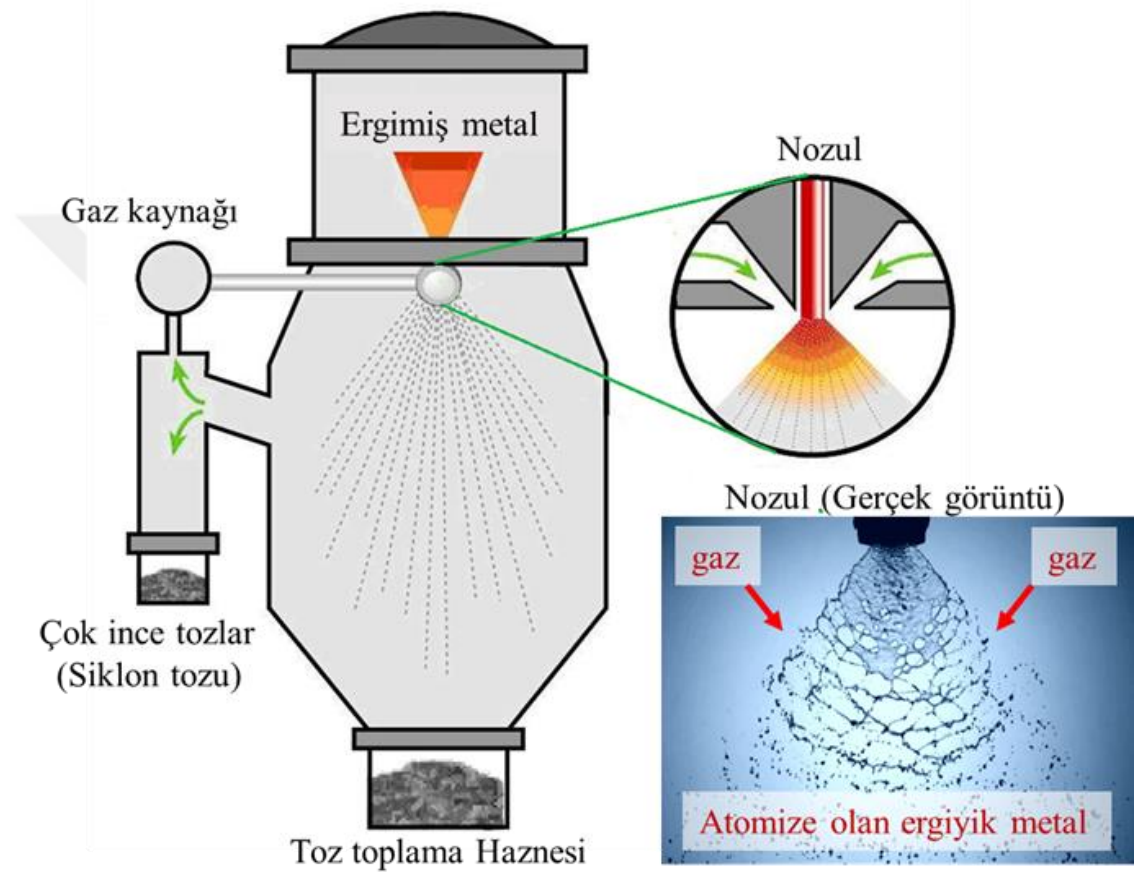
3.1.3. Atomizasyon yöntemi

Metalin ergitilmesi ile oluşan sıvı metalin, atomizasyon ünitesi içerisinde bulunan nozullardan gönderilen genellikle kararlı gaz ile parçalanıp toz hale getirilmesine gaz atomizasyonu denir. Aynı iş su jetleri ile gerçekleştirilirse su atomizasyonu adını

almaktadır. Atomizasyon metodunda ortalama tane boyutu, boyut dağılımı, tozların şekli dâhil olmak üzere kimyasal bileşimi ve mikro yapısı kontrol edilebilmektedir.

Atomizasyon işleminde arzu edilen toz özelliklerine ulaşmak için nozul ağız genişliği, nozul açısı, gazın türü, gazın debisi, ergimiş metalin viskozitesi gibi birçok parametrenin aynı anda kontrol edilmesine bağlıdır.

Şekil 3.1 'de gaz atomizasyon ünitesi ve ergimiş metalin atomizasyonu şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.1. Tipik gaz atomizasyon ünitesi ve atomize olan metal tozun görüntüsü

3.1.4. Mekanik alaşımlama yöntemi

Bu yöntem, bu çalışmada yer alan TiC/316L kompozit tozun üretilmesi için kullanılan yöntemdir. Konunun daha iyi anlaşılabilmesi için ayrı bir başlık altında geniş şekilde açıklanmıştır.

4. MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ

Bu yöntemde hazne içerisine konulan toz gerekli olan yüksek enerji ile öğütülür ve daha küçük ortalama tane boyutuna sahip toz oluşur. İlk karışımda elde edilen toz, soğuk olarak yeniden birbirine kaynak olur ve yine deformasyonun devam etmesinden dolayı tekrar kırılır. Bu işlem periyodik olarak devam eder ve bilyelerin devamlı vurma etkisinden dolayı dislokasyon yoğunluğu arttırılmış, homojen ve ince taneli bir içyapı elde edilir.

Bu teknik özellikle MMK malzemelerin üretimi için uygun bir tekniktir. Çünkü takviye parçacıklarının aglomerasyonu bu metotla engellenir ve matris malzemesi içinde homojen dağılması sağlanır. Bunun yanında, bu sürekli deformasyon etkisi ile takviye elemanının içinde hata varsa elemine edilir (Suryanarayana, 2004).

Mekanik alaşımlamanın avantajları;

- Segregasyon veya aglomerasyon problemlerinin ortadan kalkması ile mikroyapının homojen olması
- Yoğunluk ve ergime noktalarındaki farklılıklar nedeni ile imali mümkün olmayan ya da çok zor olan alaşım ya da kompozitlerin üretilmesinde çok kolay uygulanabilir yöntem olması
- Geleneksel yöntemlerde olduğu gibi talaş, çapak veya ergitme kaybının olmaması,
- İşlem basamaklarının kontrolü ile farklı özellikteki malzemelerin üretimine imkân tanınması (Örnek: Canlı dokunun implant malzemesini çok iyi sarabilmesi için gözenekli malzeme üretimi)
- Kompozit üretiminde hem takviye malzemesinin ortalama tane boyutunun küçülmesi hem de matris içerisine homojen dağılması.

Yöntemin sınırlamaları;

- Tozların kalıp içerisinde akışının sınırlı olması
- Aşınmaya karşı öğütülen tozdan daha dayanıklı öğütme haznesinin gerekli olması
- Parametre sayısının çok fazla olması (Öğütme süresi, öğütme hızı , atmosfer, bilye/toz ağırlık oranı vs.)
- Karmaşık şekilli parçaların yoğunluğu her yerde aynı olmayabilir.

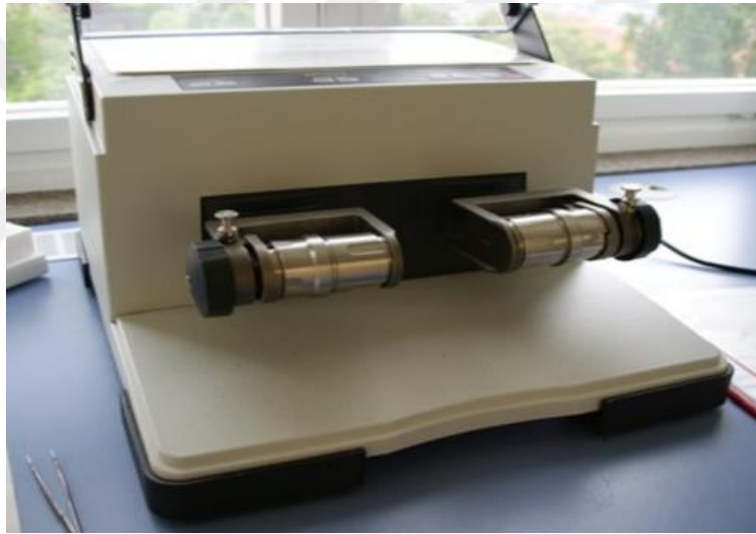
4.1. Öğütücü Tipleri

Mekanik alaşımlanmış/öğütülmüş tozlar üretmek için farklı tiplerde yüksek enerjili öğütme cihazları kullanılmaktadır. Öğütücüler kapasiteleriyle, öğütme verimlilikleriyle, soğutma ve ısıtma gibi ek üniteleriyle farklılık gösterirler.

Bazı yüksek verimli öğütücüler standart öğütme işlemleri için ticari olarak kolayca satın alınabilirken, araştırmacılar belirli amaçlar için özel değirmenler de tasarlamışlardır (Suryanarayana, 2004).

4.1.1. Spex tipi

SPEX tipi öğütücüler bir kerede yaklaşık 10-30 gr arasında toz öğütebilen laboratuvar çalışmaları amacı ile kullanılmaktadırlar.



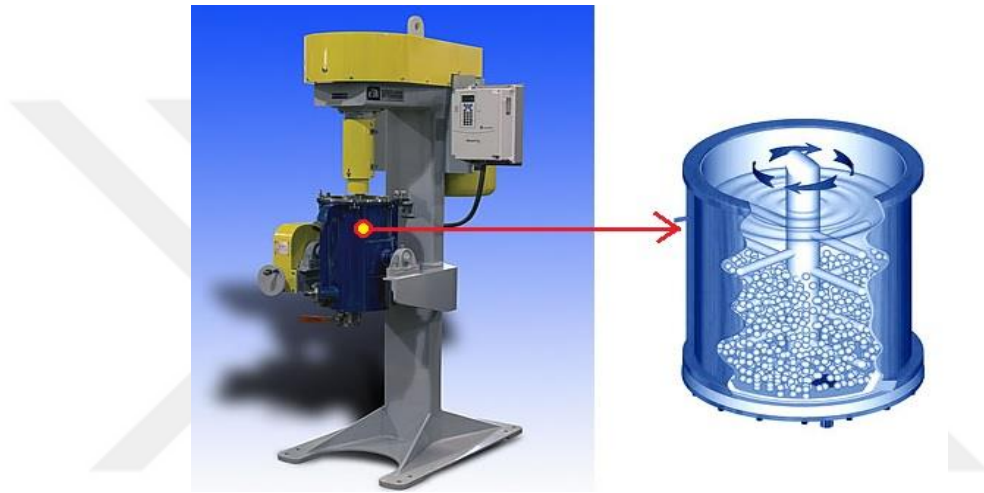
Şekil 4.1. Spex tipi öğütücü (Lenser ve Theißen, 2014)

Bu cihazdaki hazne dakikada birkaç bin defa ileri-geri ve sağa-sola hareket ile çalışır. Haznenin her bir hareketi ile bilyeler, hazne içindeki tozlara çarpar ve bu tozları hem öğütür hem de karıştırır.

SPEX türü öğütücülerin yüksek enerjisinden dolayı sıcaklık artışı ve koruyucu atmosfer kullanımının gereksinimi karşılaşılan temel problemlerdir. SPEX cihazlarının yeni tiplerinde sıcaklık problemini bertaraf etmek için basınçlı soğutma kullanılmaktadır. Şekil 4.1’de SPEX tipi öğütücü örneği gösterilmiştir.

4.1.2. Atritör tipi

İçerisinde seri karıştırıcı çubuklar bulunan dikey bir silindirden oluşur. Bir eksen üzerinde birbirine dik olarak yerleştirilen çubuklar döndürülerek hazne içerisindeki bilyelere yüksek enerji verir. Bilyelerin, hazne duvarıyla ve birbirleriyle çarpışmalarıyla ortalama toz boyutu düşer. Atritör tipi öğütücüler, içerisinde bir defada çok miktarda tozun (1 kg.'dan 50 kg'a kadar) öğütülebildiği öğütücülerdir (Şekil 4.2). Dış kazan etrafında dolaşan soğutma sıvısıyla öğütme sırasında sıcaklığın kontrolü mümkün hale gelmektedir.



Şekil 4.2. Atritör tipi öğütücü (Internet, 2009; 2018)

4.1.3. Gezegen tipi

Gezegen (Planetary) tipi öğütücüde 100-200 gr toz bir defada öğütülebilir. Öğütücü haznelerinin gezegen gibi hareket etmesinden dolayı “planetary” ismini alırlar. Bunlar dönen bir alt disk üzerine konulur ve kendi eksenleri etrafındaki hareketlerini, özel bir mekanizmadan alarak öğütme işlemini gerçekleştirirler. Gezegen gibi dönen hazneler tarafından oluşan merkezkaç kuvveti ve yine dönen alt disk tarafından meydana gelen ilave kuvvetle beraber, hazne içinde öğütülen toza ve bilyelere etki ederler.

Sürtünme etkisi, öğütülen malzeme ve öğütme bilyelerinin serbest kalıp hazne içerisinde serbest dolaşması ve karşı duvara çarpmasıyla devam eder. SPEX değirmenlere göre daha düşük enerjili değirmenler olarak düşünülebilir.



Şekil 4.3. Gezege (Planetary) tipi öğütücü

Mekanik alaşımlama yöntemi ile toz elde edebilmek için araştırmacılar genelde şekil 4.3' te bir örneği gösterilen gezege tipi öğütücüyü kullanmışlardır ve bu öğütücü tipi halen yeni malzemelerin üretiminde kullanılmaktadır (Aghamiri ve ark., 2018; Gostariani ve ark., 2018; Oleszak ve ark., 2018).

4.2. Öğütme İşlemi Değişkenleri

Bu konu içerisinde aşağıda açıklamaları yapılan işlem değişkenleri birbirinden tamamen bağımsız değildir. Mesela uygun öğütme hızı, öğütücü tipine, öğütme zamanına, bilye boyutuna, sıcaklığa ve bilye/toz ağırlık oranı gibi değişkenlere bağlıdır. Ayrıca öğütülmüş tozlara, bilye/toz ağırlık oranı artırılarak veya uzun süre öğütülerek, fazla enerji uygulanabilir. Benzer olarak diğer kısımlarda birbiri ile ilişkilidir (Suryanarayana, 2001).

4.2.1. Öğütme hızı

Bilye çarpışmaları ile tozların maruz kaldığı aşırı plastik deformasyon tozların birbiri ile soğuk kaynaklanmasını ve kırılmasını sağlamaktadır. Bu işlem ancak optimum öğütme hızı sağlandığında gerçekleşir çünkü hazne tasarımına bağlı olarak maksimum hıza ulaşabilmek için belli engeller karşımıza çıkar. Örneğin, yüksek enerjili bilyeli öğütücülerde artan öğütme hızıyla orantılı olarak merkez kaç kuvvetinin artması ile bilyeler haznenin iç çeperine yapışır ve çarpma etkisi oluşturmak için aşağı düşemezler. Bu yüzden, belirlenecek maksimum öğütme hızı, kritik hızdan daha düşük olmalıdır.

Ayrıca artan öğütme hızı haznenin sıcaklığını da arttıracığı için maksimum hıza çıkmamıza engel olan ikinci dezavantajlı durumdur (Suryanarayana, 2001).

4.2.2. Hazne ve bilye malzemesi

Öğütücü hazne ile bilye malzemeleri birbiri ile aynı ya da yakın sertliğe sahip olmalıdır. Diğer yandan öğütülecek olan tozun sertliği hazne-bilye malzemesinden yüksek olmamalıdır. Aksi durumda öğütme süresi boyunca öğütülen malzeme içerisinde hazne veya bilyeden aşınan parçacıklar karışacak ve kirlilik olacaktır. Bu yüzden genelde çelik ya da tungsten karbürden imal edilmiş öğütme hazneleri ve bilyeler kullanılır (Suryanarayana, 2004).

4.2.3. Bilye/toz ağırlık oranı

Bilye/toz ağırlık oranı (BTO) öğütme işleminde önemli bir değişkendir. Hazne içerisine öğütme elemanı olarak konulan bilyelerin ağırlığının yine aynı hazne içinde öğütülecek olan tozların ağırlığına oranı olarak tanımlanır. Bazen “dolum oranı” olarak da adlandırılır.

Araştırmacılar yaptığı çalışmalarda öğütme sistemi değişkenlerine ve öğütülecek olan malzemenin cinsine bağlı olarak 1:1 gibi küçük değerlerden 220:1 gibi daha yüksek değerlere çıkmışlardır. Yapılan çalışmalarda, 10:1 BTO, spex ve gezegen tipi öğütücü gibi küçük hazneli öğütücülerde en çok kullanılan orandır (Martínez ve ark., 2013; Ozkaya ve Canakci, 2016; Oleszak ve ark., 2018; Zhou ve ark., 2018) fakat öğütme büyük kapasiteli atritör tipi öğütücüde gerçekleşirse yüksek BTO olan 50:1 (Caballero ve ark., 2017) ya da daha yüksek 100:1 (Jung ve ark., 2014) oranı da kullanılabilir.

Yüksek BTO ile birim zamandaki çarpışma sayısı artar ve sonuçta toz parçacıklarına daha çok enerji transfer eder. Bu yüzden öğütme/alaşımlama daha hızlı gerçekleşir. Örneğin, spex tipi bir öğütücüde aynı özellikte toz karışımı elde edebilmek için; BTO 10:1 olduğunda 7 saat, 50:1 olduğunda 2 saat ve 100:1 olduğunda 1 saat öğütme süresi gerekmektedir.

Bunun yanında dikkat edilmesi gereken önemli bir nokta şudur; BTO'nun çok yüksek olması, toz oranının da azalması demektir yani bilye-bilye çarpışma sayısını arttıracak olan bu durumda kap içinde kirlilik (bilyelerin kendi kendini aşındırmasından dolayı meydana gelen kirlilik) oluşabilir.

4.2.4. Öğütme süresi

Bu parametre hazne içindeki tozlarda parçalanmanın ve soğuk birleşmenin dengeye ulaşmasını sağlamak için uygun seçilmelidir. Öğütme süresi; diğer değişkenlere de bağlıdır. Gerekli süre bu durum dikkate alınarak ayarlanmalıdır. Fazla öğütme sürelerinde kirlilik seviyesi yükselebilir ve bazı istenmeyen fazlarda artış görülebilir.

Genel olarak yüksek enerjili öğütmelerde kararlı hal durumunu sağlamak amacıyla öğütme süresi kısa tutulurken, düşük enerjili öğütmelerde daha uzun tutulur. Ayrıca BTO daha yüksek ise zaman kısa tutulurken, düşük olduğunda uzun tutulur (Suryanarayana, 2001).

4.2.5. Kap doluluk oranı

Öğütme işleminin meydana gelebilmesi için bilyelerin tozlara çarpması ve enerji transfer etmesi gerekir. Bilyeler ve tozlar hazne içinde serbestçe hareket etmeleri gerekir. Bundan dolayı öğütme haznesi içinde yeterli miktarda boşluk yoksa, bilyelerin hareketi için yeterli alan olmayacak ve çarpma enerjisi düşük olacaktır. Sonuç olarak alaşımlama oluşmayabilir ya da çok uzun sürer.

Bu yüzden haznenin bilye ve tozlar ile çok fazla doldurulmamasına dikkat edilmelidir ve genel olarak kabın %50 si ya da daha fazlası boş olmalıdır (Suryanarayana, 2001).

4.2.6. Öğütme sıcaklığı

Mekanik alaşımlama işleminde istenmeyen fazların oluşmaması için sıcaklık artışı istenmez. Genellikle MA işlemleri oda sıcaklığına yakın sıcaklıklarda yapılmaktadır. Bu sıcaklığın sabit tutulması için öğütme haznesi çevresinde soğutucu gaz ya da fan bulunur. Aksi takdirde sıcaklık artışı hem aşınmalara hem de tozun kirlenmesine neden olabilir (Varol, 2012).

Ayrıca her ne kadar hazne çevresinde soğutucu fan bulunsun da uzun süreli öğütmelerde sıcaklık artışı gerçekleşeceği için cihazı, “on dakika boyunca çalış beş dakika boyunca dur” prensibine göre çalıştırmak gerekmektedir. Böylece sıcaklık kontrol altında tutulur ve aşırı ısınma engellenir.

4.2.7. Öğütme işlem kontrol katkısı

İşlem kontrol katkılarının birçok çeşidi araştırmalarda ortalama ağırlıkça %1-5 seviyelerinde kullanılmışlardır. En önemli İKK'lar stearik asit, metanol ve etanoldür. Araştırmacıların çeşitli çalışmalarında kullandığı İKK'ların adları ve miktarlarının listesi Çizelge 4.1'de gösterilmiştir. Bu bileşimler düşük ergime ve buharlaşma sıcaklığına sahiptirler. Bu yüzden öğütme sırasında sıcaklık yükseldikçe ergirler ve buharlaşırlar (Suryanarayana, 2001).

Çizelge 4.1. İşlem kontrol katkıları (İKK) çeşitleri ve farklı araştırmalarda kullanılan miktarları (Suryanarayana, 2001).

İşlem Kontrol Katkısı	Kimyasal Formül	Miktar
Benzen	C ₆ H ₆	-
C wax	H ₃₅ C ₁₇ CONHC ₂ H ₄ NHC OC ₁₇ H ₃₅	ağ. % 1.5
Dihegzatil dimetil amonyum asetat	C ₃₆ H ₇₅ NO ₂	-
Dodesin	CH ₃ (CH ₂) ₁₀ CH ₃	-
Etanol	C ₂ H ₅ OH	ağ. % 4
Etilenbisdistearamid Nopcowax-22 DSP	C ₂ H ₂ -2(C ₁₈ H ₃₆) ₁₀	ağ. % 2
Grafit	C	ağ. % 0.5
Heptan	CH ₃ (CH ₂) ₅ CH ₃	ağ. % 0.5
Hekzan	CH ₃ (CH ₂) ₄ CH ₃	ağ. % 5
Lityum-1,2 bisdodecyloxy carbonyl sulfasuccinate	-	-
Metanol	CH ₃ OH	ağ. % 1 ağ. % 3 ağ. % 4
Oktan	CH ₃ (CH ₂) ₆ CH ₃	ağ. % 1
Parafin	-	-
Petrol	-	3 damla
Polietilen glikol	HO(CH ₂ CH ₂) _n OH	ağ. % 0.5-2
Slikon gres	-	-
Sodyum klorit	NaCl	ağ. % 2
Sodyum-1,2 bis(dodesilcarbonly) etan-1-sulfonate	-	-
Stearik asit	CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH	ağ. % 1 ağ. % 4 ağ. % 0.5-3

Çizelge 4.2. Öğütme işleminde kullanılan çeşitli işlem kontrol katkılarının (İKK) ergime ve kaynama noktaları (Suryanarayana, 2001).

İşlem Kontrol Katkısı	Ergime Noktası (°C)	Kaynama Noktası (°C)
Dodesin	-12	216.2
Etil asetat	-84	76.5 -77.5
Etil alkol	-130	78
Etilen bidisteramit	141	259
Heptan	-91	98
Hegzan	-95	68-69
Metil alkol	-98	64.6
Polietilen glikol	59	205
Stearik asit	67 -69	183 -184

Öğütme sisteminde kullanılan İKK miktarı, sistem içerisine kademeli ya da direkt katılması, ortalama toz boyutunu ve son şeklini belirler. Bunların yanında İKK'nın çeşidi ve miktarı tozların etkin öğütülmesinde ya da alaşımlandırılmasında çok önemli bir parametredir. Çünkü İKK, öğütme sırasında öğütülen tozun yüzeyine emilimi ile soğuk kaynaklanmayı ya da aglomerasyon oluşumunu azaltır böylece tozların daha hızlı kırılmasını sağlar (Suryanarayana, 2001).

Araştırmacılar sadece işlem kontrol katkısının mekanik alaşımlamaya etkisi hakkında birçok makale yayınlamışlardır. Çanakçı ve ark. yaptıkları çalışmada, İKK olarak ağırlık %1, 2 ve 3 oranında metanol kullanarak Al-Al₂O₃ kompozit tozu üretmişlerdir ve metanol miktarının artması ile öğütme etkinliğinin azaldığını ve görünür yoğunluğun düştüğünü belirlemişlerdir (Canakci ve ark., 2012).

Nguyen-Hoang ve ark. yaptıkları çalışmada dedocane, heptan ve toluen adlı üç farklı işlem kontrol katkısının Al-Y-Ni-Co alaşım tozları üzerindeki etkisini incelemişler ve amorf fazların oluşmasında toluenin olumlu etkisini göstermişlerdir. Hiç toluen katılmamış numunede amorf faz 100 saatlik öğütme sonrası oluşurken toluen katılmış numunede 20 saatlik öğütme sonrasında elde edilmiştir. Bunun yanında toluen katılmış numunelerin öğütme sonrası ortalama parçacık boyutunun diğerlerine nispeten daha fazla azaldığı gözlemlenmiştir (Nguyen ve ark., 2010).

4.3. Öğütme Mekanizmaları

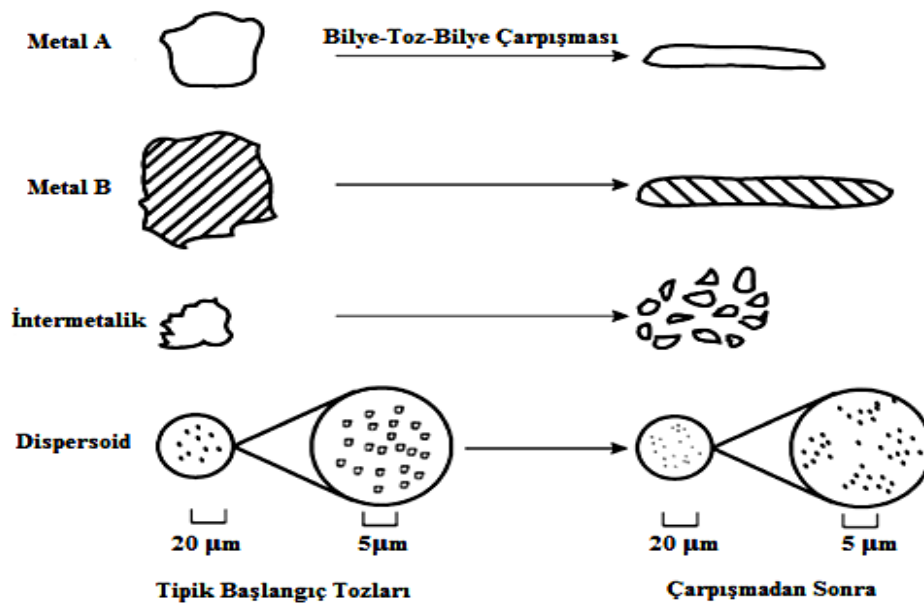
4.3.1. Giriş

Farklı bileşimlerdeki alaşım ya da kompozit türleri mekanik alaşımlama kullanılarak üretilir. Alaşımlama mekanizmalarını anlayabilmek için birçok araştırma yapılmıştır.

4.3.2. Bilye-toz-bilye çarpışmaları

Öğütme esnasında karışmış tozlar ya da ön alaşımlı tozlar, bilyeler ile birlikte öğütme haznesi içine yüklenir ve ağır deformasyona maruz bırakılırlar. Bu süreç içerisinde toz parçacıkları belirli bir döngü içerisinde pulsu yapı (flake) halini alırlar, soğuk kaynak (cold welding) olduktan sonra kırılırlar ve tekrar soğuk kaynak olurlar. Kırılma ve soğuk kaynaklanma süreci özellikle başlangıçtaki tozun deformasyon özelliklerine bağlıdır.

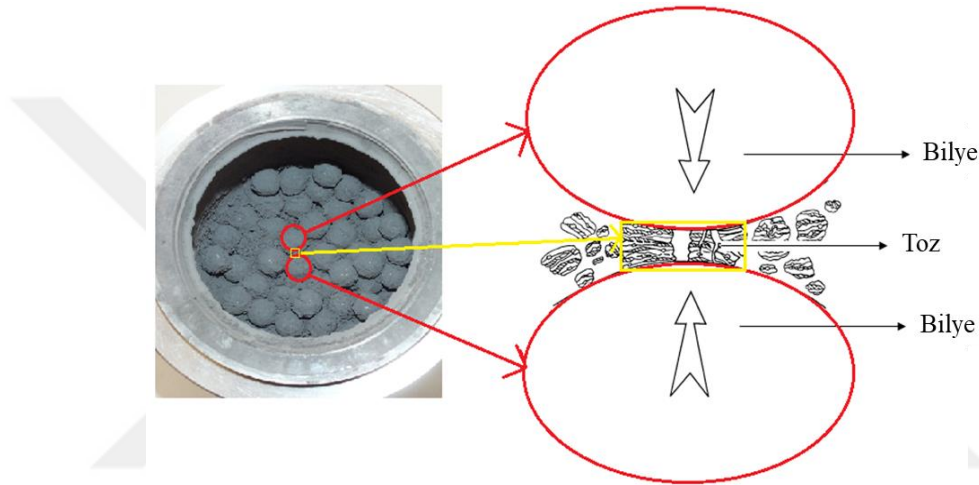
Her bir toz şeklinin çarpışma sonrası değişimi şekil 4.4'te gösterilmektedir. Sünek metal tozları (Metal A ve Metal B) pulsu yapı halini alır. Buna karşın gevrek intermetalik ve dispersoid parçacıkları daha küçük parçacıklar halinde matris içinde homojen şekilde dağılır. Aşındırıcı bilyelerin ilk çarpışmaları sünek metal tozlarının pulsu yapıya dönmesine ve soğuk deformasyonuna neden olurlar. Gevrek ara metal tozlar parçalanırlar ve boyutları küçülür. Oksit dağılımlı parçacıklar çok kısa sürede parçalanırlar (Suryanarayana, 2001)



Şekil 4.4. Başlangıç tozlarının öğütme süresince deformasyon karakteristikleri

4.3.3. Öğütme işlemi safhaları

Öğütme haznesi içinde iki bilye çarpışınca arasında küçük miktarlarda toz kalır (şekil 4.5). Bu işlem sırasında toz morfolojisi iki şekilde değişir. Eğer toz parçacıkları sünek ise pulsu yapı haline gelir ve soğuk kaynak oluşur. Eğer toz parçacıkları gevrek ise direkt kırılma eğilimi gösterir. Son olarak sünek ve gevrek tozlar bir arada ise sünek olanlar pulsu hale gelecek gevrek olanlar hem kırılacak hem de sünek toz içerisine gömülecektir. Bu başlangıçtaki içeriğin değişik kombinasyonlarını içeren tabakalı kompozit parçacıklarının oluşumuna yol açar.



Şekil 4.5. Mekanik alaşımlama boyunca bilye-toz-bilye çarpışması etkisi

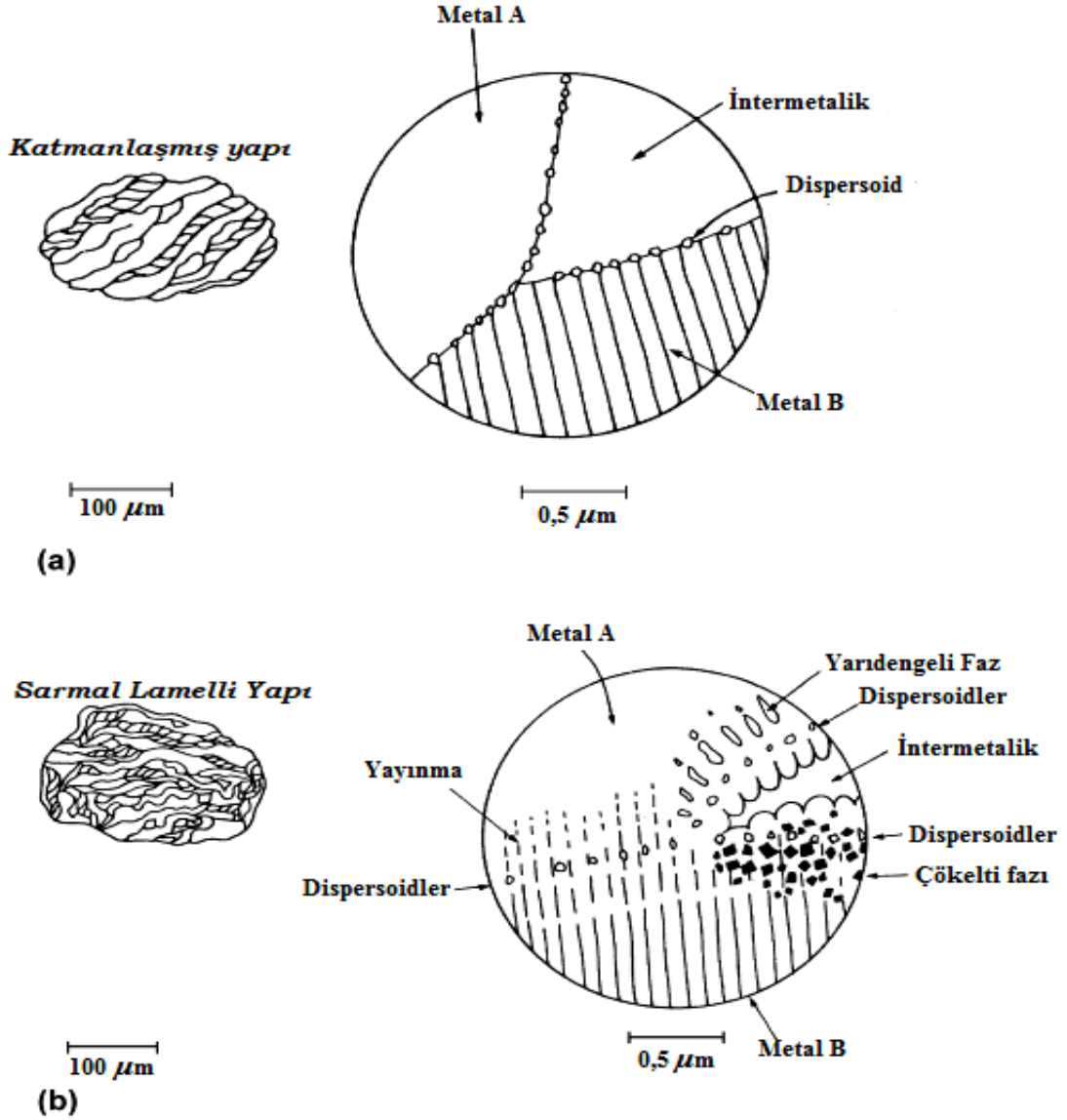
4.3.3.1. Sürecin ilk safhası

Sürecin ilk safhasında sünek metal toz parçacıkları pulsu hale gelir (Şekil 4.6 (a)). Bu durum öğütme işleminde katmanlı yapı olarak adlandırılır. Tozların boyutu önemli ölçüde değişime uğrar (Suryanarayana, 2001).

4.3.3.2. Sürecinin orta safhası

Öğütme yapılırken öğütme devam ettikçe soğuk kaynak ve kırılma olayları periyodik olarak tekrar eder ve bu durum ince taneli ve eş eksenli bir mikroyapı oluşumuna sebep olur. Bu aşamada tozlar sarmal lameller içerir (şekil 4.6 (b)). Soğuk deformasyon miktarının artmasıyla beraber parçacık hataları, poroziteler, tane sınırlarının sayısı zamanla artar (tane boyutu düşer) ve bunlar kısa döngülü difüzyon yoluyla sağlanır. Öğütme haznesi içinde, bilye-bilye, bilye-toz ve bilye-duvar çarpışmalarının etkisi

tozların sıcaklığının artmasına neden olur ve difüzyonu kolaylaştırır. Alaşım tüm bu etkilerin kombinasyonu ile meydana gelir. Bu aşamada oksit dağılımı daha homojendir (Suryanarayana, 2001).

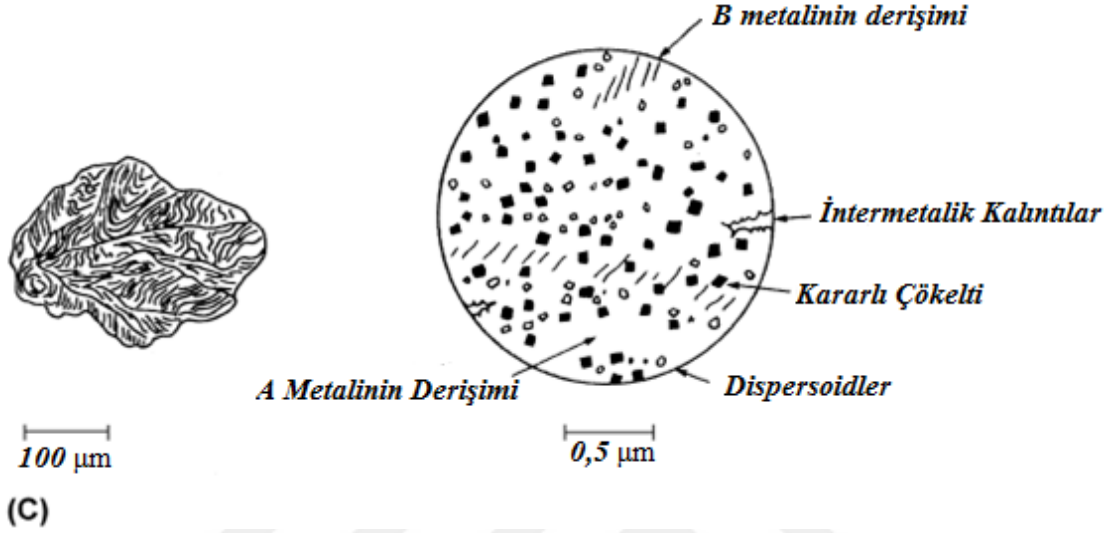


Şekil 4.6. Sürecin ilk safhası (a) Katmanlaşmış yapı oluşumu, Sürecin orta safhası (b) Toz parçacıklarının sarmal lamelli yapıya dönüşümü

4.3.3.3. Sürecin son safhası

Bu safhada lameller daha ince ve daha sarmal hale gelerek üst üste biner ve katmanlı bir hale gelir (şekil 4.6 (c)). Katmansal aralık ile dispersoid aralığı $1 \mu\text{m}$ 'den azdır ve parçacıkların mikro sertliği doyum noktasına ulaşır. Sürecin tamamlanmasıyla birlikte, bu katmanlar artık optik mikroskop ile gözlemlenemeyecek seviyedir.

Bu aşamadan sonra sürecin devam etmesi dispersoidlerin dağılımını arttırmayacaktır ve bu kendine özgü özellikler gösteren her bir tozun niteliği (composition) başlangıçtaki toz karışımının niteliği ile denktir ve bu duruma steady state (kararlı hal) durumu denir (Suryanarayana, 2001).



Şekil 4.6. Sürecin son safhası (c) Mikroyapının kararlı hale ulaşması.

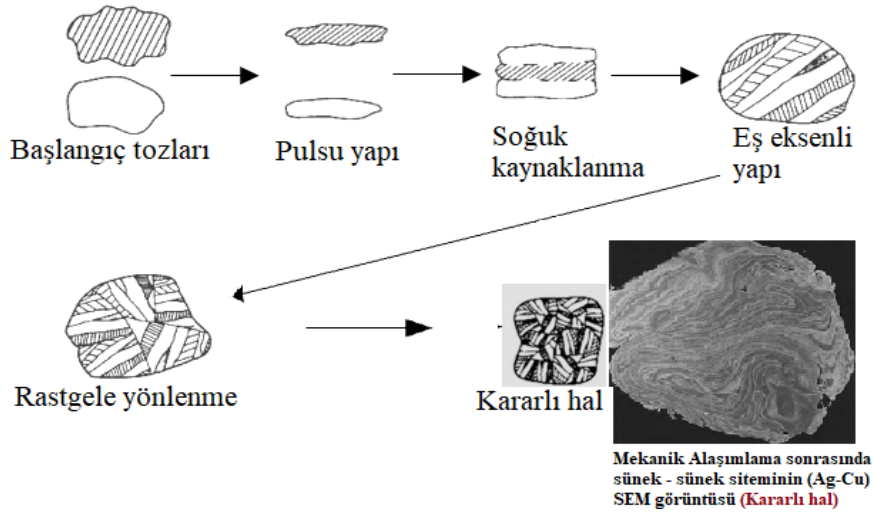
4.4. Öğütme Sistemleri

Mekanik alaşımlamada üç tür öğütme sistemi mevcuttur;

- Sünek-Sünek,
- Sünek-Gevrek,
- Gevrek-Gevrek

4.4.1. Sünek-sünek sistem

Mekanik alaşımlamada kullanılan tozlardan en az bir tanesi alaşımlamayı iyileştirmek için sünek olmalıdır. Başlangıçta iki farklı kimyasal bileşime sahip “ikisi de sünek” olan tozlar kullanıldığında, alaşımlama boyunca morfolojik değişimleri şekil 4.7’de gösterilmiştir.



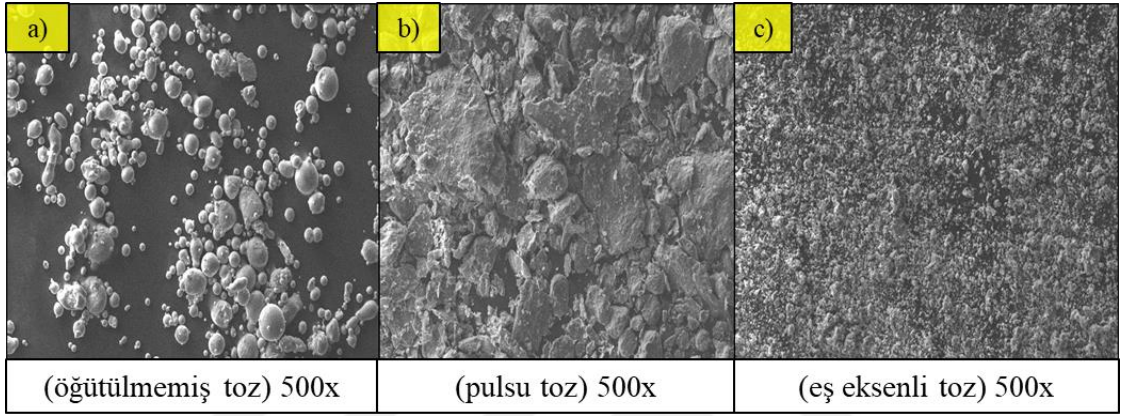
Şekil 4.7. Sünek-sünek sistemde mekanik alaşımlama safhalarının gelişimi (Suryanarayana, 2001).

Alaşımlama işleminin ilk safhasında bilyelerin birbirleriyle çarpışması sırasında bilyelerin merkezleri doğrultusunda arada kalan tozlar, darbe etkisiyle plastik deformasyona maruz kalırlar. Bunun sonucunda tozlarda ezilme olur ve tozlar pulsu yapı haline gelir. Bu durum şekil 4.7’de gösterilmiştir. Bu çarpışmalar esnasında arada kalan toza bir miktar darbe enerjisi yüklenir. Darbe enerjisi sebebiyle toz parçacıkları, birbiriyle soğuk kaynak olur, kırılır ve tekrar soğuk kaynak olur. Bu darbe kuvveti toz parçacıklarını deformasyona uğratarak sertleşmelerine ve kırılmalarına sebep olur.

Sünek-sünek tozların öğütülmesinin ilk aşamalarında toz boyutu büyüyerek başlangıç boyutunun üç katına kadar ulaşabilir. Bu durumu kontrol etmek amacıyla bileşime işlem kontrol katkıları ilave edilir. Öğütücü bilyelerin devam eden darbe etkisinden dolayı, parçacıkların yapısı kararlı olur ve başlangıçtaki tozların kompozisyonuna nispeten daha homojen bir hale dönüşür.

Öğütmenin son aşamasına varıldığında ortalama toz boyutu artık azalmaz ve sabit kalır. Çünkü her bir toz parçacığı içerisinde bulunan alaşım tabakaları arasındaki boşluklar azalırken, aynı zamanda bu alaşım tabakalarının sayısı artar. Belirli bir süre öğütmenin ardından, ortalama parçacık boyutunu arttıran soğuk kaynaklanma ve ortalama kompozit parçacık boyutunu azaltan kırılma miktarları arasında bir dengeye varıldığında kararlı hal durumuna ulaşılır. Kararlı asamaya gelinceye kadar mekanik alaşımlama sırasında toz parçacıkları ağır bir deformasyona maruz kalırlar. Toz parçacıklarındaki dislokasyonlar, boşluklar ve tane sınırlarındaki artma gibi pek çok kristal hatalarının varlığı bu durumu açıklamaktadır. Bu kusurların varlığı bir katı hal çözeltisini oluşturacak

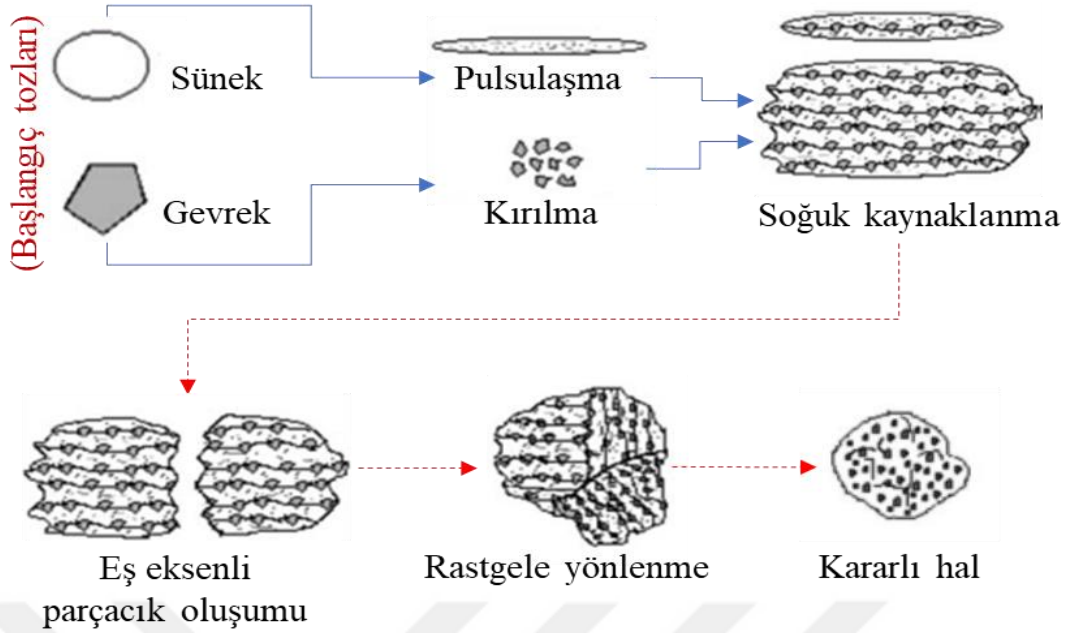
olan element veya elementlerin matris içerisine difüzyonunu artırır. Devam eden mekanik alaşımlamayla birlikte, homojen ve incelen mikro yapı sebebiyle difüzyon mesafeleri azalır. Bununla beraber, öğütme sırasındaki çok az sıcaklık artışı difüzyona yardımcı olur ve sonuçta bileşenler arasında gerçek alaşımlama ortaya çıkar (Varol, 2012). Şekil 4.8’de sünek tozların başlangıç, 1 ve 8 saat öğütme sonrası toz morfolojisi görülmektedir. Şekilde görüldüğü gibi 1 saat sonunda pulsu yapı oluşurken 8 saat sonunda eş eksenli bir morfoloji oluşmuştur.



Şekil 4.8. Sünek AA7075 tozların öğütme süresi ile morfolojik değişimleri a) öğütülmemiş b) 1 saat öğütülmüş c) 8 saat öğütülmüş

4.4.2. Sünek-gevrek sistem

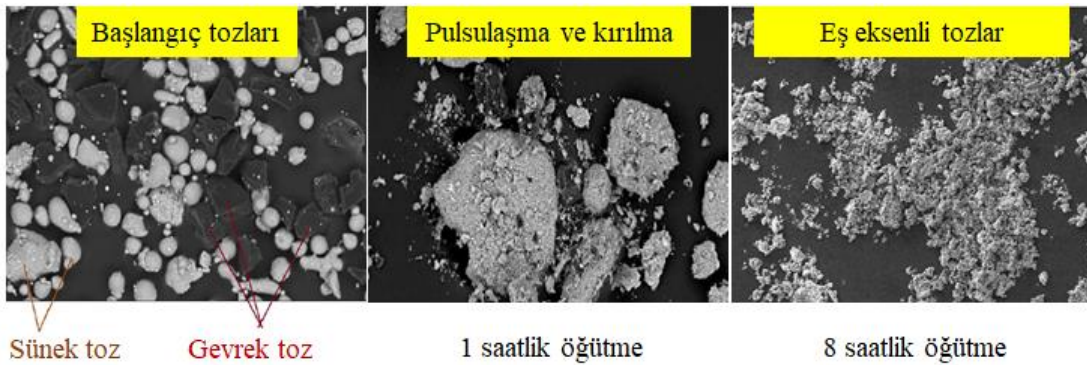
Sünek-gevrek sistemde ilk önce sünek metal tozları bilye-toz-bilye çarpışmaları ile pulsu hale gelirken diğer yandan sistemdeki gevrek olan tozlar kırılmaya başlarlar. Kırılan gevrek tozlar sünek bileşen içerisine gömülürler. Gevrek bileşenler katmanlar arası boşluklar boyunca yerleşirler. İlerleyen öğütme süreleri sonucunda tozlar deformasyon sertleşmesine uğrar katmanlar çoğalır ve daha küçük boyutlara inerler. Devam eden öğütme ile tabakalar daha da küçülür tabakalar arası boşluk artar ve gevrek tozlar çözünmezse düzenli olarak sünek matrise içine dağılırlar.



Şekil 4.9. Sünek-gevrek sistemde mekanik alaşımlama safhalarının gelişimi

Şekil 4.9’da görüldüğü gibi gevrek parçacıkları içeren sistemlerde kırılma olayının etkinliği artmakta ve sistem eş eksenli morfolojiye daha erken saatlerde ulaşmaktadır.

Şekil 4.10’da ise Sünek malzeme olan alüminyum ile gevrek malzeme olan bor karbürün mekanik alaşımlama metodu ile öğütme sonrası kararlı hale gelmesi gösterilmektedir.



Şekil 4.10. Sünek ve gevrek karışım tozlarının (başlangıç), 1 saatlik öğütme sonrası (pulsu yapıya geçiş ve kısmi kırılma) ve 8 saatlik öğütme sonundaki (eş eksenli yapı, kararlı hal) morfolojileri

4.4.3. Gevrek-gevrek sistem

İki veya daha çok gevrek malzemedен oluşan bir sistemde alaşımlamanın olması beklenmeyebilir. Çünkü sünek bileşenin olmaması herhangi bir kaynak ya da birleşmeyi engeller ve kaynaklanmanın olmadığı durumda da alaşımlamanın olması beklenmez.

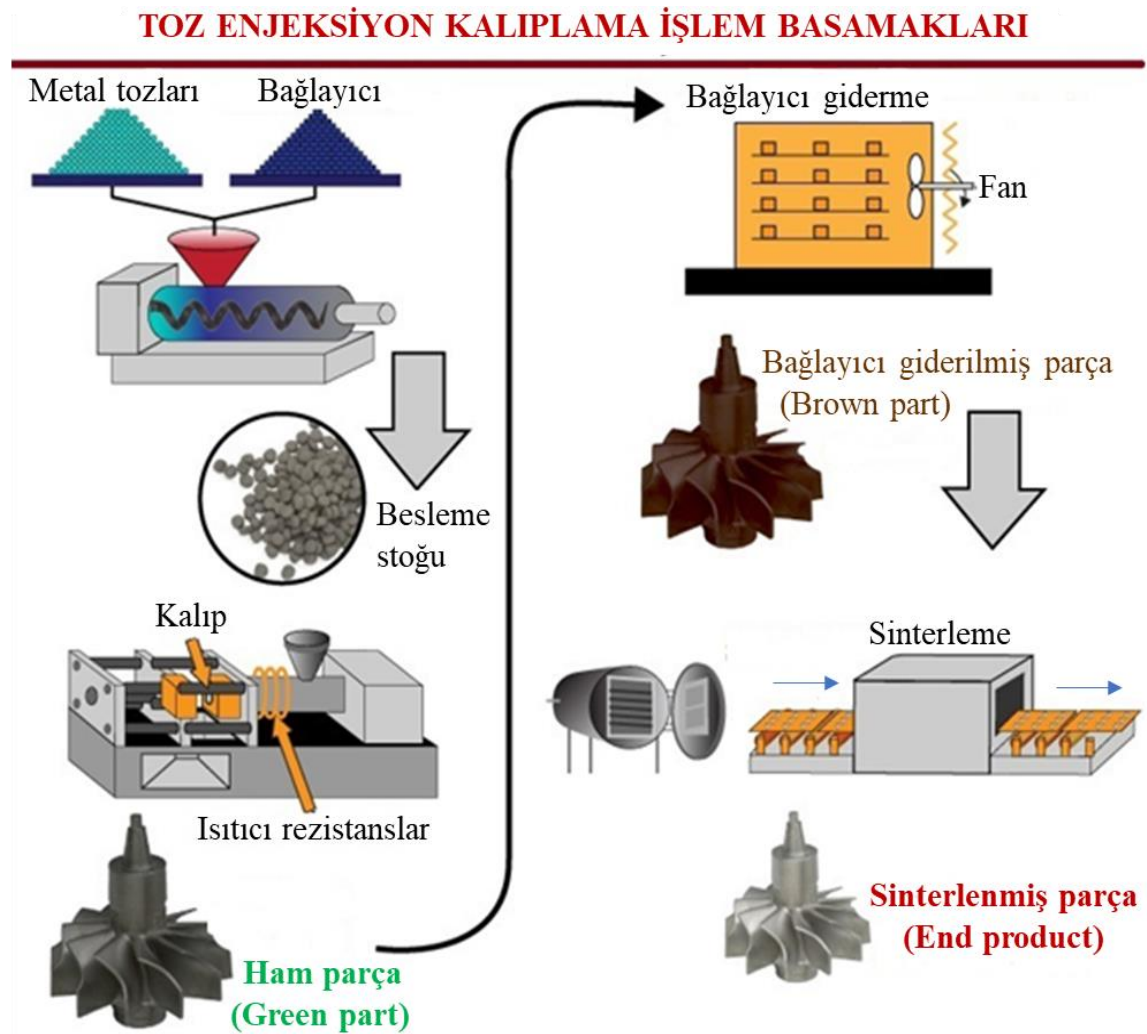
Bununla beraber, Si-Ge ve Mn-Bi gibi bazı gevrek-gevrek sistemlerde alaşımlamanın olduğu da belirlenmiştir. Gevrek tozlar, öğütme sırasında parçalanır ve parçacık boyutları sürekli azalır. Bununla beraber çok küçük boyutlardaki toz parçacıklar sünek bir davranış gösterir ve daha sonra boyut azalması mümkün değildir. Bu öğütülebilme sınırı da denir (Suryanarayana, 2001).



5. TOZ ENJEKSİYON KALIPLAMA YÖNTEMİ

5.1. Genel Bilgiler

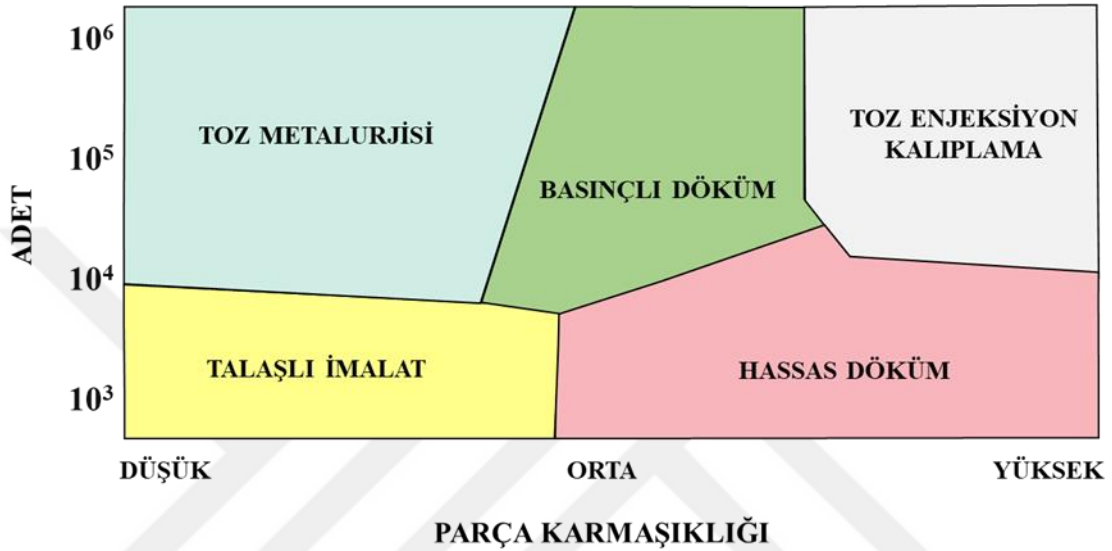
Enjeksiyon kalıplama denildiğinde akla ilk gelen üretim yöntemi plastik enjeksiyon kalıplama yöntemidir. Bu yöntem hızlı ve seri üretime uygun olduğu için metal parçaların üretilmesinde toz metalurjisi ve enjeksiyon kalıplama yöntemi birleştirilerek “ileri toz metalurjisi yöntemi” olan “toz enjeksiyon kalıplama” (TEK) ya da dünyada bilinen adıyla metal powder injection molding (MIM ya da PIM) teknolojisi ortaya çıkarılmıştır (Şekil 5.1).



Şekil 5.1. Toz enjeksiyon kalıplama (TEK) yönteminde işlem basamakları (Internet, 2016)

Toz enjeksiyon kalıplamada kullanılan cihaz plastik enjeksiyon kalıplama da kullanılan cihaz ile aynı prensipte çalışmaktadır. Sinterlenmiş yoğunluğunu arttırmak için TEK yönteminde kullanılan tozların ortalama parçacık boyutunun genelde 20 mikron altında olmasına dikkat edilmektedir. (German, 2005).

TEK yöntemi küçük, karmaşık ve çok sayıda parçaların üretimi için ekonomik bir yöntemdir (Şekil 5.2).



Şekil 5.2. İmalat teknolojilerinin parça karmaşıklığı ve üretim miktarı parametreleri açısından uygulama alanları

Toz enjeksiyon yönteminin avantajları;

- Çok karmaşık şekilli ve çok sayıda parçaların seri üretimi için uygundur.
- Çok küçük parçaların üretilmesi bu yöntemle mümkündür (mikro enjeksiyon kalıplama)
- Toz enjeksiyon kalıplama teknolojisinin aksine klasik presleme işlemiyle şekillendirilen parçalarda yoğunluk gradyanları meydana gelmektedir. Toz-toz ve toz-kalıp duvarı arasındaki sürtünmelerden kaynaklanan yoğunluk gradyanları sinterleme süresince parçanın homojen olmayan bir şekilde büzülmesine yol açar. TEK'te malzeme kalıplanırken sıvı gibi davranması sayesinde yoğunluk gradyanları oluşmaz.
- Bu yöntemle üretilen ürünlerin yüzey kalitesi çok iyi olduğu için ikincil işlemlere gerek kalmaz.

- Metal işleme ve hassas döküm yöntemlerine göre çok daha ucuz üretim imkânı sunmaktadır (10000 ve üzeri parçaların seri üretiminde).
- Geleneksel malzemelerden başka TEK ile süperalaşım, intermetalikler, refrakter metaller ve seramik-fiber takviyeli metal matrisli kompozitler gibi malzemelerden üretim yapılabilmektedir.

Yöntemin sınırlamaları;

Her teknoloji de olduğu gibi TEK yönteminde de sınırlamalar vardır.

- Genellikle toplam parça hacmi 100 cm³'ün altında olmalıdır. Bunun nedeni büyük parçalarda sinterleme sonrası boyutsal kararlılığın korunamamasıdır.
- Yöntemin karmaşıklığı ve parametre sayısının çok olması.
- İnce toz kullanımının ve kimyasal – termal bağlayıcı giderme işleminin sağlık açısından tehlike oluşturması

5.2. İşlem Basamakları

Bu kısımda toz enjeksiyon kalıplama yönteminin şekil 5.1'de verilen işlem basamakları geniş şekilde açıklanmış ve üzerinde dikkat edilmesi gereken konuların altı çizilmiştir.

5.2.1. Toz çeşitleri ve özellikleri

Alaşımız ve düşük alaşımlı çelikler, paslanmaz çelikler, yüksek hız çelikleri, bakır bazlı alaşımlar, nikel ve kobalt esaslı süper alaşımlar, titanyum, manyetik alaşımlar, refrakter malzemeler gibi birçok çeşit metal ve alaşımları, kompozit yapılar TEK teknolojisinde kullanılacak olan öncelikli malzemelerdir.

Toz enjeksiyon kalıplama yönteminde bağlayıcı ile kullanılacak tozlar klasik toz metalürjisine göre daha incedirler. Bu tozların ortalama parçacık boyutu genellikle 20 µm'den küçük olması ve parçacık şeklinin küresel olması istenir (küresel tozların akış özelliği daha iyidir). Metal tozları için 5-10 µm, seramik veya sert metal tozları için ise ortalama 1-2 µm olması daha uygundur.

Çünkü sinterleme hızı parçacık boyutuyla ters orantılı olduğu için parçanın sinterlenmesi ve yoğunlaşması daha kısa sürede gerçekleşmiş olur (Vervoort ve ark., 1996).

5.2.2. Bağlayıcı çeşitleri ve özellikleri

Bağlayıcılar küçük miktarlarda iyi karışabilmeli, metal kalıptan kolay ayrılabilmesi, şekillendirilen parçanın şeklini ve dayanımını koruyabilmeli, parçadan hızlı bir şekilde giderilebilmeli ve parçayı kalıntı karbon veya diğer bozunmuş artıklarla kirlenmemelidir. Diğer bir ifadeyle, kalıplama sonrasında parça bütünlüğüne zarar vermeden ve ürünün son özellikleri üzerine olumsuz bir etkisi olmadan giderilebilmelidir. Bağlayıcı tipi ve toz yükleme oranının en iyi şekilde seçilmesi gerekmektedir (Vervoort ve ark., 1996). Çizelge 5.1’de TEK yönteminde için bağlayıcı tipleri gösterilmiştir.

Çizelge 5.1. Toz enjeksiyon kalıplama için kullanılan bağlayıcı sistemleri (Özgün, 2012b)

Bağlayıcı Türü	Bileşen*	
	Ana (esas)	İkincil
Mum esaslı	<ul style="list-style-type: none"> • Parafin mum • Carnabua (Brezilya) mumu • Mikrokristalin mum • Doğal mum • Sıvı yağlayıcılar 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Polietilen ➤ Polisitren ➤ Polipropilen ➤ Stearik asit ➤ Bütil stearat
Polimer esaslı	<ul style="list-style-type: none"> • Polisitren • Polietilen • Polipropilen • Polioksümetilen 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Stearik asit ➤ Mum ➤ Patentli ilaveler
Termoreaktif reçineler	<ul style="list-style-type: none"> • Epoksi reçineler 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Mum ➤ Stearik asit
Dondurulabilir bağlayıcılar	<ul style="list-style-type: none"> • Su 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Anilin ➤ Agar ➤ Parafin mum
Jelâtinleştirilmiş bağlayıcılar	<ul style="list-style-type: none"> • Su 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Metil selüloz ➤ Agar ➤ Gliserin

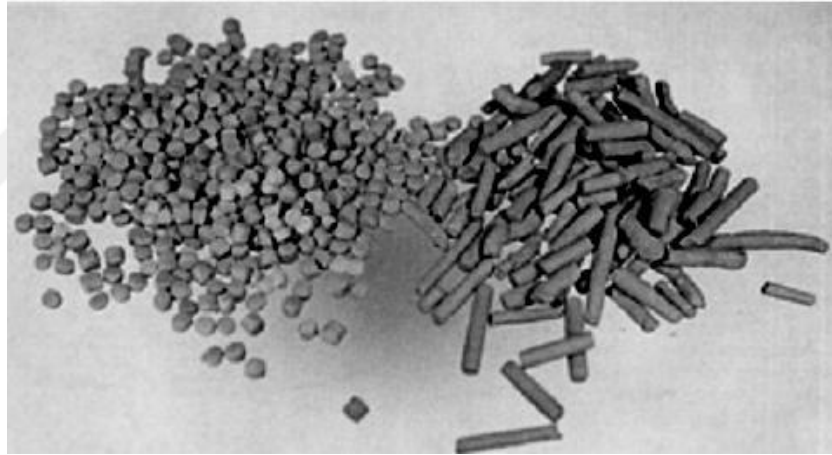
*Ana (esas) bileşen içeriği %50’den fazla, ikincil bileşen içeriği %50’den azdır.

Bağlayıcı içeriğinde mumlar, ıslatılabilirliği ve yağlama özelliğini geliştirirken, polimerler, plastikliği (şekillendirilebilirliği/akıcılığı) ve şekillendirilmiş ham parçanın mekanik dayanımını sağlarlar. Stearik ve oleik asit gibi ilaveler bağlayıcı karışımı ile toz parçacıkları arasındaki ara yüzey reaksiyonunu geliştirirler (Kryachek, 2004).

5.2.3. Besleme stoğu hazırlama

Bu yöntemde son ürün haline getirmek istenilen tozlar bir bağlayıcı yardımı ile karıştırılıp pelet (granül) haline getirilir. Pelet halinde hazırlanmış malzemeye besleme stoğu denilir (Şekil 5.3). Besleme stoğunun toz-bağlayıcı oranı yüksek ise, toz parçacıkları arası boşlukları doldurmak için bağlayıcı yetersiz kalır. Fazla bağlayıcı olursa viskozite düşer, daha düşük basınçlarda kalıplama yapılabilir ama toz miktarının az olmasından dolayı sinterlenmiş son yoğunluk düşük olur ya da parça şeklini koruyamaz. En iyi sonuç diş macunu kıvamında viskoziteye sahip karışımlar ile elde edilir.

Tozun paketlenme özelliklerine bağlı olarak bağlayıcı, karışımın hacminin %40'ını oluşturabilir. Besleme stoğu hazırlanırken ağırlık yerine hacim hesabı yapılır. Çünkü bağlayıcıların yoğunlukları düşük olduğu için ağırlıkça hesaplandığında çok fazla hacim kaplayacak bu durum sinterleme sonrası yoğunluğun düşük olacağı anlamına gelir.



Şekil 5.3. Pelet (Granül) haline getirilmiş toz/bağlayıcı karışımı

Alüminyum gibi düşük yoğunluklu tozlarda bağlayıcı miktarı ağırlıkça %15, yüksek yoğunluklu tozlarda ise %2 ye kadar düşebilir. Bağlayıcı içine yüklenen toz miktarı ise malzemeye, parça boyutu ve gözenek miktarına ve bağlayıcı türüne bağlı olarak besleme stoğunun hacimce %15 ile 60'ını kaplayabilir (Lin, 1997). Son yıllarda yapılan bazı çalışmalarda ise bu oran %70'lere kadar başarı ile çıkartılmıştır (Choi ve ark., 2014).

Besleme stoğunun özelliklerinin belirlenmesi için yapılan reoloji analizi ileride ana başlık altında geniş bir şekilde açıklanmıştır.

5.2.4. Enjeksiyon kalıplama

Bu işlem besleme stoğunun ısıtılması ve spesifik enjektörler vasıtasıyla basınç altında kapalı bir kalıp içerisine doldurulması işlemlerini içerir. Kullanılan kalıplar polimer malzemelerin kalıplanmasında da kullanılan kalıplara benzerdir. (Kryachek, 2004).

Kalıplama sırasında besleme stoğu sıcaklığı bağlayıcı türüne bağlıdır ve genelde 200 °C'nin altındadır ve yine besleme stoğuna bağlı olarak kalıp sıcaklığı 30-140 °C arasında değişir. Kalıp dolun hızı yaklaşık olarak 1,5 cm³/s ila 75 cm³/s'dir.

5.2.5. Bağlayıcı giderme

Bağlayıcı giderme işlemi hem ısı ile yapılabilir hem de parçayı çözücü içine daldırarak yapılabilir. En yaygın ısı ile giderme işlemi budur ve bu işlem açık ortamda ısıtılarak yapılır.

Bağlayıcı giderme işlemi enjeksiyonla kalıplamanın önemli bir aşamasıdır. İşlem esnasında parçada çarpılma veya çatlama olmamalıdır. Bağlayıcı giderme yönteminin; parçanın sürekliliği, büzülmenin homojenliği ve mekanik özellikler üzerinde önemli etkileri vardır (Kryachek, 2004).

5.2.6. Sinterleme

Bir araya gelmiş (genelde presleme ile) temas halindeki toz parçacıklarının ergime noktasının altındaki bir sıcaklığa ısıtılması sonucunda yüzey enerjilerinin azalması ve kimyasal olarak yoğun ve mukavemetli yapı oluşturmaya sinterleme denir. Sinterleme işlemi sağlayan genel itici güç, toz taneciklerinin yüzey enerjisinin azalmasıdır.

Sinterleme sırasındaki aşağıdaki şekilde özellikler değişir,

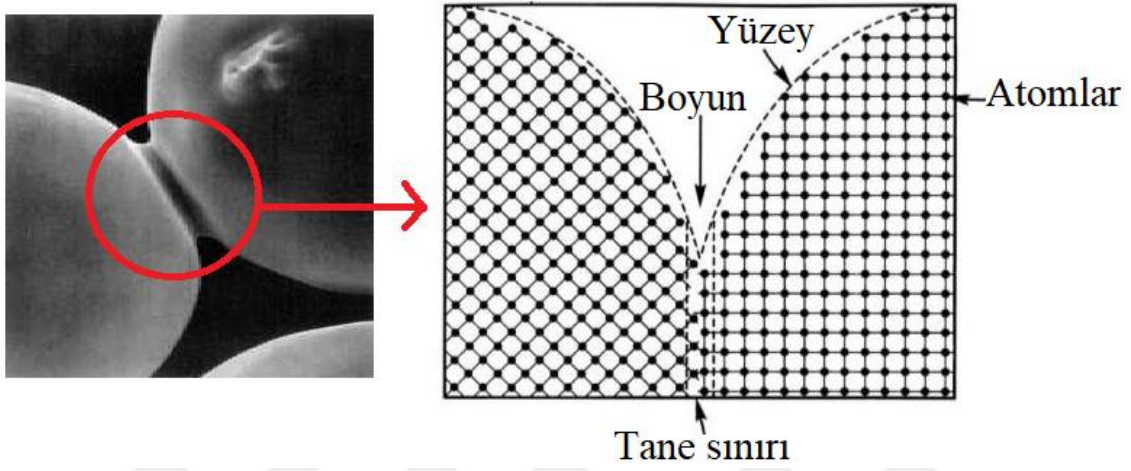
- i. Toz taneciklerinin başlangıçtaki toplam yüzey alanı azalır.
- ii. Şekillendirilmiş parçanın yığın hacmi azalır.
- iii. Mukavemet artar.

Sinterleme boyunca hiç sıvı oluşmuyorsa bu duruma katı-hal sinterleme (solid-state sintering) adı verilir. Sinterleme sırasında kimyasal kompozisyonun ve sıcaklığın ayarlanması ile yapıda bir miktar sıvı oluşturuluyor ise buna sıvı-faz sinterleme (liquid-phase sintering) denir. Sinterleme ile toz parçacıkları arasındaki gözenekler kapanır ve yoğunluk artar. Katı hal sinterlemesi ile tam yoğunluğa hiçbir zaman ulaşılamaz. Sıvı faz

sinterlemesinde ise oluşan sıvı, gözeneklere tamamen sızabildiği için tam yoğunluğa ulaşılabilir. Bunun yanında temas noktası arttıkça sinterleme süresi kısalır. Bu yüzden ince taneli tozların sinterlenmesi daha kısa sürer.

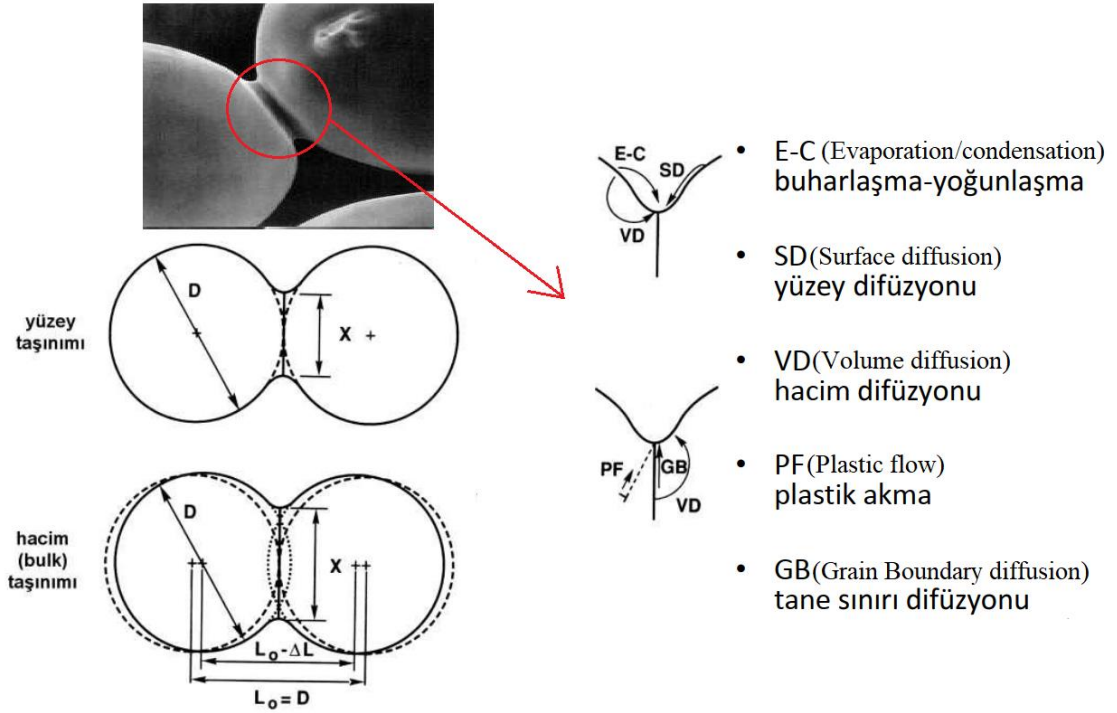
5.2.6.1. Katı hal sinterlemesi

Bu durumda sinterleme, ergime sıcaklıklarının altında katı-hal atom taşınım olaylarıyla gerçekleşir. Mikro-boyutta, toz taneciklerinin temas noktalarında kohezif boyun büyümesi (neck growth) ile bağlanma gerçekleşir (Şekil 5.4).



Şekil 5.4. Toz taneciklerinin temas noktalarında kohezif boyun büyümesi (neck growth) (Fotoğraf: Nikel tozunun sinterlenmesi (Internet, 2017)).

Şekil 5.5'te verilen mekanizmalar ile gerçekleşen kütle taşınımının sonucunda mikroyapı oluşumu ve yoğunlaşma sağlanır.



Şekil 5.5. Toz parçacıkları arasında katı hal sinterlemesi süresince meydana gelen kütle taşınım mekanizmaları

5.2.6.2. Sıvı hal sinterlemesi

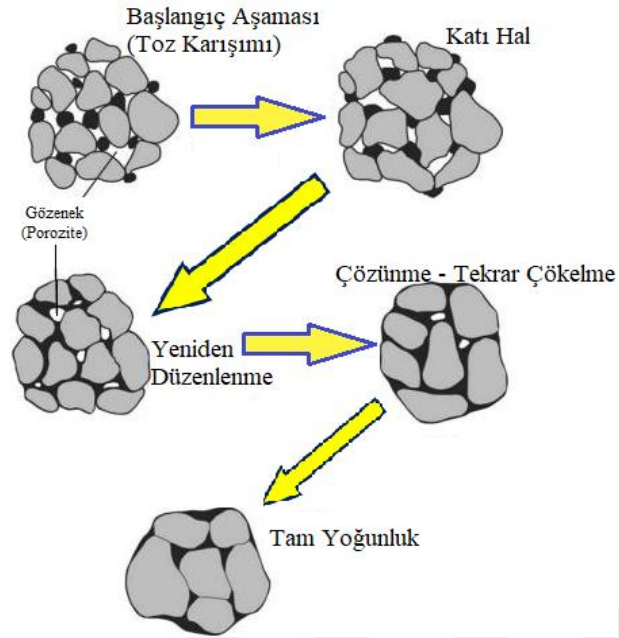
Sinterlenen malzemenin belirli bir kısmının sinterleme sıcaklığında eriyerek sıvı hale geçtiği durumdur. Sıvı fazın oluşturduğu kılcal çekim kuvvetleri sayesinde parçacıklar birbirlerini çekmekte ve herhangi bir basınç olmaksızın hızlı bir yoğunlaşma meydana gelmektedir (Şekil 5.6).

Sıvı faz sinterleme, katı hal sinterlemeye kıyasla iki önemli avantaj sağlar:

- Çok daha hızlı gerçekleşir,
- Üniform ve tam yoğunluk sağlar.

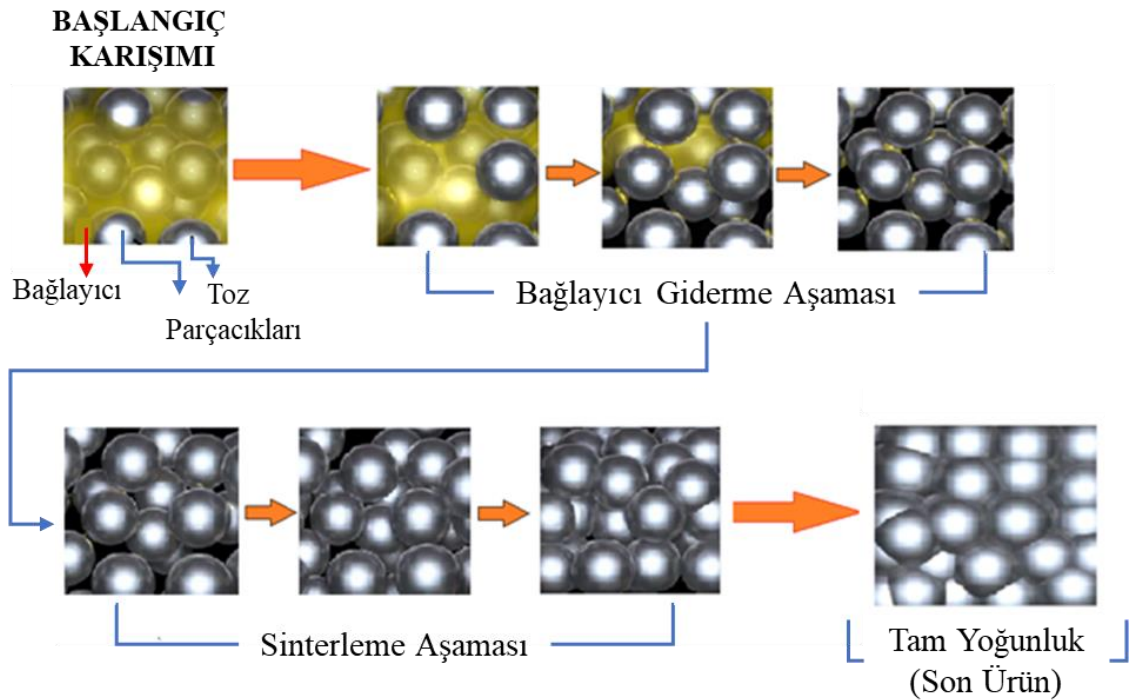
Sıvı-faz sinterlemenin gerçekleşmesi için bazı koşulların sağlanması gerekir:

- Isıtma sonucunda belirli bir miktarda sıvı oluşturacak şekilde başlangıçtaki katıların kompozisyonu ayarlanmalıdır.
- Oluşan sıvı, geriye kalan katı fazları belirli bir miktarda çözebilmelidir.
- Oluşan sıvı, katı taneleri tamamıyla ıslatabilmelidir.



Şekil 5.6. Sıvı faz sinterlemesi ve mekanizması

Toz enjeksiyon kalıplama yönteminde sinterleme basamakları ise şekil 5.7’de verilmiştir. Bu yöntemde de gerçekleşen mekanizma yukarıda bahsedilen katı ya da sıvı faz sinterlemesi ile gerçekleşmektedir fakat sinterleme öncesinde ek olarak bağlayıcı giderme işlemine ihtiyaç duymaktadır.



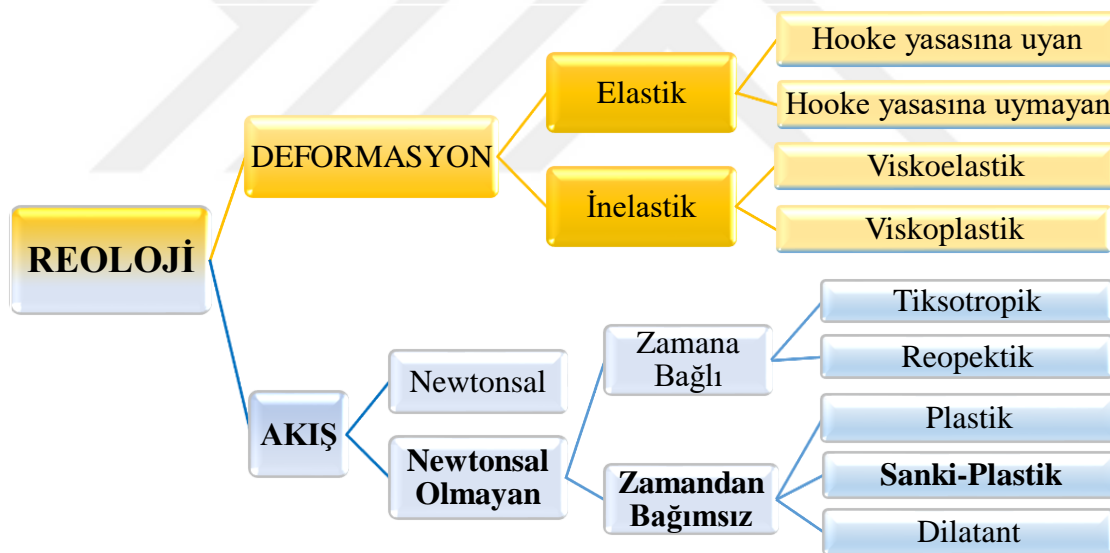
Şekil 5.7. Toz enjeksiyon kalıplama yönteminde sinterleme basamakları

6. REOLOJİ

TEK yönteminde toz-bağlayıcı karışımından oluşan besleme stoğunun kalıba eksiksiz olarak dolabilmesi için reolojik davranışlarının belirlenmesi gerekmektedir. Bu aşamada meydana gelebilecek hatalı karışımlar elde edilecek son ürünün özelliklerine direkt etki etmektedir. Bu nedenle reoloji kavramı ve reolojide geçen terimlerin çok iyi bilinmesi gerekmektedir.

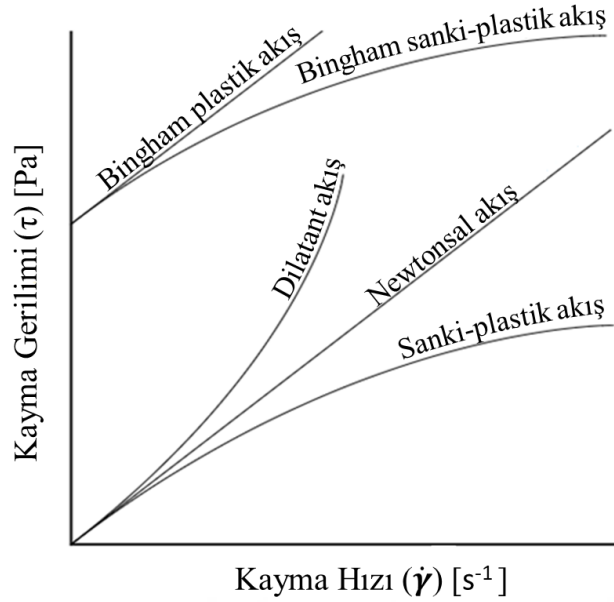
Sıvıların akış, katıların deformasyon özelliklerini tanımlayan reoloji, rheos (akış) ve logos (bilim) kelimelerinden oluşmaktadır. Bu terim ilk defa Prof. Dr. Eugene Cook Bingham tarafından kullanılmıştır. Reoloji bilimi, sıvı malzemelerin akış, katı malzemelerin ise deformasyon özelliklerini tanımlamaktadır.

Gazlar ve sıvılar kuvvet uygulandığı zaman akar, katılar ise deforme olurlar. Malzemelerin deformasyon ve akış davranışı; moleküler yapı, bileşim, zaman ve sıcaklık gibi faktörler bağlı olarak değişkenlik göstermektedir. (Çelebi, 2009; Bilketaş, 2017)



Şekil 6.1. Katı malzemeler için deformasyon ve sıvı malzemeler için akış modelleri (Candoğan, 2019)

Newton yasasına göre akışkanın viskozitesi kayma hızının artması ile artar fakat TEK yönteminde kullanılan besleme stoğu (toz + polimer esaslı bağlayıcı karışımı) kalıp içine akarken bunun tam tersi bir akış göstermektedir yani kayma hızı arttıkça viskozite azalır. Bu tip akış davranışına sanki-plastik akış (pseudoplastic flow) denir.



Şekil 6.2. Newtonsal ve newtonsals olmayan akış modelleri

Toz enjeksiyon kalıplama yönteminde reolojik davranışları inceleyen birçok araştırmacının da belirttiği gibi genelde polimer esaslı bağlayıcı kullanıldığından dolayı kullanılan besleme stokları sanki-plastik akış davranışı sergilemektedir (Chan ve Lin, 1995; Khakbiz ve ark., 2005; Guo ve ark., 2009). Bu nedenle bundan sonraki açıklamalar tez ile ilgili olan “newtonsals olmayan ve zamandan bağımsız akışlar” için verilecektir.

Newtonsals olmayan akış tipleri, temel reoloji terimleri ve akışı modellemek için kullanılan yaklaşımlar aşağıda verilmiştir.

6.5.1. Newtonsal olmayan akış tipleri

6.5.1.1. Plastik akış

Yukarıda bahsedilen bilim adamının ismine ithafen Bingham akış olarak da adlandırılmaktadır. Plastik akış eğrisi orijinden geçmez. Bu tip sıvılar hemen akmaz kayma gerilimi belli bir eşik değerine (yield stress value) ulaşınca akış görülmektedir. Örneğin: normal şartlarda akmayan diş macunu belli bir kayma gerilimi altında akışkanlık kazanır. Mayonez ve tüp çikolatalar da bu duruma örnek olarak gösterilebilir. (Çelebi, 2009; Candoğan, 2019).

6.5.1.2. Sanki-plastik akış

Kayma geriliminin artması ile viskozitesi azalan akışkanlarda görülen akış tipidir. Viskozite, kayma hızı ile ters orantılıdır. Eşik değeri yoktur, viskozitesi tek bir nokta ile ifade edilememektedir. Boyalar, doğal ve sentetik zamlar, polimerleri içeren yarı katı sistemler(Çelebi, 2009).

6.5.1.3. Dilatant akış

Kayma hızı ile viskozite doğru orantılıdır. Sanki-plastik akışa zıt davranış göstermektedir. Bu akışkanlara en iyi örnek olarak Ublek (Mısır nişastası ve su ile hazırlanan akışkan hamur) verilebilir. Ublek hamuruna gerilim uygulanmadığı zaman akışkan, gerilim uygulandığı zaman ise katı gibi davranmaktadır. Bu hamura bir çekiç ile vurulursa etrafa dağılıp sıçramak yerine bir arada kalmaktadır fakat üzerine kuvvet etmediği zaman sıvı gibi davranmaktadır.(Çelebi, 2009; Candoğan, 2019)

6.5.2. Temel reoloji terimleri

6.5.2.1. Viskozite

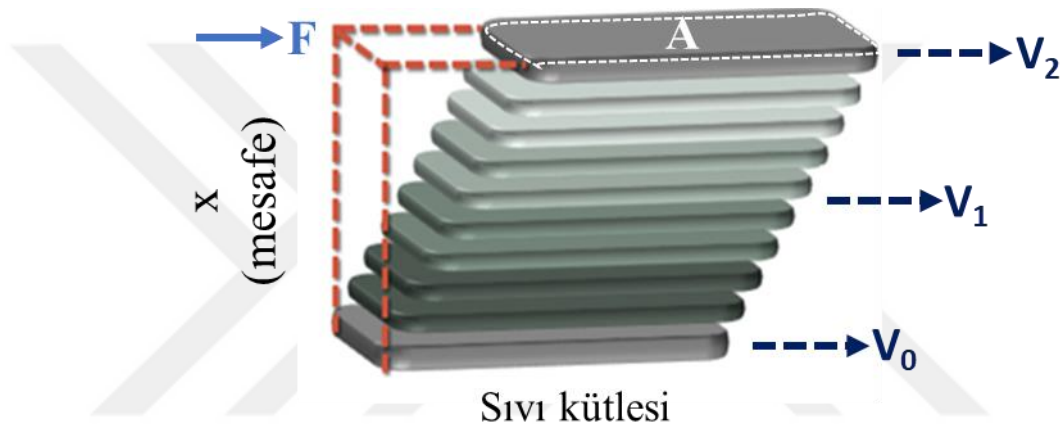
Viskozite, sıvı tabakalarının birbirleri arasında akmaya karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanır. “ η ” ile gösterilir ve birimi Pa.s’dır. Viskozite arttıkça akışa karşı olan direnç de artmaktadır. Viskozite terimi kısaca şu şekilde açıklanabilir: Paralel molekül tabakalarından oluşmuş, yüzeyi 1 cm^2 ve yüksekliği 1 cm olan “blok” (bir deste kart gibi) bir sıvı düşünölsün (Şekil 6.3). Tabakaların en alt yüzeyinin sabit olduğunu kabul edilsin. En üstteki sıvı tabakası sabit bir hızla (1 cm/sn) hareket ettirildiğinde, diğer bütün tabakalar, en alttaki sabit tabakaya uzaklıkları ile orantılı bir hızla hareket edecektir. Her tabakanın farklı ivmesi olacaktır. Sıvının iç sürtünmesine bağlı olarak da kuvvetin uygulandığı tabakaya yakın olan tabakalar hızlı, uzak olanlar yavaş hareket edeceklerdir.

Sıvı bloğunun sabit olan alt tabakasının yerinde durabilmesi için uygulanan F kuvvetine ters yönde ve eşit değerde bir kuvvete ihtiyaç duyulacaktır. F kuvveti bir gerilim meydana getirecektir. Kuvvetin uygulandığı sıvı yüzeyinin alanı A ve hareketi başlatmak için gereken kuvvet de F ise, birim alana düşen kuvvet F/A olacaktır. Buna kayma gerilimi (shear stress, τ) denir. Bu gerilme düzlemlerin yer değiştirmesine de neden olur. Bu yer değiştirmede, düzlemler arasındaki akışa dik yöndeki uzaklığa “x”, düzlemlerin kayma hızına “v” diyecek olursak; dv/dx (shear rate, $\dot{\gamma}$) kayma hızı oranı

veya kayma deformasyonunun deęişme hızıdır. Tek tek tabakaların birbirine göre hareketini frenleyen kuvvete sıvıların iç sürtünmesi veya dinamik viskozitesi (mutlak viskozite) denir. Dinamik viskozitenin aynı sıcaklıktaki yoğunluęuna bölünmesi ile elde edilen viskozite deęerine kinematik viskozite denir fakat newtonsal akış göstermeyen sıvılar için daha çok tercih edilen viskozite deęeri dinamik viskozitedir (Çelebi, 2009).

Dinamik viskozite = kayma gerilimi / kayma hızı hesabı ile bulunur.

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (6.1)$$



Şekil 6.3. Birbirine paralel molekül tabakalarından oluşmuş bir sıvı kütlesi ve farklı tabakalardaki hız gradyanı ($V_2 > V_1 > V_0$)

6.5.2.2. Kayma gerilimi

Kayma gerilimi (shear stress , τ) akışkana belirli bir yönde uygulanan kuvvetin birim alana oranı olarak tanımlanır. Kayma geriliminin genel formülü aşağıda verilmiştir;

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (6.2)$$

Denklemden F uygulanan kuvvet (N), A ise kuvvetin uygulandığı kesit alanıdır (m^2). Kayma geriliminin birimi Pascal ($Pa=N/m^2$) dır.

6.5.2.3. Kayma hızı

Kayma geriliminin akışkan üzerinde neden olduğu deformasyonun bir ölçüsüdür. Kayma hızı (shear rate, $\dot{\gamma}$) şekil 6.3'te gösterildiği gibi; belirli bir düzlemde hareket eden bir akışkana +x yönünde bir kuvvet uygulandığında akışkana ait hız dağılımı hareketli plakaya doğru artar (V_{\max}). Kayma geriliminin birimi s^{-1} (1/s) dir.

6.5.2.4. Akış davranış indeksi

Enjeksiyon kalıplama koşulları altında besleme stoklarının davranışlarını incelemek için, akış davranış indeksinin (flow behavior index) (n) hesaplanması gerekmektedir. Akış davranış indeksi değeri kayma gerilimi ve kayma hızının logaritmik olarak çizildiği grafiğin doğrusal aralıktaki eğiminden hesaplanır (Yang ve ark., 2003; Sotomayor ve ark., 2010; Torralba ve ark., 2013; Gökmen ve Türker, 2014). Akış davranış indeksinin değeri aşağıda gösterildiği gibi akışın karakteristiğini belirlemek için kullanılır.

$n < 1$ için sanki-plastik akış

$n = 1$ için newtonsal akış

$n > 1$ için dilatant akış

6.5.3. Newtonsal olmayan akışlarda kuvvet yasası yaklaşımı

Zamandan bağımsız sanki-plastik ve dilatant akışkanlar newtonsal akış göstermediği için genel olarak kuvvet yasası ile ifade edilirler (Power-law ya da Ostwald-de Waele bağıntısı adıyla da bilinir).

$$\tau = K \dot{\gamma}^n \quad (6.3)$$

Buradan viskozite değeri;

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{K \dot{\gamma}^n}{\dot{\gamma}} = K \dot{\gamma}^{(n-1)} \quad (6.4)$$

Denklem 2.3'te; τ : kayma gerilimi, $\dot{\gamma}$: kayma hızı K : sabit (kıvam indeksi) ve n : akış davranış indeksi olarak verilmiştir. n değeri, kayma hızına (oranı) karşılık viskozite hassasiyetinin derecesini gösterir. Düşük n değeri için kayma hızı yüksektir.

6.5.4. Cihaz tipleri

Bağlayıcı içerisindeki kritik toz yükleme oranının ve besleme stoğunun akış özelliklerinin belirlenebilmesi için reolojik analiz yapılması gerekmektedir. Reolojik analiz, rotasyonel (tork) (Şekil 6.4a) ve kılcal (kapiler) reometre (Şekil 6.4b) ile yapılabilir.



Şekil 6.4. Reolojik analiz için kullanılan genel cihaz tipleri a) Rotasyonel reometre b) Kılcal reometre

7. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Kaynak araştırması bölümü alışlagelmişten farklı olarak tezde kullanılan üretim yöntemleri ve kullanılan matris tozunun çeşidi (metal olması) esas alınarak üç farklı başlık altında incelenmiştir.

İlk olarak kompozit tozu üretiminin temelini oluşturan mekanik alaşımlama yönteminde, farklı araştırmacılar tarafından kullanılan parametreler tablo halinde belirtilmiştir. Sonrasında tozların kalıba ideal şekilde basılabilmesi için kullanılan toz enjeksiyon kalıplama yönteminde, besleme stoğu hazırlama aşaması ve reolojik davranışlar (ideal ve kritik toz yükleme oranı) tablo halinde verilmiştir. Bölüm sonunda ise kaynak incelemeleri sonrasında elde edilen sonuçlar özetlenmiştir.

7.1. Mekanik Alaşımlama Parametreleri

Bu kısımda mekanik alaşımlama parametrelerinin metal esaslı toz üretilirken hangi araştırmacılar tarafından ne şekilde kullanıldığı incelenmiştir. Araştırmacının yaptığı çalışmada normalde belirtilmesi gereken fakat cevap alınamayan durumlarda ilgili alana (*) işareti konulmuştur.

Çizelge 7.1. Metal esaslı toz üretimi için mekanik alaşımlama parametreleri

KAYNAK	SİSTEM		Öğütme Hızı (dev/dk)	Öğütme Süresi (sa) (min – max)	Öğütücü Tipi	Hazne - Bilye Malzemesi	B:T Oranı	İşlem Kontrol Katkısı (g)
	Matris	Takviye / Alaşım Elementi						
1- (Song ve ark., 2010)	Fe (2 μ)	Al (10 μ)	305	3-12	Gezegen	Paslanmaz Çelik	10:1	0.5, 1 ve 2 (Stearik asit)
2- (Al-Mangour ve ark., 2017)	Fe (44 μ)	(Ti , C) (10 ,7 μ)	82	35	Gezegen	Paslanmaz Çelik	9:1	*
3- (Keller ve ark., 2016)	Fe (3 μ)	-	500	2-12	Gezegen	WC - Paslanmaz Çelik	10:1	2 ve 16 (Etanol)
4- (Al-Joubori ve Suryanarayana, 2017)	Fe (10 μ)	(Ni , Cr) (5 , 74 μ)	*	5-45	Spex	Paslanmaz Çelik	10:1	2 (Stearik asit)
5- (Tan ve ark., 2016)	Fe (30 μ)	(W) (25 μ)	200	5-10	Gezegen	*	3:1	*

KAYNAK	SİSTEM		Öğütme Hızı (dev/dk)	Öğütme Süresi (sa) (min – max)	Öğütücü Tipi	Hazne - Bilye Malzemesi	B:T Oranı	İşlem Kontrol Katkısı (g)
	Matris	Takviye / Alaşım Elementi						
6- (Kotan, 2015)	Fe (30µ)	(Y) (25µ)	*	8	*	Paslanmaz Çelik	10:1	*
7- (Szymanska ve ark., 2004)	Fe (52µ)	-	*	100	Gezegen	Sertleştirilmiş Çelik	10:1	*
8- (Agarwal ve Mohanty, 2014)	Fe (3µ)	-	300	0-10	Gezegen	*	6:1	(Toluen)
9- (Wolski ve ark., 1996)	Fe (10µ)	Al (12µ)	200	5dk - 12	Gezegen	Sertleştirilmiş Çelik	50:1	Kullanılmadı
10- (Varol ve ark., 2017)	Al (28-162µ)	SiC (40 nm)	300	0.5-5	Gezegen	WC	10:1	1 (Metanol)
11- (Raza ve ark., 2015)	Ti (19µ)	HA (5µ)	*	3	*	*	9:1	*
12- (Abenojar ve ark., 2007)	Al (*)	B ₄ C (*)	600	12	Gezegen	Paslanmaz Çelik	10:1	1 (Çinko Stearat)
13- (Niu ve Northwood, 2002)	Mg ₂ Ni (44µ)	*	*	0.5-80	Spex	WC – Paslanmaz Çelik	5:1	*
14- (Sankar ve Singh, 1998)	Al (34µ)	SiC (14µ)	360	0.5-12	Gezegen Atritör	Paslanmaz Çelik - Alümina	10:1	2 (Stearik asit)
15- (Patcharawit ve ark., 2014)	Al (87µ)	SiC (21µ)	800	2-12	Atritör	*	*	*
16- (Rajabi ve ark., 2014)	Bimodal Fe (8µ-400nm)	-	100	3	Gezegen	*	4:1	* (Etanol)
17- (de Castro ve ark., 2003)	Fe (45µ)	Y ₂ O ₃ (30nm)	200-800	0-40	Atritör	Paslanmaz Çelik	13:1	* (Toluen)
18- (AlMangour ve ark., 2016)	Fe (45µ)	TiC (1µ)	200	8	Gezegen	Paslanmaz Çelik	5:1	*
19- (Krztoń ve ark., 2007)	Fe (*)	-	*	12	Gezegen	Paslanmaz Çelik	17:1	*
20- (Singh ve Singla, 2012)	Al (74µ)	SiC (74µ)	100	6	Atritör	Paslanmaz Çelik	10:1	*

KAYNAK	SİSTEM		Öğütme Hızı (dev/dk)	Öğütme Süresi (sa) (min – max)	Öğütücü Tipi	Hazne - Bilye Malzemesi	B:T Oranı	İşlem Kontrol Katkısı (g)
	Matris	Takviye / Alaşım Elementi						
21- (Topcu ve ark., 2009)	Al (10 μ)	B ₄ C (10 μ)	400	8	Atritör	Paslanmaz Çelik	6:1	1 (Acrowax)
22- (Nie ve ark., 2008)	Al (27 μ)	B ₄ C (7 μ)	420	5	Gezegen	Paslanmaz Çelik	20:1	2 (Stearik asit)

7.2. Toz Enjeksiyon Kalıplama Parametreleri

Toz enjeksiyon kalıplama yapılırken tozların bir bağlayıcı ile karıştırılması gerekmektedir. Çünkü tozların kalıp içerisine yoğunluk gradyanı oluşturmadan kalıplanabilmesi için sanki bir dış macunu kıvamı alması gerekmektedir. Bağlayıcı miktarının düşük olduğu durumda kalıp içerisine tam dolum gerçekleşmemektedir. Yüksek olduğu durumda ise sinterleme sırasında parça şeklini koruyamamaktadır. Bu yüzden araştırmacılar çizelge 7.2 de gösterildiği üzere besleme stoğu için kritik toz yükleme oranını belirledikten sonra ideal oranı belirlemeye çalışmışlardır. İdeal toz yükleme oranı seçilirken genelde kritik toz yükleme oranı değeri %1 ila %5 azaltılarak bulunur.

Çizelge 7.2. Metal esaslı tozlar için besleme stoğu bileşenleri ve toz yükleme oranları

KAYNAK	SİSTEM (d_{50})	BAĞLAYICI BİLEŞENİ (hac %)								TOZ YÜKLEME ORANI (hac. %)		
		POLİMERLER					MUMLAR		ASİTLER		İdeal	Kritik
		PP	PE	YYPE DYPE	PEG	Diğer	PM	BM	SA	Diğer		
1- (Gulsoy ve ark., 2015)	Fe-(Zr,Nb,Ti) (12 μ -26,25,30 μ)	✓					✓	✓	✓		✓	
		10					69	20	1		62	
2- (Gal ve ark., 2019b)	Si ₃ N ₄ - (Y ₂ O ₃ , Al ₂ O ₃) (1 μ -2 μ ,1 μ)	✓	✓				✓		✓		✓	✓
		25	15				55		5		48	50
3- (Raza ve ark., 2016)	Fe (5 μ)	✓					✓		✓		✓	✓
		20					75		5		65	69

		BAĞLAYICI BİLEŞENİ (hac %)									TOZ YÜKLEME ORANI (hac %)	
KAYNAK	SİSTEM (d_{50})	POLİMERLER					MUMLAR		ASİTLER		İdeal	Kritik
		PP	PE	YYPE DYPE	PEG	Diğer	PM	BM	SA	Diğer		
4- (Raza ve ark., 2012)	Fe (4 μ)	✓					✓		✓		✓	
		25					70		5		65	
5- (Loh ve ark., 2001)	Fe-TiC (3 μ -7 μ)	<i>Patentli bağlayıcı</i>					<i>(Doğal ve Sentetik mum ,yağ asidi ve ester)</i>				✓	✓
											53	56
6- (Song ve ark., 2010)	Fe-Al (2 μ -10 μ)	✓	✓				✓		✓			
		*	*				*		*			
7- (Kong ve ark., 2012)	Fe (4 μ)	✓		✓			✓	✓	✓		✓	✓
		40		40			60	55	5		66	70
8- (Quinard ve ark., 2011)	Fe (3 μ)	✓								✓	✓	✓
		94								6	60	66
9- (Choi ve ark., 2014)	Bimodal Fe (4 μ ve 100nm)						✓		✓		✓	✓
							75		25		66	72
10- (Raza ve ark., 2015)	Ti-HA (19 μ -5 μ)				✓	✓			✓		✓	
					70	25			5		60	
11- (Sotomayor ve ark., 2010)	Fe (8 μ -26 μ)			✓			✓				✓	✓
				50			50				65	76
12- (Li ve ark., 2017)	W (3 μ)	✓		✓			✓		✓		✓	
		*		*			*		*		65	
13- (Hamidi ve ark., 2017)	Fe (11 μ)	✓					✓		✓		✓	
		25					70		5		62	

		BAĞLAYICI BİLEŞENİ (hac %)								TOZ YÜKLEME ORANI (hac %)		
KAYNAK	SİSTEM (d_{50})	POLİMERLER				MUMLAR		ASİTLER		İdeal	Kritik	
		PP	PE	YYPE DYPE	PEG	Diğer	PM	BM	SA			Diğer
14- (Rajabi ve ark., 2014)	Bimodal Fe (8 μ ve 400nm)				✓	✓			✓		*	✓
					73	25			2		*	67-78
15- (Gal ve ark., 2019a)	Fe-ZrO ₂ (9 μ -1 μ)	✓	✓				✓		✓		✓	
		25	15				57		3		47	
16- (Arifin ve ark., 2014)	Ti6Al4V-HA (25 μ -5 μ)		✓							✓	✓	✓
			60						40		69.5	74
17- (Heaney ve ark., 2004)	Fe (16 μ -22 μ)	✓					✓				✓	
		50					50				65	
18- (Ramli ve ark., 2012)	Fe-HA (5 μ -5 μ)		✓							✓	✓	
			60						40		58	
19- (Khakbiz ve ark., 2005)	Fe-TiC (13-4 μ)					✓	✓	✓	✓		✓	✓
					30	53	15	2		55	60	
20- (Gökmen, 2014)	Inconel 625 (13 μ)	✓			✓		✓	✓	✓		✓	✓
		30			25		33	11	1		63	67
21- (Özgtin, 2012a)	Inconel 625 ve 718 (11 μ)	✓					✓	✓	✓		✓	
		20					69	10	1		60	
22- (Urtekin, 2008)	Steatite (4 μ)	✓	✓		✓				✓		✓	✓
		30	30		65 65				5 5		55-58	62
23- (Supriadi ve ark., 2007)	Fe (*)	✓				✓	✓	✓	✓	✓	*	*
		5				25	25	20	5	20	*	*
24- (Thavanayagam ve ark., 2015)	Ti (70 μ)				✓	✓			✓		✓	
					80 75	15 20			5 5		60	

Not: Bir çalışma içerisinde birden fazla bağlayıcı çeşidi kullanmış ise aynı satır içerisindeki farklı renk ile gösterilmiştir

7.3. Çalışma Özetleri

Bu bölümdeki bahsi geçen çalışmaların sonuçları kullanılan üretim yöntemi esas alınarak sıralanmıştır.

- **Sadece mekanik alaşımlama yöntemi kullanılan çalışmalar**

(*Üretim yöntemi: MA*) Al-Mangour ve ark yaptıkları çalışmanın giriş bölümünde, 316L alaşımının düşük mukavemeti ve düşük aşınma direnci nedeniyle yüksek sıcaklıklarda ve olumsuz çevre koşullarında uygulanabilirliğinin sınırlı olduğunu belirtmişlerdir. Sert ve ince seramik parçacıkların 316L matrisi içerisine homojen bir şekilde takviye edilmesi ile bu problemin ortadan kaldırılabileceğini belirtmiştir. Bu veriler ışığında seçici lazer ergitme yöntemi ile yerinde (in-situ) 316L/TiC kompoziti üretmişlerdir. Çalışmanın sonuç kısmında belirtildiği gibi 100 J/mm^3 hacimsel enerji yoğunluğu ile üretilmiş numunelerde en düşük aşınma oranı elde edilmiştir (Al-Mangour ve ark., 2017)

(*Üretim yöntemi: MA*) Al-Joubori ve Suryanarayana östenitik paslanmaz çelik tozlarını mekanik alaşımlama yöntemi ile üretmişlerdir. Başlangıç tozlarında bulunan HMK (α) demir fazının artan öğütme süresi sonrasında YMK (γ) fazına dönüştüğünü tespit etmişlerdir. Ayrıca 5 saatlik öğütme sonrasında nikel ve krom piklerinin tamamen kaybolduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca, demir pik pozisyonlarının, demirin (Cr, Ni) yeni bir katı çözeltili fazının oluşumunu gösteren düşük açılı tarafa doğru kaydığı (peak shift) belirtilmiştir (Al-Joubori ve Suryanarayana, 2017)

(*Üretim yöntemi: MA*) Agarwal ve Mohanty yaptıkları çalışmada artan öğütme süresi sonrasında demir içerisinde nikel ve krom elementlerinin kalıntı gerilmeye neden olan ve kristalit boyutunu düşüren katı çözeltili oluşturduğunu tespit etmişlerdir. 30 saatlik öğütme sonrasında krom ve nikelin tamamen çözüldüğünü belirtmişlerdir. 40 saatlik öğütme sonrası ortalama parçacık boyutu 64 mikrondan 5 mikrona düşmüştür (Agarwal ve Mohanty, 2014).

(*Üretim yöntemi: MA*) Abenojar ve ark. MA yöntemini kullanarak ürettikleri Al-B₄C kompozit tozunda aşağıdaki tespitleri yapmışlardır (Abenojar ve ark., 2007).

- Mekanik alaşımlamanın ilk safhalarında bile gevrek faz kırılmış ve sünek faz pulsu yapı haline gelmiştir.
- 8 saatten sonra görünür yoğunluk sabit kalmış ayrıca daha fazla alaşımlama meydana gelmemiştir.
- Sinterleme sonrası katı hal reaksiyonu meydana gelmemiştir.
- B₄C parçacıkları matris içerisine homojen olarak dağıtılmıştır.

- **Sadece toz enjeksiyon kalıplama (TEK) yöntemi kullanılan çalışmalar**

(*Üretim yöntemi: TEK*) Ye ve ark. yayınladıkları derleme makalesinde balmumu bazlı bağlayıcıların birçok çalışmada ana bağlayıcı maddesi olarak kullanıldığını belirtmişlerdir. Çünkü bu mumlar, düşük erime sıcaklığı, iyi bir ıslatma, kısa molekül zincir uzunluğu, düşük viskozite ve ısıl işlem sırasında hacimsel olarak çok az değişiklik göstermektedirler. (Ye ve ark., 2008)

(*Üretim yöntemi: TEK*) Choi ve ark. 316L tozlarının enjeksiyon kalıplanmasında reolojik davranışları ve sinterlenme mekanizmasını incelemişlerdir. Matrisin kendi içerisinde kombinasyonunu %75 mikro + %25 nano olarak belirlemişlerdir. Yapılan analizlerde bu durumun besleme stoğunda yüksek kritik toz yükleme oranı (%71) sağladığı görülmüştür. Ayrıca nano toz kullanımının hem sinterlenebilme kabiliyetini arttırdığı hem de tane sınırlarını arttırdığı için olumsuz tane büyümesi engelleyerek ince taneli yapı oluşturduğu belirtilmiştir (Choi ve ark., 2014).

(*Üretim yöntemi: TEK*) Raza ve ark. 316L çeliğin üretiminde toz yükleme oranının ve sinterleme sonrası soğutma hızının mekanik ve korozyon özelliklerine etkisini incelemişlerdir. Sinterleme sonrası soğutma hızının yüksek olması yüzeyde krom oksit tabakasının daha fazla oluşumuna öncülük ettiğini ve korozyon dayanımını arttırdığını belirtmişlerdir. Yine soğutma hızı yüksek olduğunda, 1325 °C de sinterlenen numunelerin çekme mukavemetinin arttığını belirlemişlerdir (Raza ve ark., 2016).

(*Üretim yöntemi: TEK*) Loh ve ark. 316L çeliğine TiC ilavesi yaparak TEK yöntemi ile numune üretmişlerdir. Çalışmanın sonuç kısmında belirttikleri gibi, Sinterleme sıcaklığı ve ısıtma hızı arttığında mikro sertlik ve yoğunluğun arttığı gözlemlenmiştir. %3 TiC takviyeli kompozit için en iyi toz yükleme oranı %53 olarak bulunmuştur. 10°C/dk ısıtma hızı ve 1350°C de 1 saat sinterleme ile %97.81 teorik yoğunluk değerine ulaşılmıştır (Loh ve ark., 2001).

(*Üretim yöntemi: TEK*) Khakbiz ve ark TiC ve 316L tozlarını döner bir hazne ile 20 dk harmanlamışlardır. Karıştırılmış olan tozları TEK yöntemi ile ham parça haline getirmişlerdir. TiC katılması akış davranış indeksini ve akış aktivasyon enerjisini düşürmüştür. Buna karşın partikül takviyeli kompozit tozlardan oluşan besleme stoğunun takviyesiz matris tozlarına göre daha iyi kalıplanabilirliğe sahip olduğu belirtilmiştir.

- **İki yöntemin birleştirilerek kullanıldığı çalışmalar (MA+TEK)**

(*Üretim yöntemi: MA+TEK*) Song ve ark. yaptıkları çalışmada demir ve alüminyum tozlarını ağ %0.5 , 1 ve 2 oranlarında stearik asit kullanarak mekanik alaşımlama işlemine tabi tutmuşlar ve elde edilen tozların TEK yöntemine uygulanabilirliğini incelemişlerdir. Yapılan XRD analizinde öğütme süresi arttıkça bazı alüminyum piklerinin belirgin bir şekilde yoğunluğunun düştüğü görülmüştür. Bu durum alüminyumun aşamalı olarak demirin içerisine çözündüğü göstermektedir. Ayrıca stearik asit miktarının etkisi aşağıda verilmiştir

- **ağ% 0.5 stearik asit kullanımı** : Küresele yakın ve bağlayıcı giderme verimliliği yüksek tozların üretilebilmesine imkan tanımıştır. Tozlar düşük spesifik yüzey alanına, pürüzsüz yüzeye ve pekleşmiş bir yapıya sahip olmuş fakat tozlarda aşırı soğuk kaynaklanma meydana geldiği için toz boyutu artmıştır. Bundan dolayı TEK için literatürde istenen değerin (< 20 mikron) dışında kalmıştır.
- **ağ% 1 stearik asit kullanımı** : Hem tozların şekli küresele yakın ve toz boyutu düşük hem de bağlayıcı giderme verimliliği yüksek sayılabilecek seviyede çıkmıştır. TEK için en avantajlı karakteristiğe sahip toz bu oranda elde edilmiştir.
- **ağ% 2 stearik asit kullanımı** : Çok fazla çatlak ve boşluklar bulunan ince katmanlı pulsu yapıya sahip tozlar elde edilmiştir. Toz boyutu 11 mikron olmasına rağmen parçacık şeklinden dolayı bağlayıcı giderme verimliliği çok düşük çıkmıştır.

Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilmiş Fe-Al intermetalik tozları TEK için uygun karakteristik sergilemiştir. Ayrıca toz şeklinin küresel olması ve boyutun 20 mikrondan küçük olması istendiği için ideal stearik asit oranının %1 olduğu gözlemlenmiştir (Song ve ark., 2010).

(*Üretim yöntemi: MA+TEK*) Mekanik alaşımlı tozlar ince taneli, kararlı çözelti oluşturabilmesi ve nano yapıya olması sebebi ile toz enjeksiyon kalıplama yönteminde geleneksel tozlara bir alternatif olarak görünmektedir. Ayrıca reolojik analizleri yapıldığında uygun akış karakteristiği gösterdiği belirlenmiştir (Newkirk ve ark., 1997).

(*Üretim yöntemi: MA+TEK*) Patcharawit ve ark. çalışmasında mekanik alaşımlama ile üretilmiş olan SiC takviyeli alüminyum matrisli kompozit tozlarını üretmişler ve toz enjeksiyon kalıplamaya uygunluğunu incelemişlerdir. Çalışmanın özet kısmında belirttikleri gibi çalışmada toz üretilirken mekanik alaşımlama metodu,

- SiC parçacıklarının alüminyum matris ile çok iyi ara yüzey oluşturmasını sağlamıştır ve bu durum sinterlenmeyi kolaylaştırmıştır.

- SiC parçacıklarının matris içerisine homojen dağılmasını sağlamıştır.
- Toz yükleme oranı arttırmış ve bundan dolayı yüksek yoğunluk ve mekanik özellikler elde edilmiştir.

Mekanik alaşımlama üretilmiş olan metal matrisli seramik takviyeli tozlar geleneksel tozlara nispeten daha üstün özellikler sergilemiştir (Patcharawit ve ark., 2014).

(*Üretim yöntemi: MA+TEK*) Gülsoy ve ark. Ti tozları içerisine Fe ve Zr tozlarını katarak Ti-Fe-Zr alaşımı üretmişlerdir. Tozların MA yöntemi ile önalaşım haline getirilmesi, enjeksiyon kalıplanması sonrasında sinterleme , yoğunlaştırma ve dayanım özellikleri üzerine olumlu etki yapmıştır (Gülsoy ve ark., 2012).

7.4. Çıkarımlar

Kaynak araştırması sonucu doktora tezinin materyal ve yöntem kısmına yardımcı olacak özet bilgiler aşağıda verilmiştir.

- ❖ Mekanik alaşımlama parametreleri incelendiğinde araştırmacılar tarafından göze çarpan en belirgin ortak parametreler şunlardır;
 - **Kullanılan cihaz tipi** : gezegen
 - **Hazne ve bilye malzemeleri** : paslanmaz çelik
 - **Bilye/toz ağırlık oranı**: 10:1
 - **Öğütme süresi** : 0-12 saat
 - **İşlem kontrol katkısı** : stearik asit
- ❖ Mekanik alaşımlama işleminde öğütme hızı ve süresi kullanılan tozun boyutuna, cinsine ve şekline bağlı olarak değişmektedir.
- ❖ TEK yönteminde besleme stoğu hazırlanırken kullanılan tozların ortalama tane boyutu (**d_{50}**) **değeri 20 mikrondan küçük** seçilmiştir.
- ❖ TEK yönteminde ince toz kullanımı toz yükleme oranını arttırmaktadır.
- ❖ TEK yönteminde demir esaslı malzemeler için en fazla kullanılan bağlayıcılardan bir tanesi **parafin mum, polipropilen ve stearik asit** bileşimidir.

8. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

8.1. Giriş

Bu tez kapsamında toz metalürjik yöntemler (özellikle TEK yöntemi) için uygun metal matrisli kompozit toz hammaddesi üretimi amaçlanmıştır. Kompozit tozda matris malzemesi olarak gaz atomizasyon yöntemi ile üretilmiş ön alaşımlı 316L östenitik paslanmaz çelik tozu , takviye malzemesi olarak TiC seramik tozları kullanılmıştır.

Üretimin ilk aşamasında mekanik alaşımlama yöntemi kullanılarak farklı öğütme sürelerinde 24 farklı TiC/316L kompozit tozu üretilmiştir. İkinci aşamada üretilen 24 farklı kompozit toz grubu şekil, boyut ve kristalografik özellikler açısından karakterize edilmiştir. Üçüncü ve son aşamada ise bu tozlar bağlayıcı (parafin mum, polipropilen ve stearik asit karışımı) ile karıştırılarak toz enjeksiyon kalıplama yöntemi için 24 farklı besleme stoğu haline getirilmiş ve kalıp içerisine akışın uygunluğunu belirleyebilmek için reolojik karakterizasyonu yapılmıştır. Ayrıca deneysel çalışmalara ait iş akış infografiği şeklinde [EK-1](#)'de verilmiştir.

8.2. Malzemeler

8.2.1. Matris ve takviye tozlarına ait genel bilgiler

Çalışma kapsamında mekanik alaşımlama ile üretilmiş kompozit tozlar TEK yönteminde besleme stoğu olarak kullanılacağı için tozların özelliklerinin her iki yöntem için de uygun olmasına dikkat edilmiştir.

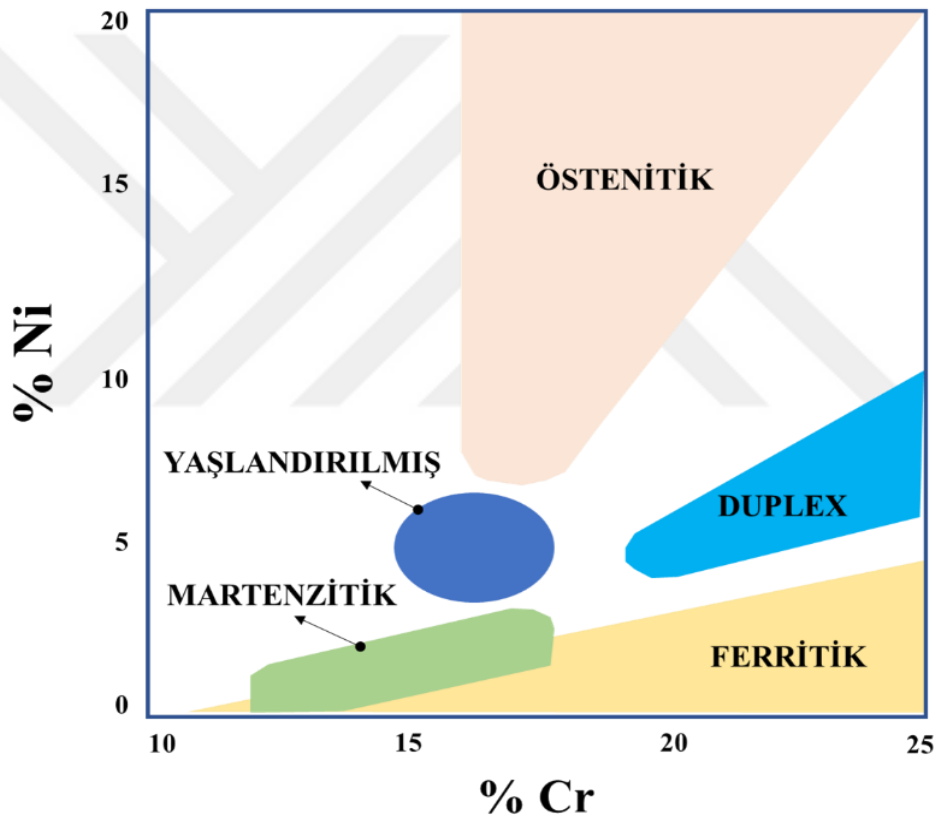
Çizelge 8.1. Kullanılan matris ve takviye tozlarının bazı özellikleri

Özellik	316L	TiC
Üretici firma	Vday Additive Manufacturing Technology Co., Ltd. (CN)	Luoyang Tongrun Info Technolgy Co., Ltd. (CN)
Üretim yöntemi	Gaz atomizasyonu	-
Toz şekli	Küresel	Köşeli
Teorik yoğunluk (g/cm ³)	7.9	4.93
Parçacık boyutu (µm)		
d ₁₀	5.7	1.8
d ₅₀	9.4	5.2
d ₉₀	15.6	12.1

Mekanik alaşımla yöntemi için matris ve takviye tozunun ortalama parçacık boyutu (d_{50}) değerlerinin birbirine yakın olması , TEK yönteminde ise bu değerlerinin 20 μm altında olması istenir. Ayrıca TEK yönteminde matris tozlarının kalıp içerisine akışının kolay olabilmesi için şeklinin küresel olması istenir. Küresel metal tozlarının üretimi için kullanılan yöntem genelde gaz atomizasyonudur.

8.2.2. 316L matris tozu

Paslanmaz çeliklerdeki ana alaşım elementleri, büyükten küçüğe oran sırasına göre genelde krom (Cr), nikel (Ni), molibden (Mo) ve mangandır (Mn). Bu alaşım elementlerinden Cr ve Ni içyapının ferritik veya östenitik olmasını belirler.



Şekil 8.1. Farklı paslanmaz çelik türleri için Ni ve Cr miktarları

Paslanmaz çelikler içerisinde ana alaşım elementi olan Cr, ferrit yapıcı olarak bilinmektedir. Eğer Cr ile ikinci alaşım elementi olan yüzey merkezli kübik (YMK) Ni demir ile yeterli miktarda alaşımlandırılırsa ($>10\%$) ferritten östenite dönüşümü sağlamaktadır (Şekil 8.1). Tezde kullanılan 316L çelik tozlarının yapısında çizelge 8.2 de gösterildiği gibi hem Cr hem de Ni elementleri bulunmaktadır ve östenitik paslanmaz çelik grubuna girmektedir.

Bu çelikler oda sıcaklığı ve yüksek sıcaklıklarda yüzey merkezli kübik (YMK) kafese sahiptirler ve östenitik yapısını koruduklarından dolayı normalleştirme ve su verme ısı işlemi yapılamaz. Ayrıca bu çelikler manyetik değildir ve tavllanmış halde süneklik, tokluk ve şekillendirilebilme kabiliyeti gibi özellikleri düşük sıcaklıklarda bile mükemmeldir. Mekanik dayanımları sadece soğuk şekillendirmeyle artırılabilir. Son olarak taneler arası korozyonu ve sürtünme dayanımını minimum seviyeye çekmek için düşük miktarda Mo, Ti, Nb ve Ta gibi diğer alaşım elementleri katılmaktadır. (Kayalı, 2011).

Çizelge 8.2. Ön alaşımlı 316L paslanmaz çelik tozlarının kimyasal bileşimi

C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	P	S	Fe	O içeriği
≤0.03	16-18	10-14	2-3	≤2	≤1	≤0.035	≤0.02	Kalan	≤600 ppm

8.2.3. TiC takviye tozu

Metal matrisli kompozit toz üretiminde takviye elemanı genelde seramik esastır. Seramikler bilindiği üzere yüksek sıcaklık, yüksek sertlik ve yüksek young modülüne sahiptir. Bu tez çalışmasında kullanılan takviye malzemesi olan titanyum karbürün kimyasal bileşimi çizelge 8.3'te gösterilmiştir.

Çizelge 8.3. Titanyum karbür (TiC) tozlarının kimyasal bileşimi

C	O	N	Fe	Nb	Na	Ti	Safılık
≥19.2	0.5	0.2	0.05	0.01	0.01	Kalan	≥99

Çizelge 8.4' de görüldüğü gibi çelik alaşımlarını güçlendirmek için kullanılan bazı takviyeler arasında titanyum karbür (TiC); diğer takviye malzemelerine nispeten yüksek ergime sıcaklığı (~3160 °C), yüksek sertlik (2450 HK), yüksek young modülü (~440 GPa), metallere nispeten düşük yoğunluk (4.93 g/cm³) gibi mükemmel özellikleri nedeniyle çekici hale gelmiştir (AlMangour ve ark., 2017). Titanyum karbürün hem paslanmaz çelik ile uyumlu bir takviye malzemesi olması hem de yukarıda bahsedilen özelliklere sahip olması nedeniyle bu çalışma kapsamında ilk tercih olarak belirlenmiştir.

Çizelge 8.4. MMK’lerde kullanılan bazı takviye malzemelerinin özellikleri
(Shackelford ve ark., 2016)

Takviye Malzemesi	Yoğunluk (g/cm ³)	Elastiklik Modülü (GPa)	Sertlik (HK)	Ergime Sıcaklığı (°C)
TiC	4.93	440	2450	3160
Al ₂ O ₃	3.98	379	2100	2100
SiC	3.21	324	2480	2750
SiO ₂	2.66	73	800	1710
WC	15.8	600	1880	2870
B ₄ C	2.52	449	2800	2420
TiN	5.40	251	2000	2930

8.2.4. Bağlayıcı bileşenleri

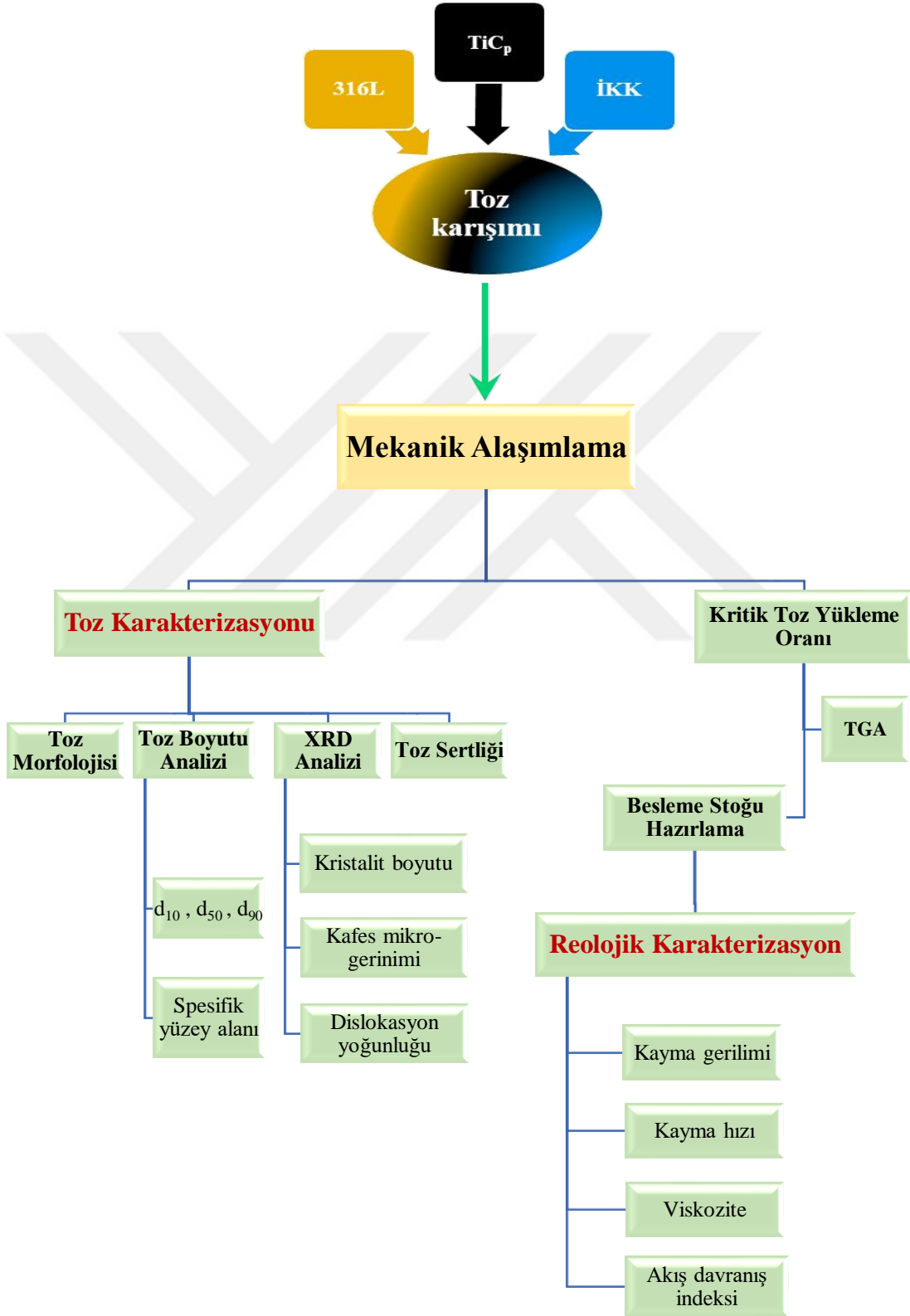
Besleme stoğu hazırlamak için kullanılan bağlayıcı; parafin mum, polipropilen ve yüzey aktif maddesi olan stearik asitten meydana gelmektedir. Stearik asit, parafin mum ve polipropilen bilinen üretici olan Sigma-Aldrich firmasından temin edilmiştir. Ayrıca besleme stoğu hazırlanırken ergimenin kolay gerçekleşebilmesi için malzemelerin spesifik yüzey alanının olabildiğince yüksek olması istenir. Bundan dolayı tüm bileşenler toz şeklinde temin edilmiştir. Bağlayıcı bileşenleri ve özellikleri çizelge 8.5’te gösterilmiştir.

Çizelge 8.5. Bağlayıcı bileşenleri ve özellikleri

Bileşen	Ergime Noktası (°C)	Yoğunluk (g/cm ³)	Kimyasal Formülü
Stearik asit	67 - 69	0.91	CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH
Polipropilen	160 - 170	0.90	(C ₃ H ₆) _n
Parafin mum	52 - 65	0.90	C _n H _{2n+2}

8.3. Yöntem

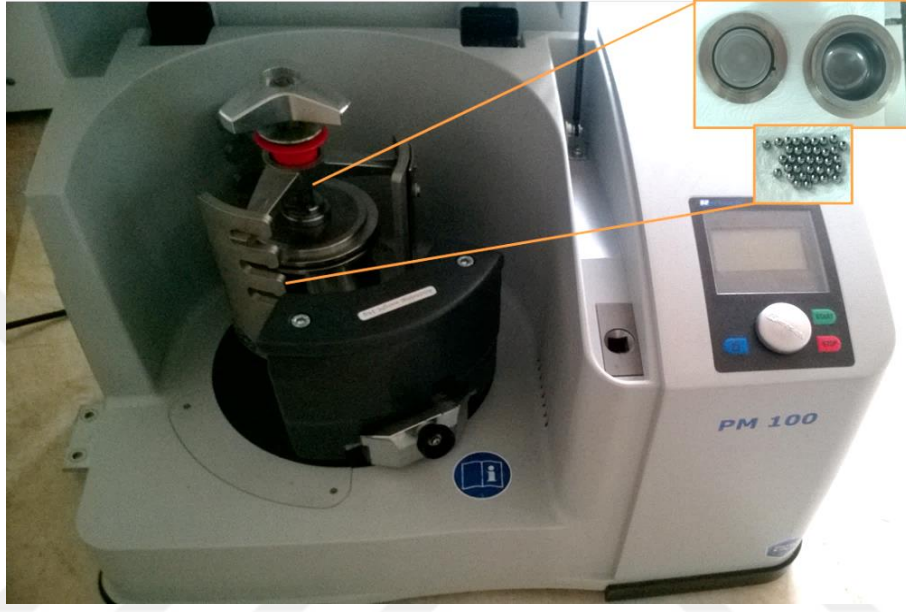
Bu kısımda TiC/316L kompozit tozunu üretmek ve besleme stoğu haline getirerek karakterize edebilmek için izlenen süreç şekil 8.2'deki iş akış şemasında verilmiştir.



Şekil 8.2. Tez iş akış şeması

8.4. Kompozit Tozların Hazırlanması

TiC ve 316L tozları farklı oranlarda ve farklı sürelerde öğütülerek toplam 24 farklı toz grubu elde edilmiştir. Tozlar, şekil 8.3'te gösterilen "Retsch PM 100" gezegen tipi cihaz ile hazırlanmıştır. Şeklin sağ üst köşesinde öğütme haznesi ve bilyeler gösterilmiştir.



Şekil 8.3. Retsch PM100 gezegen tipi öğütücü

Bu tez çalışmasında öğütme sonrası oluşabilecek problemlerin önüne geçebilmek için kullanılan parametrelerin bazıları kaynak araştırması verileri ile bazıları da ön çalışma verileri ile belirlenmiştir. Mekanik alaşımlama ve TEK yöntemin beraber kullanılması ve bu yöntemlerin birbiri ile bağıntılı olması doğrultusunda seçilen parametre değerleri ve bu değerlerin neden seçildiğine dair cevaplar çizelge 8.6'da verilmiştir.

Çizelge 8.6. Tezde kullanılan parametreler ve kullanım sebepleri

PARAMETRE	SEÇİLEN DEĞER-ÖZELLİK	SEBEP
316L matris tozu (boyutu ve şekli)	$d_{50} \approx 9\mu\text{m}$ – Küresel	TEK yönteminde besleme stoğu için toz seçilirken en önemli iki parametre şunlardır: <ul style="list-style-type: none"> Ortalama toz boyutu (<20 mikron olması gerekir) Tozun şekli: (akıcılığın kolay olmasından dolayı küresel olması istenmektedir)
TiC takviye tozu (boyutu ve şekli)	$d_{50} \approx 5\mu$ - Köşeli	Matris ile takviye tozlarının boyutunun birbirine yakın olması genel kurallardan bir tanesidir.
Takviye oranı	ağ% 0, 1, 3 ve 10	<p>ağ% 0 : Takviyesiz tozun özelliğini belirlemek</p> <p>ağ% 1 ve 3 : Öğütme süresi ve takviye miktarı arttıkça, TiC parçacıkları keskin köşeli şeklinden dolayı 316L tozlarının küreselliğini bozmaktadır. Bu yüzden kaynaklarda geçen minimum miktarlar seçilerek küreselliğin en az şekilde etkilenmesi hedeflenmiştir.</p> <p>Ağ% 10 : Sadece mekanik alaşımlama metodu ile üretilen tozlarda % 10 luk oran son ürünün özellikleri dikkate alındığında genelde ideal oran olarak belirtilmiştir. TEK yönteminde bu ideal oranın da etkisini görebilmek için bu oran seçilmiştir.</p>
Bilye/toz ağırlık oranı (BTO)	(5:1) – (10:1)	Kaynaklarda en çok kullanılan 5:1 ve 10:1 denenmiştir. 10:1 oranı küreselliği hızlı bozduğundan dolayı bilye ağırlık oranı azaltılarak 5:1 orana geçilmiştir.
Öğütme hızı	400 (dev/dk)	Ön çalışma kapsamında, öğütme sonrasında elde edilmek istenen bütün toz morfolojileri (küresel, pulsu ve kırılmış düzensiz yapı) için yeterli geldiği görülmüştür.

PARAMETRE	SEÇİLEN DEĞER-ÖZELLİK	SEBEP
Öğütme süresi	0 , 1, 3, 5, 7 ve 10 (saat)	Ön çalışmalarda tozların 0, 1 ve 3 saatlik öğütme sürelerinde küreselliğini nispeten koruyabildiği, 5 ve 7 saatlik sürelerde tam pulsı yapıya döndüğü ve 10 saatlik öğütme sonrasında kırılmaya başladığı belirlenmiştir. Reolojik karakterizasyon için gerekli olan deformasyon, homojen dağılım ve çeşitli toz şekilleri bu öğütme sürelerinde elde edildiği için daha fazla öğütmeye ihtiyaç duyulmamıştır. Ayrıca kaynaklar da incelendiğinde genelde kullanılan aralık 0-12 saattir.
Öğütme sıcaklığı	Oda sıcaklığı	Bilyelerin hazne içerisinde devamlı çarpması sonucu meydana gelen aşırı ısınmayı kontrol edebilmek için cihaz 2 dk. Çalıştırılıp 1 dk. Dinlendirilmiştir. Tozlar için belirlenen öğütme süresine dinlendirme süresi dahil edilmemiştir.
Öğütücü tipi	Gezegen	Araştırmacılar tarafından sıklıkla kullanılmıştır (7.1. Mekanik Alaşımlama Parametreleri)
Öğütücü hazne ve bilye malzemesi	Tungsten karbür (WC)	Takviye elemanı olan TiC parçacıklarının öğütme sırasında hazneyi aşındırmaması için bu malzemeden daha sert olan tungsten karbür hazne ve bilyeler kullanılmıştır.
İKK (ağ. %) (sisteme eklenme modeli)	Metanol ağ. % 3 (kademeli ve direkt) Stearik asit ağ. % 1 (kademeli ve direkt)	Direkt veya kademeli metanol eklenme modelinde tozların hızlı kırılması nedeniyle küresel formun korunduğu öğütme süresi tespit edilememiştir. Bunun sebebinin metanolün ne yağlayıcı ne de bağlayıcı özellik göstermemesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Bundan dolayı hem yağlayıcı hem de bağlayıcı olan ve kaynaklarda da sıkça kullanılan stearik asit kullanılmıştır. Direkt %1 stearik modelinde tozlarda çok az kırılma meydana gelmiş ve reolojik açıdan istenen morfolojilerin hepsi elde edilmiştir (9.1. Ön Çalışmalar)
Bağlayıcı bileşeni (hac. %)	Parafin mum (%75) Polipropilen (%23) Stearik asit (%2) (PM/PP/SA)	Metal esaslı tozlarda başarılı sonuçlara ulaşılmış ve çok kullanılmış olan bileşenlerdir.

Ağırlıkça farklı takviye oranlarına sahip dört grubun her biri toplam ağırlık 90 gr olacak şekilde tartıldı. Bilye toz oranı daha önceki bölümlerde bahsedilmiştir. Tozların küreselliği bozulmadan yeterli deformasyonun sağlanabilmesi ve tozlarda bilyelerin fazla kırılma meydana getirmeden pulsu yapıyı oluşturabilmesi için BTO oranı 5:1 alınmıştır. Bunun yanında İKK (stearik asit) sistemden daha sonra giderildiği için toplam miktara dahil edilmemiştir.

Çizelge 8.7. Mekanik alaşımlama metodu ile öğütülen olan toz gruplarında ağırlık (g) oranları

Numune Kodu	316L	TiC	İKK (SA)	Bilya (5:1)	Sistem (Toplam)
316L-%0 TiC	90	0	0.9	450	540
316L-%1 TiC	89.1	0.9	0.9	450	540
316L-%3 TiC	87.3	2.7	0.9	450	540
316L-%10 TiC	81	9	0.9	450	540

8.4.1. Malzeme bileşimi

Tez çalışması içerisinde 4 farklı grup vardır ve her grup kendi içinde 0, 1, 3, 5, 7 ve 10 saat öğütülmüştür. Böylece 24 farklı toz elde edilmiştir. Tez içinde isminin kısaltılması için üretilen kompozit toz gruplarının adlandırılması takviye malzemesinin ağırlıkça oranına göre yapılmıştır (Çizelge 8.8). Örneğin; “5 saat öğütülmüş %1 TiC takviyeli 316L kompozit tozu” demek yerine “%1 TiC takviyeli – 5 saat” şeklinde yazılacaktır.

Çizelge 8.8. Takviye malzemesi oranına göre numunelerin adlandırması ve öğütme süreleri

Numune adı	Öğütme Süresi (saat)					
%0 TiC (Takviyesiz)	0*	1	3	5	7	10
%1 TiC takviyeli	0*	1	3	5	7	10
%3 TiC takviyeli	0*	1	3	5	7	10
%10 TiC takviyeli	0*	1	3	5	7	10

* Tüm gruplar için 0 saat olarak gösterilen değer öğütülmüş ve öğütülmemiş numuneler arasında kıyaslama yapılabilmesi için seçilmiş değerdir. Öğütmeden el ile karıştırma muhtemel topaklanmalara neden olacağı için tüm sıfır saat değerleri homojenliğin sağlanması adına 3 dk. Bilyeli değirmende karıştırılmıştır.

8.5. Toz Morfolojisi Analizi

Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilen kompozit tozların farklı öğütme sürelerindeki morfolojik değişimleri “ZEISS EVO LS 10” taramalı elektron mikroskopunda incelenmiştir.



Şekil 8.3. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

Ön çalışma kapsamında toz üretilirken stearik asit ve metanol işlem kontrol katkısı olarak belirlenmiş ve bu katkılar hem kademeli hem de direkt olarak denenmiştir. Elde edilen tozlara yapılan morfoloji incelemeleri sonucunda 155 adet SEM resmi çekilmiştir ve karşılaştırmalı analizi yapılmıştır. Ön çalışma sonrası tez kapsamında %0, %1, %3 ve %10 TiC takviyeli 24 farklı kompozit toz üretilmiş ve bu tozların morfolojik incelemelerinde 132 adet SEM resmi çekilmiştir. Böylece tez kapsamında çekilen toplam SEM resmi 287 adet olmuştur. Bunun yanında üretilen tozların karakterizasyonu anlatılırken konu ile ilgili en uygun olan SEM resimleri seçilmiştir.

8.6. Toz Boyutu Analizi

Takviyesiz tozların ve mekanik alaşımlama metodu ile öğütülmüş kompozit tozların parçacık boyutu ölçümleri “Malvern Instruments™ Mastersizer 2000e” model lazer parçacık boyut ölçüm cihazı ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 8.4). Tozların parçacık

boyutları ve spesifik yüzey alanları çizelge 8.9’da gösterilen parametreler esas alınarak elde edilmiştir.

Çizelge 8.9. Toz boyutu analizi ölçüm parametreleri

Parametre	316L tozları	TiC tozları	TiC/316L kompozit tozları
Kırıcılık indisi	2.86	3.15	2.86 *
Ölçüm ortamı	Saf su	Saf su	Saf su
Ölçüm sayısı	4 + ortalama değer	4 + ortalama değer	4 + ortalama değer
Pervane hızı	2700 dev/dk	2700 dev/dk	2700 dev/dk

*Kompozit tozların boyut analizi yapılırken refractive index adıyla da bilinen matris malzemesi olan paslanmaz çeliğin kırıcılık indisi esas alınmıştır.



Şekil 8.4. Parçacık boyutu ölçüm cihazı

8.7. Toz Sertliği

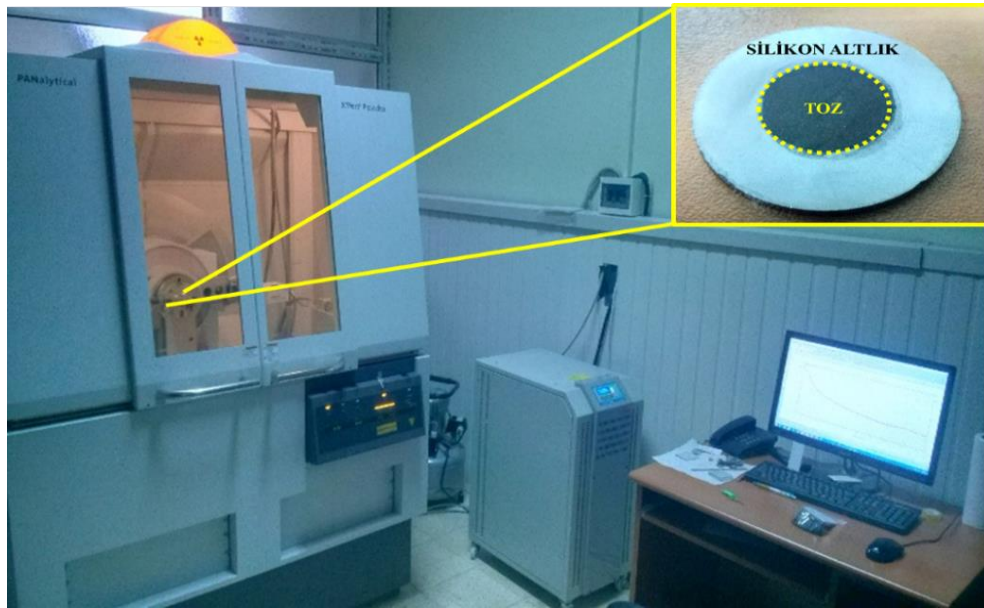
Toz sertliği ölçümleri ASTM E384-17 (Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials) standardına göre INNOVATEST mikrosertlik ölçüm cihazında yapılmıştır. 10 gf yük altında 5 saniye bekleme süresi esas alınmıştır.



Şekil 8.5. Mikrosertlik ölçüm cihazı ve görüntü analiz ekipmanı

8.8. XRD Analizi

Farklı öğütme süreleri sonrasında tozların faz bileşimlerindeki değişimleri belirlemek için x-ışını kırınım spektrometresi (PANalytical's X'Pert³ Powder) kullanılmıştır.



Şekil 8.6. XRD analiz cihazı ve silikon altlık

XRD verileri adımlı tarama prosedürü ile elde edilmiştir. “Adım başına $2\theta = 0.5$ derece ve her adımda 33 sn bekleme süresi” prosedürü uygulanmıştır. Cihaz ölçüm değerleri 45kV ve 40mA ve Cu- K_{α} radyasyonu ($\lambda = 0.15406$ nm) dir. Ayrıca analizlerde toz numuneler için özel üretilmiş olan ve “Zero background sample holder” adıyla da bilinen silikon altlık kullanılmıştır (Şekil 8.6). Bu altlık 0-95 derecede tarandığında sadece $2\theta = 0.29$ açısında pik vermektedir. Bu sebeple kompozit tozlar $2\theta = 5-95$ aralığındaki açılarda taranmıştır. Kompozit tozlarının özelliklerini kıyaslayabilmek için bütün numuneler aynı parametrelerde taranmıştır.

Öğütülmüş tozların, ortalama kristalit boyutu “D” (homojen kırınım gösteren alanın büyüklüğü olarak da bilinmektedir) x-ışını kırınımı metodu ile bağlantılı olan Scherrer denklemi (Denklem 8.1) ile belirlenmektedir.

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (8.1)$$

Fakat kristalit boyutu tahmini için Scherrer yaklaşımı yeterince hassas değildir. Çünkü bu denklemde tozların kırınım desenlerini etkileyen kafes mikro-gerinimi (ε) ihmal edilmektedir. Bundan dolayı tez kapsamındaki hesaplamalar üniform deformasyon modeli olan ve daha güvenilir sonuçlar veren Williamson-Hall denklemine göre belirlenmiştir (Williamson ve Hall, 1953).

$$\beta \cos\theta = 0.9\lambda/D + 4\varepsilon \sin\theta \quad (8.2)$$

β	Yarı yükseklikteki net pik genişliği (<i>Full width at half maximum</i>)
θ	Kırınım açısı (<i>Peak position</i>)
λ	X-ışını dalga boyu (<i>Wave length</i>)
D	Kristalit boyutu (<i>Crystallite size</i>)
ε	Kafes mikro-gerinimi (<i>Lattice strain</i>)

Yarı yükseklikteki net pik genişliği hesaplanırken cihaz etkisinden kaynaklanan pik genişliğinin ($\beta_{\text{instrument}}$, β_i) gözlemlenen pik genişliğinden (β_{observed} , β_o) çıkarılması gerekir. Aksi takdirde hesaplanan değer hatalı olacaktır. Bu yüzden tüm hesaplamalarda bu duruma dikkat edilmiştir.

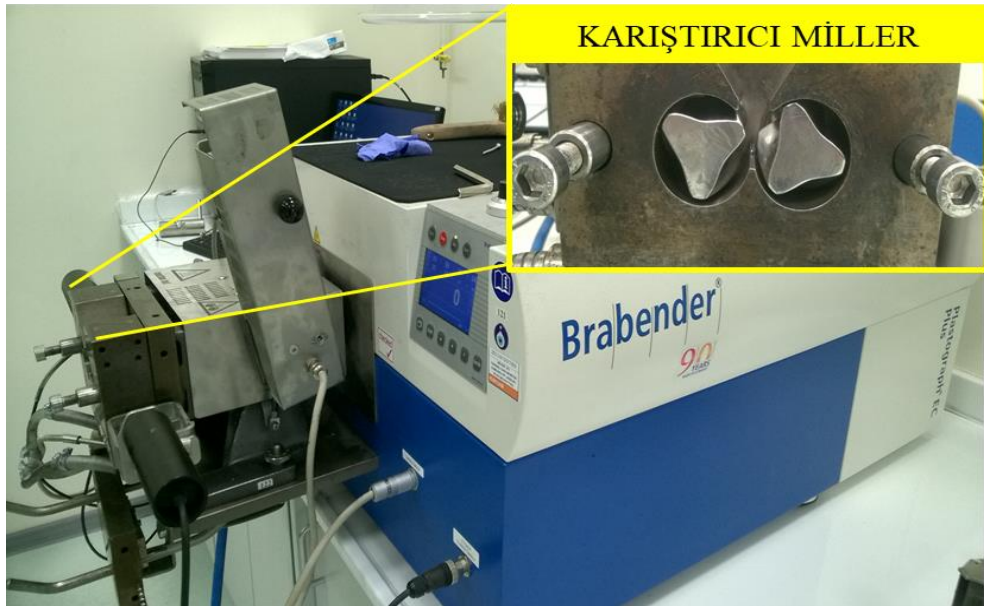
Kristalin malzemede birim hacim başına dislokasyon çizgilerinin sayısı olarak tanımlanan dislokasyon yoğunluğu “ δ ” Williamson-Smallmans denklemine göre hesaplanmıştır (Williamson ve Smallman, 1956). Burada “D” homojen kırınım gösteren alanın büyüklüğü ve “n” ~ 1 dir.

$$\delta = n / D^2 \quad (8.3)$$

Üretilen tozların XRD analizleri sonrası elde edilen X-ışını kırınım desenlerine “X’Pert HighScore Plus“ programı yardımı ile rietveld analizleri yapılmıştır. Daha sonra öğütme süresi ve TiC miktarının artmasıyla tozların kristal boyutu, kafes mikro-gerinimi ve dislokasyon yoğunluğu değerlerindeki değişim belirlenmiştir.

8.9. Kritik Toz Yükleme Oranı

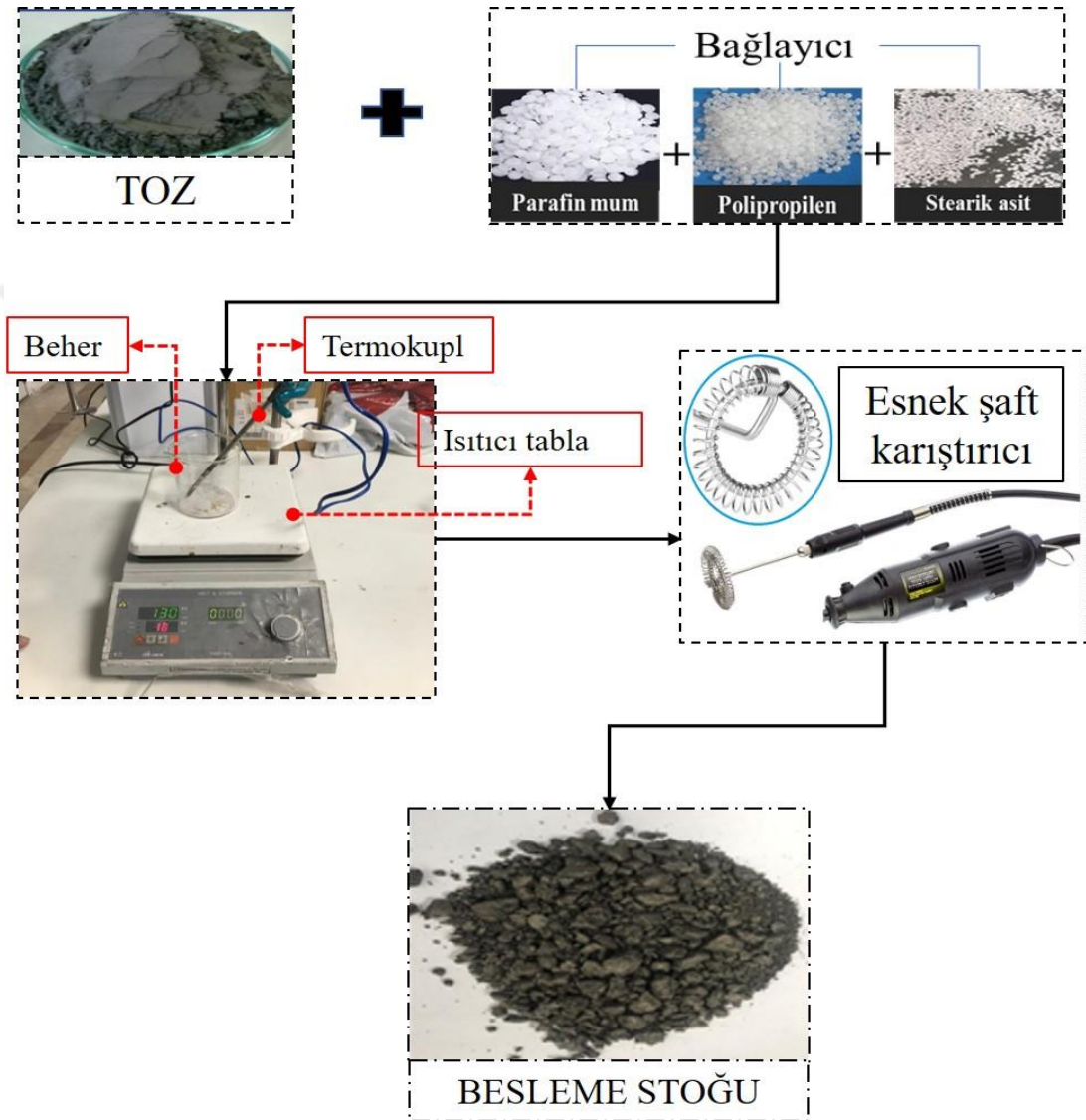
Besleme stoğu hazırlamak için kritik toz yükleme oranının bilinmesi gerekir. Bunun için tozların kritik toz yükleme oranı “Brabender Plastograph EC Rotasyonel Reometre” cihazında “oleik asit ilavesi ile değişen tork” ölçümüne dayanan ASTM D281-12 (Standard Test Method for Oil Absorption of Pigments by Spatula Rub-out) standardına göre belirlenmiştir. Deneyde kullanılan oleik asit bilinen üretici olan Alfa Aesar firmasından temin edilmiştir.



Şekil 8.7. Brabender rotasyonel reometre ve karıştırıcı miller

8.10. Besleme Stoğunun Hazırlanması

Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilen kompozit tozların miktarı az olduğundan dolayı bilinen karıştırıcı tiplerinde toz ile bağlayıcı homojen karışmamıştır. Bu yüzden şekil 8.8’de gösterilen tozun homojen karışmasını sağlayacak gelenekselin dışında karıştırma sistemi geliştirilmiştir.



Şekil 8.8. Besleme stoğu hazırlama işlemleri için geliştirilen karıştırma düzeneği

8.11. Reolojik Karakterizasyon

Besleme stoğu hazırlandıktan sonra elde edilen peletlerin reolojik analizleri şekil 8.9’da gösterilen Bohlin-Malvern Gemini II rotasyonel reometre cihazında 0-550 °C

arasında stabil çalışabilen ETC ünitesi ile gerçekleştirilmiştir. Rotasyonel reometre ile yapılan ölçümlerinde kabuller maddeler halinde verilmiştir.

- Ölçüm yapılan akışkan homojen sıcaklıktadır.
- Akış daimî rejimde ve laminer karakterdedir.
- Radyal ve eksenel hız bileşenleri ihmal edilmektedir.
- Yer çekimi kuvveti ihmal edilmektedir.
- Plakalar arasında yer alan besleme stoğunun kenarlarının silindirik olduğu var sayılmıştır.

Rotasyonel reometrelerde, konik-plaka ve paralel plaka uçları ile karakterizasyon yapılabilmektedir. Genelde alt plaka sabit üst plaka hareketlidir. Reolojik analiz yapılırken ölçüm sırasında yukarıda bahsedilen kabullerin geçerli olabilmesi için ETC ünitesi kullanılarak sıcaklığının her yerde eşit olması sağlanmıştır. Ayrıca plakalar arasında yer alan besleme stoğunun kenarlarının silindirik olduğu kabul edildiğinden , plakaların dışına taşan malzemeler sıfır silme ile alınmıştır. Ölçüm parametreleri aşağıda belirtilmiştir.

- Plakalar arası mesafe (gap) : **1 mm**
- Kayma hızı aralığı : **0.01 s⁻¹ ile 1000 s⁻¹ (logaritmik)**
- Ölçüm ucu tipi: **Yüksek sıcaklıkta çalışabilen paralel plaka tipi**
- Ölçüm ucu çapı : **25 mm çap**



Şekil 8.9. Malvern-Bohlin Gemini II rotasyonel reometre ve genişletilmiş sıcaklık kontrol ünitesi (ETC)

9. KARAKTERİZASYON

Bu bölümde hem üretilen kompozit tozların hem de toz enjeksiyon kalıplama yönteminde kullanılması için hazırlanan besleme stoklarının ayrı ayrı karakterizasyonu yapılmıştır. Uygulanan karakterizasyon tipleri şekil 9.1’de verilmiştir.



Şekil 9.1. Üretilen tozlara uygulanan karakterizasyon tipleri

Kompozit toz üretimi yapılmadan önce hem mekanik alaşımlama hem de toz enjeksiyon kalıplama yöntemine uygun toz üretebilmek için iki adet ön çalışma yapılmıştır.

Ön çalışmalar kapsamında üretilen tozların morfolojik özellikleri incelenmiştir. Toz morfolojisinin değişimine etki eden en önemli dört faktör aşağıda sıralanmıştır.

- i) Öğütme hızı
- ii) Öğütme süresi
- iii) İşlem kontrol katkısının (İKK) çeşidi
- iv) İKK'nın öğütme haznesine eklenme şekli

9.1. Ön Çalışmalar

Ön çalışma yapılırken çizelge 9.1’de gösterilen öğütme parametreleri elde edilmek istenen toz morfolojisine göre belirlenmiştir. Literatürde metal matrisli kompozit toz üretimi için en çok kullanılan işlem kontrol katkılarından iki tanesi stearik asit ve metanoldür. Bazı araştırmacılar istenilen toz özellikleri üzerinde bu katkıların olumlu veya olumsuz etkilerini ortaya koymuşlardır.

Örneğin; Stearik asit, öğütme sırasında kompozit tozların topaklanmasına engel olması faydalı bir özelliği iken “kübik yitriya ile kararlı hale getirilmiş zirkonya’ya (YSZ) eklenmesi 24 saatlik öğütme süresi sonrası istenmeyen monoklinik faz oluşumuna neden olmuştur (Kwon ve ark., 2001).

Çizelge 9.1. İki farklı ön çalışma ve belirlenen öğütme parametreleri

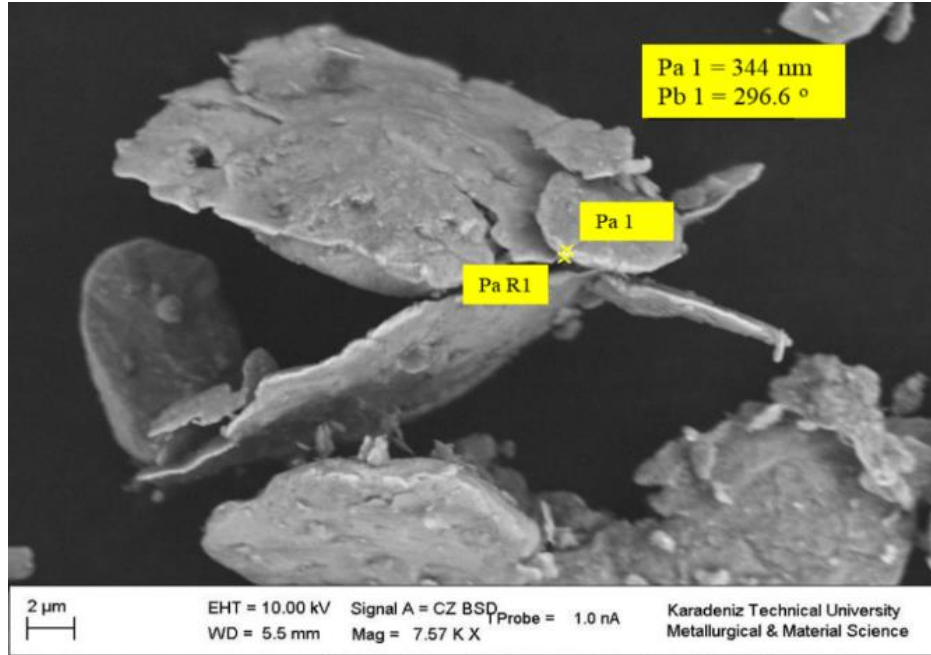
	İKK	İKK'nın Eklenme şekli (Kademeli , Direkt)	Öğütme Hızı (dev/dk)	Öğütme Süresi (saat)
KADEMELİ SİSTEM (ÖN ÇALIŞMA - 1)	METANOL	Kademeli	400	1.5
				2
				3
				5
				7
				10
	STEARİK ASİT	Kademeli	400	1.5
				2
				3
				5
DİREKT SİSTEM (ÖN ÇALIŞMA - 2)	METANOL	Direkt	400	2
				5
				7
	STEARİK ASİT	Direkt	400	10
				2
				5
				7
				10

Shaw ve ark. alüminyum alaşımlarının kristalografik özellikleri üzerine stearik asit ve metanolün etkisini incelemiştir. Öğütme sırasında stearik asit ve metanol kullanımı aşırı soğuk kaynaklanmayı engellemiştir fakat bu numunelerde kristalit boyutu İKK'sız numunelere göre daha yüksek çıkmıştır. (Shaw ve ark., 2003).

Fe-Zr alaşımının özellikleri üzerine dört farklı İKK'nın etkisi incelenmiştir. Bunlar metanol, stearik asit, sikloheksan ve PBTC'dir. Metanol kullanılmış numunelerin daha yüksek spesifik yüzey alanına sahip olduğu belirtilmiştir. En az kirlilik stearik asit kullanılmış numunelerde gözlemlenmiştir fakat en yüksek kristalit boyutu da bu numunelerde elde edilmiştir. PBTC kullanılmış numunelerde Fe_3C fazı, metanol kullanılan numunelerde Fe_3O_4 fazı oluşmuştur. En yüksek termal kararlılık ise sikloheksan kullanılmış numunelerde elde edilmiştir (Juárez ve ark., 2007).

Ön çalışmaların hedefleri;

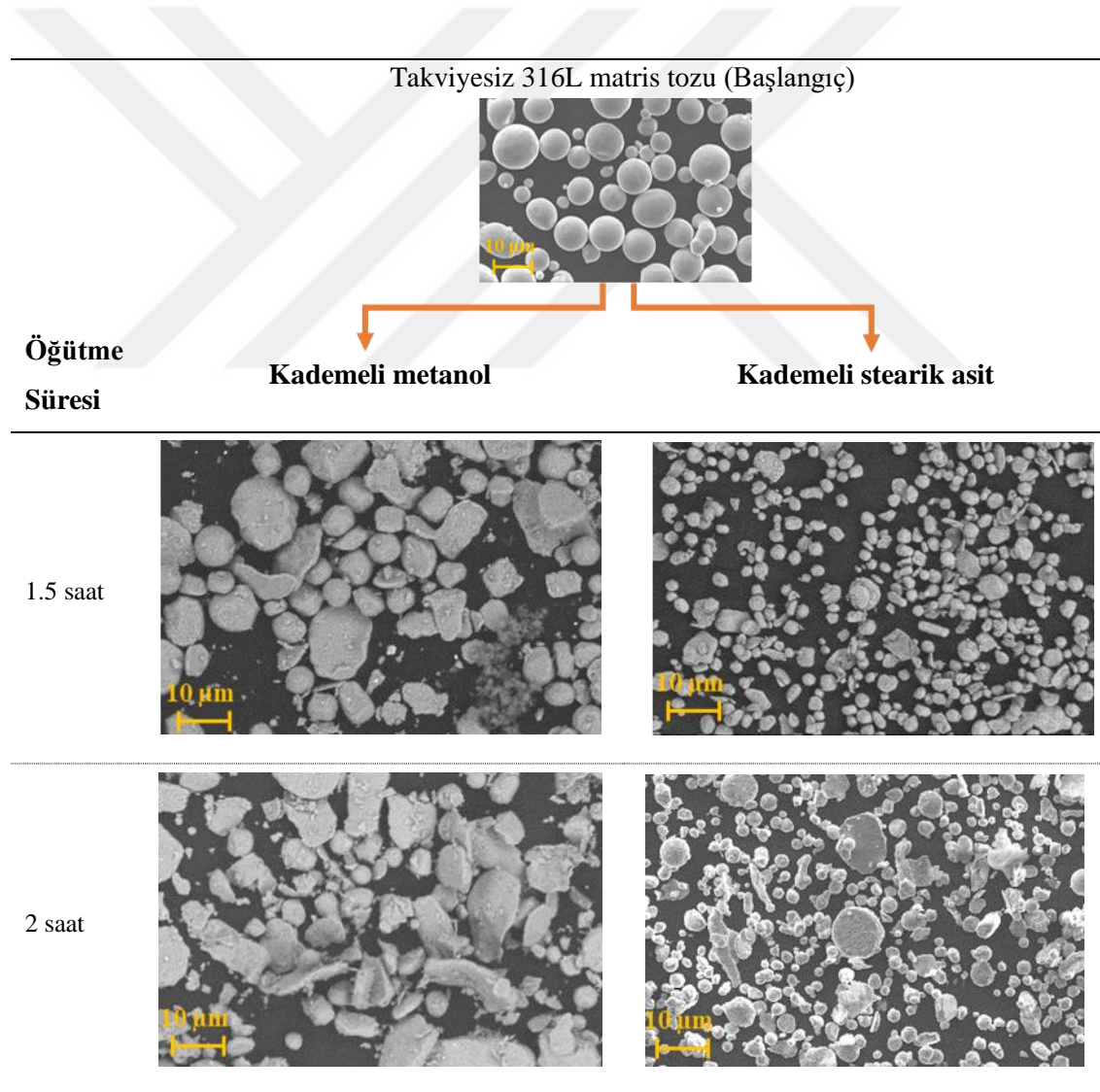
- Takviye malzemesinin matris içerisine gömüldüğü ve deformasyon sonrası küresel şeklin korunduğu kısa öğütme süresini,
- Tozların bir yandan pulsu yapıya geçtiği ve başlangıç toz boyutuna göre küçük boyutlu toz oluşumunun az olduğu öğütme süresini,
- Büyük boyutlu pulsu yapının kırılması ve çok fazla küçük boyutlu tozların oluştuğu öğütme süresini belirlemektir.

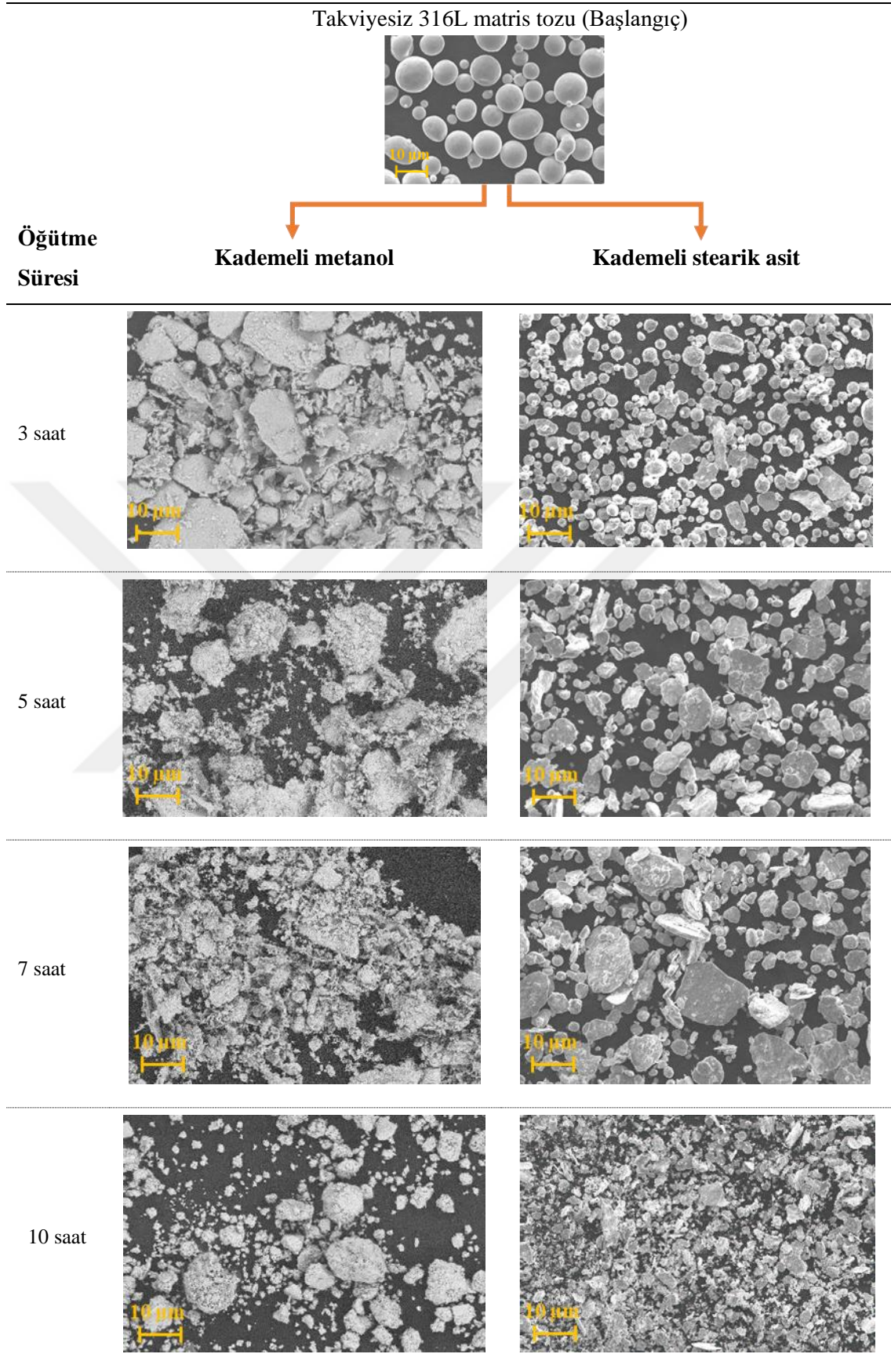


Şekil 9.2. 316L nano pulsu tozları (ağ %1 stearik asit direkt sistem, 7 saat öğütme sonrası)

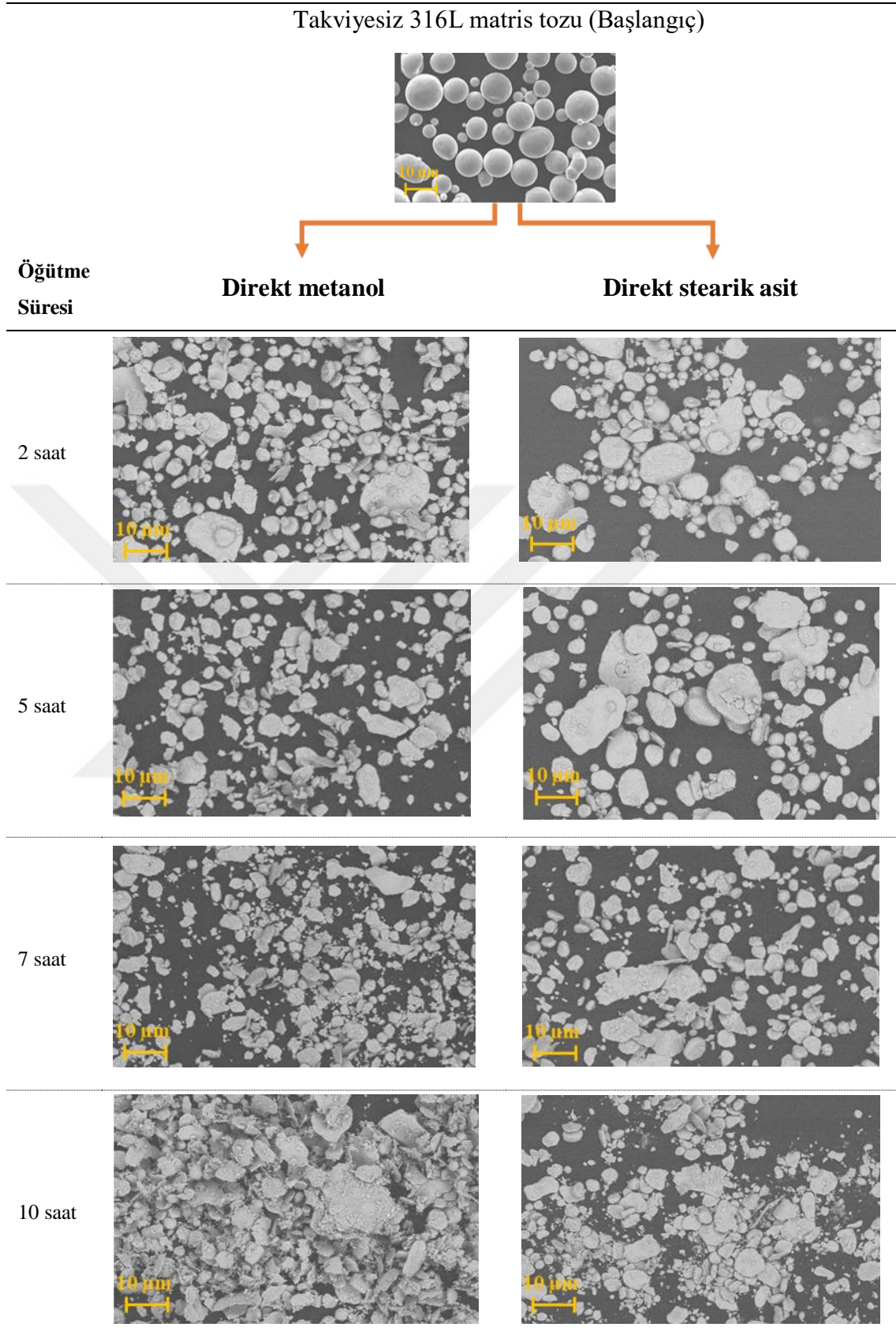
Bu hedefler TEK yöntemi için hazırlanacak olan besleme stoğu ile doğrudan ilişkilidir. Çünkü hem takviye malzemesi matris içerisinde dağılmış hem tozlarda deformasyon sağlanmış hem de akışı etkileyebilecek temel toz şekilleri (küresel , pulsu ve düzensiz) elde edilmiş olacaktır. Örneğin şekil 9.2’de görüldüğü gibi 7 saatlik öğütme sonrasında 344 nm kalınlığında pulsu 316L tozu elde edilmiştir.

Ön çalışmalar kapsamında üç faktör değişken ve bir faktör sabit tutulmuştur (Çizelge 9.1). Ön çalışmalarda stearik asit ve metanol, kademeli ve direkt olarak denenmiştir. Öğütme sonrası kademeli ve direkt sitemde elde edilen toz morfolojilerinin karşılaştırılmalı analizi sırası ile şekil 9.3 ve şekil 9.4’te verilmiştir. Öğütme sonrası toz morfolojisindeki değişimi görebilmek için şekillerin üstlerinde 316L matris tozunun başlangıçtaki SEM resmi gösterilmiştir.





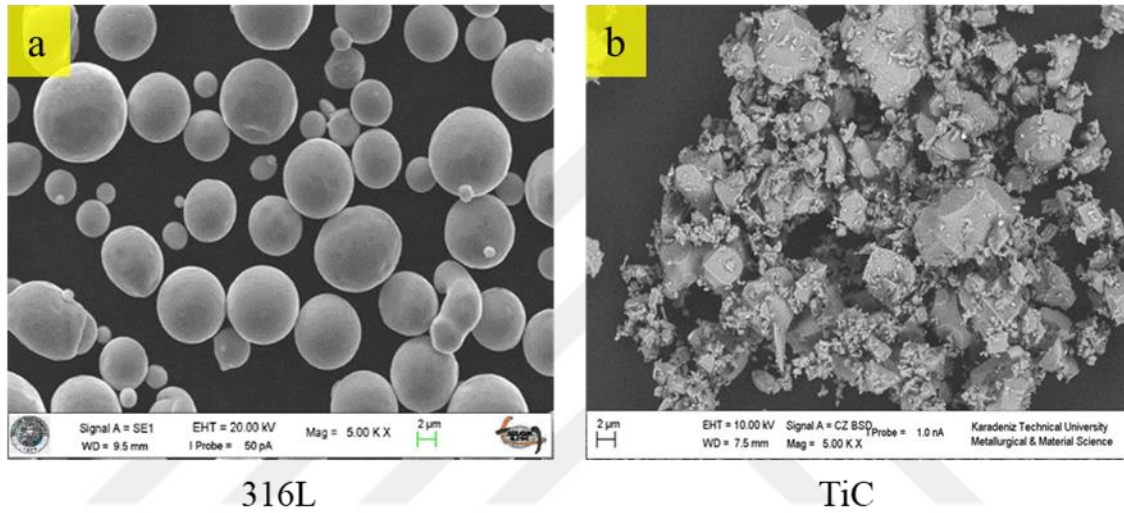
Şekil 9.3. Kademeli sistemlerde öğütme sonrası meydana gelen toz morfolojileri (Büyütme : 1000X)



Şekil 9.4. Direkt sistemlerde öğütme sonrası meydana gelen toz morfolojileri (Büyütme : 1000X)

9.2. Toz Morfolojisi Analizi

Üretilen tozların mikroyapısal karakterizasyonu SEM analizi ile yapılmıştır. Öğütülmeden önce tozlarının morfolojik değişiminin incelenebilmesi için başlangıç şekli ve boyutunun bilinmesi gerekmektedir. Çünkü üretilecek olan son ürünün özellikleri üzerinde olumlu veya olumsuz etkisi olduğu bilinmektedir. Şekil 9.5'te görüldüğü üzere 316L başlangıç tozlarının şekli küresel (spherical) iken (Şekil 9.5a), TiC başlangıç tozlarının şekli ise köşelidir (angular) (Şekil 9.5b).

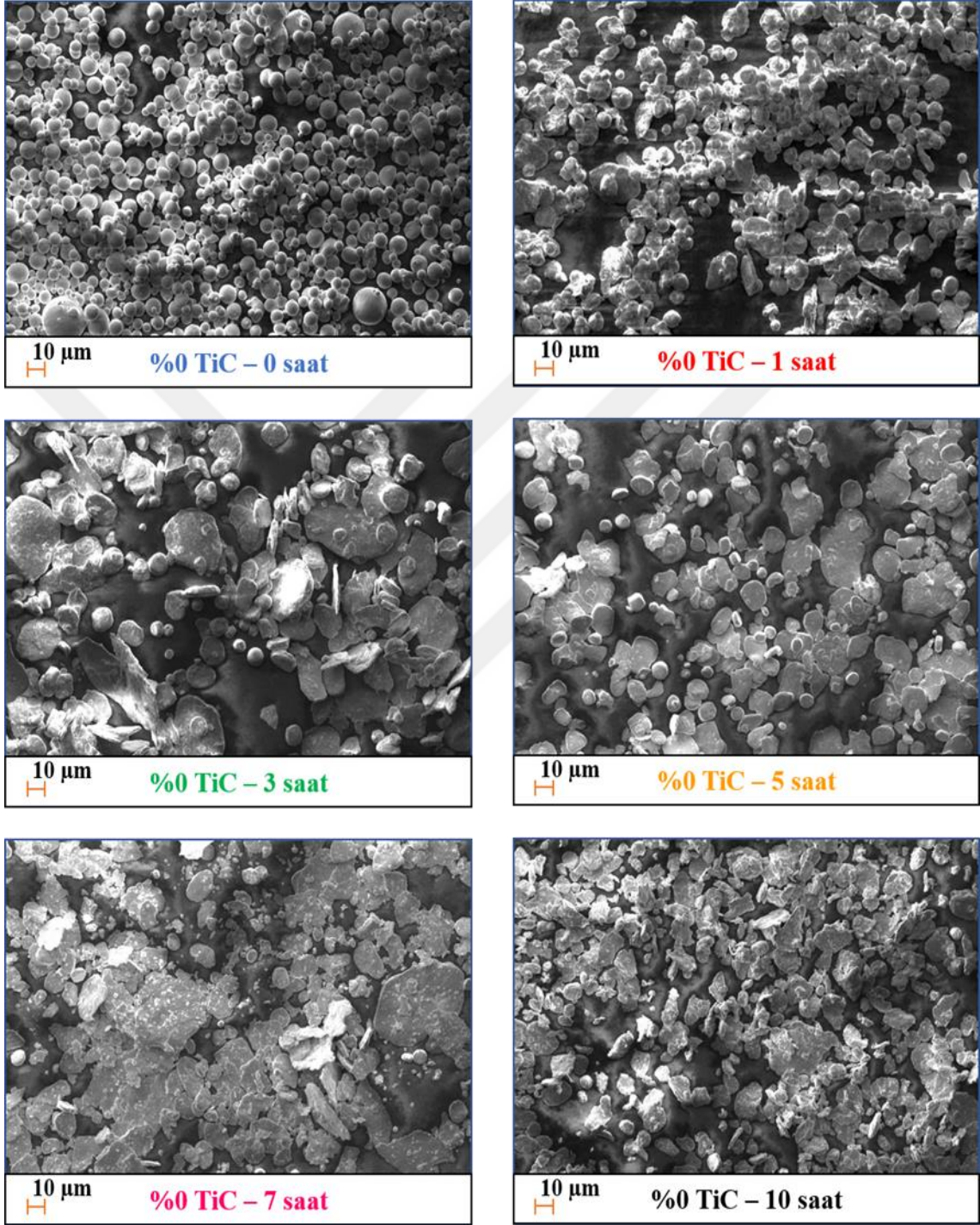


Şekil 9.5. Başlangıç tozları a) Takviyesiz 316L matris tozu b) TiC takviye tozu (Büyütme : 5000X)

Hem takviyesiz hem de kompozit toz morfolojilerinde ilk öğütme sürelerinde (0-1 saat) matris tozları genel olarak küresel şekli korumaktadır. Öğütmenin devam etmesiyle beraber 3 saatte bazı tozlar küresel formu korurken bazıları ise pulsu hale gelmeye başlamıştır. 5-7-10 saat aralığında ise %10 TiC kompozit tozunda pulsu toz oluşumu gerçekleşse de toz boyutu analizinde bahsedeceğimiz kesme etkisi davranışı daha etkindir. Bu durum öğütme sistemi içerisinde fazla miktarda kırılmış, düzensiz şekle sahip ve boyutsal olarak daha küçük toz parçacıklarının oluşmasına neden olmuştur. %0 (takviyesiz), %1 ve 3 TiC kompozit tozlarında ise 5-7 saat aralığında pulslanmış toz miktarının daha fazla olduğu görülmektedir. Özellikle takviyesiz matris toz boyutu analizine bakıldığında ortalama tane boyutu, yaklaşık 10 µm den 18 µm'ye yükselmiştir. Yapılan SEM analizlerinde ise parçacık kalınlığının bazı tozlarda 200-300 nm mertebesine indiği gözlemlenmiştir.

9.2.1. %0 TiC takviyeli tozların morfolojik analizi

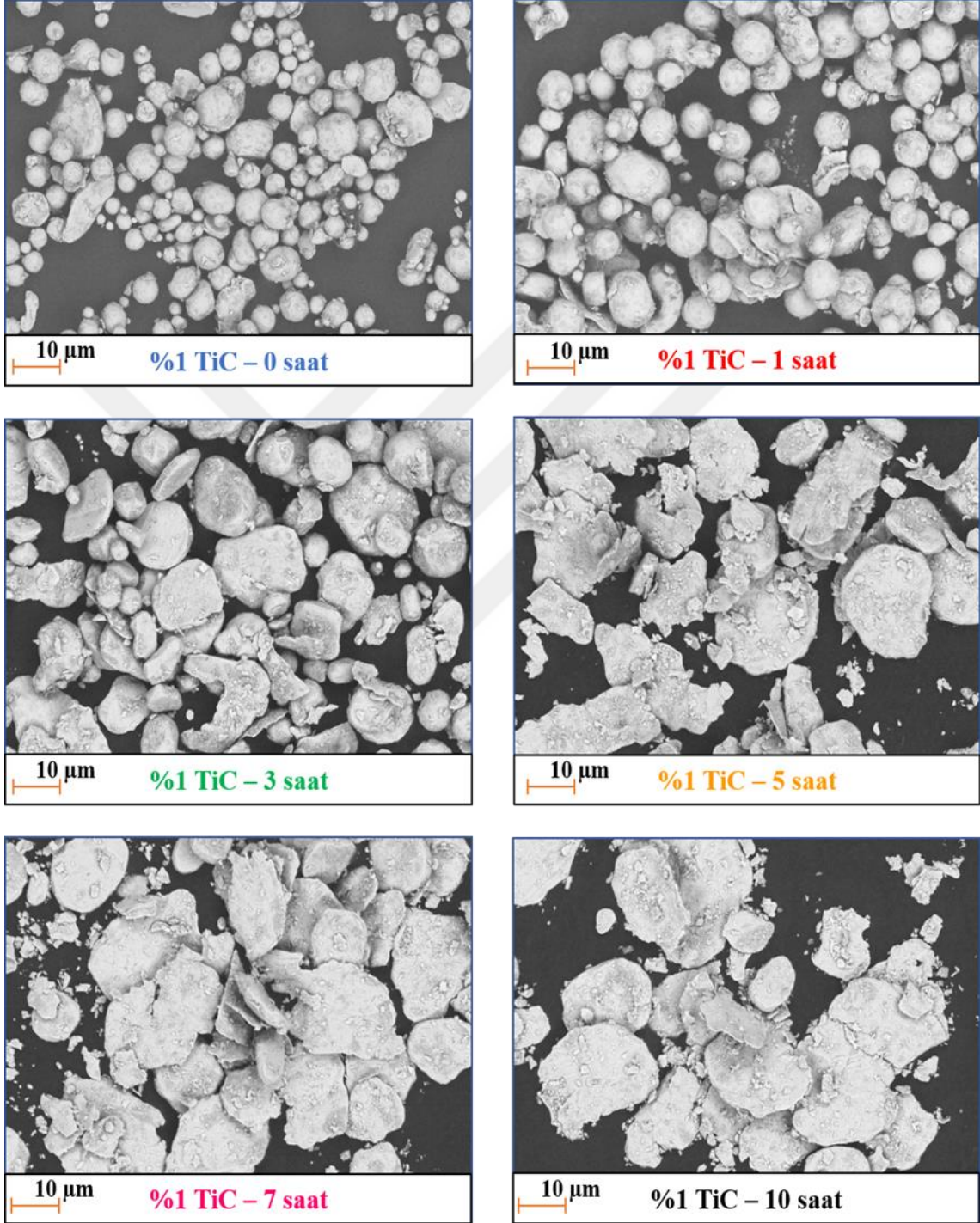
Takviyesiz %0 TiC tozlarının öğütme süresi ile değişimi şekil 9.6'da verilmiştir.



Şekil 9.6. %0 TiC tozlarında öğütme süresinin artması ile meydana gelen toz morfolojileri (Büyütme : 1000X)

9.2.2. %1 TiC takviyeli tozların morfolojik analizi

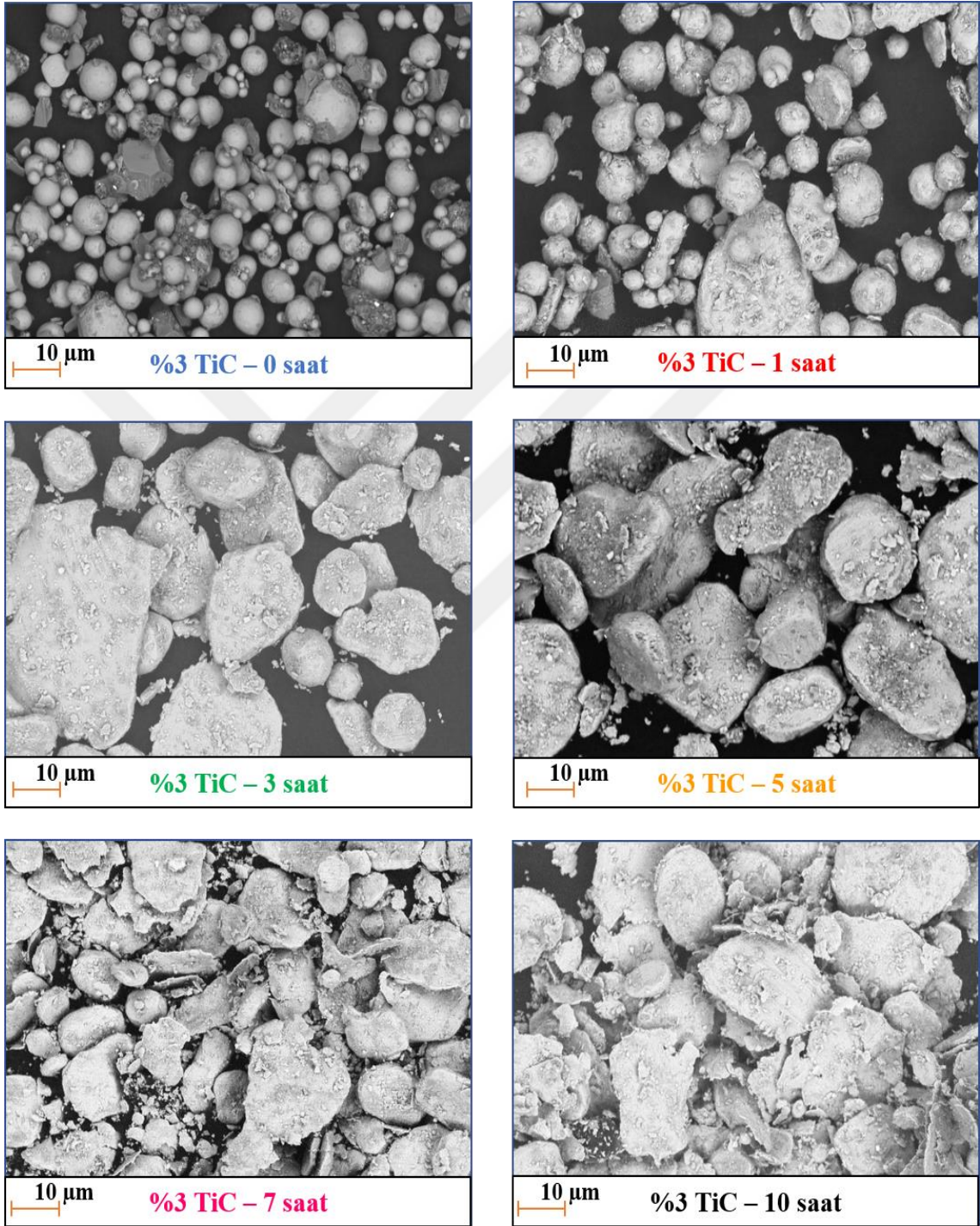
%1 TiC takviye edilmiş kompozit tozlarının öğütme süresi ile değişimi şekil 9.7’de verilmiştir.



Şekil 9.7. %1 TiC tozlarında öğütme süresinin artması ile meydana gelen toz morfolojileri (Büyütme : 3000X)

9.2.3. %3 TiC takviyeli tozların morfolojik analizi

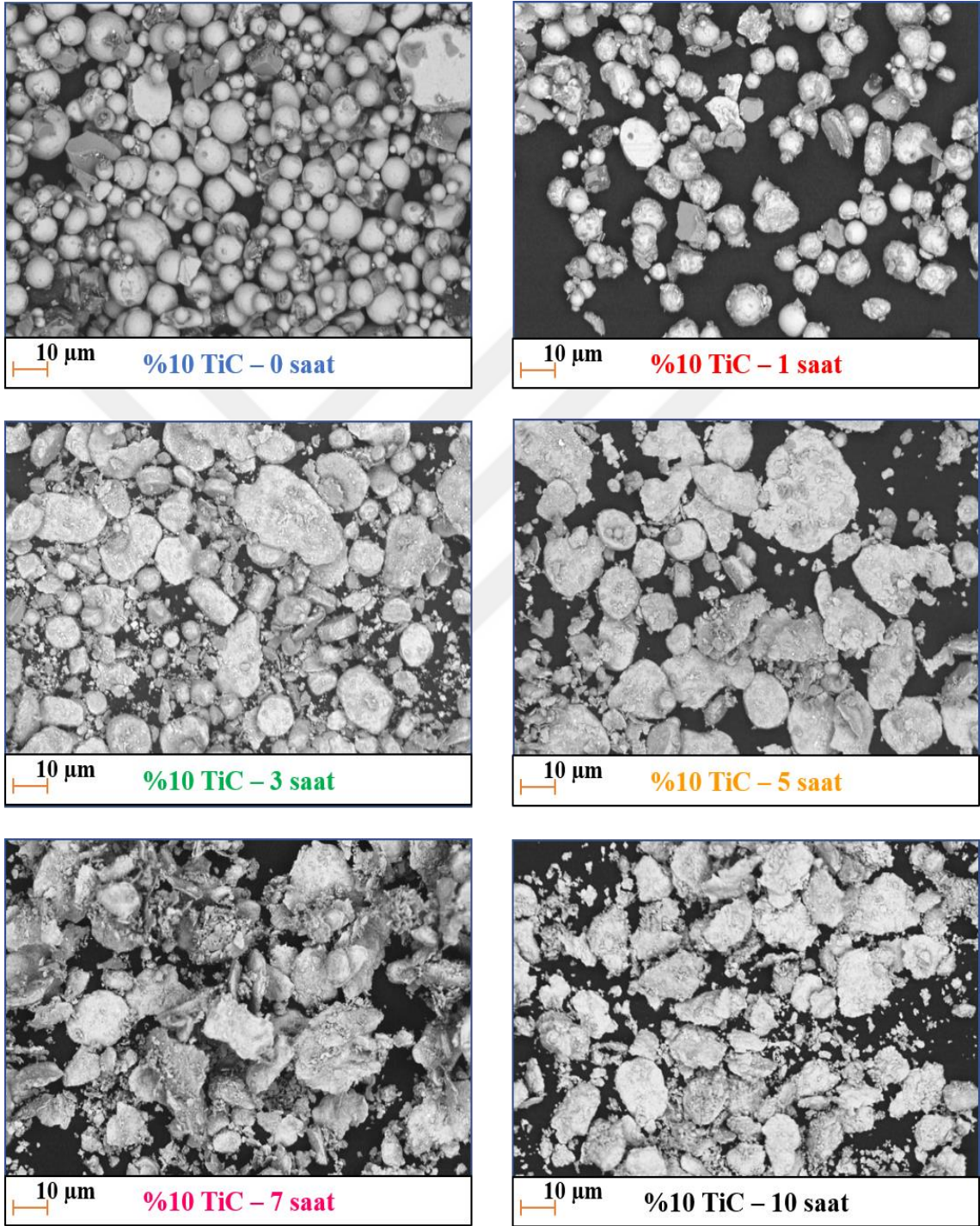
%3 TiC takviye edilmiş kompozit tozlarının öğütme süresi ile değişimi şekil 9.8’de verilmiştir.



Şekil 9.8. %3 TiC tozlarında öğütme süresinin artması ile meydana gelen toz morfolojileri (Büyütme : 3000X)

9.2.4. %10 TiC takviyeli tozların morfolojik analizi

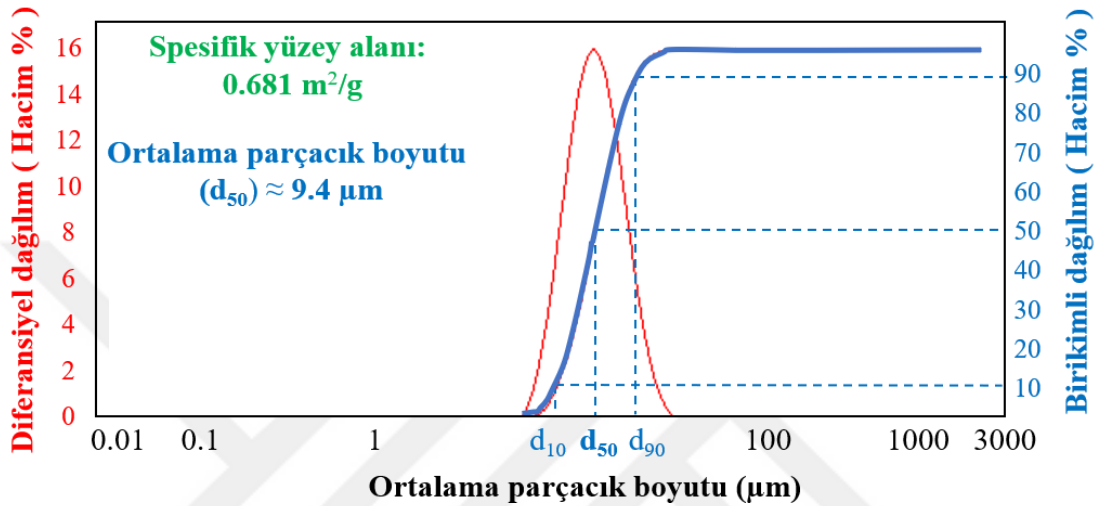
%10 TiC takviye edilmiş kompozit tozlarının öğütme süresi ile değişimi şekil 9.9'da verilmiştir.



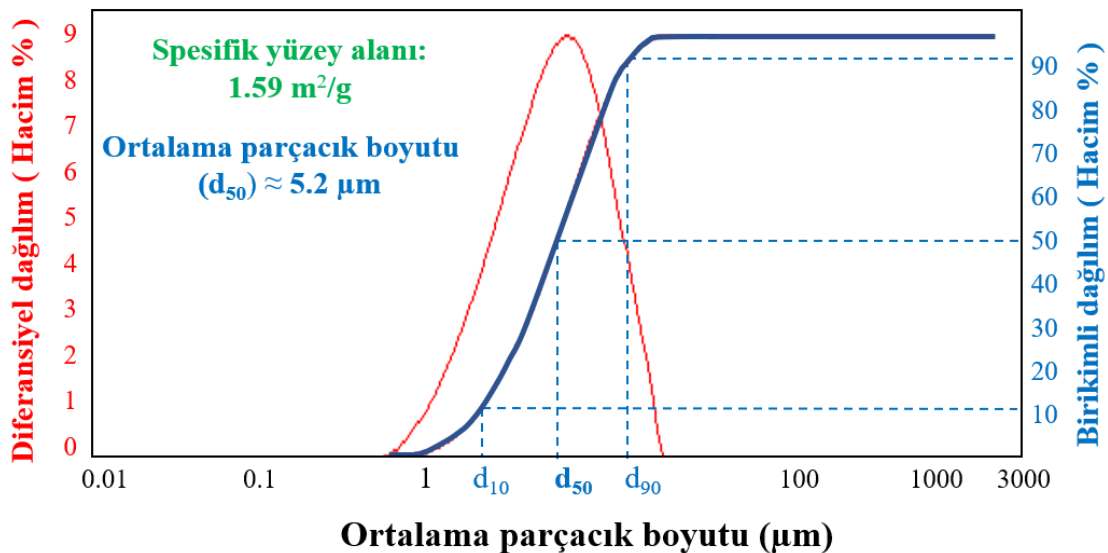
Şekil 9.9. %10 TiC tozlarında öğütme süresinin artması ile meydana gelen toz morfolojileri (Büyütme : 2000X)

9.3. Toz Boyutu Analizi

Bu bölümde öğütme süresi ve takviye oranına bağlı olarak toz boyutu ve spesifik yüzey alanı değerlerindeki değişim incelenmiştir. Her bir grubun kendi içinde ortalama parçacık boyutu (OPB) ve spesifik yüzey alanı (SYA) analizi yapıldıktan sonra takviye miktarı ve öğütme süresine bağlı olarak tüm grupların karşılaştırmalı analizi yapılmıştır.



Şekil 9.10. 316L başlangıç matris tozuna ait ortalama parçacık boyutu



Şekil 9.11. TiC başlangıç takviye tozuna ait ortalama parçacık boyutu

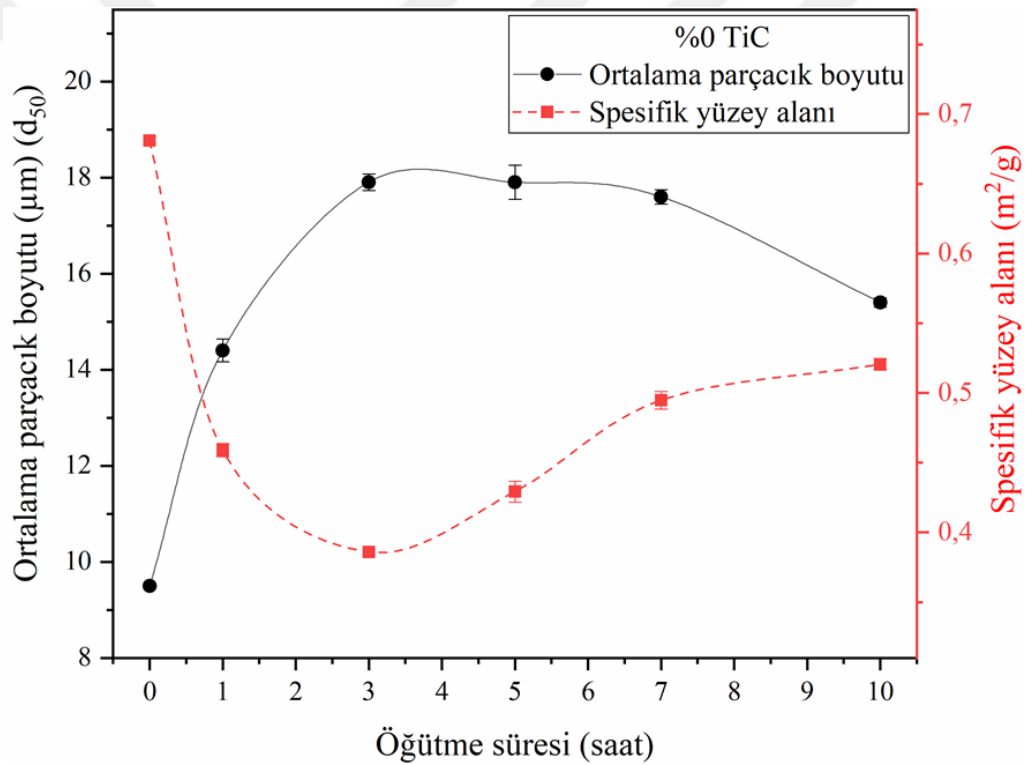
Mekanik alaşımlama işleminden sonra malzemenin her yönüyle homojen özellikler gösterebilmesi için aranan özelliklerden birisi, başlangıç tozlarının ortalama parçacık

boyutlarının birbirine yakın ve tek tip özellik (monomodal) göstermesidir. Şekil 9.10 ve şekil 9.11 incelendiğinde OPB değerlerinin birbirine yakın ve tek tip özellikte olduğu açıkça görülmektedir.

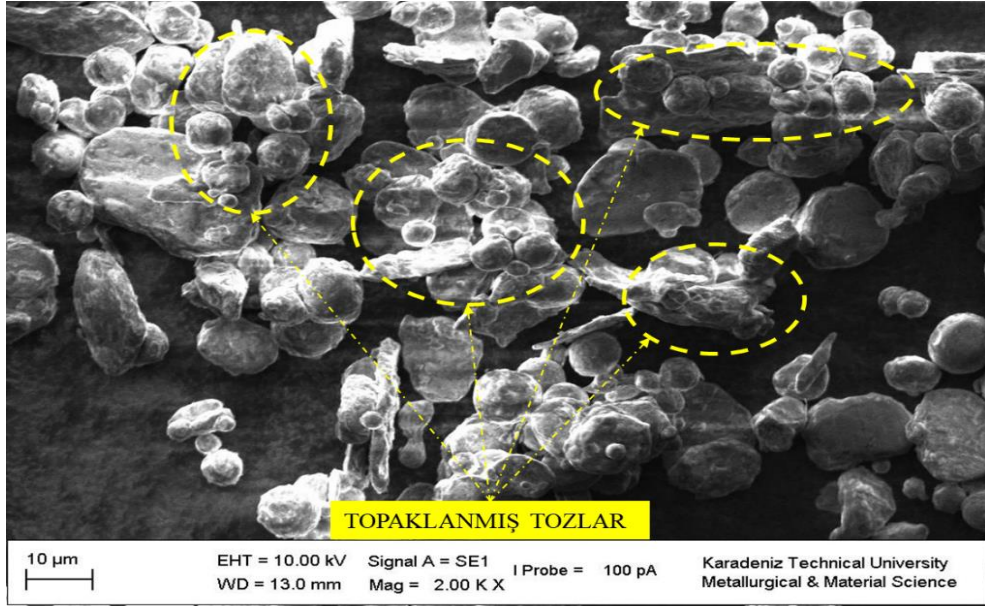
Ayrıca 24 farklı toz grubuna ait spesifik yüzey alanı ve toz boyutu analiz verileri aritmetik ortalamaları ve standart sapmaları [EK-2](#)'de gösterilmiştir.

9.3.1. Takviyesiz tozların parçacık boyutu analizi

Takviyesiz tozların OPB ve SYA değerlerine öğütme süresinin etkisi incelenmiştir. 1-3 saatlik öğütme sürelerinde OPB değeri yaklaşık 18 μm 'ye kadar çıkmış SYA ise başlangıçtaki değeri 0.681 den 0.386 m^2/g değerine sert düşüş göstermiştir.



Şekil 9.12. Öğütme süresi ile OPB ve SYA değerlerinin değişimi (TiC takviyesiz)

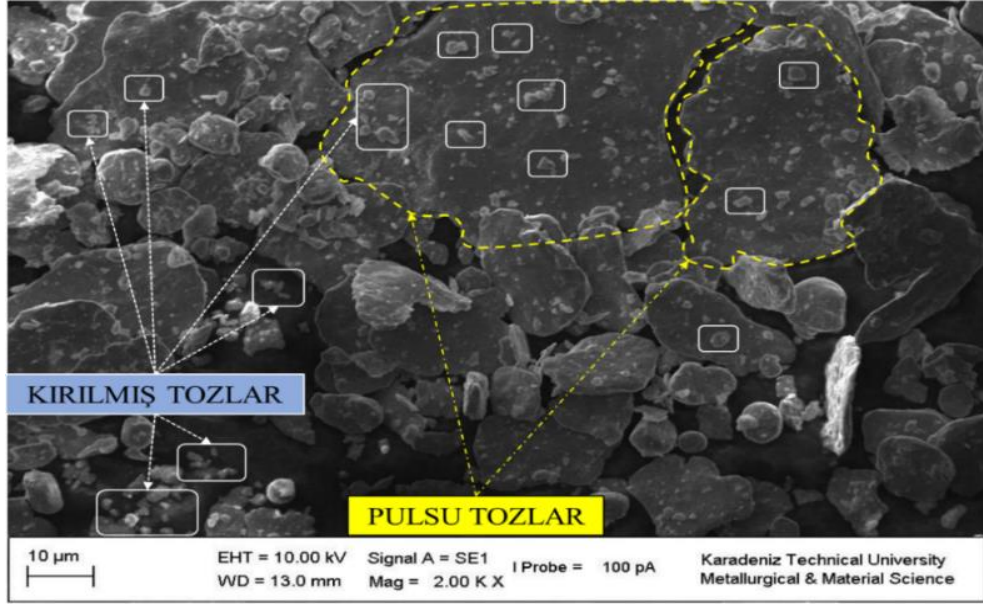


Şekil 9.13. Öğütme sonrası soğuk kaynaklanma nedeniyle tozlarında meydana gelen topaklanma (%0 TiC – 1 saat öğütme)

SYA değerindeki bu düşüşün ana nedeni işlem kontrol katkısı olarak kullanılan stearik asitin öğütmenin ilk safhalarında yüzey aktif özelliğini ortaya koyamaması sonucu tozların soğuk kaynaklanarak topaklanmasıdır. Çünkü bu katkıların ana görevi öğütme sırasında toz parçacıklarının yüzeyine adsorbe olmak ve toz parçacıkları arasında soğuk kaynağı en aza indirerek topaklaşmayı önlemektir (➔ 4.2.7. Öğütme işlem kontrol katkısı) fakat şekil 9.13'e bakıldığında 1 saatlik öğütme süresinde tozların topaklaştığı açıkça görülmektedir.

5-7 saatlik öğütme aralığında ise 316L sünek tozları stearik asitin etkisini göstermesiyle beraber kırılmaya başlamıştır. OPB değeri bu aşamada yatay seyretmiş olup en fazla 17.6 µm boyutuna düşmüş ve SYA değeri ise 0.495 m²/g değerine yükselmiştir.

OPB değeri neredeyse sabit iken SYA değerinin artmasının nedeni plastik deformasyonun devam etmesine bağlı olarak öğütme sisteminde kırılmış küçük toz taneleri oluşurken; büyük boyutlu pulsu parçacıkların sistemde varlığını devam ettirmesidir (Şekil 9.14).



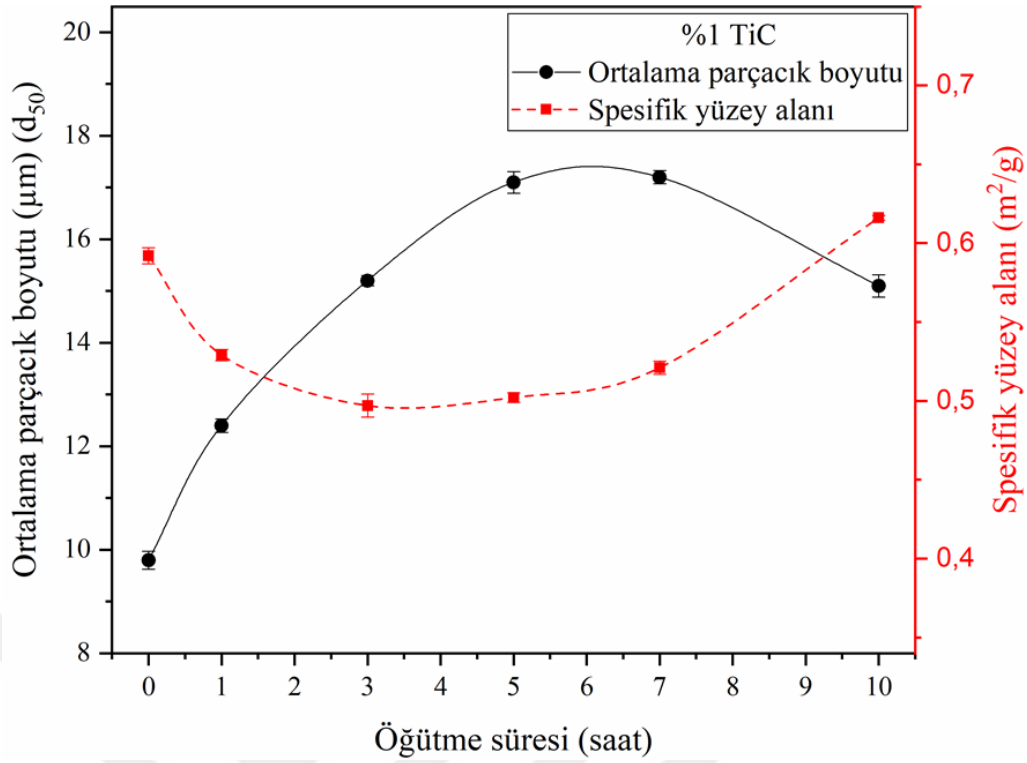
Şekil 9.14 Kırılmış küçük boyutlu ve pulşulaşmış büyük boyutlu tozlar (7 saatlik öğütme sonrası)

Son olarak 10 saatlik öğütme süresinde ise aşırı pekleşmeye bağlı olarak tozlar gevrekleşmiş ve küçük boyutlu parçacık oluşumu hızlanmıştır. Bu nedenle OPB değeri 15 µm ye, SYA değeri ise 0.521 m²/g değerine yükselmiştir.

9.3.2. %1 TiC takviyeli tozların parçacık boyutu analizi

Bu kısımdan itibaren takviye tozları da sisteme dahil edildiği için özellik değişiminde hem öğütme süresi hem takviye malzemesinin ağırlıkça oranı birlikte ele alınmıştır. Çünkü TiC takviye malzemesinin başlangıç OPB değeri 316L matris tozlarına göre yakalaşık iki kat düşük iken SYA değeri iki katından yüksektir (Şekil 9.10 ve şekil 9.11).

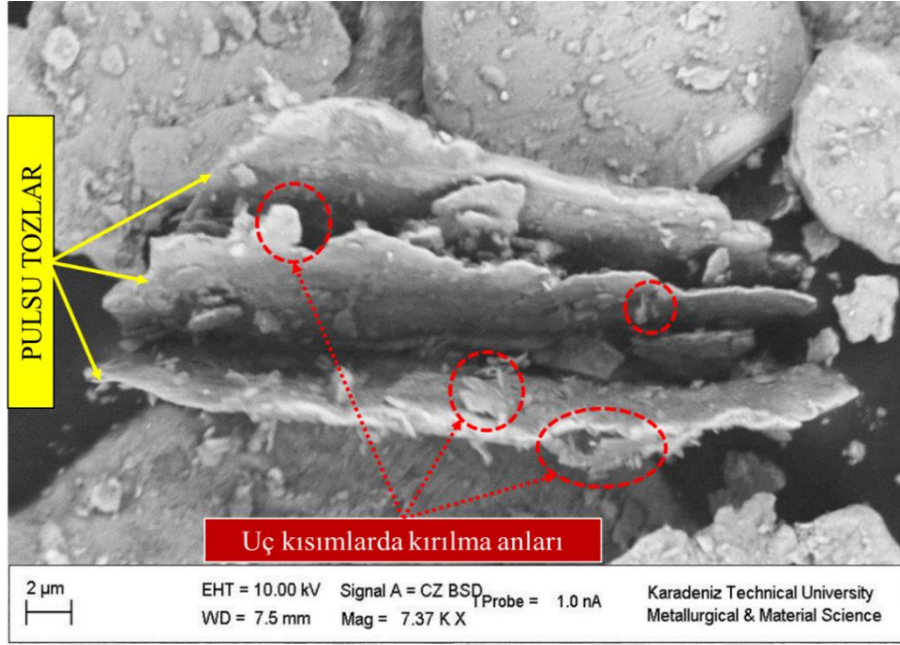
Dolayısıyla TiC parçacıklarının öğütme sonrası kompozit tozların OPB değerini düşürmesi ve SYA değerini yükseltmesi beklenir fakat %1 TiC tozlarının 0 saat (3dk önkariştirilmiş) öğütme süresinde ağırlıkça oranının düşük olması (%1) nedeniyle OPB değerine beklenen etkiyi yapamamıştır.



Şekil 9.15. Öğütme süresi ile OPB ve SYA değerlerinin değişimi (%1 TiC takviyeli)

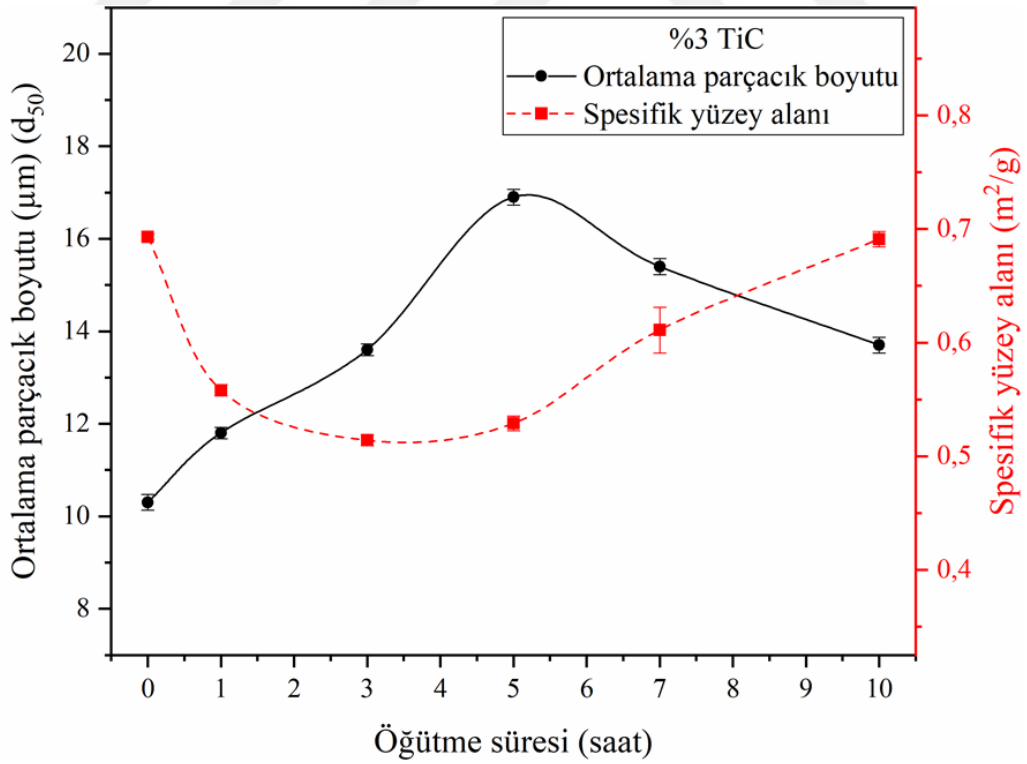
SYA değerine bakıldığında ise başlangıçta $0.592 \text{ m}^2/\text{g}$ olarak ölçülmüştür. SYA değerinin takviyesiz 316L tozlarına göre düşük çıkmasının nedeni ise 3 dk lık kısa öğütmenin bile sistemde var olan TiC parçacıklarını matris içerisine gömerek tozu genişletmesidir.

1-7 saatlik öğütme süresinde incelendiğinde 7 saatlik öğütme süresine kadar OPB değeri pulsu tozların miktarının artması ile 17.6 µm ye kadar artarken SYA değeri 3 saatlik öğütme süresinde $0.497 \text{ m}^2/\text{g}$ ye düşmüş ve sonrasında yatay seyretmiştir ($0.502 \text{ m}^2/\text{g}$ ve $0.521 \text{ m}^2/\text{g}$) tam bu aşamadaki hafif artışın nedeni deformasyonun etkisinin artması ile pulsu tozların uç kısımlarından kırılmaya başlamasıdır (Şekil 9.16). 10 saatlik öğütme süresinde beklendiği gibi OPB değerinin 15.1 µm ye düşmesi ile SYA değeri artmıştır ($0.616 \text{ m}^2/\text{g}$).



Şekil 9.16. %1 TiC pulsu kompozit tozları (enine kesit) ve tozların uç kısımlarında meydana gelen kırılmalar (7 saatlik öğütme sonrası)

9.3.3. %3 TiC takviyeli tozların parçacık boyutu analizi

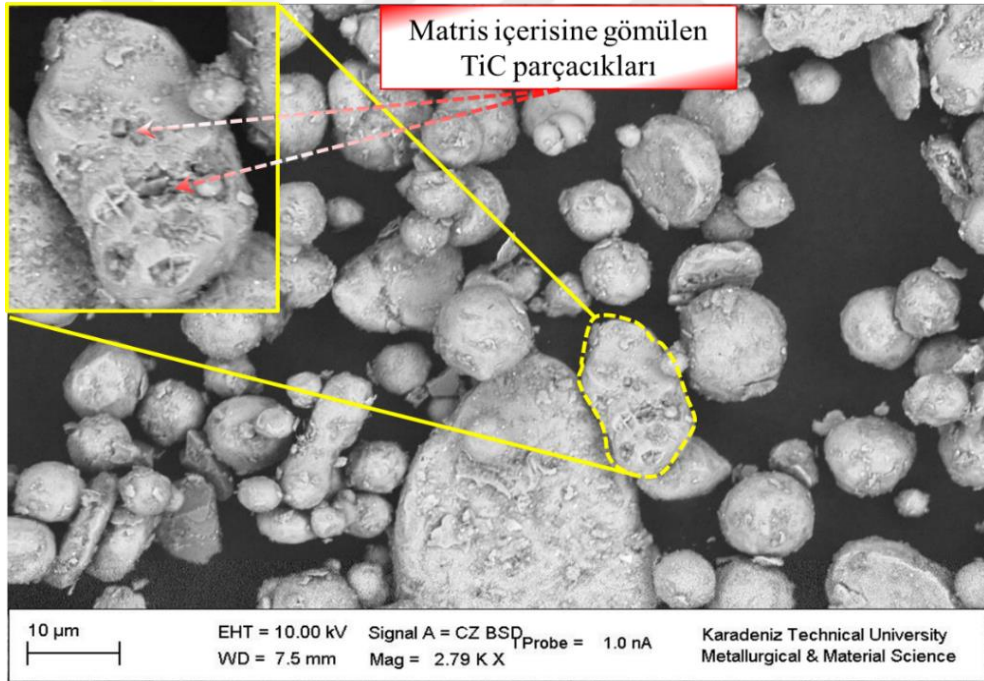


Şekil 9.17. Öğütme süresi ile OPB ve SYA değerlerinin değişimi (%3 TiC takviyeli)

Kompozit tozlarda takviye miktarı biraz daha artarak ağırlıkça %3 e yükselmiştir. %3 TiC kompozit tozlarının OPB ve SYA grafiğine bakıldığında %1 TiC kompozit tozları ile benzer karakteristik özellikler sergilediği açıkça görülmektedir. Takviye miktarı oranlarının birbirine yakın olmasının bu duruma neden olduğu tahmin edilmektedir.

1 saatlik öğütme süresi sonrası OPB değeri hafif artış göstermiş, SYA ise 0.558 m²/g değerine sert düşüş göstermiştir. Bu durum takviye miktarının biraz daha fazla olmasına bağlanabilir. Çünkü TiC parçacıklarının oranı arttıkça matris içerisine gömülen miktarda artmış ve sahip olduğu kendi spesifik yüzey alanını kaybetmiştir (Şekil 9.18).

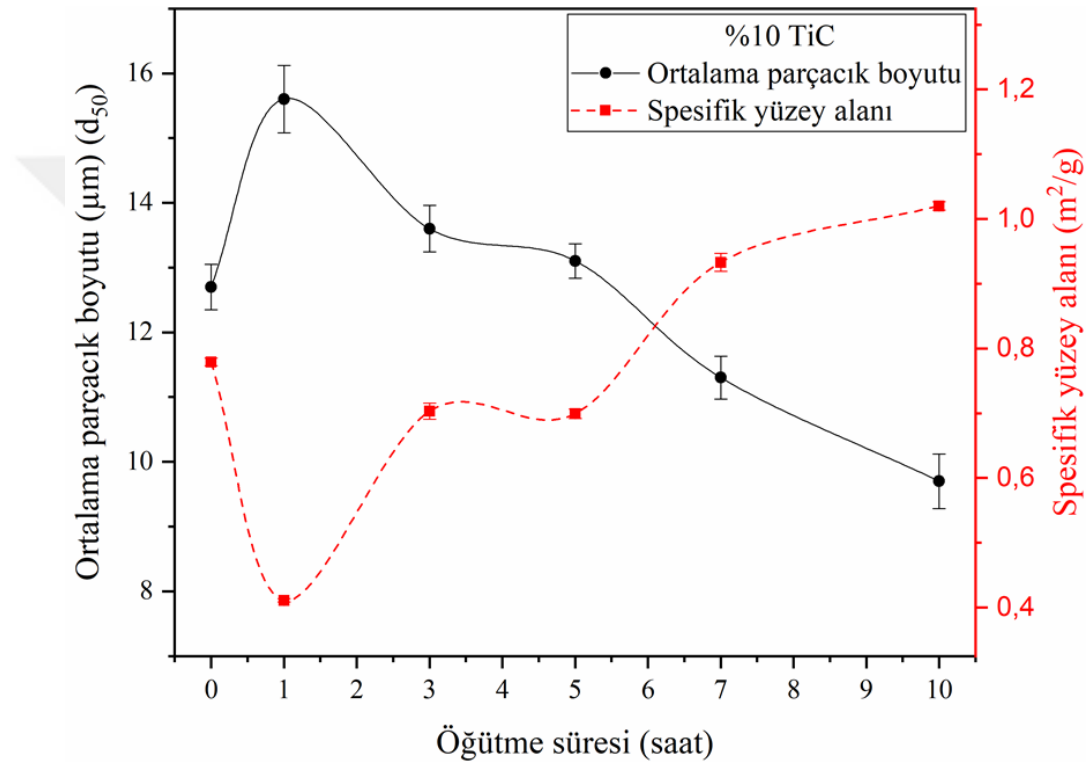
Diğer yandan 7 ve 10 saatlik öğütme süresi sonrası pulsu yapıları daha hızlı kırılmıştır. Böylece küçük tozların öğütme sistemindeki miktarı artmış ve OPB değerini 13.7 µm ye, SYA yı ise 0.701 m²/g değerine çıkarmıştır . Bu durumun benzeri %10 TiC kompozit tozlarında daha net bir şekilde gözükmektedir (Şekil 9.20).



Şekil 9.18. %3 TiC kompozit tozlarında TiC parçacıklarının matris tozu içerisine gömülmesi (1 saatlik öğütme sonrası)

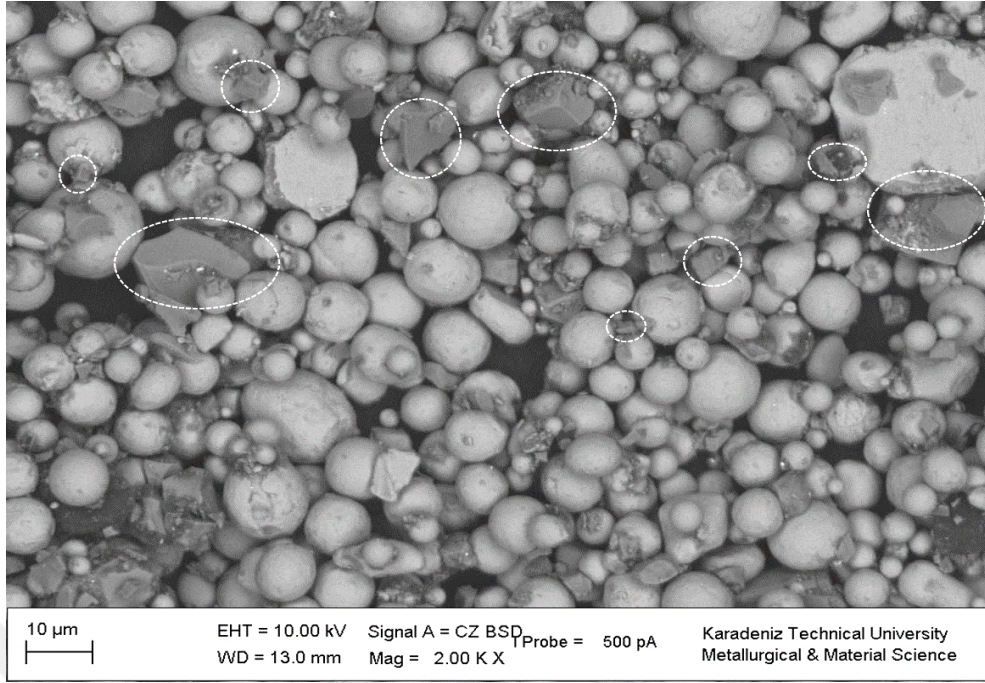
9.3.4. %10 TiC takviyeli tozların parçacık boyutu analizi

Şekil 9.19'dan anlaşılacağı üzere %10 TiC kompozit toz grubu kendinden önceki gruplardan çok farklı karakteristik özellik göstermiştir. OPB değeri ilk 1 saatlik öğütme süresinde hızlı bir şekilde artmış (15.6 μm) ve ondan sonraki tüm öğütme sürelerinde 9.7 μm değerine kadar düşmüştür. Buna paralel olarak SYA değeri ilk 1 saatlik öğütme süresinde hızlı bir şekilde düşmüş (0.410 m^2/g) ve ondan sonraki tüm öğütme sürelerinde 1.02 m^2/g değerine kadar artmıştır.



Şekil 9.19. Öğütme süresi ile OPB ve SYA değerlerinin değişimi (%10 TiC takviyeli)

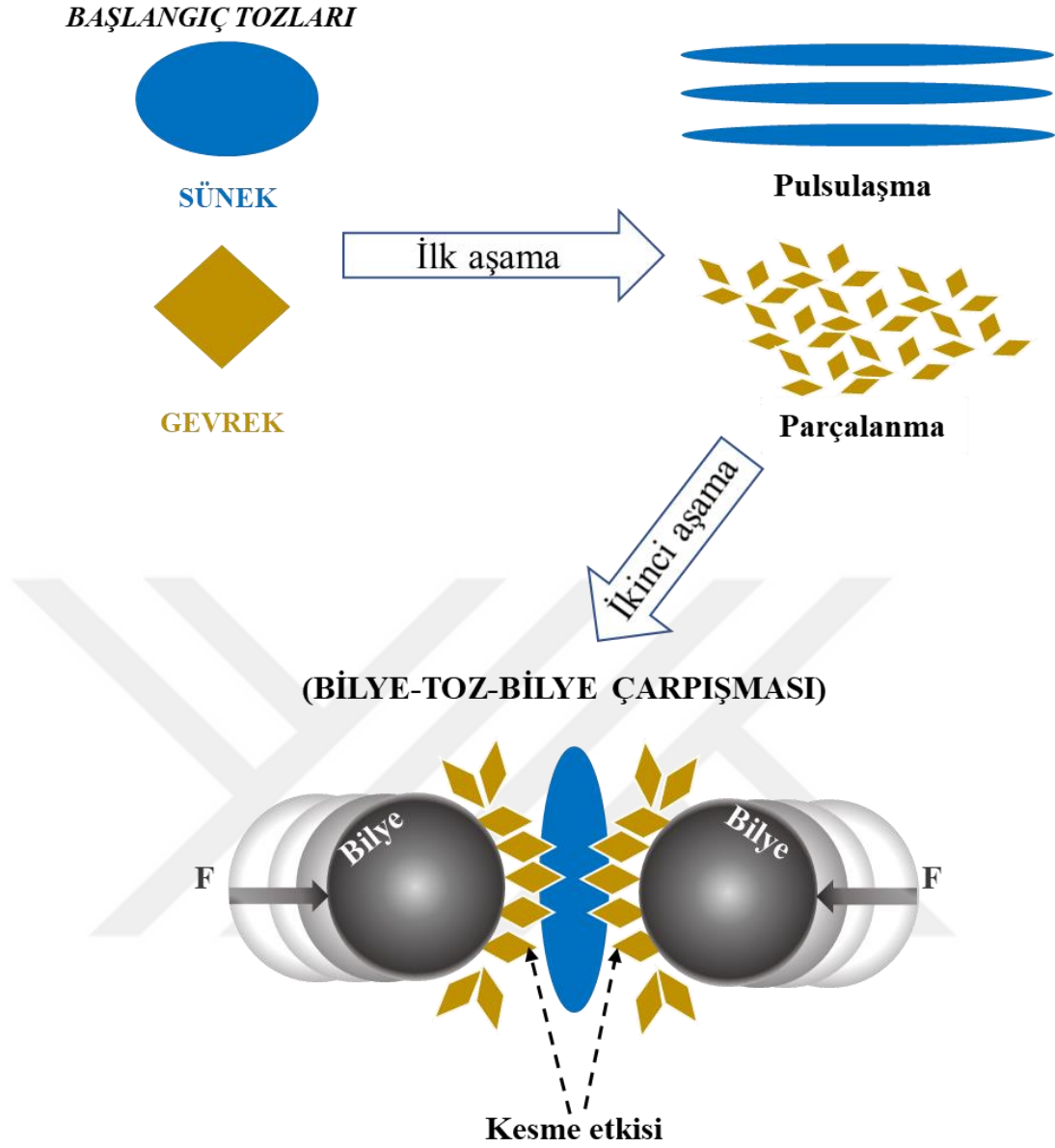
Öğütmenin ilk safhalarında (1 saatlik öğütme süresi) sistemde çok fazla bulunan TiC parçacıklarının büyük bir kısmı 316L matrisinin içerisine gömülmüş ve tozların hacimce genişlemesine neden olmuştur. Böylece OPB artmış fakat hem soğuk kaynaklanmanın etkisi hem de TiC parçacıklarının başlangıç tozlarında sahip olduğu yüzey alanlarını matris içerisine gömülerek kaybetmesi ile SYA değeri yaklaşık %50 oranında düşerek 0.410 m^2/g olmuştur.



Şekil 9.20. %10 TiC kompozit tozlarda bulunan yüksek miktardaki TiC parçacıklarının görünümü (3dk ön karıştırılmış)

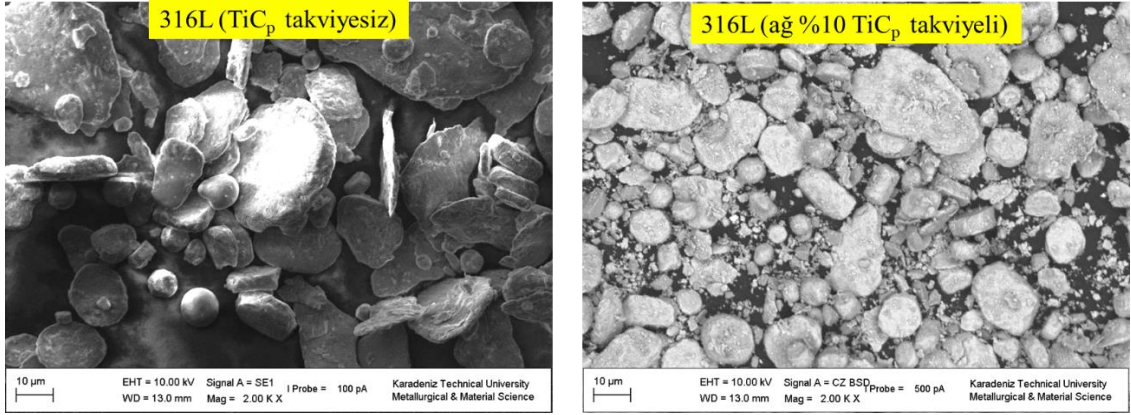
Sünek tozların yanında gevrek olan TiC parçacıkları sistem içerisinde yüksek oranda bulunmaktadır (Şekil 9.21). Bu durumu lehine çeviren gevrek takviye tozu olan TiC yüksek sertliğe sahip olduğundan dolayı öğütme sisteminde deformasyonu sağlayan bilyeler gibi davranmış ve deformasyon hızını arttırmıştır hem de köşeli şeklinden dolayı “kesme etkisi (cutting effect)” davranışını sergileyerek matrisin parçalanma oranını yükseltmiştir. Böylece kompozit tozların OPB değerinin hızla düşmesine neden olmuştur.

Kesme etkisi (şekil 9.21), öğütme sisteminde keskin köşelere sahip gevrek takviye tozunun miktarı arttıkça matris tozunun parçalanma eğiliminin yükselmesidir (Varol ve Canakci, 2013). Sonuç olarak 7-10 saatlik öğütmelerde OBP değeri hızla düşerken (9.7 μm) SYA değeri hızla yükselmiştir (1.02 m^2/g).



Şekil 9.21. Gevrek partikül sayısının sistemde fazla olması sonucu öğütme sisteminde meydana gelen “kesme etkisi” davranışı

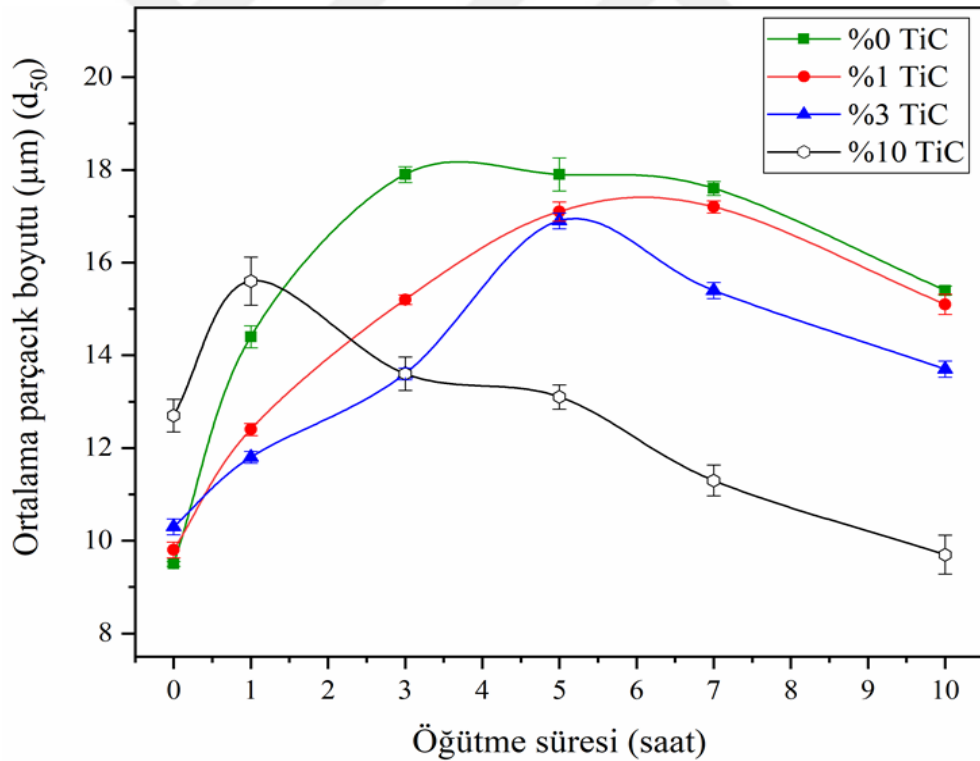
Kompozit tozlarda kesme etkisi şekil 9.22’de net şekilde görülmektedir. Katkısız olan 316L tozları 3 saatlik öğütme sonrası sistemde kırılma çok az iken, aynı öğütme süresi değerinde %10 TiC takviyeli kompozit tozları daha fazla kırılmıştır.



Şekil 9.22. Takviyesiz 316L tozları ile %10 TiC takviyeli kompozit tozlarının morfolojisi (3 saatlik öğütme sonrası)

9.3.5. Parçacık boyutu ve spesifik yüzey alanı üzerine takviye oranının etkisi

Bu bölümde kompozit tozlarda takviye miktarı ve öğütme süresi arttıkça OPB ve SYA değişimleri incelenmiştir.

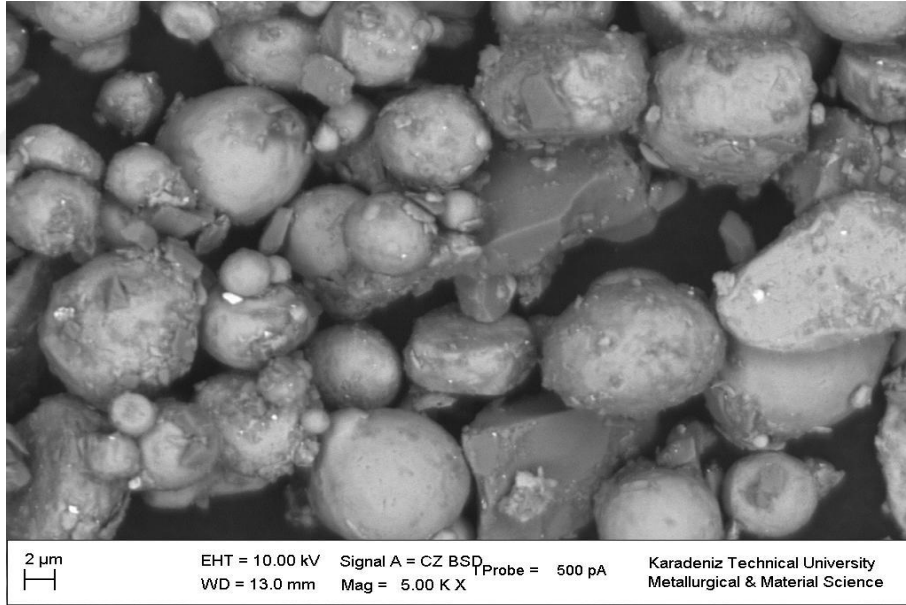


Şekil 9.23. Takviye oranı ve öğütme süresindeki artışın ortalama parçacık boyutuna (d₅₀) etkisi

OPB (d_{50}) değerlerine bakıldığında beklendiği gibi takviyesiz 316L tozlarının pulsu yapı oluşturma eğilimi yüksektir. Çünkü öğütme sisteminde gevrek tozlar, pulsu yapı oluşmaya başladığında şekil 9.21’de bahsedilen kesme etkisi davranışından dolayı kesit daralmasındaki maksimum seviyeye izin vermemektedir.

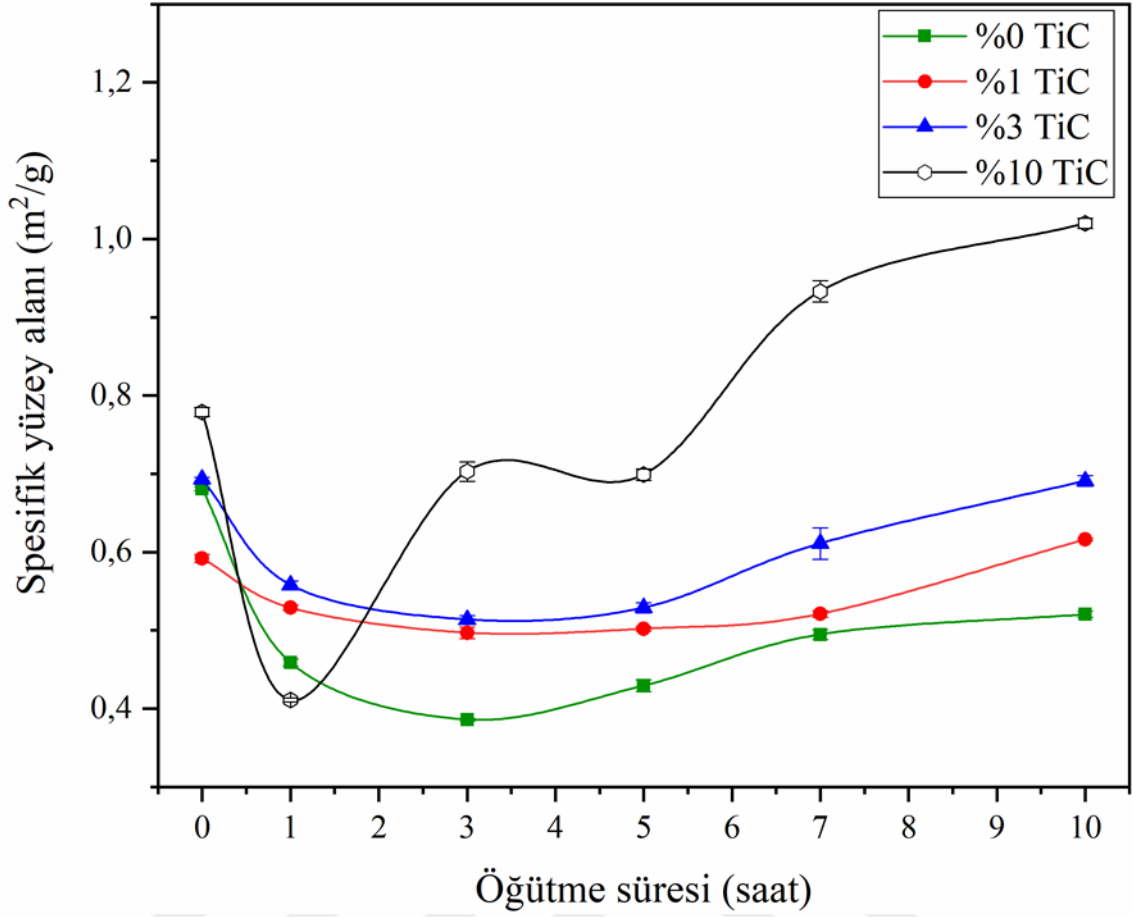
Diğer bir deyişle tozlar belli bir seviyeye kadar pulsulaşır ve daha sonra kırılırlar. Şekil 9.23’e bakıldığında takviye oranı arttıkça OPB değerinin düşmesi bu yaklaşımı desteklemektedir.

Öte yandan çok kısa olan 0 ve 1 saatlik öğütme süresinde %10 TiC takviyeli tozların OPB değerinin diğer toz gruplarına nispeten yüksek çıktığı görülmektedir. Bunun sebebi, TiC parçacıklarının matris tozları üzerindeki kesme etkisi davranışını öğütme süresinin çok kısa olmasından dolayı sergileyememesidir. Sistemde fazla miktarda bulunan TiC parçacıkları bu etkiyi oluşturamadığı için matris içerisine gömülmüş ve matrisin toz hacminin artmasına neden olmuştur dolayısıyla bu durum da toz boyutunun artmasına neden olmuştur (Şekil 9.24).



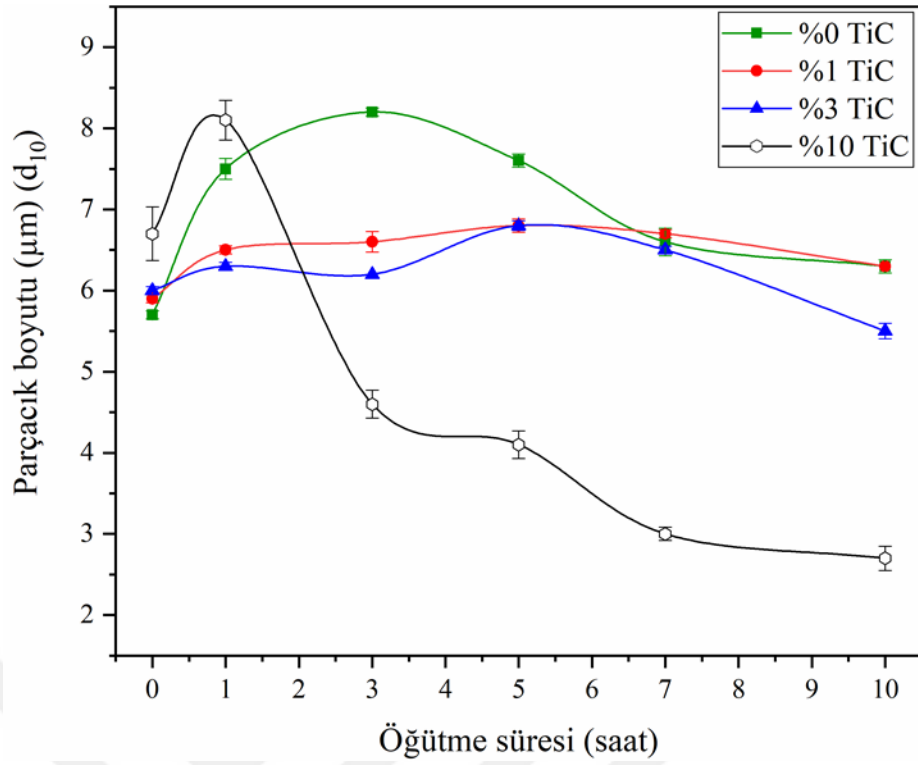
Şekil 9.24. 316L matris tozları içerisine gömülen yüksek orandaki TiC parçacıkları (%10 TiC, 1 saatlik öğütme sonrası)

Bunun yanında şekil 9.25 incelendiğinde yüksek yüzey alanına sahip olan TiC parçacıkları matris içerisine gömülerek kendi yüzey alanlarını kaybettiği için spesifik yüzey alanı değeri de sert şekilde düşmüştür. Daha sonra hem bilyelerin deformasyon etkisi hem de kesme etkisi birleşmiş ve tozların spesifik yüzey alanını yaklaşık iki katına çıkarmışlardır.

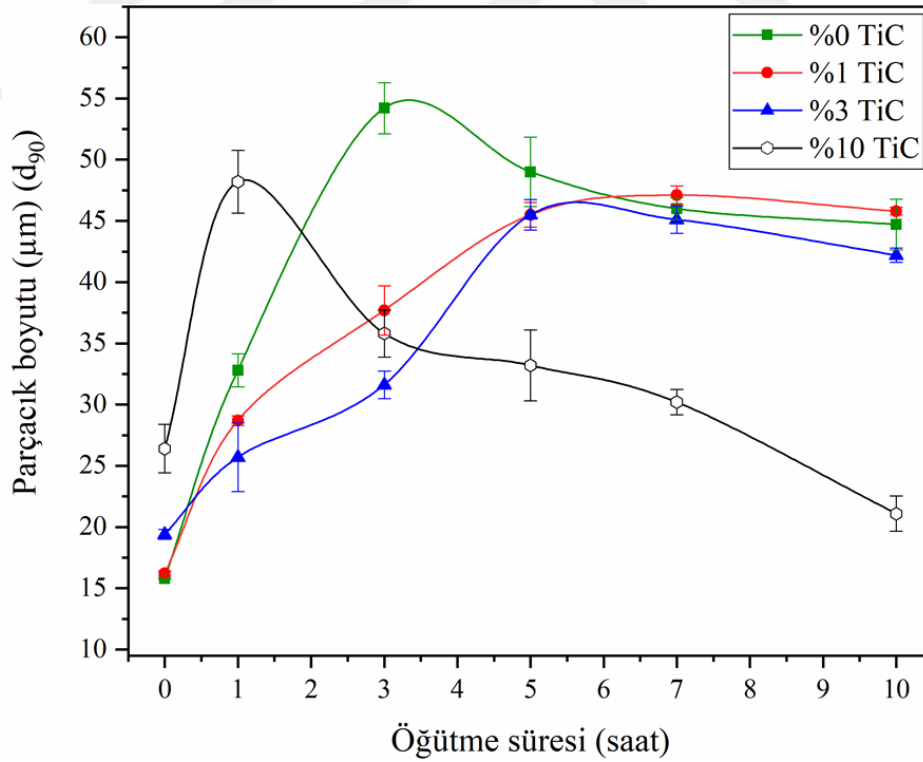


Şekil 9.25. Takviye oranı ve öğütme süresindeki artışın spesifik yüzey alanına etkisi

TiC oranının artışı ile ortalama parçacık boyutu (d_{50}) üzerindeki meydana gelen değişimlerin, d_{10} ve d_{90} değerleri ile benzer olduğu gözlemlenmiştir. Farklı öğütme süreleri sonrasında takviyesiz ve kompozit tozların d_{10} ve d_{90} toz boyutu aralıkları şekil 9.26 ve şekil 9.27’de gösterilmiştir. Bu şekillerden ortalama toz boyutundan farklı olarak oluşan minimum parçacık boyutu ve maksimum boyutlu parçacık boyutları gözlemlenebilmektedir.



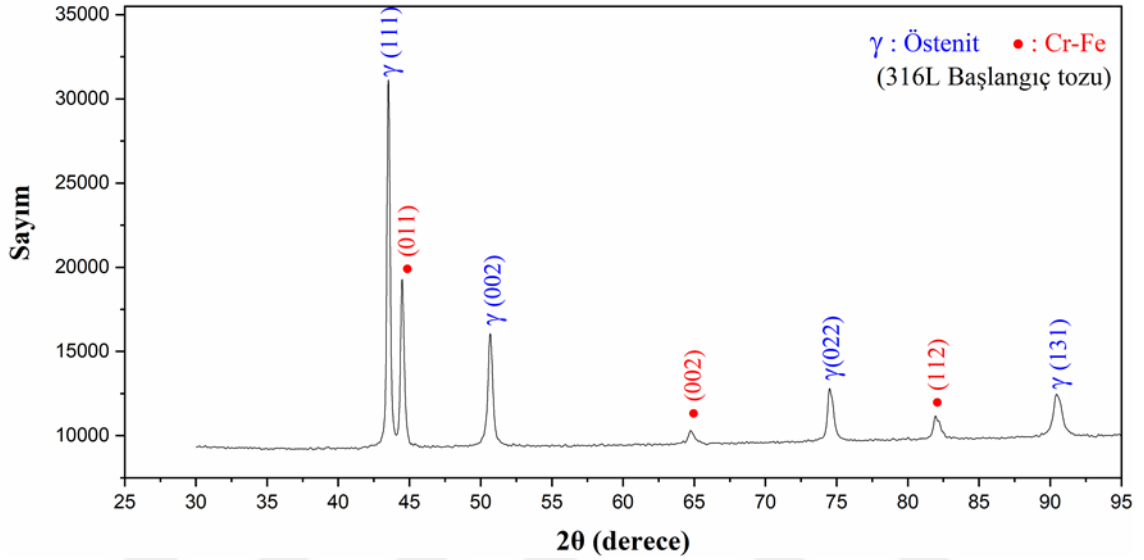
Şekil.9.26. Takviye oranı ve öğütme süresindeki artışın parçacık boyutuna (d_{10}) etkisi



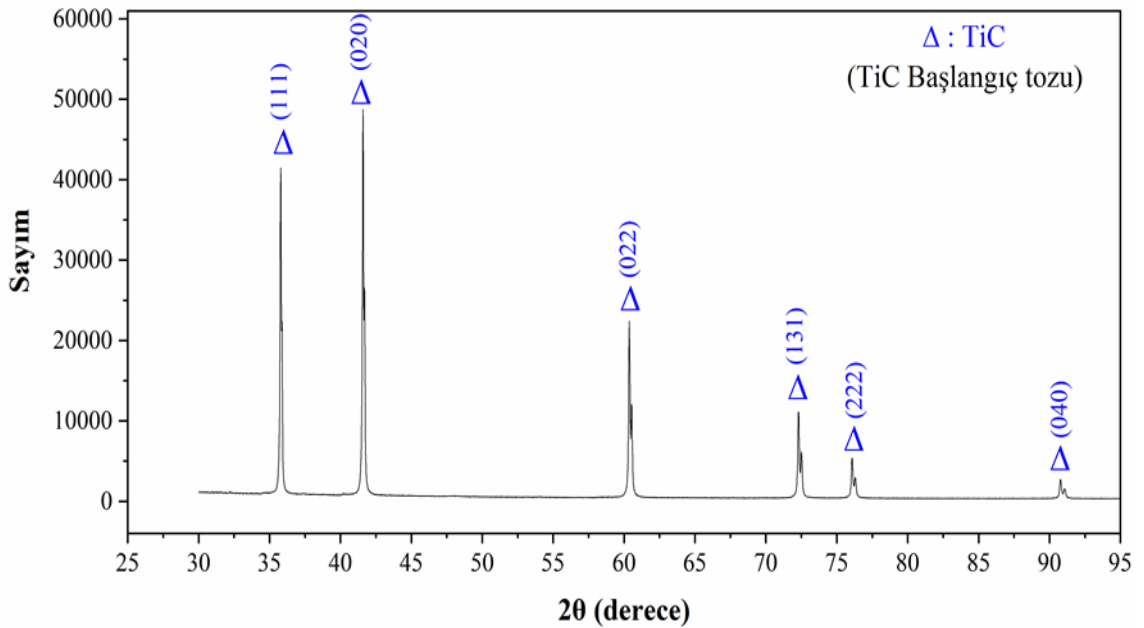
Şekil 9.27. Takviye oranı ve öğütme süresindeki artışın parçacık boyutuna (d_{90}) etkisi

9.4. Kristalografik Karakterizasyon

Bu bölümde tozların kristalografik özellikleri üzerine öğütme süresi ve takviye oranının etkisi incelenmiş ve bu özelliklerin birbiri içinde kıyaslanabilmesi için başlangıç (öğütülmemiş) tozlarının XRD analizi yapılmıştır. Başlangıç 316L matris ve TiC takviye tozlarının X-ışını kırınım desenleri sırasıyla Şekil 9.28 ve şekil 9.29 gösterilmektedir.



Şekil 9.28. Östenitik 316L başlangıç tozlarına ait X-ışını kırınım deseni



Şekil 9.29. Hegzagonal TiC başlangıç tozlarına ait X-ışını kırınım deseni

316L çeliği içerisinde Cr ve Ni alaşım elementlerinin toplam oranı ağırlık %26-32 arasında değişmektedir ve çizelge 9.2’de görüldüğü üzere demir içerisinde çözünmüş olan Cr ve Ni elementlerinin X-ışını kırınım açıları Fe elementi ile çok yakındır. Bundan dolayı Cr ve Ni pikleri Fe piki ile çakıştığından x-ışını kırınım deseninde net bir şekilde ayırt edilememektedir.

Çizelge 9.2. Başlangıç tozlarına ait referans kartları ve pik listesi

	No	h	k	l	d (Å)	2θ (derece)	Sayım (%)	Referans Kart
Fe (Östenit)	i	1	1	1	2.08077	43.456	100	ICDD:98-018-6833
	ii	0	0	2	1.80200	50.614	45.3	
	iii	0	2	2	1.27421	74.390	23.2	
Cr-Fe	i	0	1	1	203.505	44.484	100	ICDD:98-062-5865
	ii	0	0	2	143.900	64.729	13.5	
	iii	1	2	2	117.494	81.932	24.2	
Cr	i	1	1	0	2.0392	44.387	100	ICDD:97-006-4711
	ii	2	0	0	1.4420	64.580	13.3	
	iii	2	1	1	1.1773	81.728	23.7	
Ni	i	1	1	1	2.0344	44.499	100	ICDD: 97-064-6087
	ii	2	0	0	1.7618	51.853	45.6	
	iii	2	2	0	1.2458	76.388	23.8	
TiC	i	1	1	1	2.50801	35.773	88.9	ICDD:98-009-3504
	ii	0	0	2	2.17200	41.544	100	
	iii	0	2	2	1.53584	60.205	54.4	
	iv	1	1	3	1.30977	72.047	28.4	
	v	2	2	2	1.25400	75.798	16.1	

Başlangıç 316L tozlarına yazılım yardımı ile yapılan rietveld analizi sonrası Cr ve Fe nin beraber kırınım gösterdiği pikler “kromlu-çelik (chromium iron)” kartı ile tanımlanmıştır. Rietveld analizi [EK-3](#)’de gösterilmiştir.

Kristalografik karakterizasyon sonuçlarına geçmeden önce öğütülmüş tozların XRD analizinde beklenen genel durumlar maddeler halinde verilmiştir.

- Öğütme süresi arttıkça pik sayımının (pik şiddeti) azalması
- Öğütme süresi arttıkça pik genişliğinin artması

- Öğütme süresi ve takviye miktarı arttıkça istenmeyen oksit, nitrür ve karbür çökeltilerinin oluşumu.

Ayrıca bu bölümde her toz grubunun kristalografik analizleri ayrı başlıklar halinde incelenmiş olup bölüm sonunda öğütme süresi ve takviye oranı artışı ile kristalografik özelliklerinin değişimi verilmiştir.

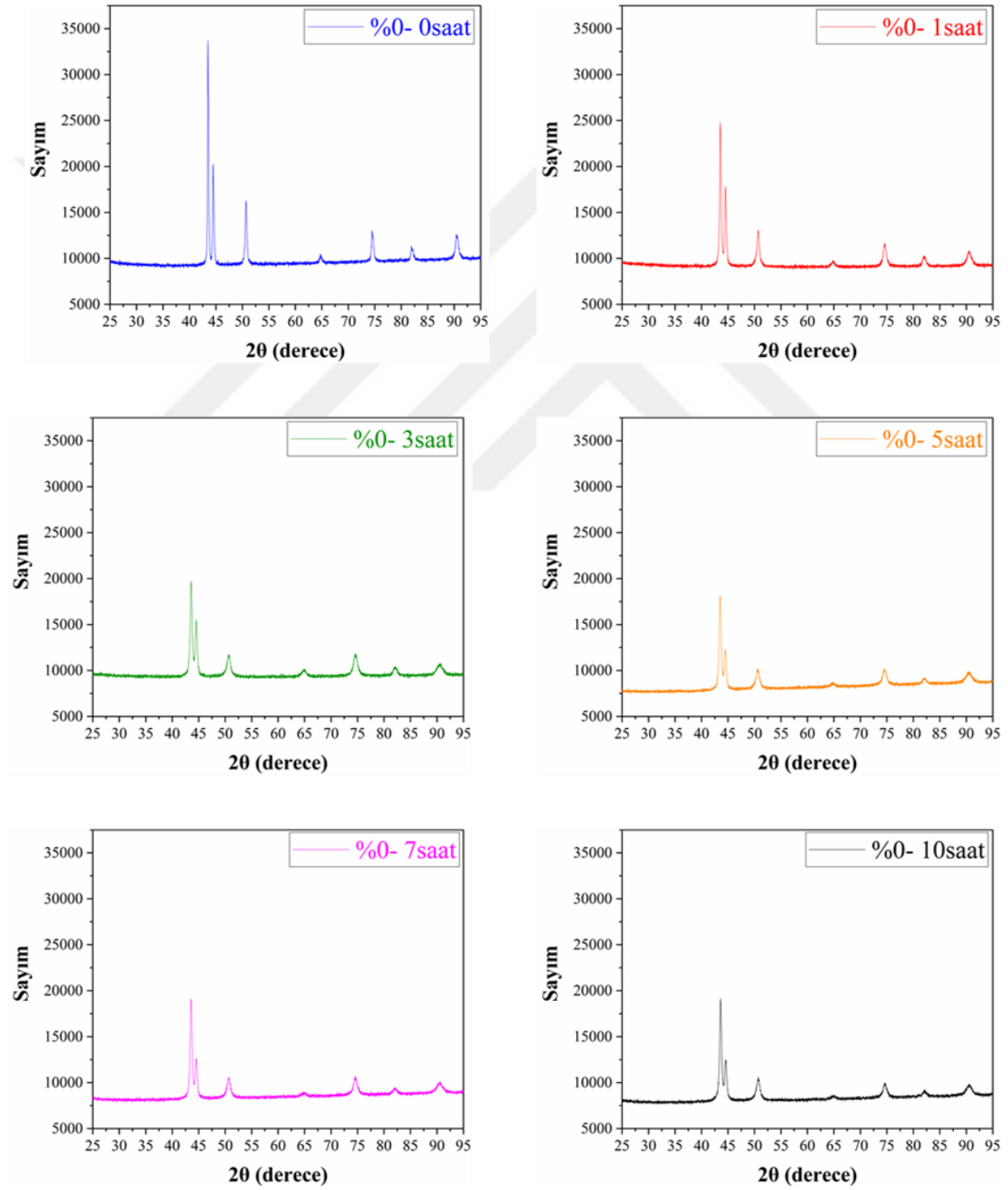
24 farklı toz için belirlenen kristalografik özellikler şunlardır,

- Kristalit boyutu
- Kafes mikro-gerinimi
- Dislokasyon yoğunluğu



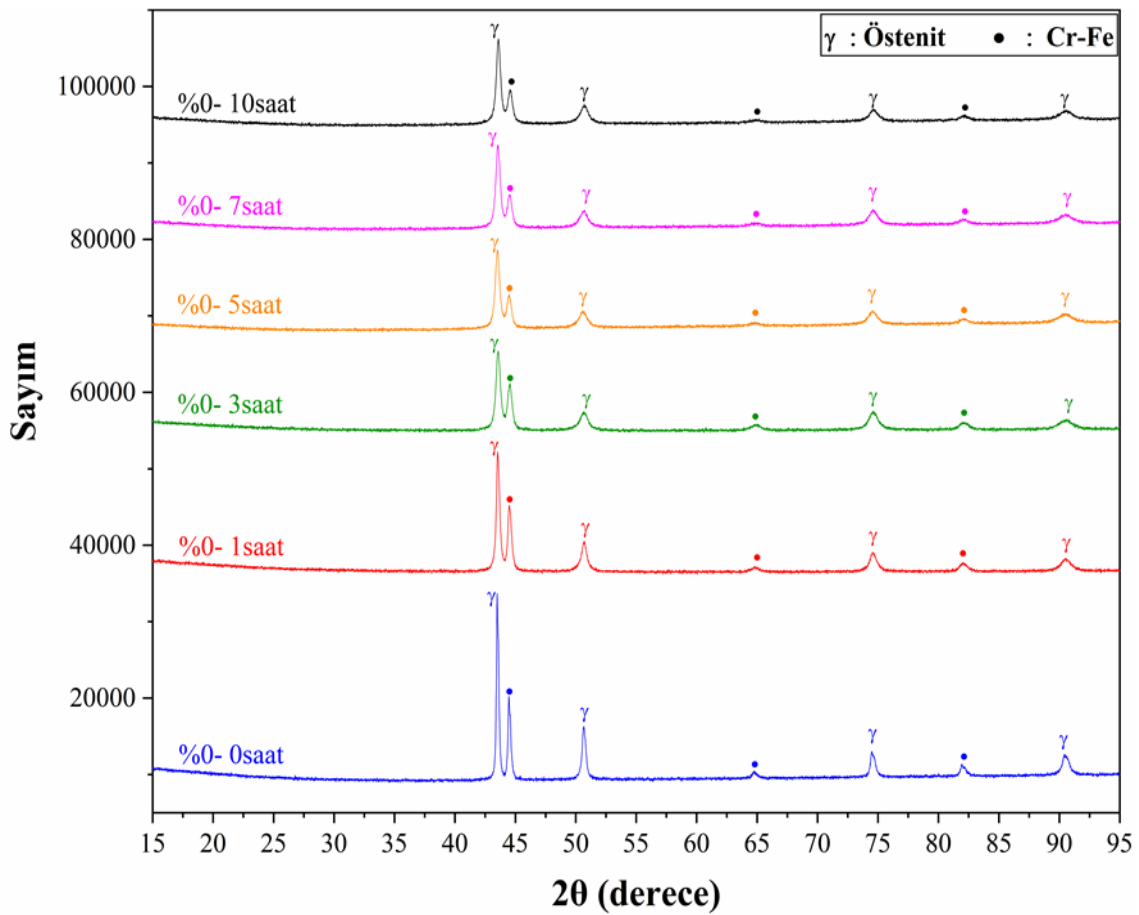
9.4.1. Takviyesiz tozların kristalografik özellikleri

Takviyesiz tozların XRD analizleri incelendiğinde genel olarak öğütme süresinin artışı ile pik sayımlarının düştüğü gözlemlenmiştir. Net sayım değerleri incelendiğinde başlangıçta (0 saat) çok yüksek olan değer (25000) 3 saatlik öğütme sonrası sert düşüş göstermiştir (11000). 5, 7 ve 10 saatlik öğütme süresi sonrasında ise sayım değerleri neredeyse sabit kalmıştır (Şekil 9.30).



Şekil 9.30. Takviyesiz tozlara ait X-ışını kırınım desenleri

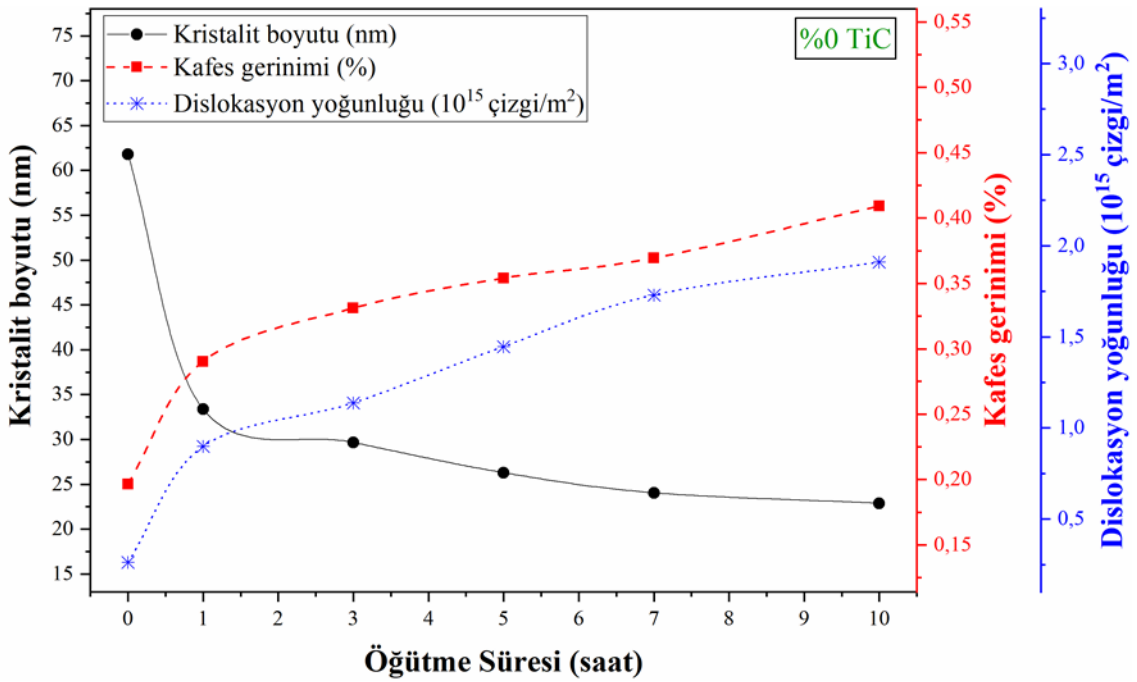
Şekil 9.31 incelendiğinde, 3 saat sonrası pik sayımlarının düşmesinin yanında pik genişliği değerleri de hızlı şekilde artmış ve daha sonraki öğütme sürelerinde pik genişliğindeki artış hızı azalmıştır. 5 saatlik öğütme süresi sonrası ikinci ana pik (Cr-Fe) sayımı bir miktar daha düşmüştür ve genişliği artmıştır sonraki öğütme sürelerinde değişim olmamıştır. Takviyesiz tozların 3 saatten sonraki öğütme sürelerinde kristalit boyutu değerinin çok yavaş hızda düşmesi (Şekil 9.32) bu noktada kararlı hale yaklaştığı anlamına gelmektedir. Bunun yanında takviyesiz tozlarda yapılan pik analizleri sonucunda yeni faz oluşmadığı belirlenmiştir.



Şekil 9.31. Takviyesiz tozlara ait X-ışını kırınım desenlerinde öğütme süresi ile meydana gelen değişim

Takviyesiz tozların öğütme süresine bağlı olarak kristalografik özelliklerinde meydana gelen değişim Şekil 9.32’de verilmiştir. Şekle bakıldığında, başlangıç kristalit boyutunun 61 nm’dir ve 1 saat sonrası 34 nm’ye hızlı şekilde düştüğü görülmektedir. 3 ila 10 saat arasında kristalit boyutunda (KB) küçük değişimler meydana gelmiştir (29, 26, 24 ve 21 nm).

Kafes mikro-gerinimi (KM) ve dislokasyon yoğunluğu (DY) artan öğütme süresi ile artmıştır. 1 saat sonrası KM değeri %0.19'dan %29'a yükselmiştir. DY'nin artışı bilindiği gibi KB'nin karesi ile ters orantılıdır ([Denklemler 8.3](#)). Bu yüzden KB'nin 1 saat sonunda sert düşüşü ile DY değeri $0.26 \cdot 10^{15}$ 'ten $0.89 \cdot 10^{15}$ çizgi/m²'ye ulaşmış ve başlangıç değerine nispeten yaklaşık üç buçuk katına yükselmiştir. 3, 5 ve 7 saat sonundaki değerlere bakıldığında KM değerleri çok az artış göstermiştir (%0.33, 0.35 ve 0.36). Bunun yanında 7 saat sonrasında DY değeri hızla artarak $1.73 \cdot 10^{15}$ çizgi/m²'ye ulaşılmıştır. En yüksek öğütme süresi olan 10 saat sonunda ise KB değeri 20 nm'ye düşmüş, KM değeri %0.43 ve DY değeri ise $2.29 \cdot 10^{15}$ çizgi/m² olmuştur.

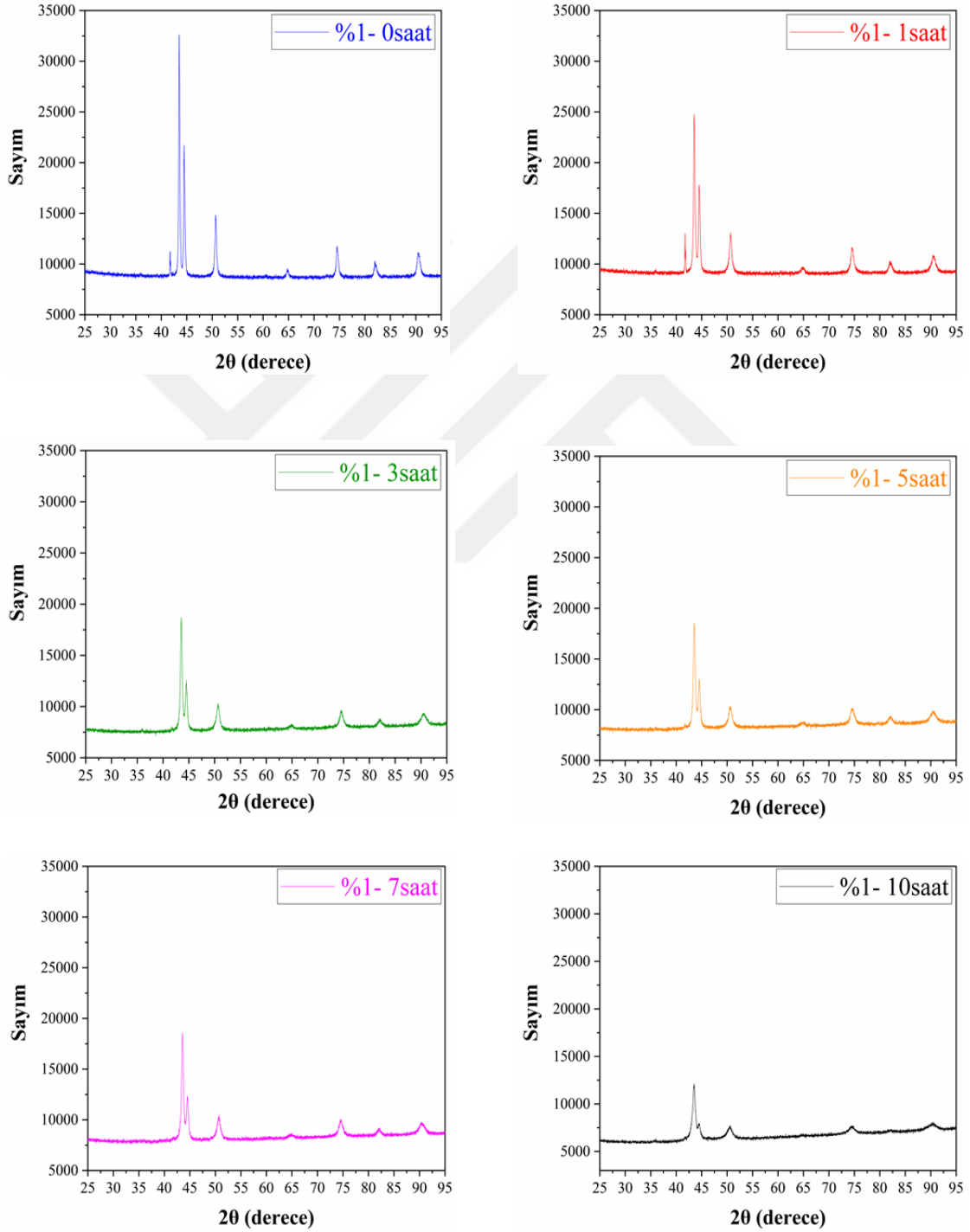


Şekil 9.32. %0 TiC takviyeli tozların kristalografik özelliklerinin öğütme süresine bağlı olarak değişimi

10 saat sonrasında tozlarda elde edilen değerler başlangıç değerleri ile kıyaslandığında KB değeri 61 nm'den 20 nm'ye düşerek üç kat azalmış, KM değeri %0.19'dan %0.44'e çıkarak yaklaşık iki buçuk kat artmış ve son olarak DY değeri $0.26 \cdot 10^{15}$ çizgi/m²'den $2.29 \cdot 10^{15}$ çizgi/m²'ye çıkarak sekiz kat artmıştır.

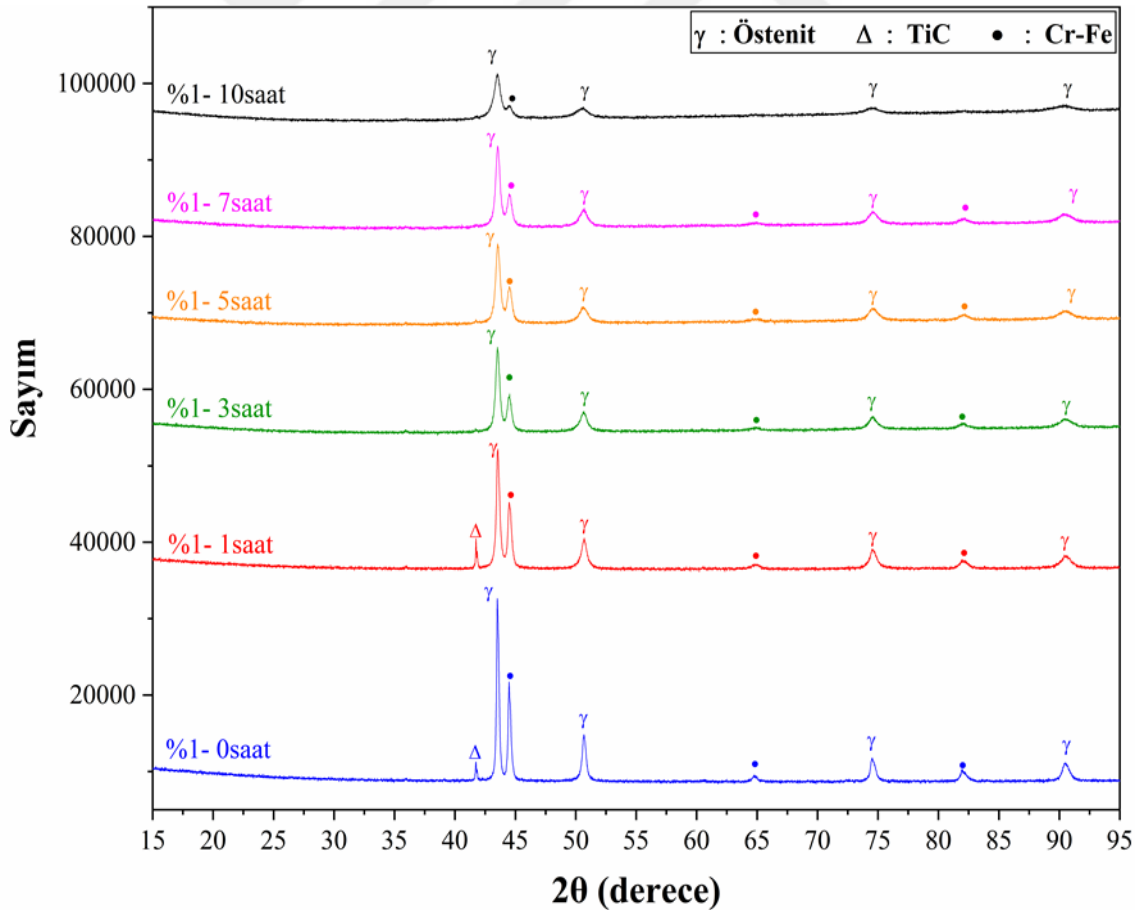
9.4.2. %1 TiC takviyeli tozların kristalografik özellikleri

Bu bölümde %1 TiC takviyeli kompozit tozların XRD analizleri yapılmıştır. Beklendiği gibi bu grupta da öğütme süresinin artışı ile pik sayımlarının düştüğü ve pik genişliklerinin arttığı gözlemlenmiştir.



Şekil 9.33. %1 TiC kompozit tozlarına ait X-ışını kırınım desenleri

Diğer yandan östenit ana pikinin net sayım değerleri incelendiğinde başlangıçta (0 saat) çok yüksek olan değer (~24000) 3 saatlik öğütme sonrası sert düşüş göstermiştir (~10000). 5 ve 7 saatin sonunda önemli değişim gerçekleşmemiştir. TiC ana piki (41.5 derece) incelendiğinde 3 saat sonrasında kaybolmuştur. Eğer TiC katı çözültü mekanizmasına dahil olsaydı yeni intermetalik ve ikincil fazlardan gelen pikler oluşacaktı fakat pik analizlerinde yeni bir fazın oluşmadığı tespit edilmiştir. TiC takviye malzemesinin matris içerisinde çözüldüğünü ya da çözünmeyip sadece dağıldığını anlayabilmek için %10 TiC takviyeli ve 10 saat öğütülmüş olan tozlara [EK-9](#)'da gösterilen rietveld analizi yapılmıştır. Bu analiz sonucunda başlangıçta TiC oranı ağı. %10 iken 10 saat öğütme sonrası bu oranı korumuştur. Bu durumda ağı. %1 TiC parçacıklarının tamamının homojen dağıldığı söylenebilir. Tüm piklerin sayım değerlerindeki belirgin düşüş ve genişleme en yüksek öğütme süresi olan 10 saatin sonunda gerçekleşmiştir (Şekil 9.34) ve tozlar büyük oranda kristallik (crystallinity) oranını kaybederek uzun mesafeli atomik dizilimden kısa mesafeli dizilime geçmiştir.



Şekil 9.34. %1 TiC kompozit tozlarına ait X-ışını kırınım desenlerinde öğütme süresi ile meydana gelen değişim

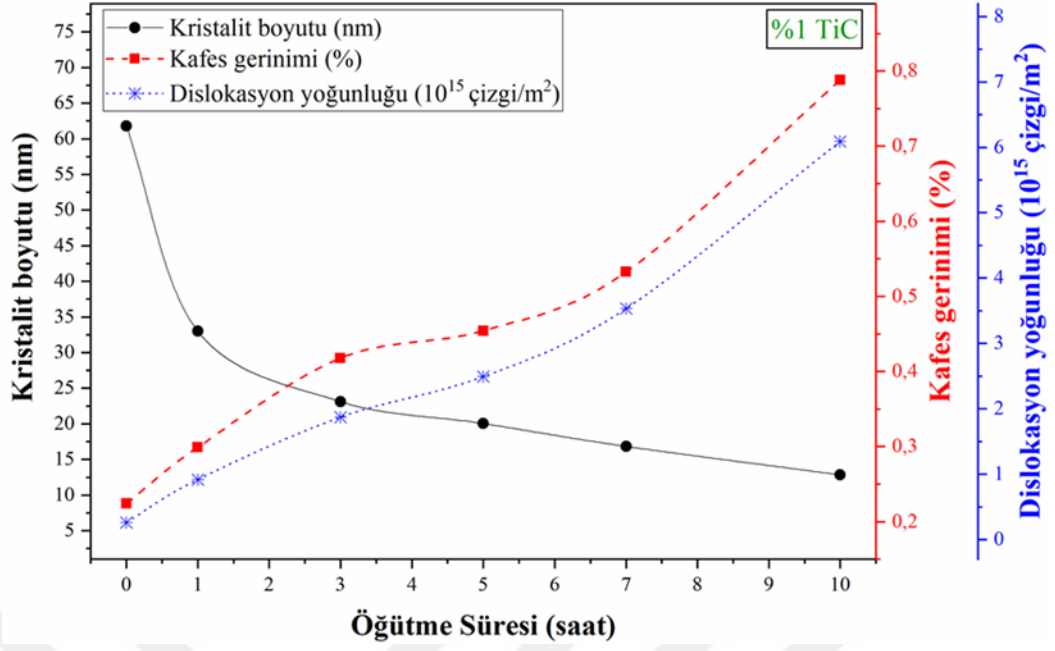
Burada dikkat çeken nokta takviyesiz tozların sayım değerleri incelendiğinde 7 ve 10 saat arasında belirgin fark gözükmezken , %1 TiC takviyeli tozlarda 10 saat sonrasında sayım değeri 7 saatlik öğütme süresinin sayım değerinin yarısına kadar düşmüş ve pik genişliği artmıştır. Bunun nedeni, öğütme sisteminde bilye-bilye deformasyon mekanizmasına ek olarak TiC parçacıklarının kendine özgü köşeli ve sert yapısından dolayı “toz-toz” ya da “toz-bilye” deformasyon mekanizması oluşturmasıdır.

Takviyesiz tozlarda 7 ve 10 saat öğütme süreleri sonrası KB değeri 24 nm’den 23 nm’ye düşerken (nerdeyse sabit kalmıştır), %1 TiC katılmış tozlarda KB değeri 16 nm’den 12 nm’ye düşmüştür. Takviyesiz ve %1 TiC takviyeli tozlar kıyaslandığında, TiC takviyesi KB değerini daha çok düşürmekte , KM ve DY değerlerini de daha fazla arttırmaktadır.

Bunun yanında ikinci ana pikin sayımı 3 saate kadar hızlı şekilde azalmış ve pik genişliği artmıştır. 7 saate kadar neredeyse bir değişim olmazken, 10 saat sonunda kaybolmuştur. Bu durum, Cr, Ni ve Fe elementlerinin başlangıçta sahip olduğu uzun mesafeli dizilimden kısa mesafeli dizilime geçtiğine işaret etmektedir. Diğer pikler incelendiğinde 10 saat sonunda 51, 74 ve 91 derecedeki östenit pik sayımları çok düşük iken 64 ve 82 derecedeki Cr-Fe pikleri tamamen kaybolmuştur.

%1 TiC takviyeli tozların öğütme süresine bağlı olarak kristalografik özelliklerinde meydana gelen değişim şekil 9.35’te verilmiştir. Grafiğe bakıldığında, artan öğütme süresine bağlı olarak başlangıç KB değeri (61 nm) 1 saat sonra 33 nm ye hızlı şekilde düştüğü görülmektedir. 3 ila 10 saat arası takviyesiz tozlara benzer şekilde lineer düşüş göstermiştir (23, 20, 16 ve 12 nm) fakat takviyesiz tozlara nispeten kristalit boyutu değerlerini daha düşük bulunmuştur.

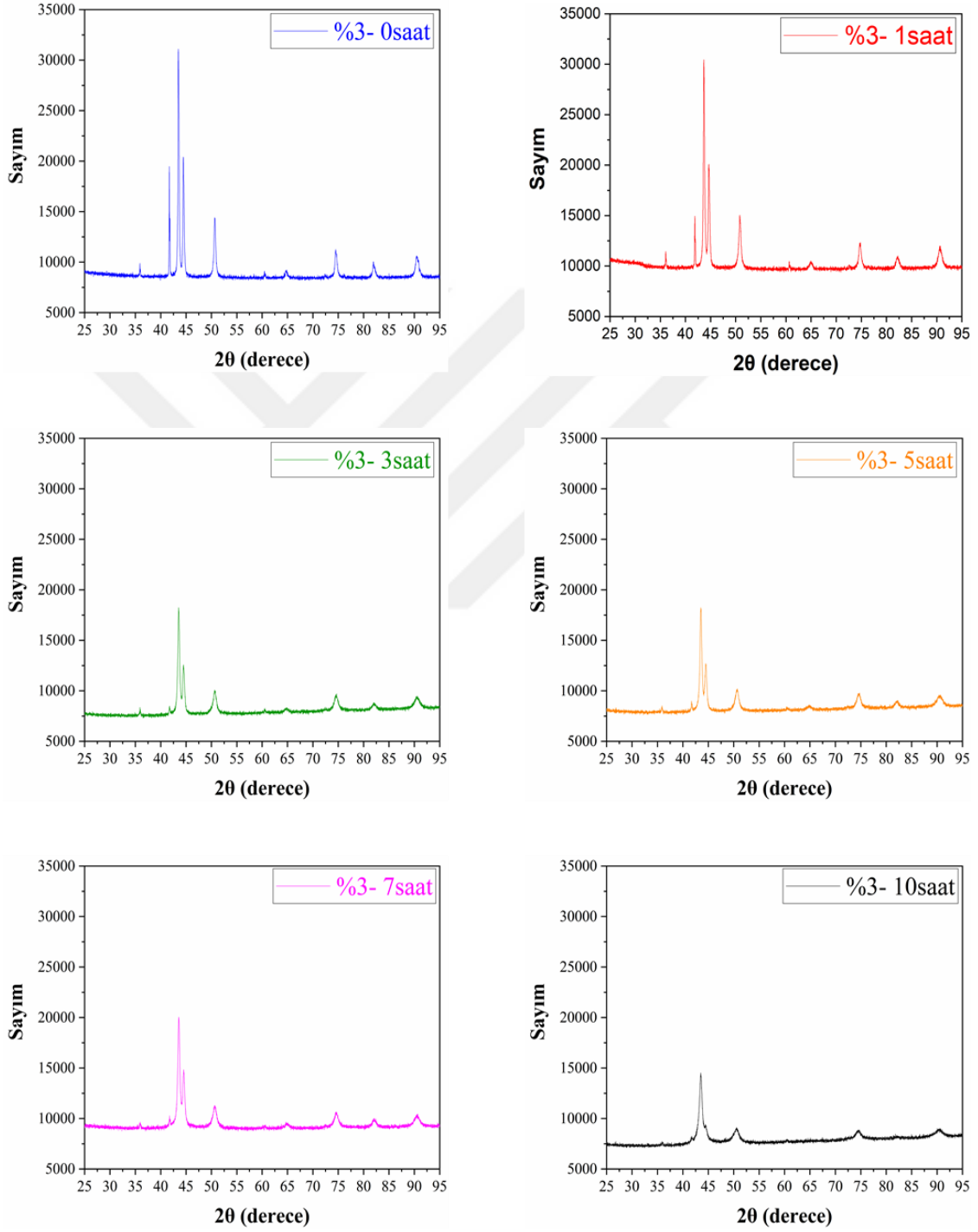
Artan öğütme süresi ile deformasyon miktarı da arttığından kafes mikro-gerinimi (KM) ve dislokasyon yoğunluğu (DY) da artmıştır. 1 saat sonrası KM değeri %0.19’dan %29’a yükselmiştir. KB’nin 1 saat sonunda 33 nm’ye düşmesiyle beraber DY değeri $0.26 \cdot 10^{15}$ ’ten $0.92 \cdot 10^{15}$ çizgi/m²’ye yükselerek başlangıç değerine nispeten yaklaşık üç buçuk katına yükselmiştir. 3, 5 ve 7 saat sonundaki değerlere bakıldığında KM değerleri sırasıyla %0.41, 0.45 ve 0.53’tür. DY değerleri incelendiğinde 7 saat sonunda $3.53 \cdot 10^{15}$ çizgi/m²’ye ulaşılmıştır. En yüksek öğütme süresi olan 10 saat sonunda ise KB değeri 12 nm’ye düşerken, KM değeri %0,79 ve DY değeri ise $6.08 \cdot 10^{15}$ çizgi/m² olmuştur. Takviyesiz tozlarla kıyaslandığında belirgin farklar ortaya çıkmıştır. KB yarı yarıya düşerken , KM iki katına çıkmış ve DY değeri yaklaşık 3 katına çıkmıştır.



Şekil 9.35. %1 TiC takviyeli tozların kristalografik özelliklerinin öğütme süresine bağlı olarak değişimi

9.4.3. %3 TiC takviyeli tozların kristalografik özellikleri

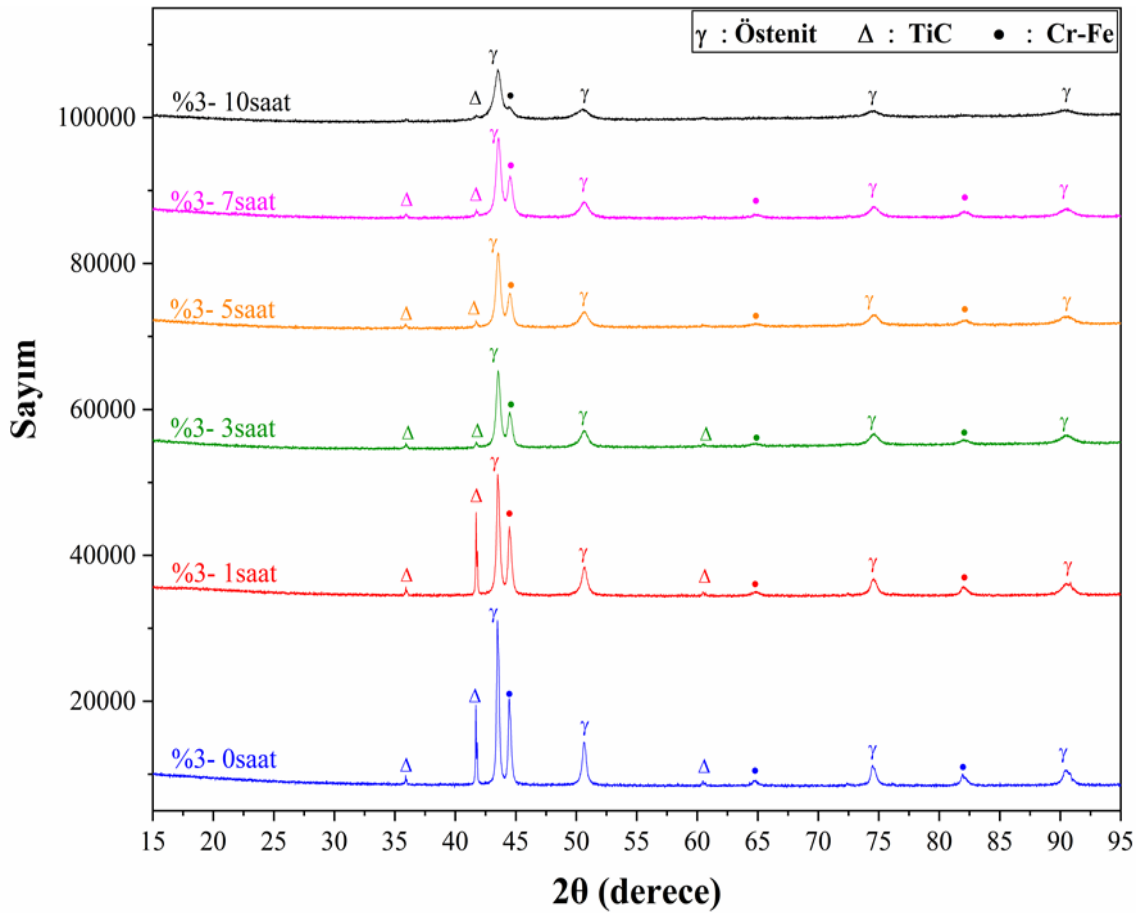
Bu bölümde %3 TiC takviyeli kompozit tozların XRD analizleri yapılmıştır. Bu toz grubu bir önceki grup olan %1 TiC takviyeli grup ile benzer özellikler göstermiştir.



Şekil 9.36. %3 TiC kompozit tozlarına ait X-ışını kırınım desenlerinde öğütme süresi ile meydana gelen değişimi

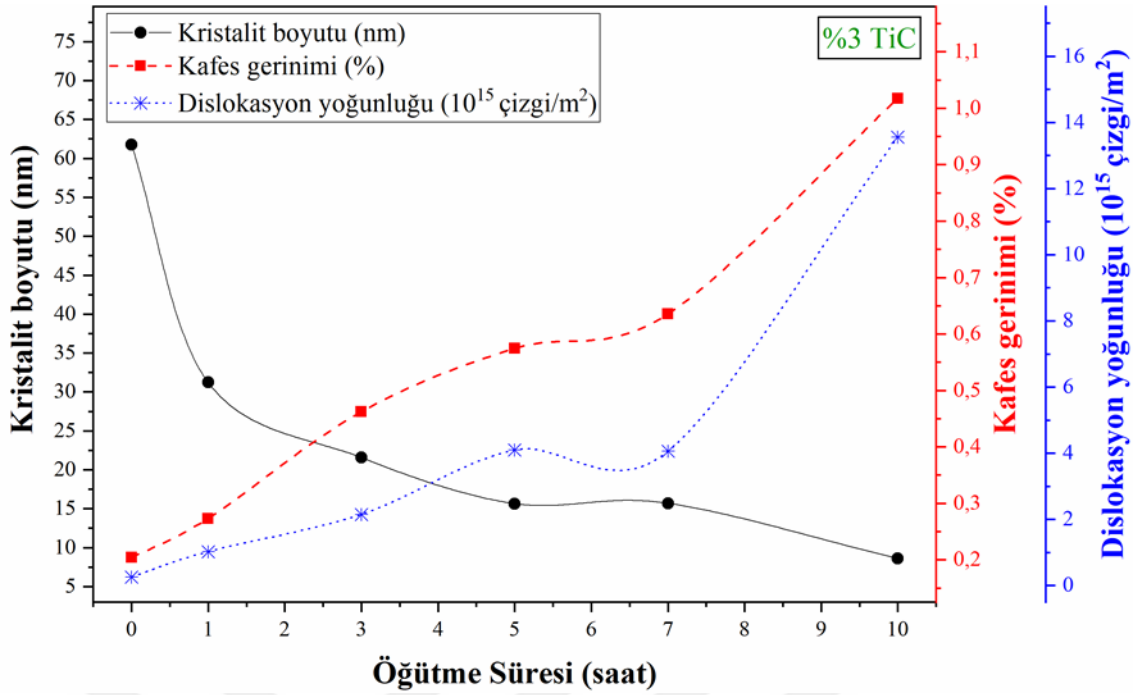
Öğütme süresinin artması ile tüm piklerin sayım değerleri azalmış ve genişlikleri artmıştır. TiC ana piki (42 derece) incelendiğinde 3 saat sonrasında sayım değeri görülmeyecek kadar küçülmüştür. Ana pik sayım değeri başlangıçta ~22000 iken 3 saatlik öğütme sonrası ~10000 olmuştur. 10 saat sonunda ise ikinci ana pik olan Cr-Fe piki (44.5 derece) çok az sayım değeri verecek kadar küçülmüştür. TiC daha sert ve partikül boyutu matrise göre daha küçük olduğundan kompozit tozların hepsinde deformasyon miktarını artırarak takviyesiz tozlara göre kristal boyutu çok düşük seviyelere çekmektedir.

Ayrıca öğütme süresinin artması ile 61 64 ve 82 derecedeki pikler tamamen kaybolmuştur.



Şekil 9.37. %3 TiC kompozit tozların XRD desenlerinde öğütme süresi ile meydana gelen değişim

Bir önceki toz grubuna göre TiC oranının 3 katına çıkması ile deformasyon miktarı artmış ve matris içerisinde dağılımı kolay olmuştur.



Şekil 9.38. %3 TiC takviyeli tozların kristalografik özelliklerinin öğütme süresine bağlı olarak değişimi

%3 TiC takviyeli tozların öğütme süresine bağlı olarak kristalografik özelliklerinde meydana gelen değişim şekil 9.38'te verilmiştir. Grafığe bakıldığında, artan öğütme süresine bağlı olarak başlangıç KB değeri (61 nm) 1 saat sonra 31 nm'ye hızlı şekilde düştüğü görülmektedir. 5 saat sonunda 15 nm'ye düşmüş fakat bir önceki toz gruplarından farklı olarak 7 saat sonunda KB değeri değişmemiştir. 10 saatlik öğütme süresi sonrası aşırı pekleşmeye bağlı olarak pulsu yapıdan düzensiz gevrek parçacıklara geçiş olmuştur. Bundan dolayı kristalit boyutu bir miktar daha düşerek 8 nm olmuştur.

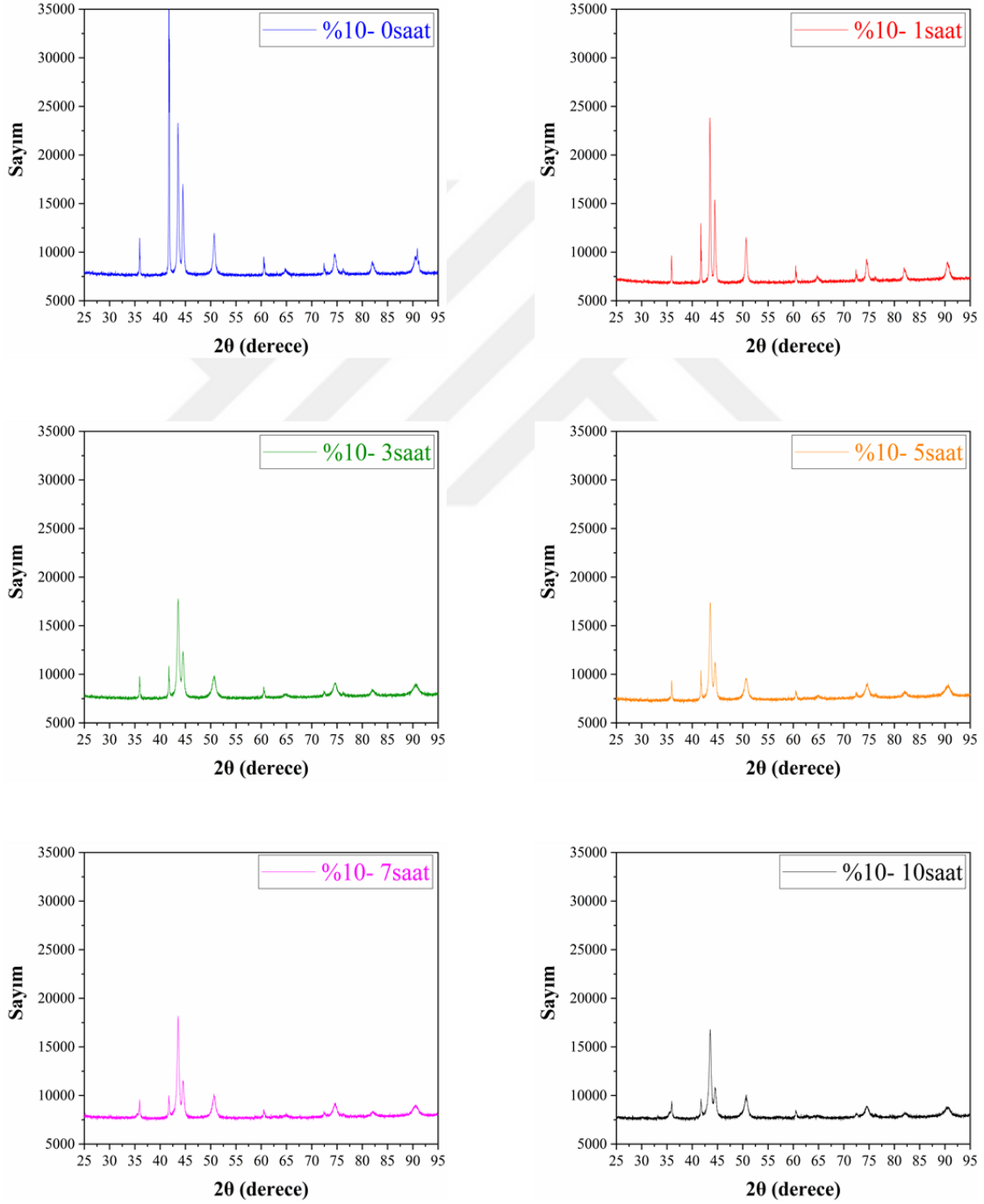
Artan öğütme süresi ile deformasyon miktarı da arttığından kafes mikro-gerinimi (KM) ve dislokasyon yoğunluğu (DY) da artmıştır. 1 saat sonrası KM değeri %0,19'dan %27'ye yükselmiştir. KB'nin 1 saat sonunda 31 nm'ye düşmesiyle beraber DY değeri $0,26 \cdot 10^{15}$ 'ten $1,02 \cdot 10^{15}$ çizgi/m²'ye yükselerek başlangıç değerine nispeten yaklaşık dört katına yükselmiştir.

3, 5 ve 7 saat sonundaki değerlere bakıldığında KM değerleri sırasıyla %0,46, 0,57 ve 0,63'tür. DY değerleri incelendiğinde 7 saat sonunda $4,06 \cdot 10^{15}$ çizgi/m²'ye ulaşılmıştır. En yüksek öğütme süresi olan 10 saat sonunda ise KB değeri 8 nm'ye düşerken, KM değeri %1,01 ve DY değeri ise $13,55 \cdot 10^{15}$ çizgi/m² olmuştur. Buradaki en önemli ayrıntılardan biri TiC takviye oranının üç katına çıkması ile maksimum öğütme süresi sonrası kristalografik özellikler önemli derecede etkilenmiştir. Takviyesiz toz

grubu ile kıyaslandığında KB 3 kat azalmış, KM bir buçuk katına yükselmiş ve DY değerleri 6 kat artmıştır. Geleneksel yöntemler ile elde edilemeyecek olan dislokasyon yoğunluğu değeri %3 TiC takviyeli grupta mekanik alaşımlama yöntemi ile elde edilmiştir.

9.4.4. %10 TiC takviyeli tozların kristalografik özellikleri

Bu bölümde %10 TiC takviyeli kompozit tozların XRD analizleri yapılmıştır.

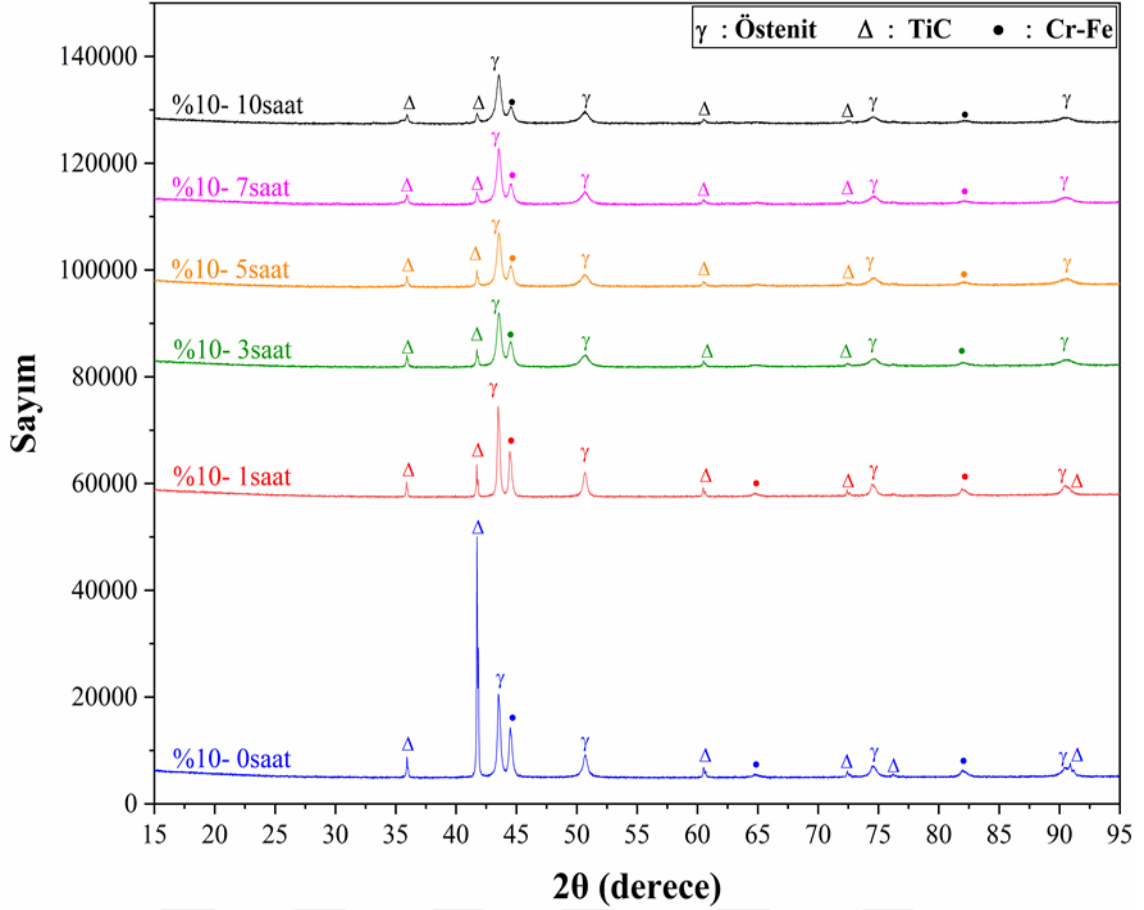


Şekil 9.39. % 10 TiC kompozit tozlarına ait X-ışını kırınım desenleri

Öğütme süresinin artması ile tüm piklerin sayım değerleri azalmış ve genişlikleri artmıştır. Ana pik sayım değeri 3 saatlik öğütme sonrası ~15000'den ~7000'e düşmüştür. Sonraki sürelerde sayımın yatay seyrettiği görülmektedir. 3 saate sonunda TiC matris içerisinde homojen dağılma ulaşmıştır ve bu durumu artan öğütme sürelerinde korumuştur. 5 ve 7 saatlik öğütme sürelerinde bir önceki toz grupları ile benzer özellikler göstermiştir.

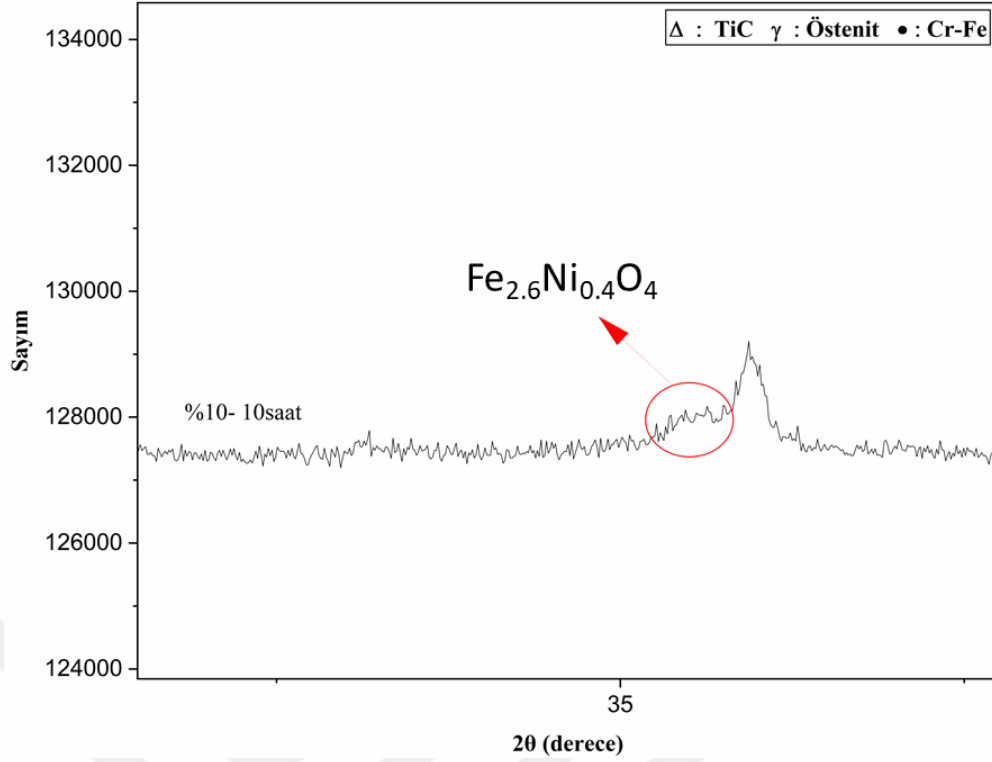
Bu kısımda en dikkat çeken nokta diğer gruplardan farklı olarak TiC miktarının artması ile (%10) kristalografik özelliklerde beklenen veriler elde edilememiştir. Örneğin; takviye miktarının artması ile deformasyon miktarı da artmaktadır ve aynı öğütme sürelerinde KB, KM ve DY değerleri kıyaslandığında özelliklerin %3 TiC takviyeli gruba göre daha iyi olması beklenmektedir. Fakat bu tez çalışmasında %10 TiC takviyesinin kristalografik özellik değerleri genelde %3 TiC takviyeli grubun altında kalmıştır.

Bunun nedeni, %10 TiC takviyeli grubun öğütme etkinliğinde ağ. %1 olan stearik asit miktarının yetersiz kalmasıdır. Toz boyutu analizi bölümünde anlatılan kesme etkisi davranışı ([Şekil 9.21](#)) sonucu küçük parçacık oluşumu artmış buna bağlı olarak bu grubun SYA değerleri öğütme süresi arttıkça diğer toz gruplarına nispeten yüksek çıkmıştır ([Şekil 9.25](#)). SYA değerinin yükselmesi ile stearik asit yağlayıcılık özelliğini yitirmeye başlamıştır. Böylece tozların büyük çoğunluğu 7 ve 10 saatlik öğütme sürelerinde hazne duvarına sıvanmış ve bilye-toz-bilye deformasyon mekanizması yetersiz kalmıştır. Hazne içinde deformasyona uğramayan ya da az uğrayan kısmi tozlar toplam elde edilen verilerin ortalamasını düşürmüştür (Şekil 9.42 , şekil 9.43 ve şekil 9.44). Ayrıca öğütme süresinin artması ile 64 ve 82 derecedeki pikler tamamen kaybolmuştur.



Şekil 9.40. %10 TiC kompozit tozlarına ait X-ışını kırınım desenleri a) öğütme süresi ile meydana gelen değişim

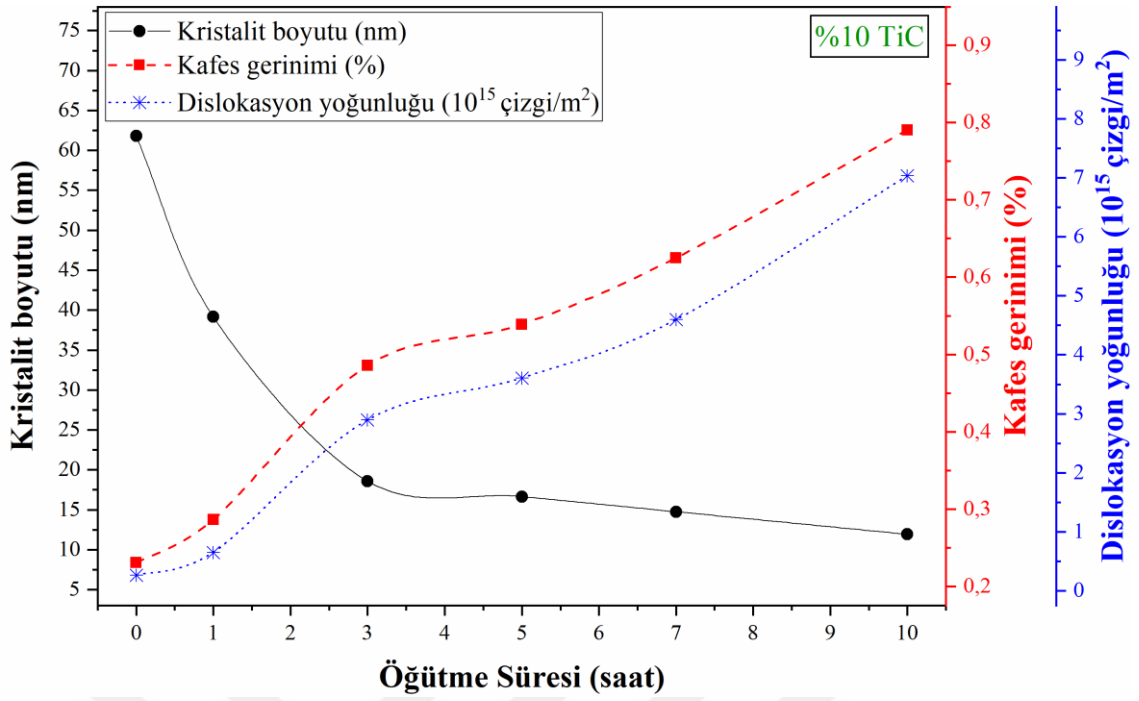
Üretilen tozlar içerisinde sadece bu grupta yeni faz oluşumu gözlemlenmiştir. 35.4 derecede küçük pik oluşumu gözlemlenmiştir. Mekanik alaşımlama işlemi hava ortamında yapılmaktadır ve işlem kontrol katkısı olan stearik asit yüzeyde film oluşturarak öğütme sırasında olası oksitlenmelerin önüne geçmektedir. Fakat yukarıda da bahsedildiği gibi stearik asit %10 TiC takviyeli grupta toz ara yüzeylerinde film oluşturmadığı için oksitli yapılar oluşmuştur. Yapılan rietveld analizleri sonucunda en yakın eşleşme $Fe_{2.6}Ni_{0.4}O_4$ kartı ile tanımlanmıştır.



Şekil 9.40. b) %10 TiC takviyeli tozların X-ışını kırınım deseni ve yeni pik oluşumu

%10 TiC takviyeli tozların öğütme süresine bağlı olarak kristalografik özelliklerinde meydana gelen değişim şekil 9.41'te verilmiştir. Grafiğe bakıldığında, artan öğütme süresine bağlı olarak başlangıç KB değeri (61 nm) 1 saat sonra 39 nm'ye düştüğü görülmektedir. 5 saat sonunda 16 nm'ye 7 saat sonunda 14 nm'ye ve 10 saat sonunda 12 nm'ye düşmüştür.

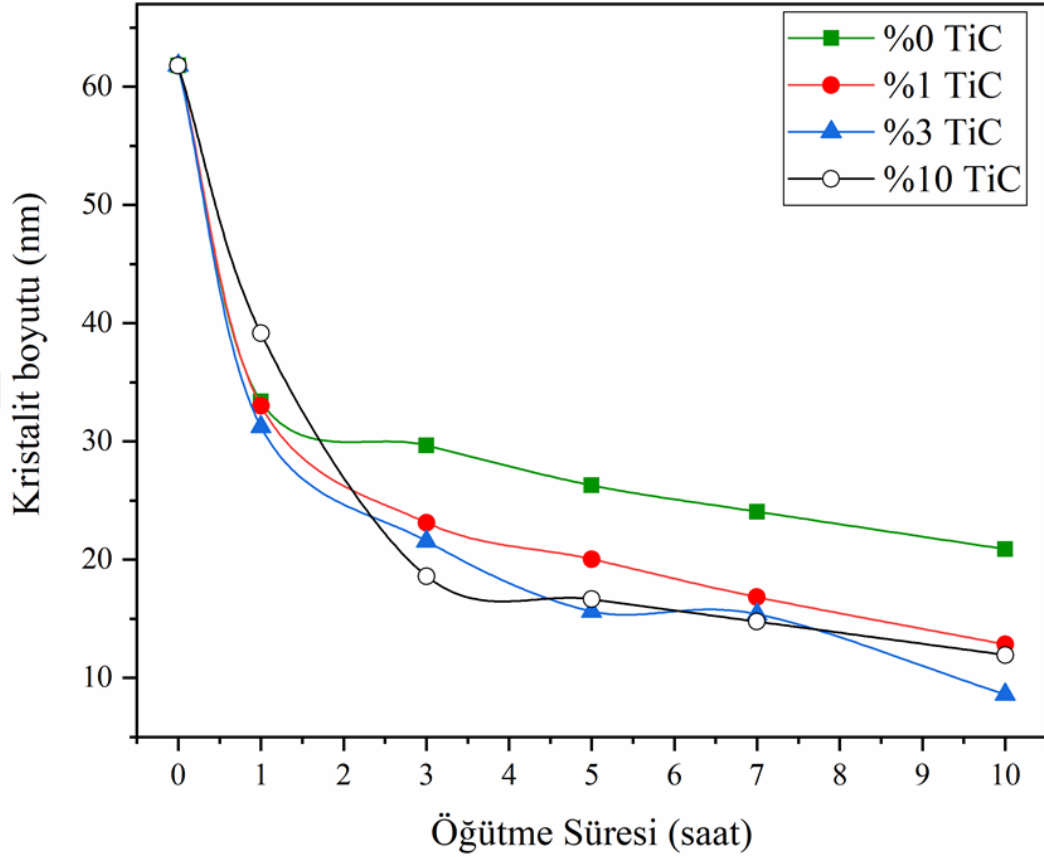
Artan öğütme süresi ile deformasyon miktarı da arttığından kafes mikro-gerinimi (KM) ve dislokasyon yoğunluğu (DY) da artmıştır. 1 saat sonrası KM değeri %0.19'dan %27'ye yükselmiştir. KB'nin 1 saat sonunda 39 nm'ye düşmesiyle beraber DY değeri $0.26 \cdot 10^{15}$ 'ten $0,65 \cdot 10^{15}$ çizgi/m²'ye yükselerek başlangıç değerine nispeten yaklaşık iki buçuk katına yükselmiştir. 3, 5 ve 7 saat sonundaki değerlere bakıldığında KM değerleri sırasıyla %0.48, 0.53 ve 0.62'tür. DY değerleri incelendiğinde 7 saat sonunda $4.59 \cdot 10^{15}$ çizgi/m²'ye ulaşılmıştır. En yüksek öğütme süresi olan 10 saat sonunda ise KB değeri 12 nm'ye düşerken, KM değeri %0.79 ve DY değeri ise $7.03 \cdot 10^{15}$ çizgi/m² olmuştur.



Şekil 9.41. %3 TiC takviyeli tozların kristalografik özelliklerinin öğütme süresine bağlı olarak değişimi

9.4.5. Takviye oranı ve öğütme süresinin kristalit boyutu üzerine etkisi

Bu bölümde üretilen tozlarda takviye oranındaki artışın kristalit boyutu üzerine etkisi incelenmiştir.

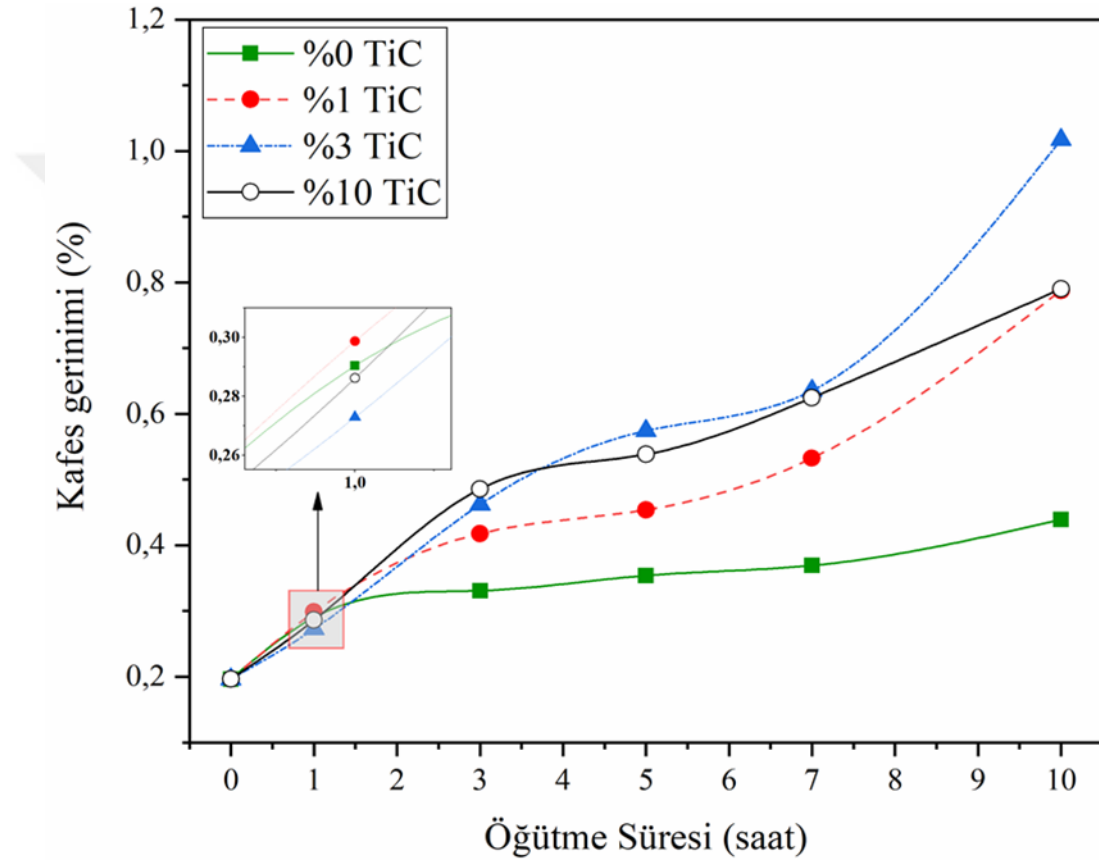


Şekil 9.42. Kristalit boyutunun takviye oranı ve öğütme süresine bağlı değişimi

1 saatlik öğütme süresinde takviyesiz ve düşük oranda takviye edilmiş olan tozların KB değeri 30 nm'ye yaklaşmıştır fakat %10 TiC takviyeli kompozit tozlarında bu değer 39 nm'dir. 3 saat sonunda takviyesiz tozlarda önemli azalma görülmezken %10 TiC takviyeli tozlar azalma hızını devam ettirerek 18 nm'ye düşmüştür. Bu durum takviye oranının arttıkça kristalit boyutuna çok önemli etki yaptığını göstermektedir. Takviyesiz tozlarda en küçük KB değeri 21 nm iken %3 TiC takviyeli 10 saat öğütülmüş tozlarda KB değeri 8 nm'dir.

9.4.6. Takviye oranı ve öğütme süresinin kafes mikro-gerinimi üzerine etkisi

Üretilen tozların öğütme süresi ve takviye oranına bağlı olarak kafes mikro-gerinimi değerlerindeki değişimi şekil 9.43'te verilmiştir. 1 saat sonunda KM değerleri tüm toz gruplarında birbirine yakındır. Sonraki öğütme sürelerinde takviyesiz tozlarda KM değerlerindeki değişim az olmuştur. Takviyesiz tozlarda KB değerleri de benzer davranış sergilemiştir.

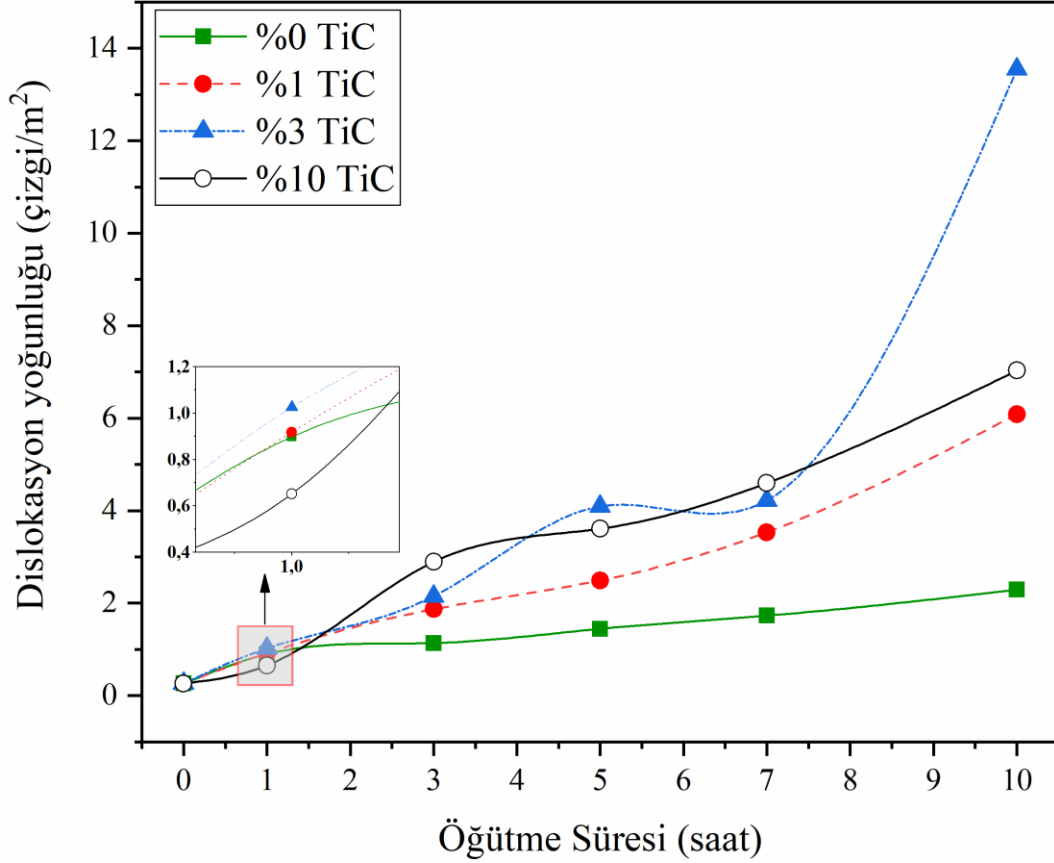


Şekil 9.43. Kafes mikro-geriniminin takviye oranı ve öğütme süresine bağlı değişimi

Takviye oranının artması ile KM değerlerinde belirgin bir artış olmuştur. 7 saatin sonunda %3 ve %10 TiC takviyeli tozların KM değerleri birbirine yakın iken (%0.63 ve 0.62), 10 saat sonunda %1 ve %10 TiC değerleri birbirine yaklaşmış (%0.78 ve 0.79) ve %3 takviyeli tozlarda en yüksek kafes mikro-gerinim değeri elde edilmiştir (%1.01). Takviyesiz tozlarda ise elde edilen en yüksek KM değeri %0.44'tür. KB değeri kendi içinde kıyaslandığında takviye oranının artışı ile yaklaşık iki buçuk katına çıkmıştır.

9.4.7. Takviye oranı ve öğütme süresinin dislokasyon yoğunluğu üzerine etkisi

Üretilen tozların öğütme süresi ve takviye oranına bağlı olarak dislokasyon yoğunluğundaki değişimi şekil 9.44'te verilmiştir. 1 saat sonunda DY değerleri tüm toz gruplarında birbirine yakındır.



Şekil 9.44. Dislokasyon yoğunluğunun takviye oranı ve öğütme süresine bağlı değişimi

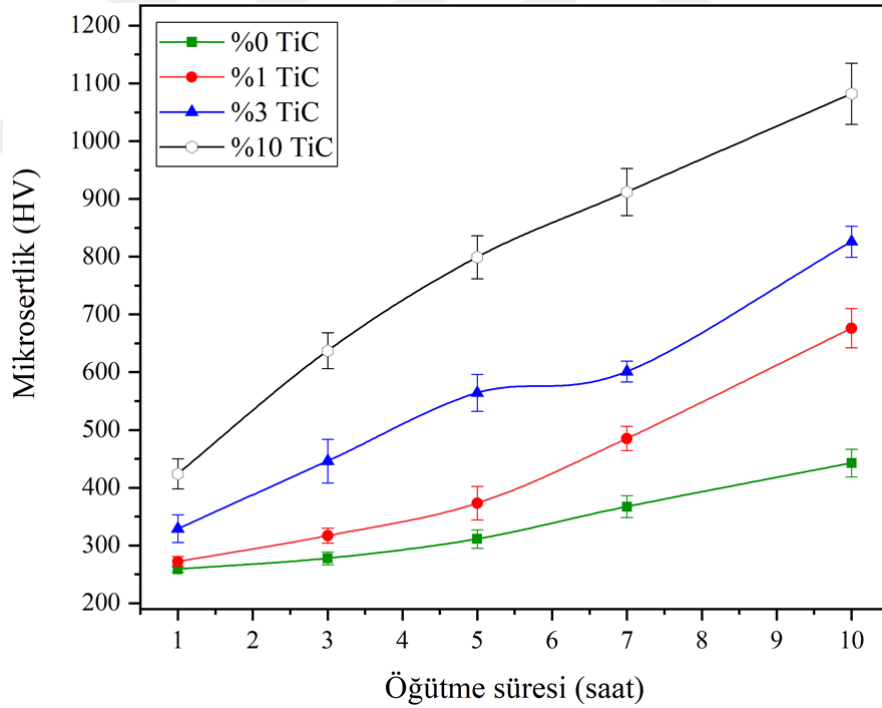
Sonraki öğütme sürelerinde takviyesiz tozlarda DY değerlerindeki değişim az olmuştur. Takviye oranının artması ile (%3 ve %10) DY değerlerinde belirgin bir artış olmuştur. 10 saat sonunda ise en önemli artış %3 TiC takviyeli tozlarda olmuştur ($13.55 \cdot 10^{15}$ çizgi/m²). %10 TiC takviyeli tozlarda ise bu değer neredeyse yarısında kalmıştır ($7.03 \cdot 10^{15}$ çizgi/m²). Bu durumun nedeni İKK olarak kullanılan stearik asitin miktarının yetersiz kalmasıdır.

9.5. Mikrosertlik Deneyi

Tozların mikrosertliği Mikro-Vickers sertlik yöntemiyle belirlenmiştir. Şekil 9.45'te mikrosertlik ölçümü için hazırlanan numune ve ölçüm sonrası kaydedilen iz gösterilmektedir.



Şekil 9.45. Mikrosertlik numune örneği ve ölçüm sonrası oluşan iz



Şekil 9.46. Öğütme süresi ve takviye oranına bağlı olarak tozların mikrosertlik değerlerindeki değişimi

TiC miktarının öğütme süresinin artışı ile tozların mikrosertliği üzerine daha etkili olduğu açıkça gözükmemektedir. 1 saat sonrasında takviyesiz tozların sertliği 258 HV iken bu değer %1 ve %3 TiC takviyeli tozlarda sırası ile 272 ve 329 HV'dir. Öğütme süresi ile

takviye miktarının beraber artması sertlik deęerleri arasında farkı yükseltmiştir. 5 saat sonrasında %3 TiC takviyeli tozlar takviyesiz tozlarla benzer davranış sergilemiş ve sertlik deęerinde önemli bir artış gerçekleşmemiştir. 7 saatlik öğütme sonunda takviyesiz tozlar 367 HV iken bu deęer %10 TiC takviyeli tozlarda 912 HV'dir. En yüksek öğütme süresi olan 10 saat sonunda %10 TiC takviyeli tozlarda 1082 HV'ye ulaşılmıştır. Takviye miktarı ve öğütme süresinin maksimum olduęu deęerde en yüksek sertlik deęeri elde edilmiştir.

Kompozit tozların sertlik deęerlerindeki artış katı çözeltili sertleşmesi ve dispersiyon sertleşmesi için temellendirilmiş Orowan mekanizması ile ilişkilidir (Orowan, 1949).



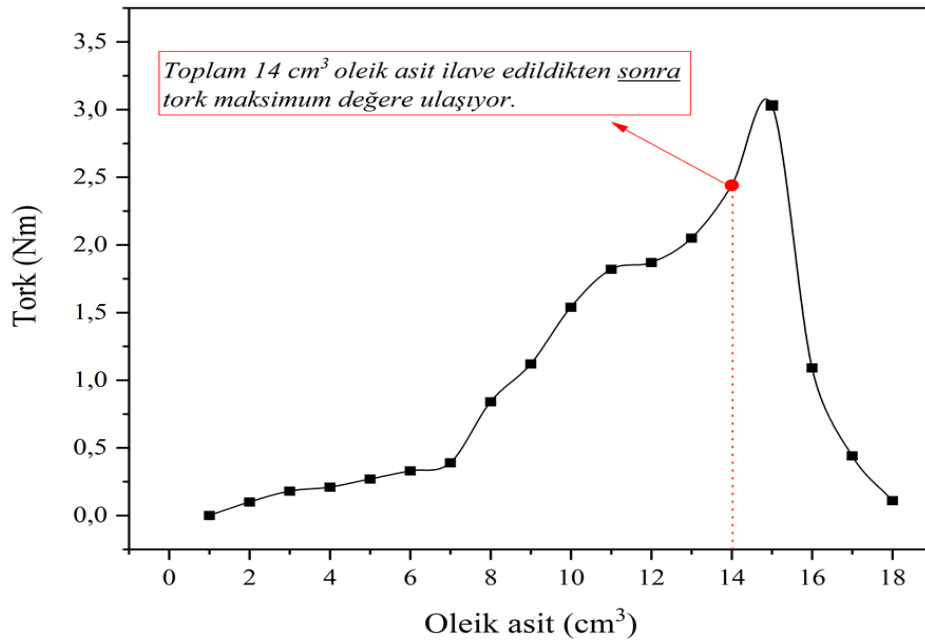
9.6. Reolojik Karakterizasyon

Tez çalışmasının son safhası olan bu bölümde üretilen tozların TEK yönteminde besleme stoğu olarak kullanımının uygun olup olmadığını belirleyebilmek için reolojik karakterizasyonu yapılmıştır. Reoloji analizinde kullanılan terimler ve denklemler altıncı bölümde ([↗ 6. REOLOJİ](#)) verildiği için burada tekrar bahsedilmeyecektir. Tozları besleme stoğu haline getirmeden önce yapılması gereken en önemli deney kritik toz yükleme oranının belirlenmesidir.

Reoloji analizlerinde **sıcaklık** : 180 °C, **kayma hızı** : 0.01 ila 1000 s⁻¹ aralığında sabit tutulmuştur.

9.6.1. Kritik toz yükleme oranı

316L matris tozu Brabender rotasyonel reometre ([↗ Şekil 8.7](#)) cihazının karıştırma haznesine kuru olarak konulduktan sonra karıştırma işlemi başlatılmıştır. Karıştırma devam ederken her 3 dakikada bir 1 cm³ oleik asit ilave edilmiştir. Oleik asit miktarı arttıkça belli bir noktaya kadar tozlar birbirine daha iyi bağlanmakta ve cihazın ölçtüğü tork değeri artmaktadır (Şekil 9.47).



Şekil 9.47. 316L tozlarına oleik asit ilavesi ile tork değerinde meydana gelen değişim

Oleik asitin hacminin artmaya devam etmesi tozları bağlanmasına negatif etki ederek tork değerinin düşmesine neden olmuştur. Çünkü oleik asitin maksimum bağlayıcılık özelliği olan noktadan sonra hacminin artması tozlar arasındaki kapiler çekim kuvvetlerinin kaybolmasına neden olmuştur.

Bunun yanında karıştırma haznesinin hacmi 50 cm³'tür. Dolayısıyla tork değeri stabil hale gelene kadar hem tozun hem de ilave edilen oleik asitin toplam hacmi 50 cm³'ü geçmemelidir. Aksi takdirde elde edilen sonuç hatalı olacaktır. Diğer yandan hazne içine konulan tozun miktarı az olursa karıştırma millerine temas etmeyecektir. Bundan dolayı 316L matris toz hacmi 30 cm³ seçilmiştir. 316L matris tozuna uygulanan deney sonucunda elde edilen grafik şekil 9.47'de verilmiştir.

Tork değerinin maksimuma ulaşip tekrar düşmeye başladığı noktada ilave edilen oleik asitin "toplam hacmi" ölçülür ve aşağıdaki formülde yerine konularak kritik toz yükleme oranı (KTYO) belirlenir. Besleme stoğu hazırlamak için belirlenecek olan ideal oran KTYO değerinin %2 ila %5 aşağısında seçilmektedir (Lin ve ark., 2017; Oh ve ark., 2017).

$$KTYO (\text{ hac. } \%) = \frac{\text{Tozun hacmi}}{\text{Tozun hacmi} + \text{Oleik asitin hacmi}} \times 100 \quad (9.1)$$

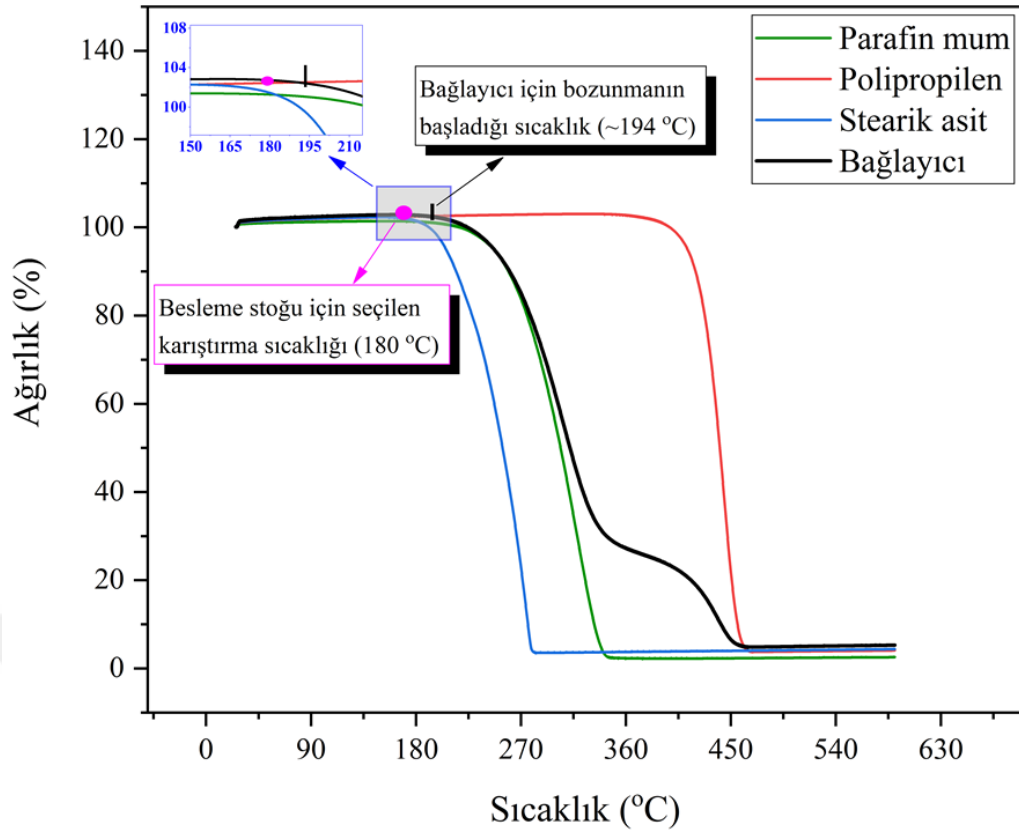
$$KTYO = \frac{30}{30 + 14} \times 100 = 68,18$$

$$\mathbf{KTYO = hac. \%68}$$

$$\mathbf{\text{İdeal oran} = \sim \text{hac. \%63}}$$

9.6.2. Bağlayıcı bileşenlerinin TGA analizi

Reoloji analizlerinden önce bağlayıcı bileşenlerinin sıcaklığa bağlı olarak ağırlık kaybının başlangıç noktalarını tespit etmek amacıyla Termogravimetrik (TG) analiz yapılmıştır. Toz ile bağlayıcı bileşenleri belirli bir sıcaklık altında homojen şekilde karıştırılmalı ve bu sıcaklıkta toplam ağırlıklarını korumalıdırlar. Bundan dolayı bağlayıcı ve bileşenlerinin ayrı ayrı bozunma (kütle kaybının başladığı ve bittiği) sıcaklıklar tespit edilmeli ve karıştırma için seçilen sıcaklık değeri bozunma sıcaklıklarının altındaki bir değer olmalıdır. Böylece karıştırma işlemi sırasında kütle kaybı yaşanmayacak ve toz-bağlayıcı arasındaki hacimce ideal oran korunmuş olacaktır.



Şekil 9.48. Bağlayıcı ve bileşenlerinin TG analizi

Şekil 9.48’de görüldüğü üzere bu tez çalışması için kullanılan tüm bağlayıcı bileşenlerinin ve bu bileşenlerden oluşan bağlayıcının ısıl bozunma sıcaklıkları tespit edilmiştir. Üç bileşenden oluşan bağlayıcının yaklaşık bozunma başlangıç sıcaklığı 198 °C olup tamamen bozunduğu sıcaklık yaklaşık 470 °C’dir. Bu değerler dikkate alınarak toz ve bağlayıcı bileşenlerini karıştırma işlemi bozunma sıcaklığının yaklaşık 20 °C aşağısında olan 180 °C’de yapılmıştır. Böylece karıştırma süresince bağlayıcı ağırlığını ve besleme stoğunda göstermesi istenilen özelliklerini korumuştur.

9.6.2. Besleme stoğu hazırlama

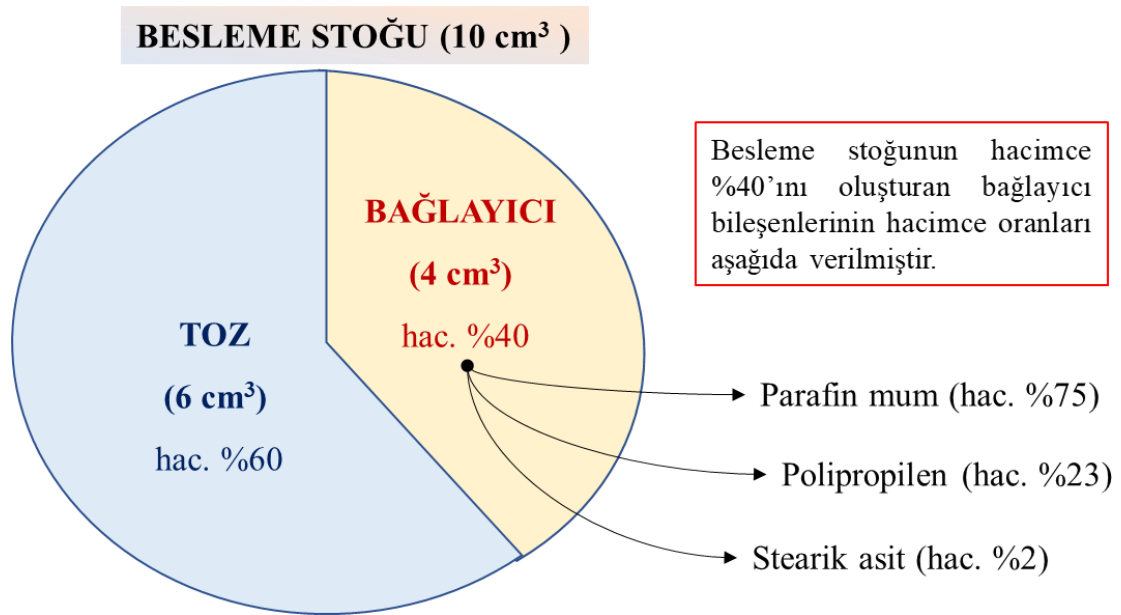
Besleme stoğu hazırlanırken hem KTYO oranı hem de bağlayıcının TGA analizi dikkate alınmıştır. PM/PP/SA’dan oluşan bağlayıcı içerisine yüklenebilecek maksimum toz miktarı hac. %68 ve ideal oran hac. %63’tür. Bunun yanında takviye malzemesi olarak kullanılacak olan TiC tozları sert ve köşeli yapısından dolayı akışı zorlayacağı bilinmektedir. TiC’den kaynaklanabilecek bu olumsuz etkiyi azaltmak için besleme stoğu içerisinde tozun hacmi biraz daha düşük tutulmuştur ve toz/bağlayıcı oranı hac. %60/40 olarak belirlenmiştir.

Besleme stokları hazırlanırken malzemeler ağırlıkça tartılacağı için hem tozun hem de bağlayıcının teorik yoğunluklarının bilinmesi gerekir. Toz içerisinde hem 316L hem de TiC olmasından dolayı tüm tozların teorik yoğunlukları denklem 9.2’de verilen karışımlar kuralı hesaplanmıştır.

$$\rho_{\text{karışım}} = \frac{m_1 \cdot v_1 + m_2 \cdot v_2 + m_3 \cdot v_3 \dots}{100} \quad (9.2)$$

Çizelge 9.3. Tozların kendi içerisindeki bileşim oranları ve teorik yoğunlukları

Toz bileşeni	Denklem 9.2	$\rho_{\text{(teorik)}} \text{ (g/cm}^3\text{)}$
316L – ağı. %0 TiC (Takviyesiz)	$(100 \cdot 7.9 + 0 \cdot 4.93) / 100$	7.9
316L - ağı. %1 TiC	$(99 \cdot 7.9 + 1 \cdot 4.93) / 100$	7.87
316L - ağı. %3 TiC	$(97 \cdot 7.9 + 3 \cdot 4.93) / 100$	7.81
316L - ağı. %10 TiC	$(90 \cdot 7.9 + 10 \cdot 4.93) / 100$	7.60



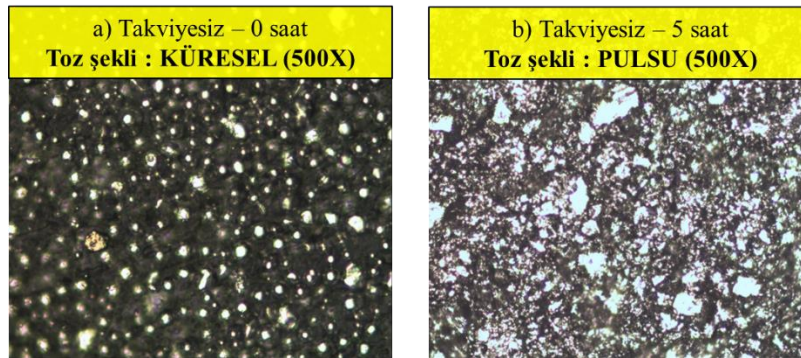
Şekil 9.49. Besleme stoğu bileşenlerinin hacimce ve ağırlıkça miktarları

24 farklı besleme stoğu ve bileşim oranları ayrı ayrı hesaplanmıştır. Bu hesaplamalar yapılırken çizelge 9.3'te verilen teorik yoğunluklar ve çizelge 9.4'te gösterilen “örnek hesaplama” dikkate alınmıştır.

Çizelge 9.4. Besleme stoğu içerisindeki toz ve bağlayıcılar için örnek hesaplama

		Q (teorik) (g/cm ³)	Besleme stoğu (10 cm³ için)	Ağırlıkça miktarları (g)	Hac. (%)	Ağ. (%)	
Toz	316L – ağ. %1 TiC	7.87	Toplam 6 cm³	6*7.87 = 47.22 g TOZ	60	~93	
Bağlayıcı	PM (%75)	~0.9	(4*75)/100 = 3 cm³ PM	Toplam 4 cm³	40	~7	
	PP (%23)	~0.9	(4*23)/100 = 0.92 cm³ PP				3*0.9 = 2.7 g PM
	SA (%2)	~0.9	(4*2)/100 = 0.08 cm³ SA				0.92*0.9 = 0.83 g PP
				0.08*0.9 = 0.072 g SA			

Bağlayıcı içerisinde tozun homojen dağılıp dağılmadığını anlamak için hem küresel hem de pulsu tozların ait olduğu besleme stokları optik mikroskop altında incelenmiştir. Şekil 9.50 a) incelendiğinde küresel şekilli tozların daha homojen dağıldığı görülmektedir. Şekil 9.50 b)'ye bakıldığında pulsu tozlar uzun ve ince yapılarından dolayı bazı bölgelerde topaklanmış ve mekanik kilitlemeye sebep olmuştur. Bundan dolayı pulsu tozlar bağlayıcı içerisinde heterojen dağılım göstermiştir. Karıştırma süresinin azaltılması ya da artırılması bu durumu değiştirmemiştir.



Şekil 9.50. Takviyesiz tozların bağlayıcı içerisindeki dağılımı a) küresel tozlar b) pulsulaşmış tozlar

Üretimi tamamlanan besleme stoklarının reolojik karakterizasyonu yapılmıştır. Reolojik analiz sonucunda tüm besleme stoklarının “kayma gerilimi” , “kayma hızı” , “viskozite” ve “akış davranış indeksi” değerleri belirlenmiştir.

Reolojik karakterizasyona geçilmeden önce sanki-plastik akış gösteren besleme stokları hakkında bilinmesi gereken önemli bilgiler maddeler halinde verilmiştir.

- Kayma hızı arttıkça kayma gerilmesindeki “artış hızı” yavaşlar ve belli bir süre sonunda yatay şekilde devam eder. Kayma gerilmesi değeri newtonsal akış gösteren malzemelerden daha küçüktür. Bu durum besleme stoğunun sanki-plastik (kayma incelmesi) akış sergilediğinin göstergesidir ([↗ Şekil 6.2](#)).
- Kayma hızı arttıkça viskozite azalır.
- Toz enjeksiyon kalıplamada kullanılan besleme stoklarında istenilen viskozite değeri $<1000 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ ve kayma hızı değeri $100-1000 \text{ s}^{-1}$ aralığında tavsiye edilmektedir (German ve Bose, 1997; Foong ve Tam, 1998; Supati ve ark., 2000; Oh ve ark., 2017).
- Bağlayıcı içinde toz oranı arttıkça viskozite artar (Not: Bu tez çalışmasında oran sabit tutulmuştur).

Bunun dışından elde edilen kayma gerilimi ve kayma hızı değerleri logaritmik değerlere dönüştürülerek grafiklerde gösterilmiştir. Bu grafiklerin basit lineer regresyon analizi ([ayrıntılı bilgi için ↗ EK-8](#)) yapılarak TEK yönteminde enjeksiyon kalıplanabilirliğinin göstergesi olan akış davranış indeksi belirlenmiştir. Daha önceki bölümde de bahsedildiği gibi grafikteki doğrunun eğimine (slope) eşit olan akış davranış indeksi “n” ile gösterilir ve ideal kalıplanabilirlik için bu indeks değerinin 1’den küçük olması istenir . Literatürde kesin bir aralık olmasa da genelde bu değer 0.4 ila 0.8 aralığında olduğu gözlemlenmiştir.

9.6.3. Takviyesiz tozların reolojik özellikleri

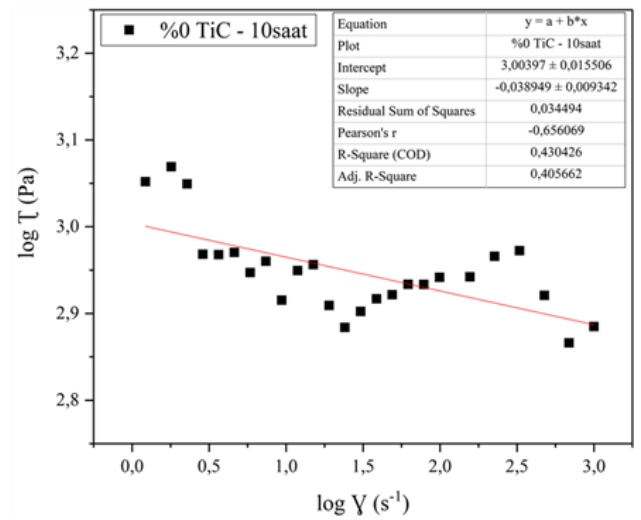
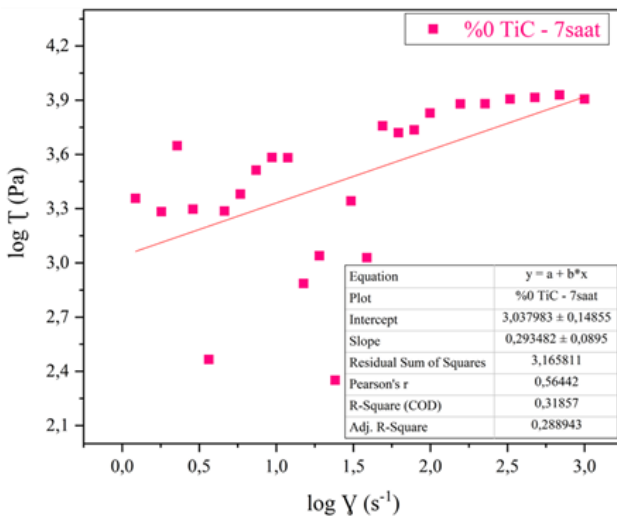
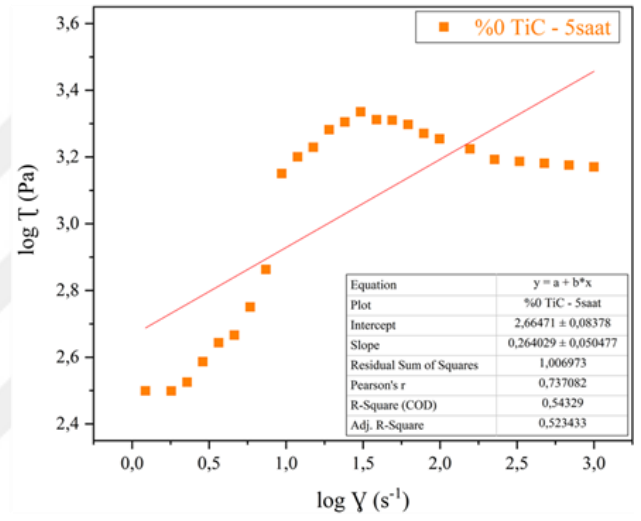
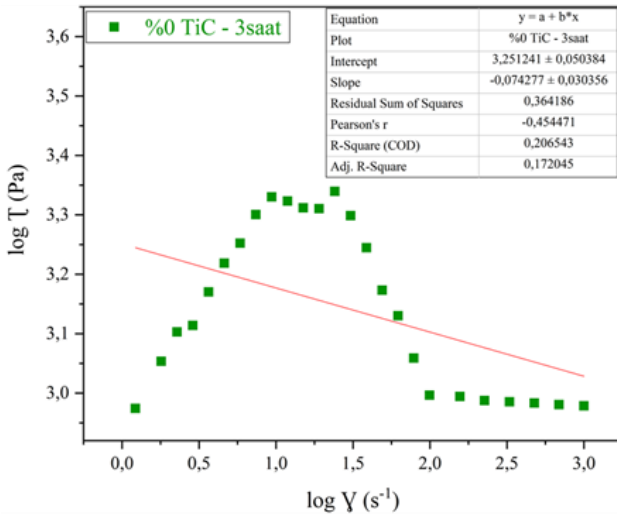
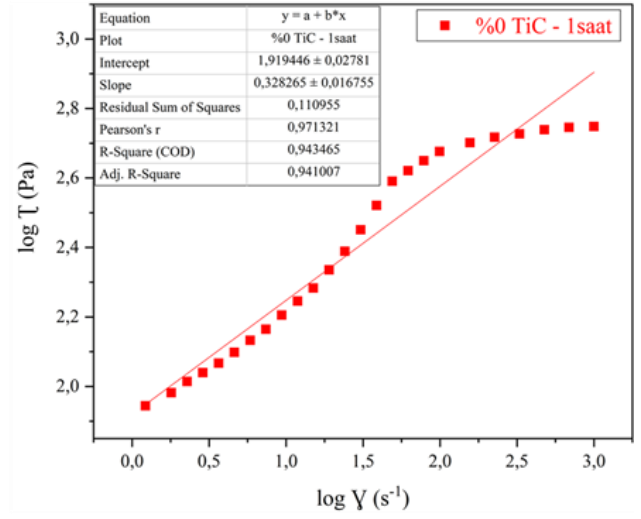
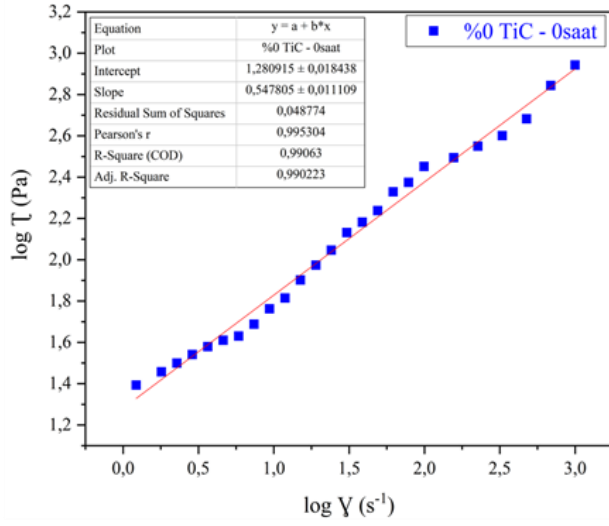
Takviyesiz tozların öğütme süresine bağlı olarak kayma gerilmesinde meydana gelen değişim, lineer regresyon analizi yapılarak şekil 9.51’de gösterilmiştir. Bunun yanında viskozite ve kayma gerilmesi değerlerinin kayma hızına ($0.01 - 1000 \text{ s}^{-1}$) bağlı olarak değişimi hem lineer hem de logaritmik skalada [↗ EK-4](#)’te gösterilmiştir. ” Lineer regresyon eğrileri incelendiğinde takviyesiz tozlar içerisinde en güvenilir ölçümler 0 ve 1 saatlik öğütme sürelerindeki besleme stoklarında elde edilmiştir. R^2 değerlerinin sırası

ile 0.99 ve 0.94 olduğu gözükmemektedir fakat enjeksiyon kalıplanabilirliğe uygun olup olmadığını belirlemek için n , r ve viskozite değerlerinin de istenilen aralıkta olması gerekmektedir. Tüm özellikleri istenilen aralıkta sağlayan tek toz öğütülmemiş başlangıç tozu olan %0 TiC -0 saatlik matris tozudur. Bu tozlar bilindiği gibi şekli tamamen küreseldir ve akıcılık özelliği yüksektir. Öğütme süresinin artması ile tozlar pulsu hale gelmiş ve toz boyutu kritik seviye olan 20 mikron civarına ulaşmıştır. Bu yüzden diğer öğütme sürelerinde üretilen besleme stokları istenilen özelliklere ulaşamamıştır.

Çizelge 9.5. Takviyesiz tozlara ait besleme stoklarının enjeksiyon kalıplanabilirliği

Öğütme Süresi %0 TiC (Takviyesiz)	n	R^2	r	Viskozite < 1000 Pa.s (kayma hızı 100-1000 s ⁻¹ aralığında)		Enjeksiyon kalıplanabilirlik özelligi
				En yüksek	Ortalama	
0 saat	0.54	0.99	0.998	1.4	~ 1.3	Uygun
1 saat	0.33	0.94	0.971	3.5	~ 2.3	Uygun değil
3 saat	-0.07	0.20	-0.454	138	~ 91.2	Uygun değil
5 saat	0.26	0.54	0.737	77	~ 50.7	Uygun değil
7 saat	0.29	0.31	0.564	432	~ 266.1	Uygun değil
10 saat	-0.03	0.43	-0.65	86	~ 57.8	Uygun değil

Şekil 9.51 incelendiğinde ilk öğütme sürelerinde küresellik çok az bozulduğu için kayma gerilimi değerleri eğriye çok yakın çıkmıştır. Tozlar küresellikten uzaklaştıkça ve toz boyutu büyüdükçe kayma gerilimi değerlerinin eğri olan mesafeleri de artmaktadır (Şekil 9.51).



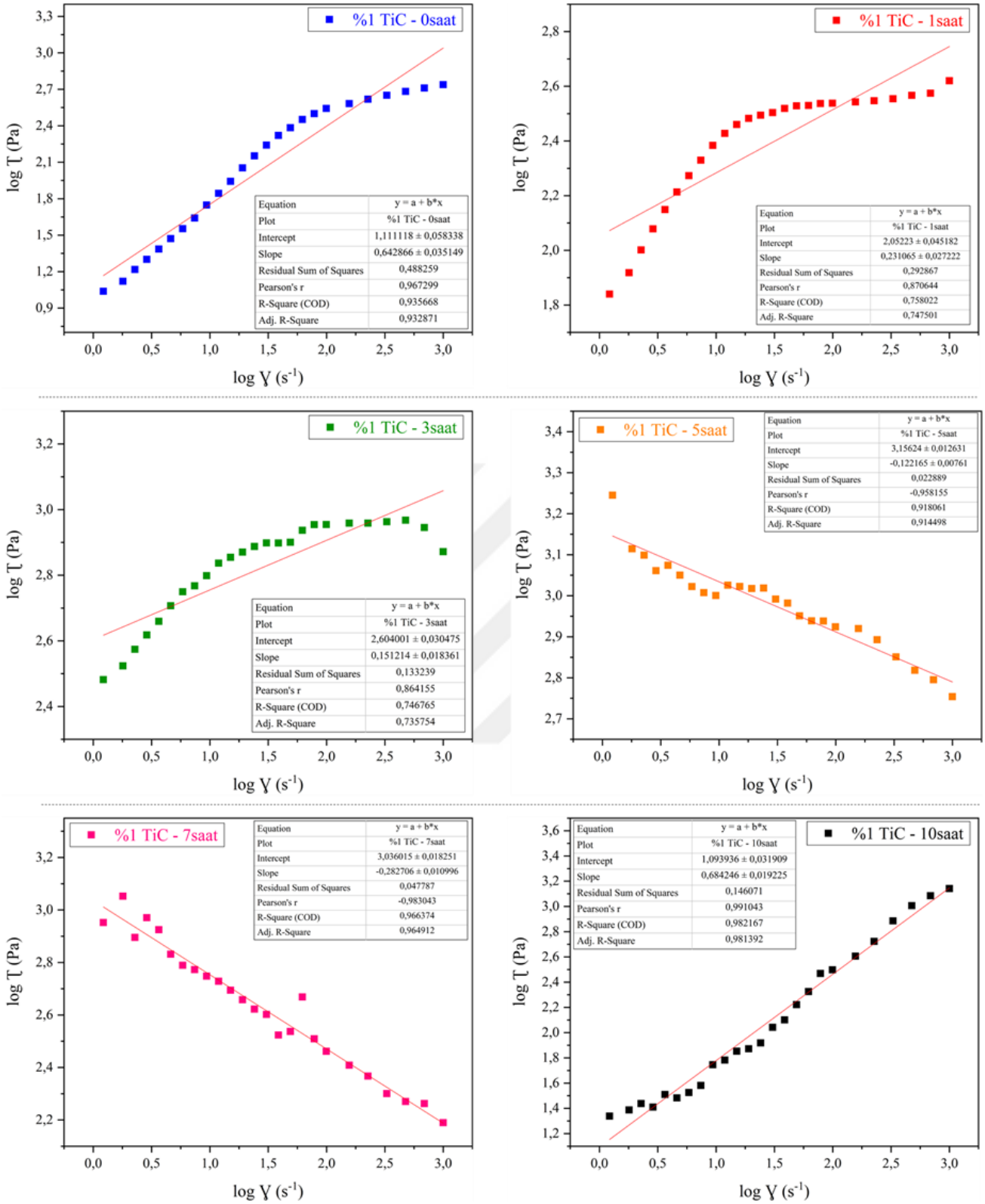
Şekil 9.51. Takviyesiz tozlara ait besleme stoklarında öğütme süresine bağlı olarak kayma geriliminin değişimi (Kayma hızı aralığı : $0,01 - 1000 \text{ s}^{-1}$)

9.6.4. %1 TiC takviyeli tozların reolojik özellikleri

%1 TiC takviyeli tozların öğütme süresine bağlı olarak kayma gerilmesinde meydana gelen değişim, lineer regresyon analizi yapılarak şekil 9.52’de gösterilmiştir. Bunun yanında viskozite ve kayma gerilmesi değerlerinin kayma hızına ($0.01 - 1000 \text{ s}^{-1}$) bağlı olarak değişimi hem lineer hem de logaritmik skalada [EK-5](#)’te gösterilmiştir. Lineer regresyon eğrilerinde R^2 değerleri incelendiğinde neredeyse tüm ölçümlerin güvenilir olduğu saptanmıştır fakat 5 ve 7 saatlik öğütme süreleri negatif yönde güvenilirlik gösterdiği için enjeksiyon kalıplanabilirliğe uygun değildir. Bunun en önemli neden 5 ve 7 saatlik öğütme sürelerinde birçok parçacığın pulsus formda olması ve akışı zorlaştırmasıdır. n , r , R^2 ve viskozite değerlerini istenilen aralıkta sağlayan gruplar çizelge 9.6’da görüldüğü üzere 0 ve 10 saatlik öğütme sonrası elde edilen tozlardır. Matris tozlarının küreselliği 0 saatte bozulmadığı için, 10 saatlik öğütme süresi sonrasında tozların küreselliği bozulsada küçük boyutlu parçacık oranı arttığı için enjeksiyon kalıplanabilirliğinin uygun olduğu gözlemlenmiştir.

Çizelge 9.6. %1 TiC takviyeli tozlara ait besleme stoklarının enjeksiyon kalıplanabilirliği

%1 TiC Öğütme Süresi	n	R^2	r	Viskozite < 1000 Pa.s (kayma hızı 100-1000 s^{-1} aralığında)		Enjeksiyon kalıplanabilirlik
				En yüksek	Ortalama	
0 saat	0.64	0.93	0.967	16	~ 14.5	Uygun
1 saat	0.23	0.75	0.870	6	~ 3.9	Uygun değil
3 saat	0.15	0.74	0.864	39	~ 24.3	Uygun değil
5 saat	-0.12	0.91	-0.958	24	~ 13.7	Uygun değil
7 saat	0.28	0.96	-0.983	27	~ 21.3	Uygun değil
10 saat	0.68	0.98	0.991	22	~ 17.7	Uygun



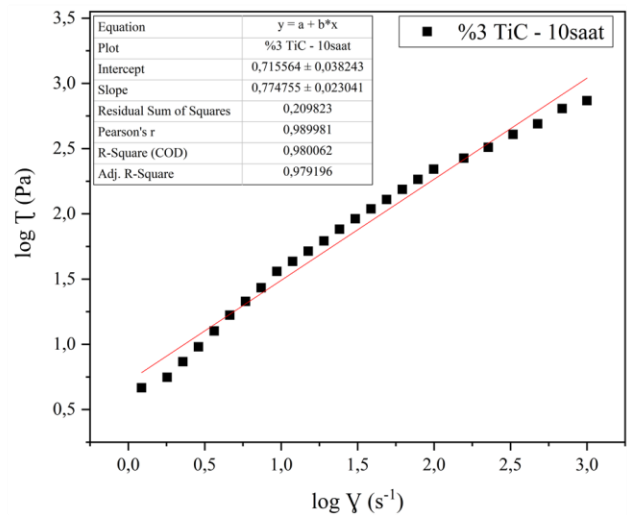
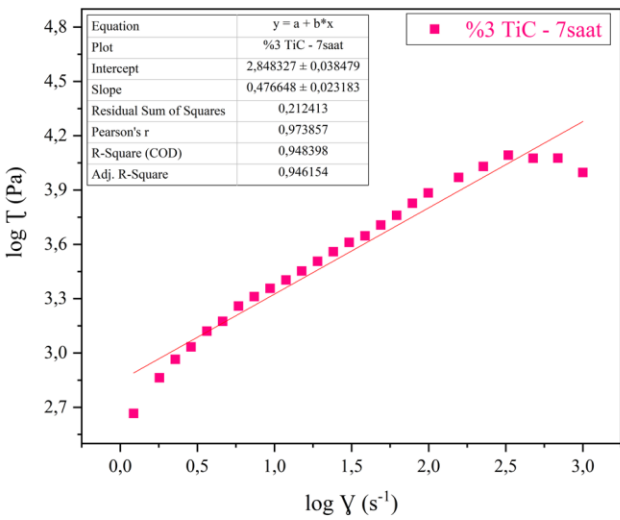
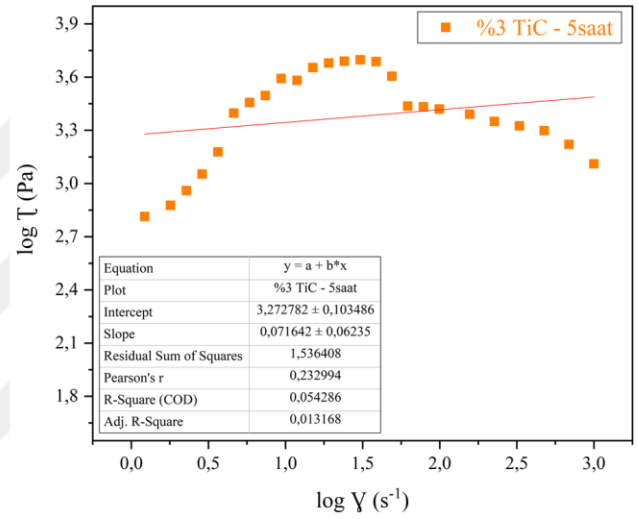
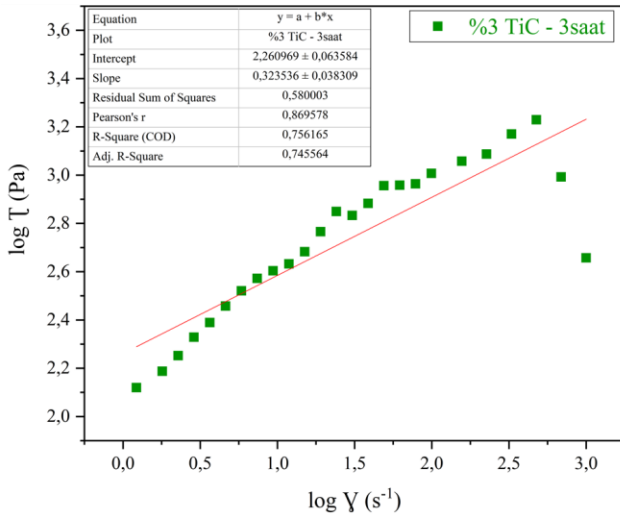
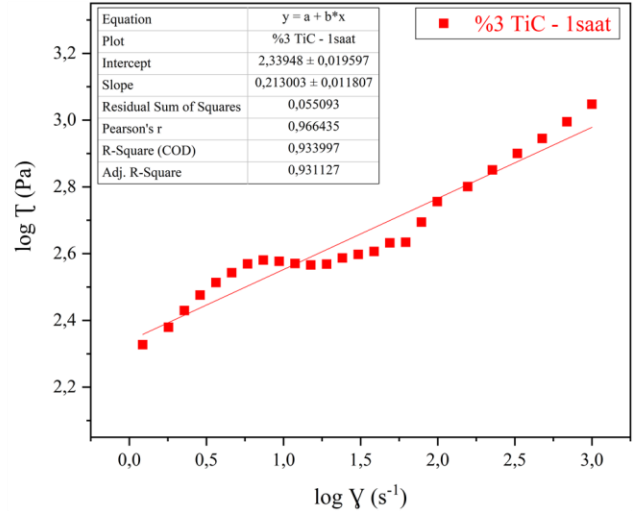
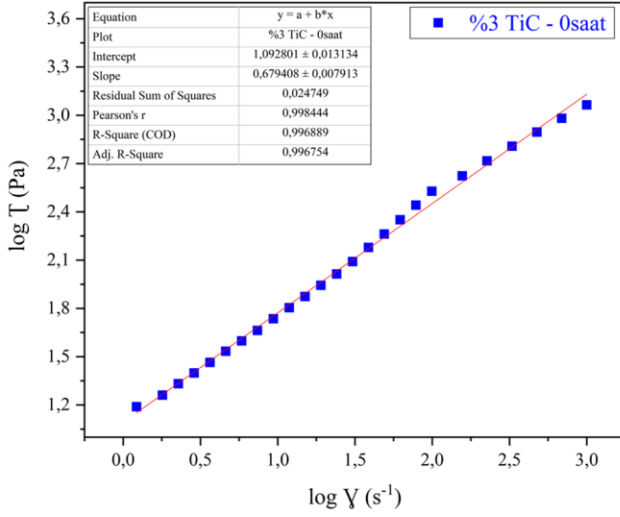
Şekil 9.52. %1 TiC takviyeli tozlara ait besleme stoklarında öğütme süresine bağlı olarak kayma geriliminin değişimi (Kayma hızı aralığı : 0,01 – 1000 s^{-1})

9.6.5. %3 TiC takviyeli tozların reolojik özellikleri

%3 TiC takviyeli tozların öğütme süresine bağlı olarak kayma gerilmesinde meydana gelen değişim, lineer regresyon analizi yapılarak şekil 9.53'te gösterilmiştir. Bunun yanında viskozite ve kayma gerilmesi değerlerinin kayma hızına ($0.01 - 1000 \text{ s}^{-1}$) bağlı olarak değişimi hem lineer hem de logaritmik skalada [EK-6](#)'da gösterilmiştir. Lineer regresyon eğrilerinde R^2 değerleri incelendiğinde 5 saatlik öğütmenin dışında tüm ölçümlerin güvenilir olduğu saptanmıştır. n , r , R^2 ve viskozite değerlerini istenilen aralıkta sağlayan gruplar çizelge 9.7'da görüldüğü üzere 0, 7 ve 10 saatlik öğütme sonrası elde edilen tozlardır. Bir önceki toz grupları ile benzer davranış kısa öğütme sürelerinde küresel formun korunmasıdır ve bundan dolayı 0 saat enjeksiyon kalıplanabilirliğe uygun çıkmıştır. Burada dikkat edilmesi gereken nokta 10 saatlik öğütme süresi sonrasında tozların küreselliği bozalsa da küçük boyutlu parçacık oranı arttığı için akış sırasında kapiler çekim kuvvetleri oluşturmuş ve bütünlüğü koruyarak olumlu katkı yapmışlardır. Bu tozların enjeksiyon kalıplanabilirliğinin uygun olduğu çizelge 9.7'de net şekilde gözlemlenmiştir.

Çizelge 9.7. %3 TiC takviyeli tozlara ait besleme stoklarının enjeksiyon kalıplanabilirliği

%3 TiC Öğütme Süresi	n	R^2	r	Viskozite < 1000 Pa.s (kayma hızı 100-1000 s^{-1} aralığında)		Enjeksiyon kalıplanabilirlik
				En yüksek	Ortalama	
0 saat	0.67	0.99	0.998	23	~ 21.6	Uygun
1 saat	0.22	0.92	0.969	5	~ 3.3	Uygun değil
3 saat	0.32	0.75	0.869	11	~ 7.1	Uygun değil
5 saat	0.071	0.05	0.232	13	~ 8.74	Uygun değil
7 saat	0.47	0.94	0.973	305	~ 262.1	Uygun
10 saat	0.77	0.99	0.989	91	~ 82.6	Uygun



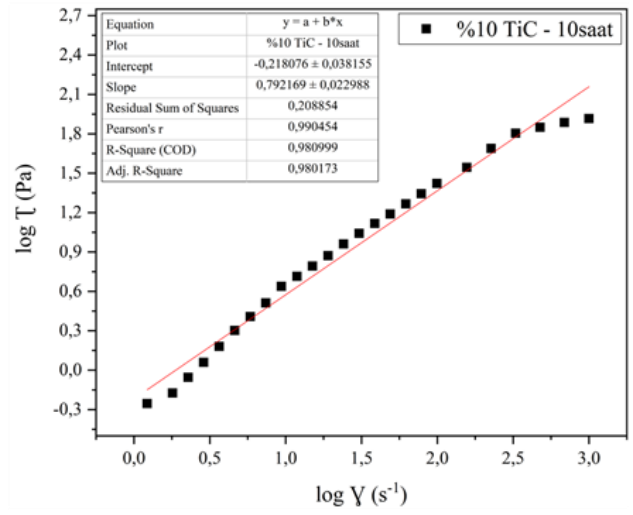
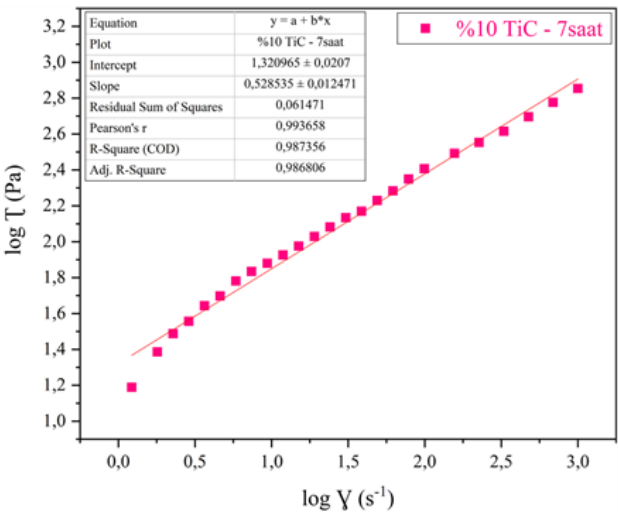
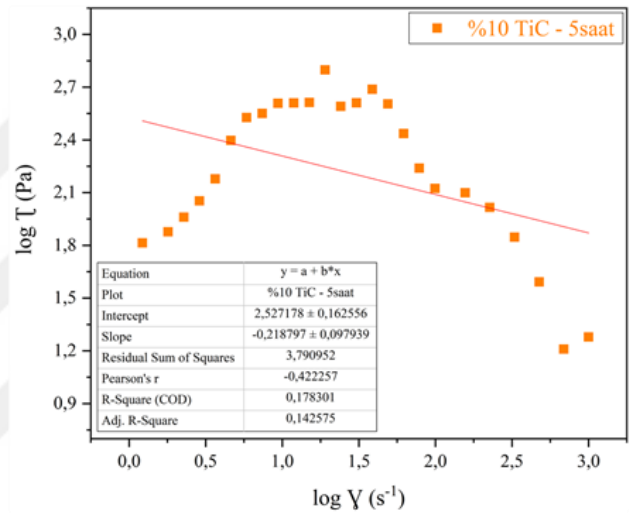
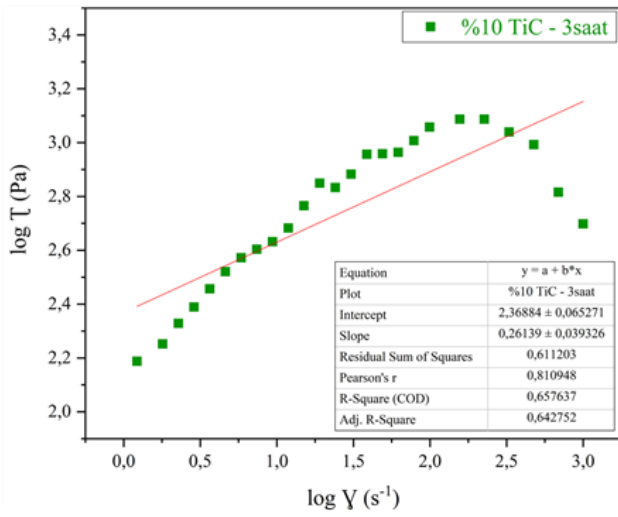
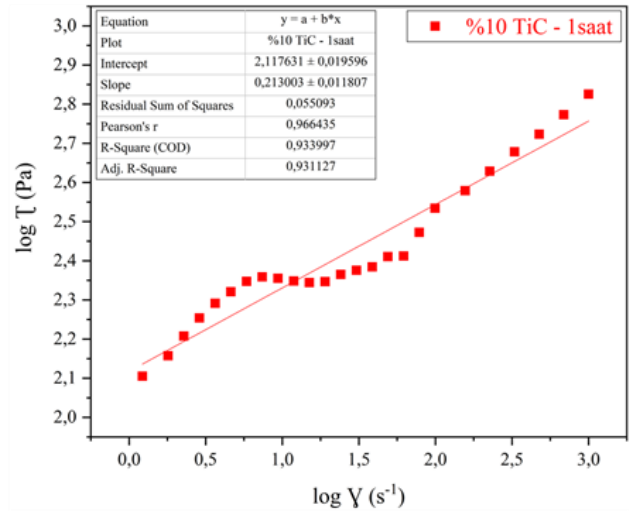
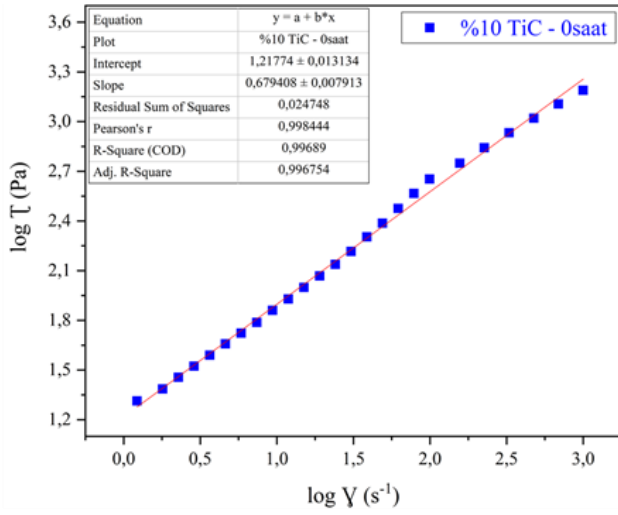
Şekil 9.53. %3 TiC takviyeli tozlara ait besleme stoklarında öğütme süresine bağlı olarak kayma geriliminin değişimi (Kayma hızı aralığı : 0,01 – 1000 s⁻¹)

9.6.6. %10 TiC takviyeli tozların reolojik özellikleri

%10 TiC takviyeli tozların öğütme süresine bağlı olarak kayma gerilmesinde meydana gelen değişim, lineer regresyon analizi yapılarak şekil 9.54'te gösterilmiştir. Bunun yanında viskozite ve kayma gerilmesi değerlerinin kayma hızına ($0.01 - 1000 \text{ s}^{-1}$) bağlı olarak değişimi hem lineer hem de logaritmik skalada [EK-7](#)'de gösterilmiştir. Lineer regresyon eğrilerinde R^2 değerleri incelendiğinde 3 ve 5 saatlik öğütmenin dışında tüm ölçümlerin güvenilir olduğu saptanmıştır. n , r , R^2 ve viskozite değerlerini istenilen aralıkta sağlayan gruplar çizelge 9.8'de görüldüğü üzere 0, 7 ve 10 saatlik öğütme sonrası elde edilen tozlardır. %10 TiC takviyeli tozlarda takviye miktarının artması önceki tozların parçalanmasını hızlandırmıştır. Bu durum yapı içinde enjeksiyon kalıplanabilirliği arttıran çok küçük parçacıkların oluşumunu sağlamıştır. Yapıda pulsu tozlar olsa bile bu tozların akış özelliklerini geliştiren küçük tozlar bilyeli rulman etkisi yapmışlardır (Rolling bearing effect) . Böylece elde edilen viskozite değerleri akış davranış indeksleri arzu edilen aralıkta çıkmıştır.

Çizelge 9.8. %10 TiC takviyeli tozlara ait besleme stoklarının enjeksiyon kalıplanabilirliği

%10 TiC Öğütme Süresi	n	R^2	r	Viskozite < 1000 Pa.s (kayma hızı 100-1000 s^{-1} aralığında)		Enjeksiyon kalıplanabilirlik
				En yüksek	Ortalama	
0 saat	0.68	0.99	0.998	55.8	~ 51.8	Uygun
1 saat	0.21	0.93	0.966	4.7	~ 3.4	Uygun değil
3 saat	0.26	0.65	0.810	31.5	~ 14.1	Uygun değil
5 saat	-0.21	0.17	-0.422	5.5	~ 2.1	Uygun değil
7 saat	0.53	0.98	0.993	14.1	~ 11.6	Uygun
10 saat	0.79	0.98	0.990	9.1	~ 8.3	Uygun



Şekil 9.54. %10 TiC takviyeli tozlara ait besleme stoklarında öğütme süresine bağlı olarak kayma geriliminin değişimi (Kayma hızı aralığı : 0,01 – 1000 s⁻¹)

10. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

10.1. Sonuçlar

Bu tez çalışmasında toz metalurjik yöntemler için 24 farklı özellikte TiC/316L kompozit toz hammaddesi mekanik alaşımlama yöntemi ile başarı ile üretilmiş ve karakterize edilmiştir.

Yapılan ön çalışmalar neticesinde en uygun işlem kontrol katkısının stearik asit olduğu belirlenmiştir. Kısa öğütme sürelerinde hemen hemen tüm gruplar küresel şeklini korumuştur fakat artan öğütme süresi ile pulsu yapıya geçiş olmuş ve sonra aşırı pekleşmeye bağlı olarak tekrar kırılmışlardır. Özellikle 5-7 saatlik öğütme sürelerinde tek kesit-nano pulsu tozlar elde edilmiştir ([Şekil 9.2](#)).

En yüksek toz boyutu 7 saat öğütülmüş takviyesiz tozlarda , en düşük toz boyutu ise 10 saat öğütülmüş %10 TiC takviyeli tozlarda elde edilmiştir ([Şekil 9.23](#)).

Tüm toz gruplarında öğütme süresinin ve takviye oranının artması ile kristalit boyutu düşmüş , kafes mikro-gerinimi ile dislokasyon yoğunluğu değerleri artmıştır. Bu gruplar arasında en düşük kristalit boyutu (8 nm), en yüksek kafes mikro-gerinimi (%1.01) ve yine en yüksek dislokasyon yoğunluğu ($13.55 \cdot 10^{15}$ çizgi/m²) %3 TiC takviyeli ve 10 saat öğütülmüş tozlarda elde edilmiştir ([Şekil 9.38](#)).

Spesifik yüzey alanı fazla olan %10 TiC takviyeli tozların uzun öğütme sürelerinde (5, 7 ve 10 saat) işlem kontrol katkısı olarak kullanılan ağ. %1 stearik asit yetersiz kalmıştır ve yağlayıcılık özelliğini gösterememiştir. Bu yüzden toz ara yüzeylerinde film oluşmamış ve tozların büyük kısmı hazne duvarına sıvanmıştır. Bu durum, %10 TiC takviyeli toz grubunun kristalografik özelliklerini olumsuz etkilemiştir.

TiC takviyesinin matris içinde homojen dağılılabilmesi için ve tozların kararlı yapıya ulaşması için 3 saatlik öğütme süresinin yeterli olduğu belirlenmiştir.

En yüksek toz mikrosertlik değeri 10 saat öğütülmüş %10 TiC takviyeli toz grubunda elde edilmiştir (1082 HV) ([Şekil 9.46](#)). Bu grupta hem yüksek sertliğe sahip takviye oranının fazla olması hem de bilyelerin tozları üzerinde 10 saat boyunca deformasyona uğratması sertliğin çok yüksek değerlere çıkmasını sağlamıştır.

Reolojik özellikler incelendiğinde tüm toz grupları 100-1000 s⁻¹ kayma hızı aralığında uygun viskozite değerindedir (≤ 1000 Pa.s) fakat kayma gerilimi değerlerine bakıldığında özellikle pulsu tozların tabakalar arası ayrışmaya uğradığı gözükmemektedir.

Enjeksiyon kalıplanabilirlik özellikleri basit lineer regresyon analizi ile belirlenmiştir. El edilen regresyon eğrilerinin eğimi ile akış davranış indeksi belirlenmiştir. En uygun akış davranış indeksine ve korelasyon katsayısına sahip olan tozlar “enjeksiyon kalıplama yönteminde besleme stoğu olarak kullanılabilir” şeklinde yorumlanmıştır. Besleme stoğu olarak kullanılacak tozlar %0 TiC – 0saat, %1 TiC – 0saat, %1 TiC – 10saat, %3 TiC – 0saat, %3 TiC – 7saat, %3 TiC – 10saat, %10 TiC – 0saat, %10 TiC – 7saat, %10 TiC – 10saat’tir.

Bunun yanında literatür incelendiğinde bu çalışma kapsamında üretilen kompozit tozların modern toz metalurjisi üretim tekniklerinden olan eklemeli üretime (additive manufacturing) uygun olduğu söylenebilir (Zheng ve ark., 2010; Hong ve ark., 2015; Al-Mangour ve ark., 2017).

10.2. Öneriler

Mekanik alaşımlama yöntemi için öneriler ;

- Farklı İKK çeşitlerinin etkisi çalışılabilir (Toluen , polietilen glikol vs.). Böylece İKK çeşidinin toz özellikleri üzerine etkisi araştırılabilir.
- İKK oranının etkisi çalışılabilir.
- Takviye malzemesi değiştirilebilir (B₄C , SiC, Alümina, vs.).

Toz enjeksiyon kalıplama yöntemi için

- Kritik toz yükleme oranının altındaki (< %68) farklı toz yükleme oranlarında denenebilir (%62,5 %65 % 67,5 vs.)
- Farklı bağlayıcı çeşitleri kullanılabilir ya da oranları değiştirilebilir.
- Bağlayıcı giderme yapılarak sinterlenebilirlik özellikleri çalışılabilir.

KAYNAKLAR

- Abenojar, J., Velasco, F., Torralba, J. M., Bas, J. A., Calero, J. A. ve Marcè, R., 2002, Reinforcing 316L stainless steel with intermetallic and carbide particles, *Materials Science and Engineering: A*, 335 (1), 1-5.
- Abenojar, J., Velasco, F. ve Martinez, M. A., 2007, Optimization of processing parameters for the Al+10% B₄C system obtained by mechanical alloying, *Journal of Materials Processing Technology*, 184 (1-3), 441-446.
- Agarwal, N. ve Mohanty, M., 2014, Synthesis and characterization of austenitic stainless steel by mechanical alloying.
- Aghamiri, S. M. S., Oono, N., Ukai, S., Kasada, R., Noto, H., Hishinuma, Y. ve Muroga, T., 2018, Microstructure and mechanical properties of mechanically alloyed ODS copper alloy for fusion material application, *Nuclear Materials and Energy*, 15, 17-22.
- Al-Joubori, A. A. ve Suryanarayana, C., 2017, Synthesis of austenitic stainless steel powder alloys by mechanical alloying, *Journal of Materials Science*, 52 (20), 11919-11932.
- Al-Mangour, B., Grzesiak, D. ve Yang, J.-M., 2017, In situ formation of TiC-particle-reinforced stainless steel matrix nanocomposites during ball milling: Feedstock powder preparation for selective laser melting at various energy densities, p.
- AlMangour, B., Grzesiak, D. ve Jenn-MingYang, 2016, Selective laser melting of TiC reinforced 316L stainless steel matrix nanocomposites: Influence of starting TiC particle size and volume content, *Materials & Design*, 104, 141-151.
- AlMangour, B., Grzesiak, D. ve Yang, J.-M., 2017, In-situ formation of novel TiC-particle-reinforced 316L stainless steel bulk-form composites by selective laser melting, *Journal of Alloys and Compounds*, 706, 409-418.
- Arifin, A., Bakar, A., Muhamad, N., Syarif, J. ve Ramli, M. I., 2014, HA/Ti6Al4V Powder with Palm Stearin Binder System - Feedstock Characterization, p.
- Azimi, A., Shokuhfar, A. ve Nejadseyfi, O., 2015, Mechanically alloyed Al7075-TiC nanocomposite: Powder processing, consolidation and mechanical strength, *Materials & Design*, 66, 137-141.
- Bilketay, S., 2017, Toz Enjeksiyon Kalıplama Tekniği ile Üretilen B₄C Seramikler için Besleme Stoğunun Hazırlanması, Reolojik ve Bağlayıcı Giderme Özelliklerinin Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Bouzegzi, N., Miroud, D., Ahnia, F., Alcalá, G., Perez, F. J., Khenfer, K., Tata, M. ve Mato, S., 2018, Microstructural and electrochemical study of a brazed WC based metal matrix composite obtained by infiltration process, *Journal of Alloys and Compounds*, 759, 22-31.
- Caballero, E. S., Cintas, J., Cuevas, F. G., Montes, J. M., Ternero, F. ve Reina, F. J. V., 2017, Synthesis and characterization of in situ-reinforced Al-AlN composites produced by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 728, 640-644.
- Canakci, A., Varol, T. ve Nazik, C., 2012, Effects of amount of methanol on characteristics of mechanically alloyed Al-Al₂O₃ composite powders, *Materials Technology*, 27 (4), 320-327.
- Candoğan, K., 2019, Gıdaların Fiziksel Özellikleri, Ders-3.pdf [online], <https://acikders.ankara.edu.tr/course/view.php?id=772> [Ziyaret tarihi: 08.01.2019],

- Chan, T. Y. ve Lin, S. T., 1995, Effects of stearic acid on the injection molding of alumina, *Journal of the American Ceramic Society*, 78 (10), 2746-2752.
- Choi, J. P., Lyu, H. G., Lee, W. S. ve Lee, J. S., 2014, Investigation of the rheological behavior of 316L stainless steel micro-nano powder feedstock for micro powder injection molding, *Powder Technology*, 261, 201-209.
- Çelebi, N., 2009, Reoloji, In: Modern Farmasötik Teknoloji, Eds, Ankara: TEB Eczacılık Akademisi, p. 391-402.
- Dammak, M., Gaspérini, M. ve Barbier, D., 2014, Microstructural evolution of iron based metal–matrix composites submitted to simple shear, *Materials Science and Engineering: A*, 616, 123-131.
- de Castro, V., Leguey, T., Monge, M. A., Muñoz, A., Pareja, R., Amador, D. R., Torralba, J. M. ve Victoria, M., 2003, Mechanical dispersion of Y₂O₃ nanoparticles in steel EUROFER 97: process and optimisation, *Journal of Nuclear Materials*, 322 (2), 228-234.
- Foong, M. L. ve Tam, K. C., 1998, 9 - Application of Polymer Technology to Metal Injection Molding (MIM) Processing, In: Advanced Polymer Processing Operations, Eds: Cheremisinoff, N. P., Westwood, NJ: William Andrew Publishing, p. 213-280.
- Gal, C. W., Han, S. S., Han, J. S., Lin, D. ve Park, S. J., 2019a, Investigation of stainless steel 316L/zirconia joint part fabricated by powder injection molding, *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 16 (1), 315-323.
- Gal, C. W., Song, G. W., Baik, W. H., Kim, H. K., Lee, D. K., Lim, K. W. ve Park, S. J., 2019b, Fabrication of pressureless sintered Si₃N₄ ceramic balls by powder injection molding, *Ceramics International*, 45 (5), 6418-6424.
- German, R. M. ve Bose, A., 1997, Injection Molding of Metals and Ceramics, Metal Powder Industries Federation, p.
- German, R. M., 2005, Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing, Metal Powder Industries Federation, p. 528.
- Glória, G. O., Margem, F. M., Ribeiro, C. G. D., Moraes, Y. M. d., Cruz, R. B. d., Silva, F. d. A. ve Monteiro, S. N., 2015, Charpy Impact Tests of Epoxy Composites Reinforced with Giant Bamboo Fibers, *Materials Research*, 18, 178-184.
- Gostariani, R., Bagherpour, E., Rifai, M., Ebrahimi, R. ve Miyamoto, H., 2018, Fabrication of Al/AlN in-situ nanocomposite through planetary ball milling and hot extrusion of Al/BN: Microstructural evaluation and mechanical behavior, *Journal of Alloys and Compounds*, 768, 329-339.
- Gökmen, U., 2014, Nikel Esaslı Metal Tozlarının Enjeksiyon Kalıplanabilmesi için Bağlayıcı Sisteminin Geliştirilmesi ve Sinterlenmesi, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Gökmen, U. ve Türker, M., 2014, In718 Süper alaşım Tozunun Enjeksiyon Kalıplanabilmesi İçin İskelet Bağlayıcı Polipropilen Kullanılarak Hazırlanan Besleme Stoklarının Reolojik Özelliklerinin İncelenmesi, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 29 (1), 165-174.
- Gulsoy, H. O., Pazarlioglu, S., Gulsoy, N., Gundede, B. ve Mutlu, O., 2015, Effect of Zr, Nb and Ti addition on injection molded 316L stainless steel for bio-applications: Mechanical, electrochemical and biocompatibility properties, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 51, 215-224.
- Guo, S., Duan, B., He, X. ve Qu, X., 2009, Powder injection molding of pure titanium, *Rare Metals*, 28 (3), 261-265.
- Gülsoy, H., uuml, nay, V., Baykara, T., inodot ve German, R., 2012, Injection Molding of Mechanical Alloyed Ti–Fe–Zr Powder, p.

- Hamidi, M., Harun, W., Khalil, N., Ghani, S. ve Azir, M., 2017, Study of solvent debinding parameters for metal injection moulded 316L stainless steel, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 012035.
- Heaney, D. F., Mueller, T. W. ve Davies, P. A., 2004, Mechanical properties of metal injection moulded 316L stainless steel using both prealloy and master alloy techniques, *Powder Metallurgy*, 47 (4), 367-373.
- Hong, C., Gu, D., Dai, D., Alkhayat, M., Urban, W., Yuan, P., Cao, S., Gasser, A., Weisheit, A., Kelbassa, I., Zhong, M. ve Poprawe, R., 2015, Laser additive manufacturing of ultrafine TiC particle reinforced Inconel 625 based composite parts: Tailored microstructures and enhanced performance, *Materials Science and Engineering: A*, 635, 118-128.
- Internet, 2009, Types of mills (attritor type) [online], <https://www.unionprocess.com/news2009-11.html> [Ziyaret tarihi: 01.11.2018],
- Internet, 2016, Metal Injection Molding Process [online], <https://www.mpif.org/IntrotoPM/Processes/MetalInjectionMolding.aspx> [Ziyaret tarihi: 25.12.2018],
- Internet, 2017, Sinterleme [Online], <http://www.turkcadcam.net/rapor/otoinsa/sinterleme.html> [Ziyaret tarihi: 22.04.2017],
- Internet, 2018, How an Attritor Works [online], http://www.attritor.in/attritor_working.html,
- Juárez, R., Suñol, J. J., Berlanga, R., Bonastre, J. ve Escoda, L., 2007, The effects of process control agents on mechanical alloying behavior of a Fe–Zr based alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 434-435, 472-476.
- Jung, T.-K., Joh, D.-W., Lee, S.-Y., Choi, M.-S., Hyun, S.-K. ve Lee, H.-S., 2014, Mechanical alloying of platinum with 5% ZrO₂ nanoparticles for glass making tools, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 24, s99-s105.
- Kayalı, Y., 2011, Borlanmış AISI 316L Paslanmaz Çeliğin Korozyon ve Aşınma Davranışlarının İncelenmesi, Doktora Tezi, *Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Keller, C., Tabalaiev, K., Marnier, G., Noudem, J., Sauvage, X. ve Hug, E., 2016, Influence of spark plasma sintering conditions on the sintering and functional properties of an ultra-fine grained 316L stainless steel obtained from ball-milled powder, *Materials Science and Engineering: A*, 665, 125-134.
- Khakbiz, M., Simchi, A. ve Bagheri, R., 2005, Investigation of rheological behaviour of 316L stainless steel–3 wt-%TiC powder injection moulding feedstock, *Powder Metallurgy*, 48 (2), 144-150.
- Kishawy, H. A., 2012, 1 - Turning processes for metal matrix composites, In: *Machining Technology for Composite Materials*, Eds: Hocheng, H.: Woodhead Publishing, p. 3-16.
- Kong, X., Barriere, T. ve Gelin, J. C., 2012, Determination of critical and optimal powder loadings for 316L fine stainless steel feedstocks for micro-powder injection molding, *Journal of Materials Processing Technology*, 212 (11), 2173-2182.
- Kotan, H., 2015, Microstructural evolution of 316L stainless steels with yttrium addition after mechanical milling and heat treatment, *Materials Science and Engineering: A*, 647, 136-143.
- Kryachek, V. M., 2004, Injection Moulding (Review), *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 43 (7), 336-348.

- Krztoń, H., D. K., J. P. ve R. M., 2007, Processing and properties of sinters prepared from 316L steel nanopowders, p.
- Kwon, N.-H., Kim, G.-H., Song, H. S. ve Lee, H.-L., 2001, Synthesis and properties of cubic zirconia–alumina composite by mechanical alloying, *Materials Science and Engineering: A*, 299 (1), 185-194.
- Lenser, T. ve Theißen, G., 2014, Quantifying Fruit Dehiscence Using the Random Impact Test (RIT), *Bio-Protocol*, 4 (15).
- Li, R., Qin, M., Liu, C., Huang, H., Lu, H., Chen, P. ve Qu, X., 2017, Injection molding of tungsten powder treated by jet mill with high powder loading: A solution for fabrication of dense tungsten component at relative low temperature, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 62, 42-46.
- Lin, D., Sanetrik, D., Cho, H., Chung, S. T., Kwon, Y. S., Kate, K. H., Hausnerova, B., Atre, S. V. ve Park, S. J., 2017, Rheological and thermal debinding properties of blended elemental Ti-6Al-4V powder injection molding feedstock, *Powder Technology*, 311, 357-363.
- Lin, S. T., 1997, Interface Controlled Decarburisation Model for Injection Moulded Parts During Debinding, *Powder Metallurgy*, 40 (1), 66-72.
- Liu, J., Liu, Z., Dong, Z., Cheng, X., Zheng, Q., Li, J., Zuo, S., Huang, Z., Gao, Y., Xing, J. ve Han, Q., 2018, On the preparation and mechanical properties of in situ small-sized TiB₂/Al-4.5Cu composites via ultrasound assisted RD method, *Journal of Alloys and Compounds*, 765, 1008-1017.
- Liu, J., Xiong, D.-B., Su, Y., Guo, Q., Li, Z. ve Zhang, D., 2019, Effect of thermal cycling on the mechanical properties of carbon nanotubes reinforced copper matrix nanolaminated composites, *Materials Science and Engineering: A*, 739, 132-139.
- Loh, N. H., Tor, S. B. ve Khor, K. A., 2001, Production of metal matrix composite part by powder injection molding, *Journal of Materials Processing Technology*, 108 (3), 398-407.
- Martínez, C., Ordoñez, S., Guzmán, D., Serafini, D., Iturriza, I. ve Bustos, O., 2013, Phase evolution and thermal stability of 2 Mg–Cu alloys processed by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 581, 241-245.
- Mousavi Anijdan, S. H. ve Sabzi, M., 2018, The effect of pouring temperature and surface angle of vortex casting on microstructural changes and mechanical properties of 7050Al-3 wt% SiC composite, *Materials Science and Engineering: A*, 737, 230-235.
- Nazik, C., 2013, Alüminyum Matrisli B4C Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Newkirk, J. W., Brasel, G. M. ve Sago, J. A., 1997, Suitability of mechanically alloyed powders for MIM, *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials - 1997*, 18187-18200.
- Nguyen, H. V., Kim, J. C., Kim, J. S., Kwon, Y. J. ve Kwon, Y. S., 2010, Effect of Process-Control Agents on Characteristics of Amorphous Al-Y-Ni-Co Alloy Powder Produced by Mechanical Alloying, *Journal of Korean Powder Metallurgy Institute*, 17 (1), 7-12.
- Nie, C., Gu, J., Liu, J. ve Zhang, D., 2008, Investigation on microstructures and interface character of B4C particles reinforced 2024Al matrix composites fabricated by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 454 (1), 118-122.

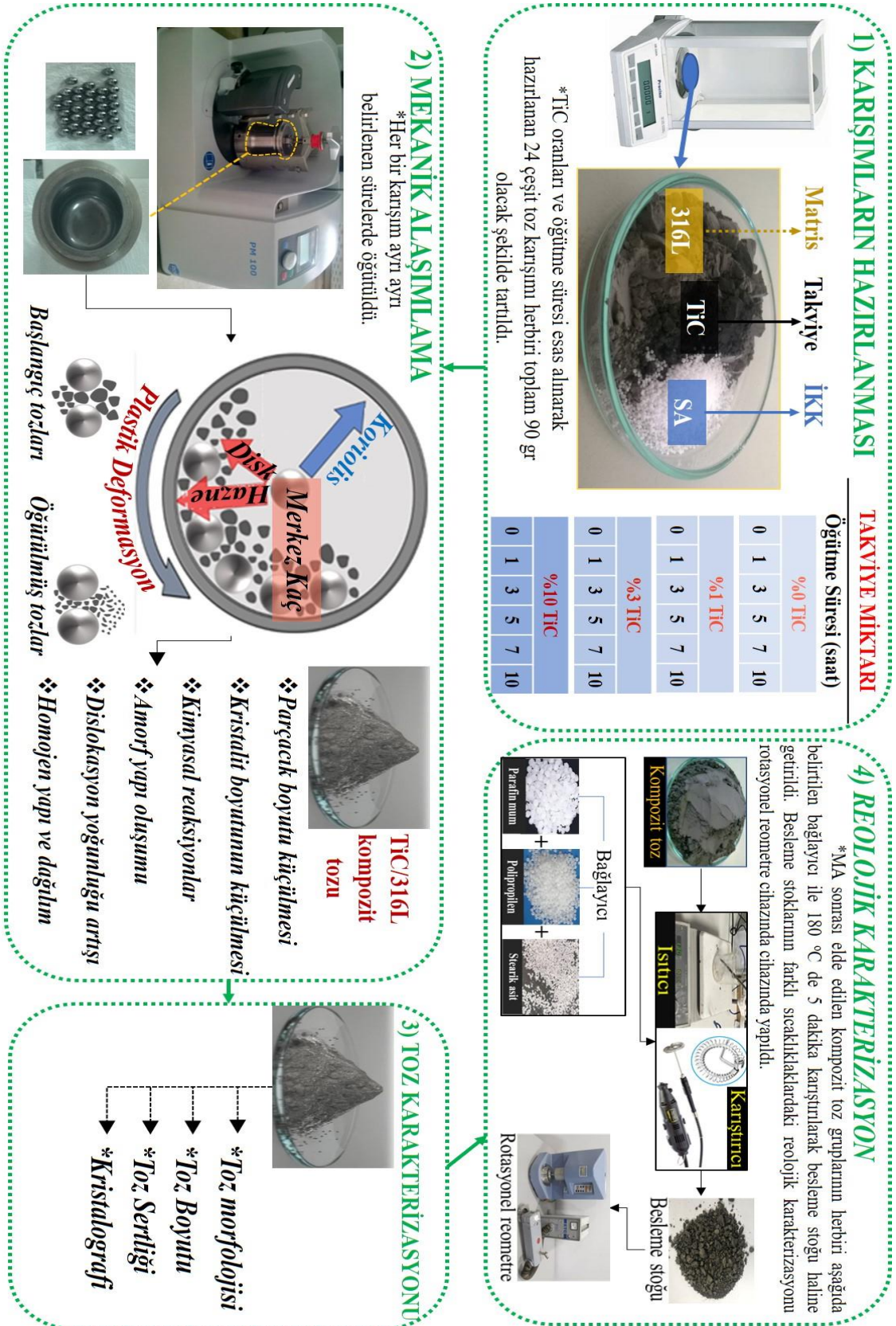
- Niu, H. ve Northwood, D. O., 2002, Enhanced electrochemical properties of ball-milled Mg₂Ni electrodes, *International Journal of Hydrogen Energy*, 27 (1), 69-77.
- Oh, J. W., Lee, W. S. ve Park, S. J., 2017, Influence of nano powder on rheological behavior of bimodal feedstock in powder injection molding, *Powder Technology*, 311, 18-24.
- Oleszak, D., Antolak-Dudka, A. ve Kulik, T., 2018, High entropy multicomponent WMoNbZrV alloy processed by mechanical alloying, *Materials Letters*, 232, 160-162.
- Orowan, E., 1949, Fracture and strength of solids, *Reports on progress in physics*, 12 (1), 185.
- Ozkaya, S. ve Canakci, A., 2016, Effect of the B₄C content and the milling time on the synthesis, consolidation and mechanical properties of AlCuMg-B₄C nanocomposites synthesized by mechanical milling, *Powder Technology*, 297, 8-16.
- Özgün, Ö., 2012a, Nikel Esaslı Süperalaşım Malzemelerin Toz Enjeksiyon Kalıplama Yöntemi ile Üretilmesi ve Karakterizasyonu, Doktora Tezi, *Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Özgün, Ö., 2012b, Nikel esaslı süperalaşım malzemelerin toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ile üretilmesi ve karakterizasyonu, *Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Pak, J.-H., Kim, G.-N., Hwang, S.-G., Kim, B.-S., Noh, J.-P. ve Huh, S.-C., 2016, Mechanical properties of Cu matrix composite fabricated by extrusion process, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 26 (10), 2679-2686.
- Pacharawit, T., Klahan, S., Rupkrathok, P. ve Chuankrerkkul, N., 2014, Effects of Mechanical Alloying on Microstructure and Properties of Powder Injection Moulded SiCp-Reinforced Aluminium Composite, *Applied Mechanics and Materials*, 597, 103-108.
- Quinard, C., Song, J., Barriere, T. ve Gelin, J. C., 2011, Elaboration of PIM feedstocks with 316L fine stainless steel powders for the processing of micro-components, *Powder Technology*, 208 (2), 383-389.
- Rajabi, J., Muhamad, N., Sulong, A., Fayyaz, A. ve Raza, M. R., 2014, The effect of nano-sized stainless steel powder addition on mechanical and physical properties of micropowder injection molded part, *Materials & Design*, 63, 223-232.
- Ramli, M. I., Bakar, A., Arifin, A., Muchtar, A. ve Muhamad, N., 2012, Powder Injection Molding of SS316L/HA Composite: Rheological Properties and Mechanical Properties of the Green Part, p.
- Raza, M. R., Ahmad, F., Omar, M. A. ve German, R. M., 2012, Effects of cooling rate on mechanical properties and corrosion resistance of vacuum sintered powder injection molded 316L stainless steel, *Journal of Materials Processing Technology*, 212 (1), 164-170.
- Raza, M. R., Sulong, A. B., Muhamad, N., Akhtar, M. N. ve Rajabi, J., 2015, Effects of binder system and processing parameters on formability of porous Ti/HA composite through powder injection molding, *Materials & Design*, 87, 386-392.
- Raza, M. R., Ahmad, F., Muhamad, N., Sulong, A. B., Omar, M. A., Akhtar, M. N. ve Aslam, M., 2016, Effects of solid loading and cooling rate on the mechanical properties and corrosion behavior of powder injection molded 316 L stainless steel, *Powder Technology*, 289, 135-142.
- Sanjay, S. J., Naik, S. K. ve Shashishekar, C., 2017, Effect of Artificial Ageing on Wear Behaviour of Al7010/B₄C Composite, *Materials Today: Proceedings*, 4 (10), 11194-11200.

- Sankar, R. ve Singh, P., 1998, Synthesis of 7075 Al/SiC particulate composite powders by mechanical alloying, *Materials Letters*, 36 (1-4), 201-205.
- Shackelford, J. F., Han, Y.-H., Kim, S. ve Kwon, S.-H., 2016, CRC materials science and engineering handbook, CRC press, p.
- Shaw, L., Villegas, J., Luo, H., Zawrah, M. ve Miracle, D., 2003, Effects of process-control agents on mechanical alloying of nanostructured aluminum alloys, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34 (1), 159-170.
- Singh, R. ve Singla, R., 2012, Tribological characterization of aluminium-silicon carbide composite prepared by mechanical alloying, p.
- Smith, W. F., 2012, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Çeviri Kınıkoglu, N.G., *Literatür Yayıncılık, İstanbul*.
- Song, H. X., Wu, Y. X., Yuan, S., Gong, Q. M., Park, S. J. ve German, R. M., 2010, Mechanical alloying of FeAl intermetallic powder for metal injection moulding process, *Powder Metallurgy*, 53 (3), 208-212.
- Sotomayor, M., Varez, A. ve Levenfeld, B., 2010, Sotomayor ME, Várez A and Levenfeld B: 'Influence of powder size distribution on rheological properties of 316L powder injection moulding feedstocks', *Powder Technol*, p.
- Supati, R., Loh, N. H., Khor, K. A. ve Tor, S. B., 2000, Mixing and characterization of feedstock for powder injection molding, *Materials Letters*, 46 (2), 109-114.
- Supriadi, S., Baek, E., Choi, C. J. ve Lee, B. T., 2007, Binder system for STS 316 nanopowder feedstocks in micro-metal injection molding, p.
- Suryanarayana, C., 2001, Mechanical alloying and milling, *Progress in Materials Science*, 46 (1), 1-184.
- Suryanarayana, C., 2004, *Mechanical Alloying and Milling*. New York: Marcel Dekker Inc.
- Szymanska, A., Oleszak, D., Grabias, A., Rosinski, M., Sikorski, K., Kazior, J., Michalski, A. ve Kurzydowski, K. J., 2004, Phase Transformations in Ball Milled AISI 316L Stainless Steel Powder and the Microstructure of The Steel Obtained by Its Sintering, *Reviews on Advanced Materials Science*, 8 (2), 143-146.
- Tan, C., Wang, G., Ji, L., Tong, Y. ve Duan, X.-M., 2016, Investigation on 316L/W functionally graded materials fabricated by mechanical alloying and spark plasma sintering, *Journal of Nuclear Materials*, 469, 32-38.
- Thavanayagam, G., Pickering, K. L., Swan, J. E. ve Cao, P., 2015, Analysis of rheological behaviour of titanium feedstocks formulated with a water-soluble binder system for powder injection moulding, *Powder Technology*, 269, 227-232.
- Topcu, I., Gulsoy, H. O., Kadioglu, N. ve Gulluoglu, A. N., 2009, Processing and mechanical properties of B4C reinforced Al matrix composites, *Journal of Alloys and Compounds*, 482 (1), 516-521.
- Torralba, J., Hidalgo, J. ve Jiménez-Morales, A., 2013, Powder injection moulding: processing of small parts of complex shape, p.
- Trinh, P. V., Luan, N. V., Phuong, D. D., Minh, P. N., Weibel, A., Mesguich, D. ve Laurent, C., 2018, Microstructure, microhardness and thermal expansion of CNT/Al composites prepared by flake powder metallurgy, *Composites Part a-Applied Science and Manufacturing*, 105, 126-137.
- Urtekin, L., 2008, Toz Enjeksiyon Kalıplanmış Steatit Seramiklerin Özelliklerine Kalıplama ve Sinterleme Parametrelerinin Etkisinin İncelenmesi, Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*.

- Ünal, R., 2018, Toz Üretim Teknikleri [online], http://rahmiunal.net/toz/tozuretimi/powder_product.html [Ziyaret Tarihi: 03.11.2018],
- Varol, T., 2012, AA2024 Matrisli B4C Parçacık Takviyeli Metal Matrisli Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, *Karadeniz Teknik Üniversitesi*, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Varol, T. ve Canakci, A., 2013, Effect of particle size and ratio of B4C reinforcement on properties and morphology of nanocrystalline Al2024-B4C composite powders, *Powder Technology*, 246, 462-472.
- Varol, T., Canakci, A. ve Yalcin, E. D., 2017, Fabrication of NanoSiC-Reinforced Al2024 Matrix Composites by a Novel Production Method, *Arabian Journal for Science and Engineering*, 42 (5), 1751-1764.
- Vervoort, P. J., Vetter, R. ve Duszczyc, J., 1996, Overview of powder injection molding, *Advanced Performance Materials*, 3 (2), 121-151.
- Williamson, G. K. ve Hall, W. H., 1953, X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram, *Acta Metallurgica*, 1 (1), 22-31.
- Williamson, G. K. ve Smallman, R. E., 1956, III. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray debye-scherrer spectrum, *Philosophical Magazine*, 1 (1), 34-46.
- Wolski, K., Thévenot, F. ve Le Coze, J., 1996, Effect of nanometric oxide dispersion on creep resistance of ODS-FeAl prepared by mechanical alloying, *Intermetallics*, 4 (4), 299-307.
- Yang, W.-W., Yang, K.-Y. ve Hon, M.-H., 2003, Effects of PEG molecular weights on rheological behavior of alumina injection molding feedstocks, *Materials Chemistry and Physics*, 78 (2), 416-424.
- Ye, H., Liu, X. Y. ve Hong, H., 2008, Fabrication of metal matrix composites by metal injection molding—A review, *Journal of Materials Processing Technology*, 200 (1), 12-24.
- Zhang, Q., Yang, Y., Ren, X.-x., Yang, Z.-l., Gao, P.-y., Zhao, C.-c., Chu, Z.-h., Wang, L., Li, J. ve Dong, Y.-c., 2018, Microstructure and properties of composite coatings prepared by plasma spraying ZrO2-B2O3-Al composite powders, *Journal of Alloys and Compounds*, 740, 124-131.
- Zheng, B., Topping, T., Smugeresky, J. E., Zhou, Y., Biswas, A., Baker, D. ve Lavernia, E. J., 2010, The Influence of Ni-Coated TiC on Laser-Deposited IN625 Metal Matrix Composites, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41 (3), 568-573.
- Zhou, S., Xu, Y., Liao, B., Sun, Y., Dai, X. ve Pan, H., 2018, In-situ synthesis of Ti-Fe-based alloys prepared by the combination of mechanical alloying and laser melting deposition: Microstructure and corrosion resistance, *Journal of Alloys and Compounds*, 768, 697-706.

EKLER

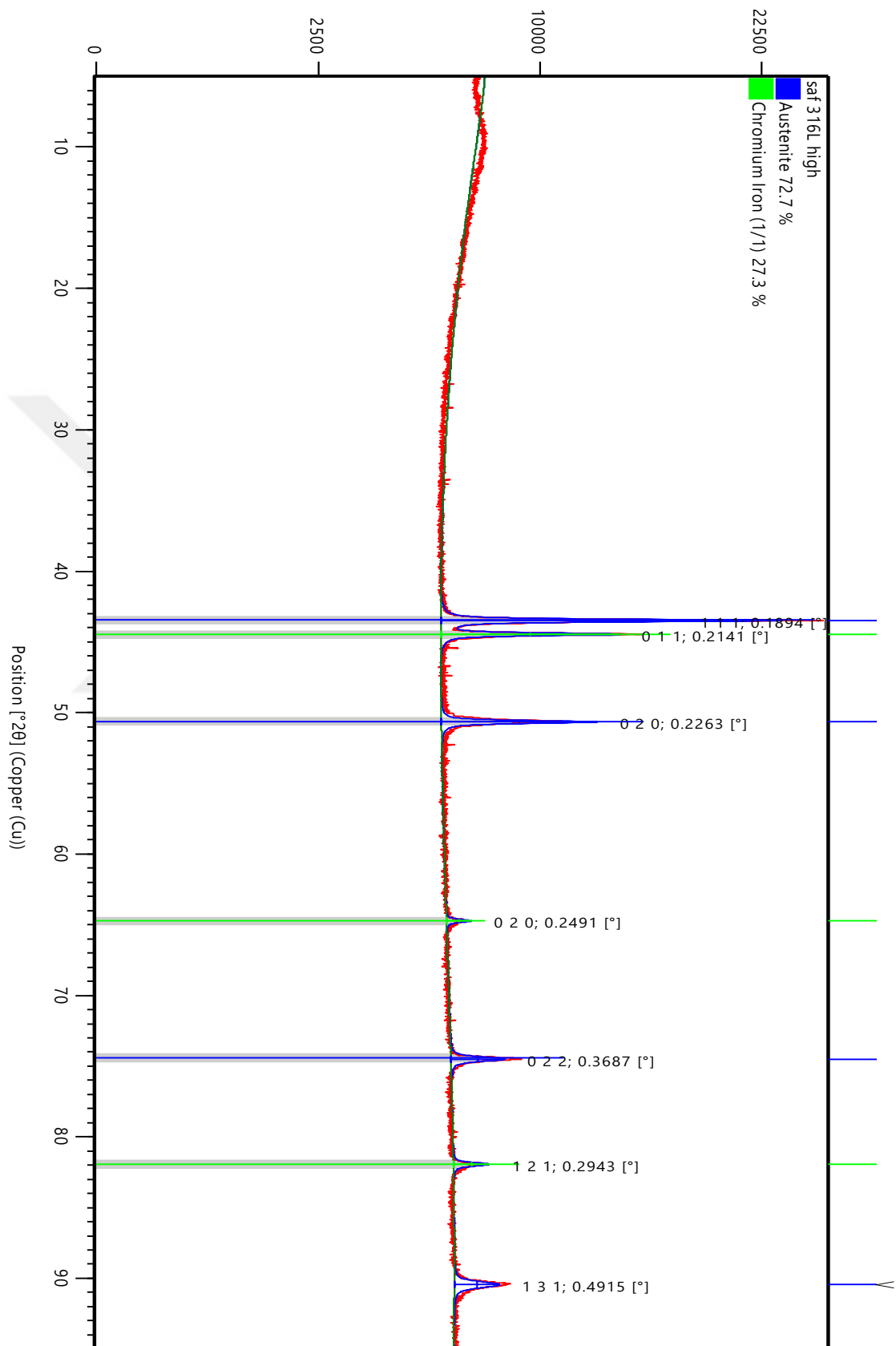
EK-1 Deneysel çalışmalara ait iş akışı şeması



EK-2 Toz boyutu analizi sonrası elde edilen ham veriler

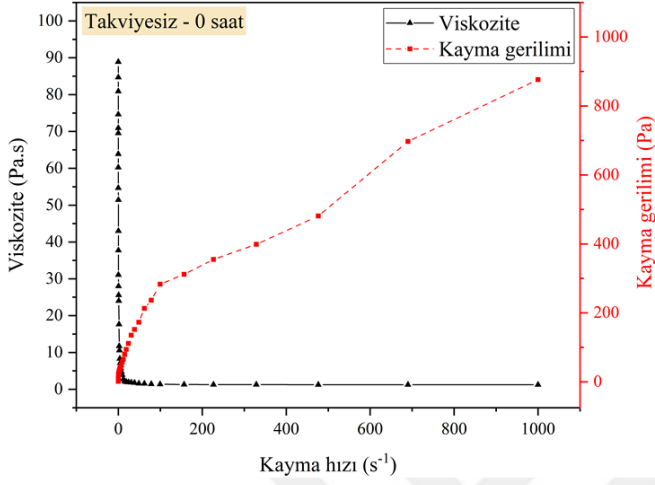
Talebiye Oranı ve Ölçüm Süresi	TOZ BOYUTU VE SPESİFİK YÜZEY ALANI DENENY VERİLERİ VE STANDART SAPMALARI																															
	Spesifik YüzeY Alanı (m ² /g)								d10 (µm)								d50 (µm)								d90 (µm)							
	ölçüm 1	ölçüm 2	ölçüm 3	ölçüm 4	AR. ORT.	STD. SAPMA	ölçüm 1	ölçüm 2	ölçüm 3	ölçüm 4	AR. ORT.	STD. SAPMA	ölçüm 1	ölçüm 2	ölçüm 3	ölçüm 4	AR. ORT.	STD. SAPMA	ölçüm 1	ölçüm 2	ölçüm 3	ölçüm 4	AR. ORT.	STD. SAPMA								
%0-0saat	0.679	0.682	0.679	0.684	0.681	0.002	5.7	5.7	5.8	5.7	5.7	0.0	9.5	9.4	9.5	9.5	9.5	15.8	15.7	15.7	15.8	15.8	0.1									
%0-1saat	0.461	0.462	0.461	0.452	0.459	0.005	7.5	7.3	7.6	7.4	7.5	0.1	14.2	14.4	14.2	14.7	14.4	0.2	32.2	34.0	31.2	33.9	32.8	1.4								
%0-3saat	0.385	0.388	0.387	0.384	0.386	0.002	8.2	8.2	8.3	8.2	8.2	0.1	18.1	17.9	18.0	17.7	17.9	0.2	52.7	54.2	57.2	52.8	54.2	2.1								
%0-5saat	0.426	0.440	0.423	0.428	0.429	0.007	7.6	7.5	7.7	7.6	7.6	0.1	18.2	17.4	18.1	17.9	17.9	0.4	51.1	45.2	51.2	48.4	49.0	2.8								
%0-7saat	0.501	0.499	0.488	0.491	0.495	0.006	6.8	6.6	6.5	6.4	6.6	0.2	17.5	17.5	17.7	17.8	17.6	0.2	45.5	45.5	47.3	45.5	46.0	0.9								
%0-10saat	0.524	0.517	0.524	0.517	0.521	0.004	6.3	6.3	6.2	6.4	6.3	0.1	15.4	15.5	15.3	15.3	15.4	0.1	43.3	47.0	42.6	45.8	44.7	2.1								
%1-0saat	0.590	0.599	0.587	0.593	0.592	0.005	5.9	5.9	5.8	5.9	5.9	0.1	9.8	9.9	9.5	9.8	9.8	0.2	16.2	16.1	15.9	16.4	16.2	0.2								
%1-1saat	0.525	0.528	0.533	0.531	0.529	0.004	6.6	6.5	6.5	6.5	6.5	0.0	12.6	12.5	12.3	12.4	12.5	0.1	28.6	29.3	28.5	28.5	28.7	0.4								
%1-3saat	0.506	0.488	0.496	0.498	0.497	0.007	6.6	6.7	6.6	6.4	6.6	0.1	15.1	15.3	15.1	15.1	15.2	0.1	37.0	36.1	36.9	40.6	37.7	2.0								
%1-5saat	0.501	0.503	0.506	0.499	0.502	0.003	6.8	6.8	6.7	6.9	6.8	0.1	17.3	17.0	17.1	16.8	17.1	0.2	46.2	44.9	46.5	44.4	45.5	1.0								
%1-7saat	0.521	0.527	0.520	0.517	0.521	0.004	6.7	6.7	6.7	6.8	6.7	0.0	17.0	17.3	17.1	17.2	17.2	0.1	47.5	47.1	46.0	47.7	47.1	0.8								
%1-10saat	0.614	0.616	0.619	0.617	0.616	0.002	6.3	6.3	6.3	6.3	6.3	0.0	14.8	15.2	15.3	15.1	15.1	0.2	46.2	45.8	45.6	45.5	45.8	0.3								
%3-0saat	0.689	0.694	0.692	0.695	0.693	0.003	6.0	6.0	6.1	6.0	6.0	0.0	10.5	10.1	10.4	10.3	10.3	0.2	19.0	19.1	19.4	19.9	19.4	0.4								
%3-1saat	0.553	0.56.9	0.557	0.563	0.558	0.005	6.3	6.2	6.3	6.3	6.3	0.0	11.9	11.6	11.8	11.8	11.8	0.1	29.3	22.5	25.1	25.7	25.7	2.8								
%3-3saat	0.512	0.509	0.520	0.514	0.514	0.005	6.2	6.2	6.2	6.2	6.2	0.0	13.4	13.6	13.7	13.6	13.6	0.1	32.9	32.0	30.3	31.1	31.6	1.1								
%3-5saat	0.524	0.525	0.527	0.538	0.529	0.006	6.7	6.8	6.7	6.8	6.8	0.1	17.1	16.7	17.0	16.9	16.9	0.2	45.2	47.0	45.9	44.0	45.5	1.3								
%3-7saat	0.602	0.630	0.587	0.625	0.611	0.020	6.4	6.5	6.5	6.5	6.5	0.0	15.3	15.3	15.2	15.6	15.4	0.2	45.3	46.0	43.5	45.6	45.1	1.1								
%3-10saat	0.687	0.687	0.689	0.701	0.691	0.007	5.6	5.6	5.4	5.5	5.5	0.1	13.3	13.7	13.6	13.6	13.6	0.2	43.0	41.6	42.1	42.2	42.2	0.6								
%10-0saat	0.771	0.783	0.779	0.784	0.779	0.006	6.9	6.7	6.2	6.9	6.7	0.3	13.1	12.5	12.3	12.8	12.7	0.4	29.3	25.1	25.6	25.4	26.4	2.0								
%10-1saat	0.410	0.409	0.415	0.411	0.411	0.003	7.8	8.1	8.4	8.1	8.1	0.2	15.4	14.9	15.8	16.1	15.6	0.5	51.9	47.1	47.9	46.0	48.2	2.6								
%10-3saat	0.709	0.692	0.718	0.694	0.703	0.012	4.3	4.7	4.6	4.6	4.6	0.2	13.3	13.5	13.4	14.1	13.6	0.4	33.8	34.6	37.9	36.9	35.8	1.9								
%10-5saat	0.699	0.709	0.695	0.692	0.699	0.007	4.2	4.1	3.9	4.3	4.1	0.2	13.3	13.2	13.0	12.7	13.1	0.3	35.7	34.6	33.3	29.1	33.2	2.9								
%10-7saat	0.924	0.950	0.920	0.937	0.933	0.014	3.0	3.1	2.9	3.0	3.0	0.1	11.3	10.9	11.2	11.7	11.3	0.3	30.1	31.3	28.8	30.4	30.2	1.0								
%10-10saat	1.011	1.027	1.021	1.020	1.020	0.007	2.9	2.6	2.6	2.6	2.7	0.2	10.1	9.2	9.9	9.4	9.7	0.4	22.4	19.5	22.2	20.3	21.1	1.4								

EK-3 Östenitik 316L başlangıç tozlarına ait rietveld analizi

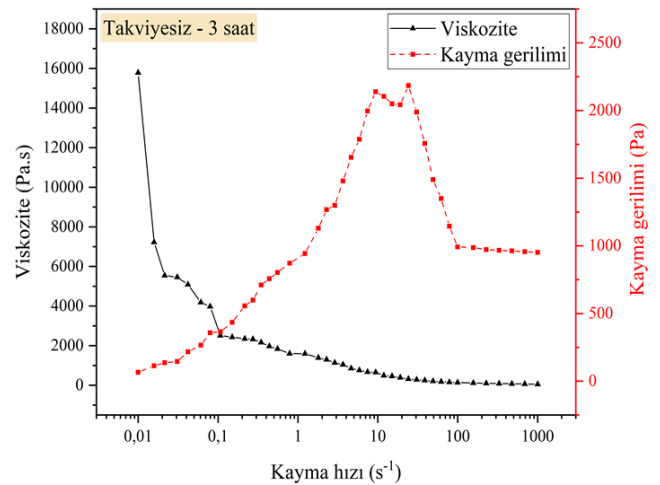
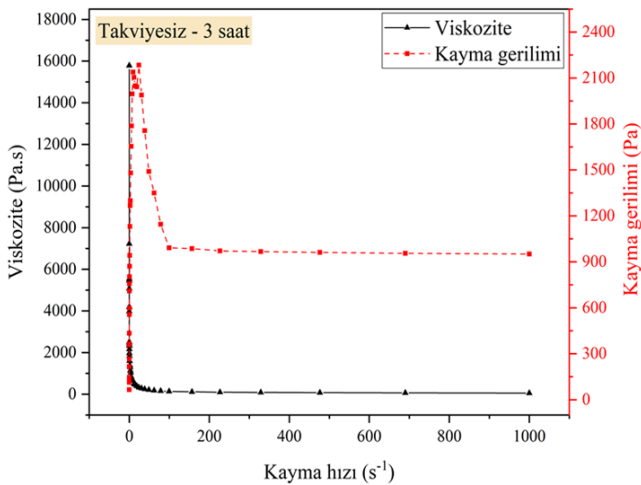
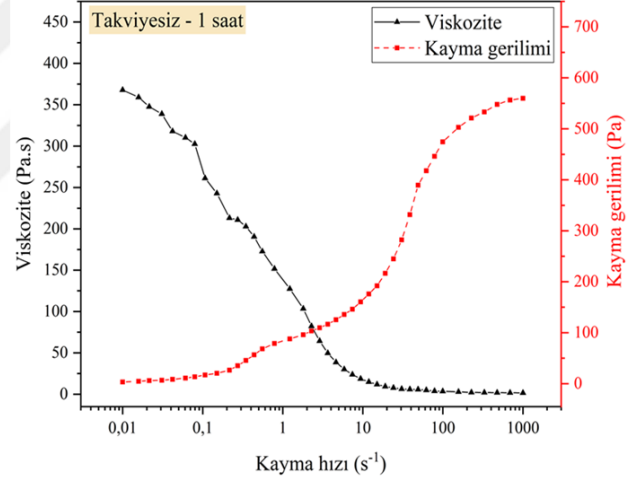
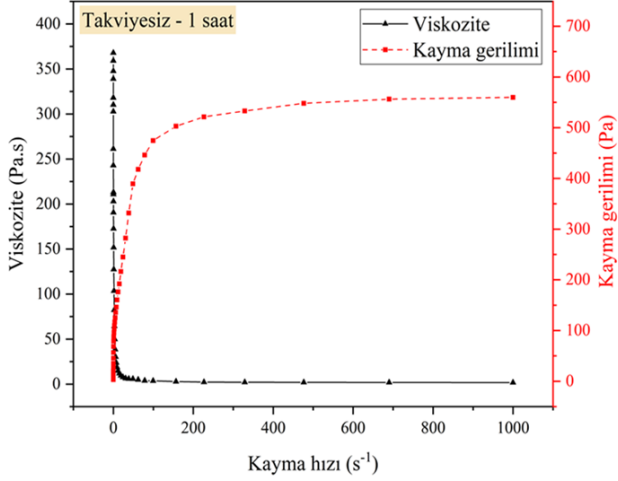
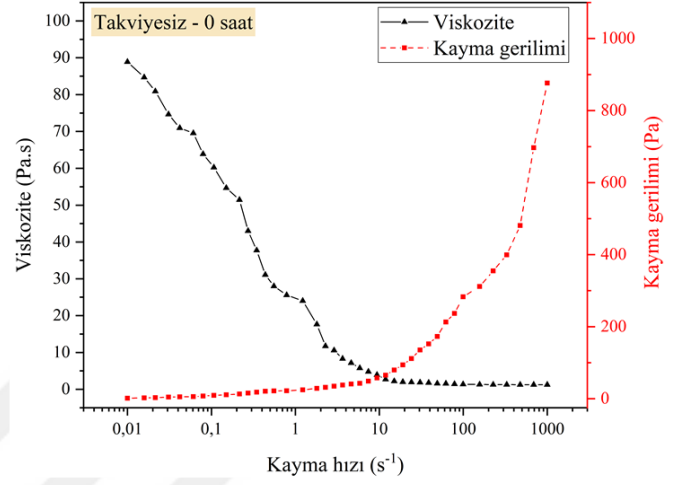


EK-4 Takviyesiz tozlara ait besleme stoklarında viskozite ve kayma gerilimi değerlerinin kayma hızına bağlı olarak değişimi (Sıcaklık 180 °C) (0, 1 ve 3 saat)

Lineer ölçek

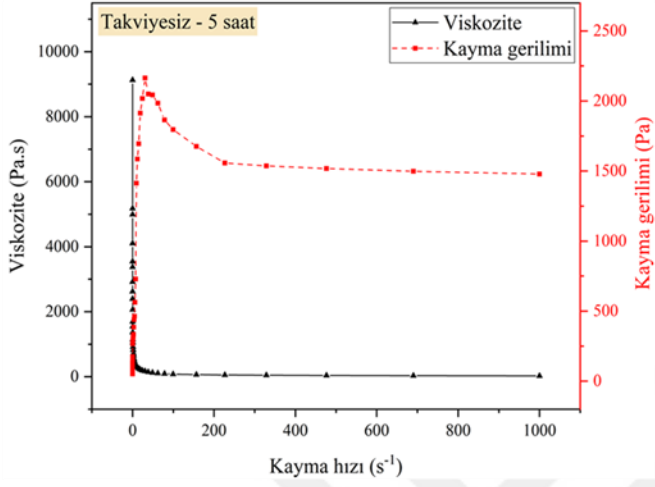


Logaritmik ölçek

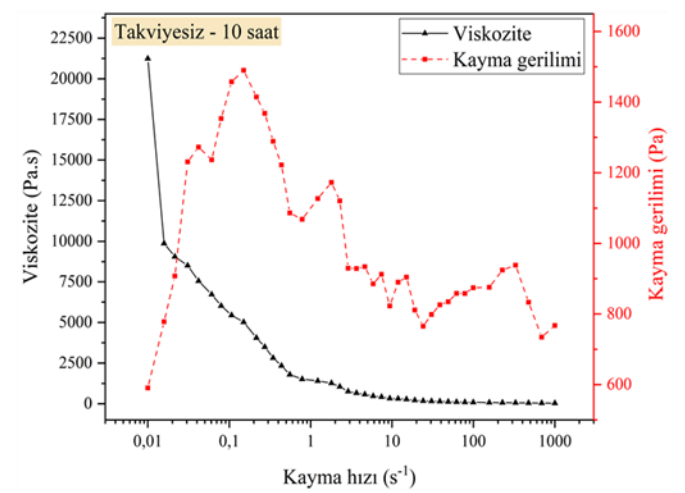
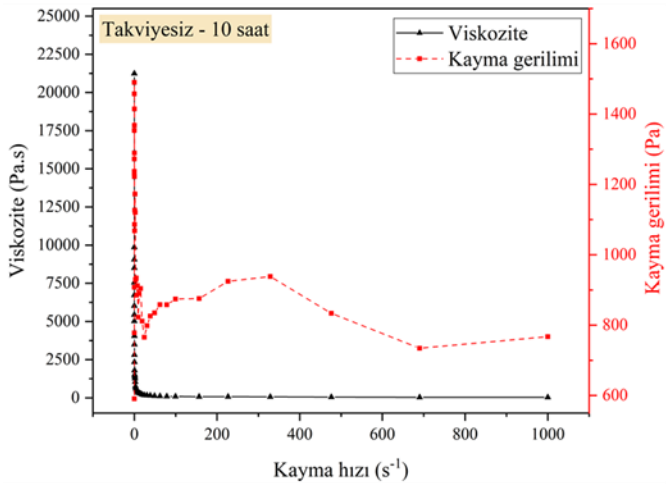
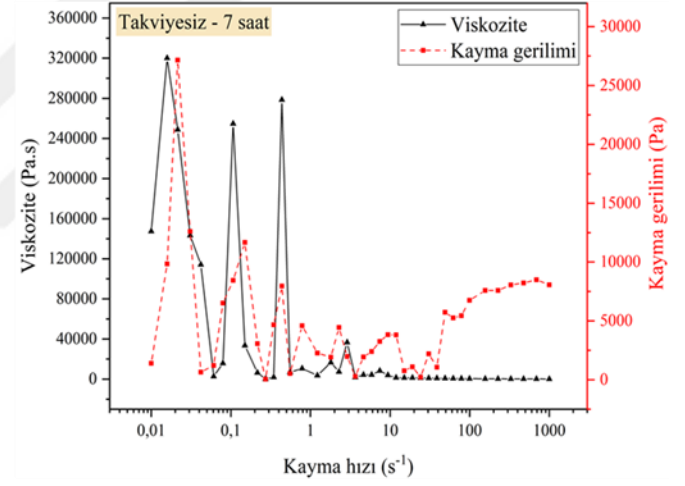
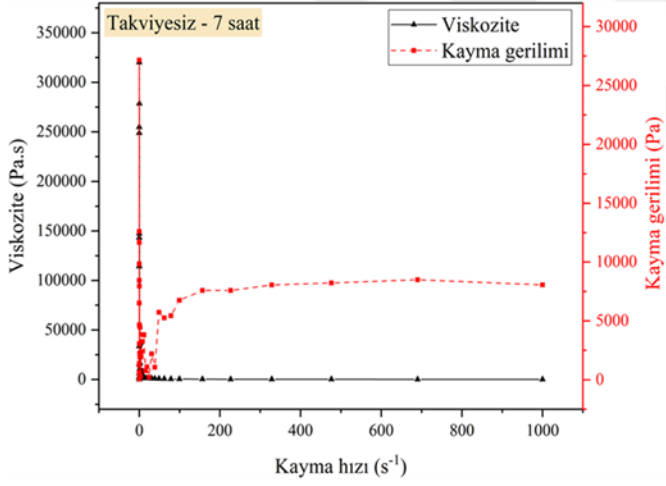
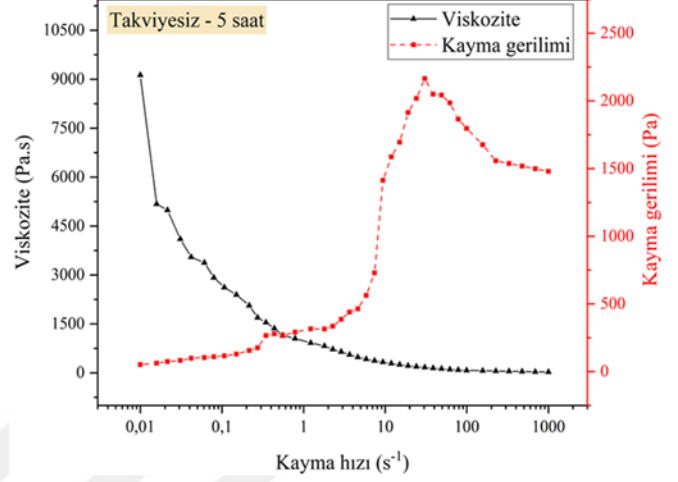


EK-4 Devamı (5, 7 ve 10 saat)

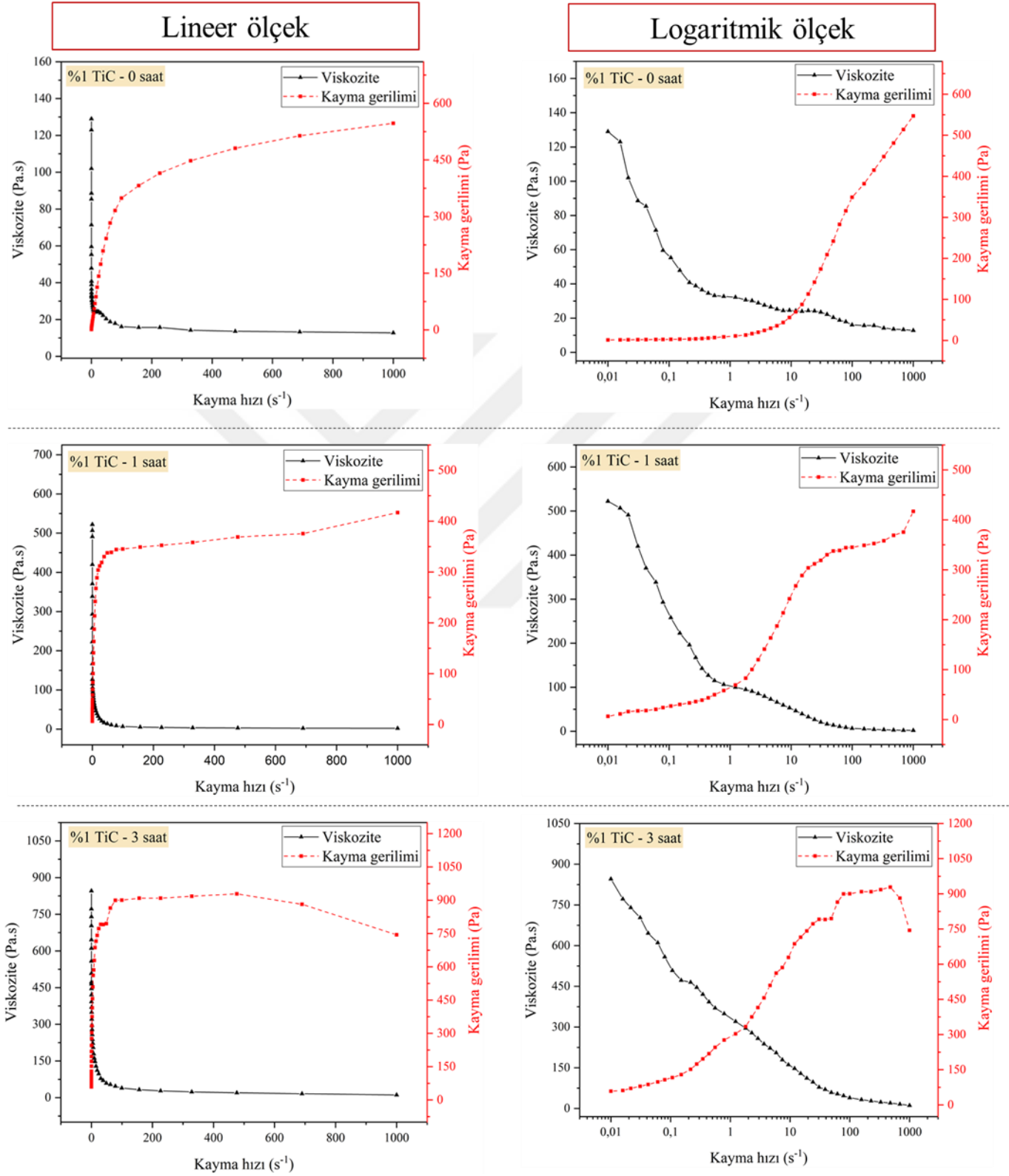
Lineer ölçek



Logaritmik ölçek

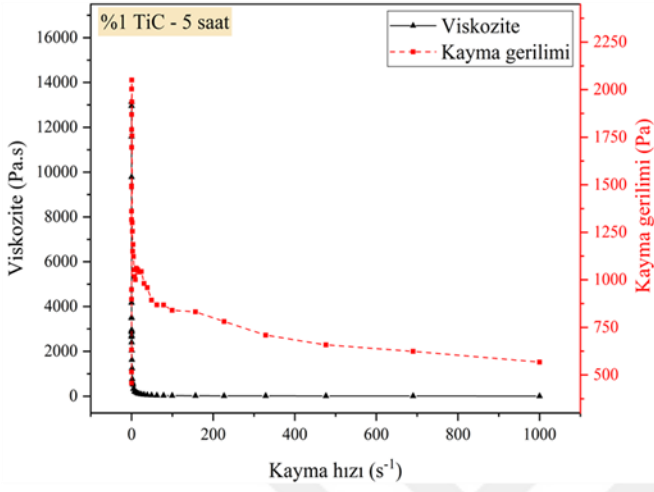


EK-5 %1 TiC takviyeli tozlara ait besleme stoklarında viskozite ve kayma gerilimi değerlerinin kayma hızına bağlı olarak değişimi (Sıcaklık 180 °C) (0, 1 ve 3 saat)

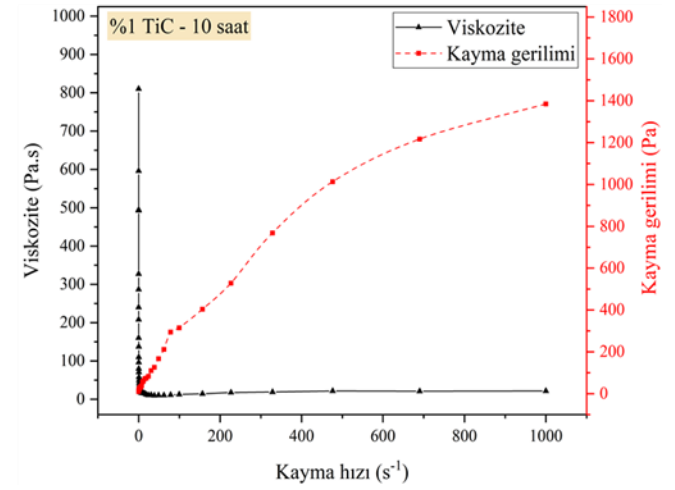
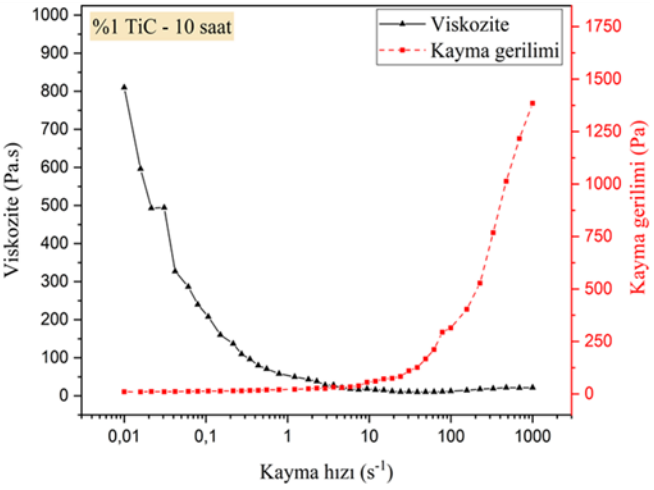
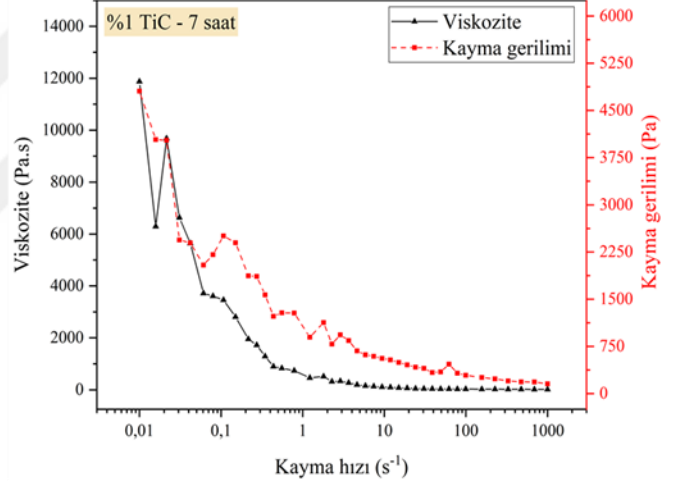
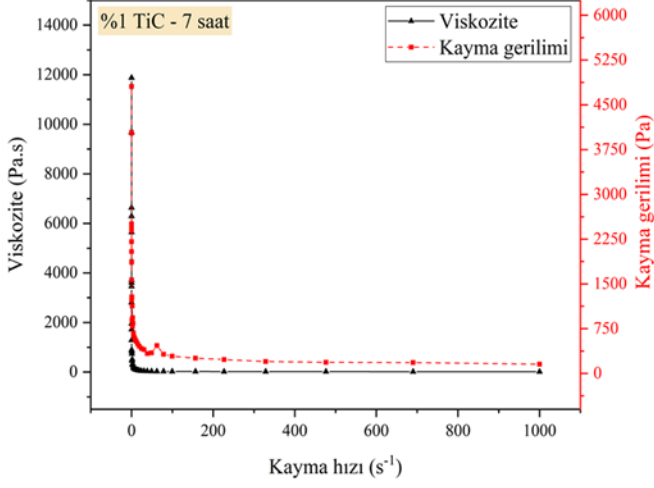
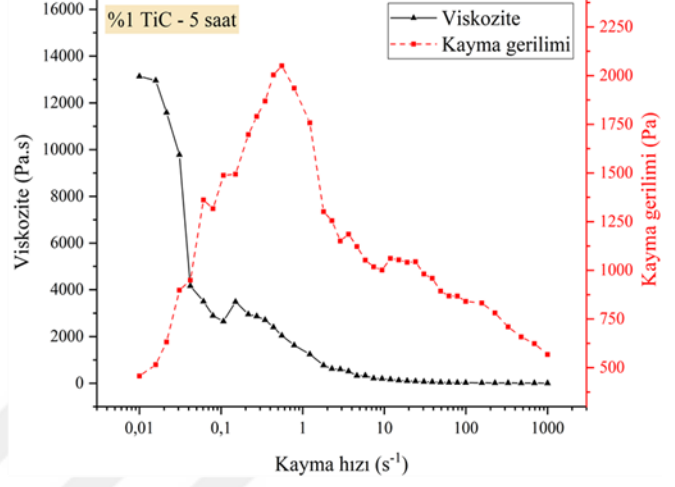


EK-5 Devamı (5, 7 ve 10 saat)

Lineer ölçek

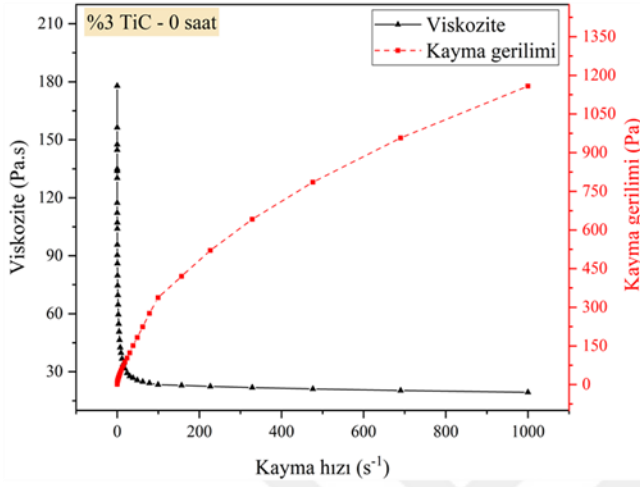


Logaritmik ölçek

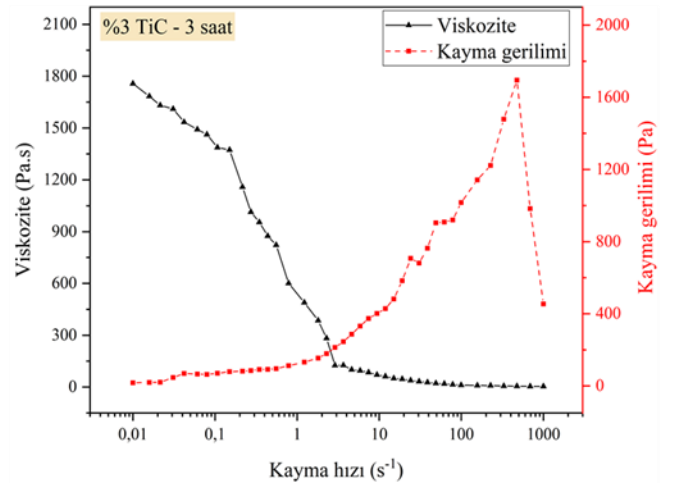
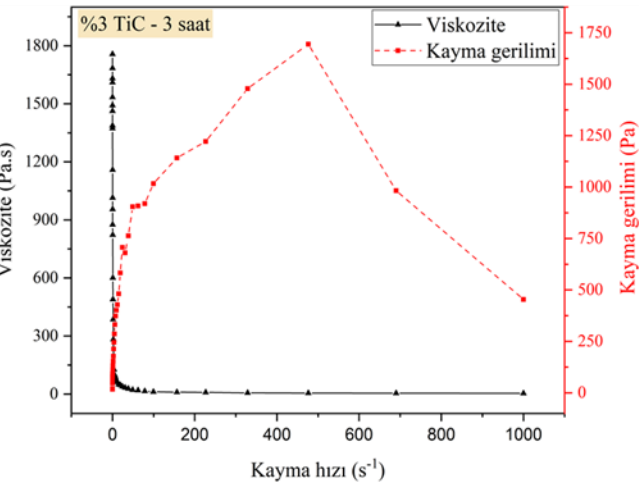
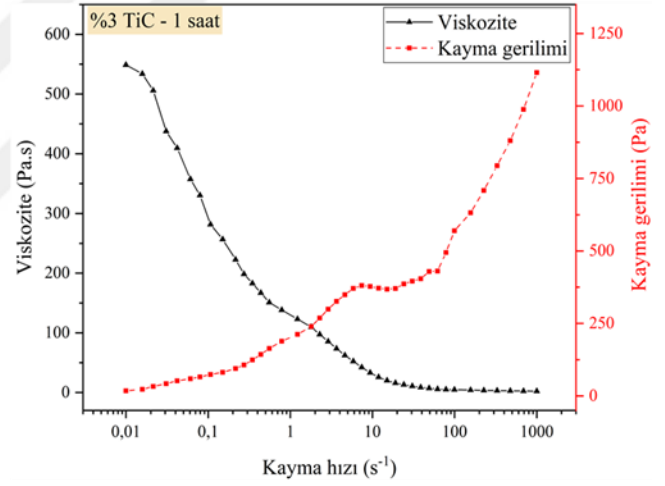
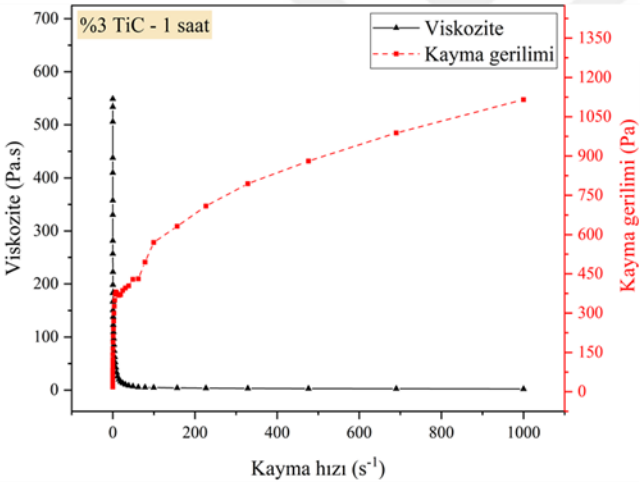
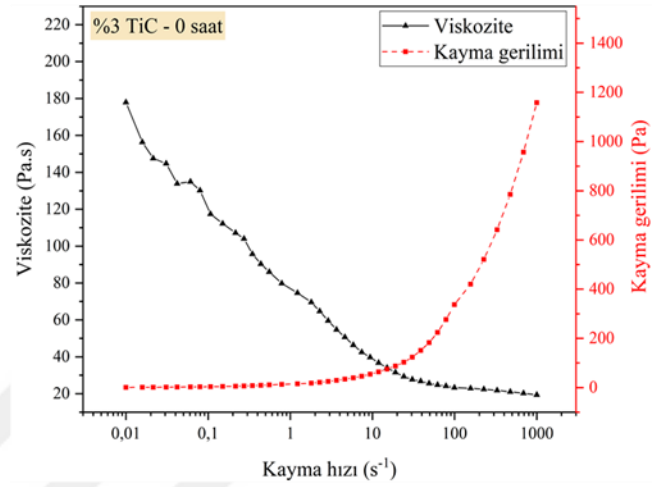


EK-6 %3 TiC takviyeli tozlara ait besleme stoklarında viskozite ve kayma gerilimi değerlerinin kayma hızına bağlı olarak değişimi (Sıcaklık 180 °C) (0, 1 ve 3 saat)

Lineer ölçek

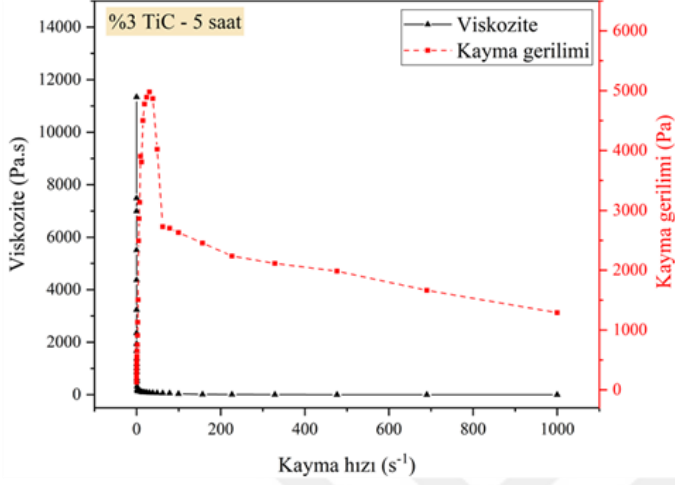


Logaritmik ölçek

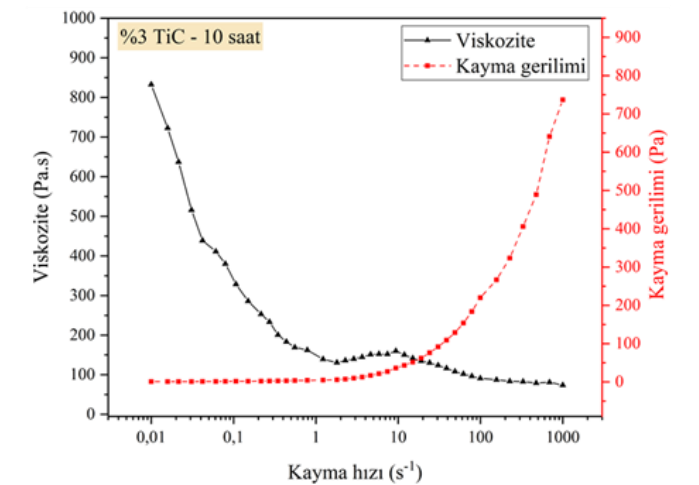
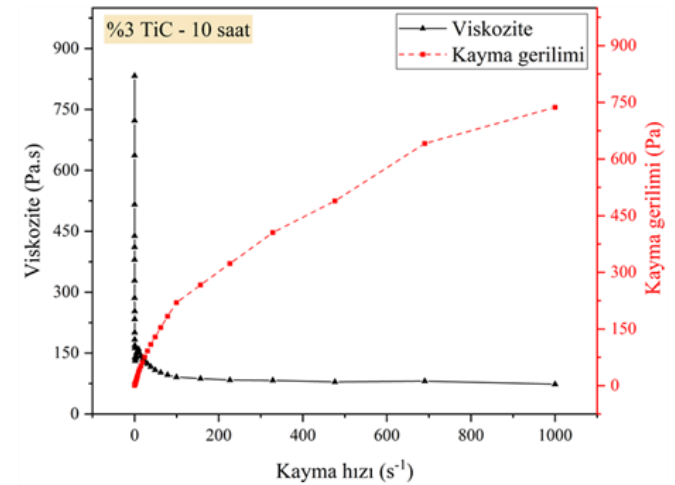
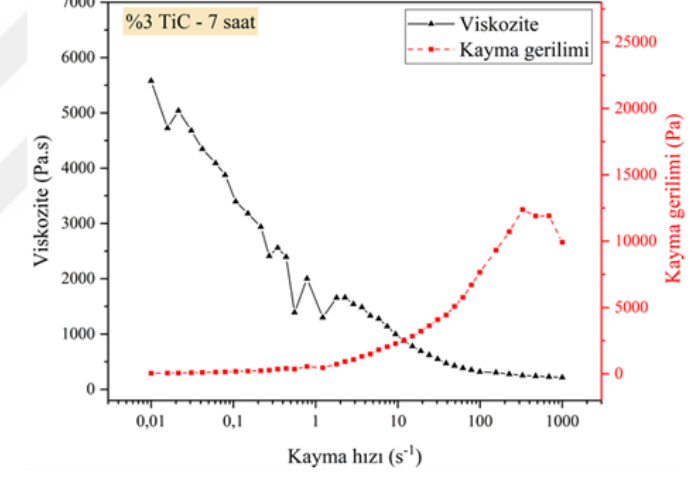
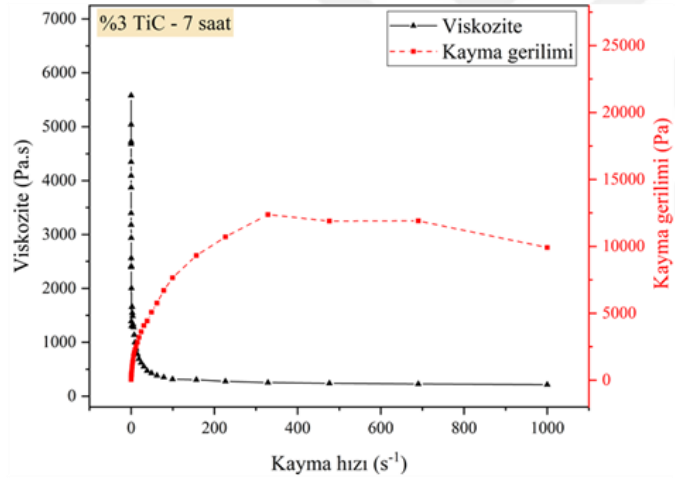
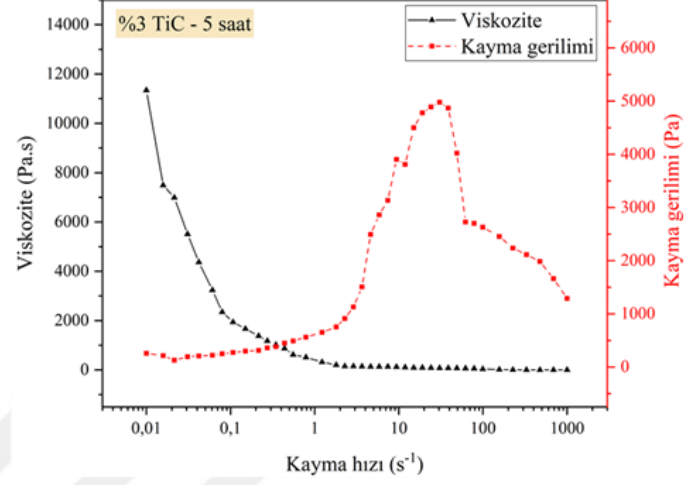


EK-6 Devamı (5, 7 ve 10 saat)

Lineer ölçek

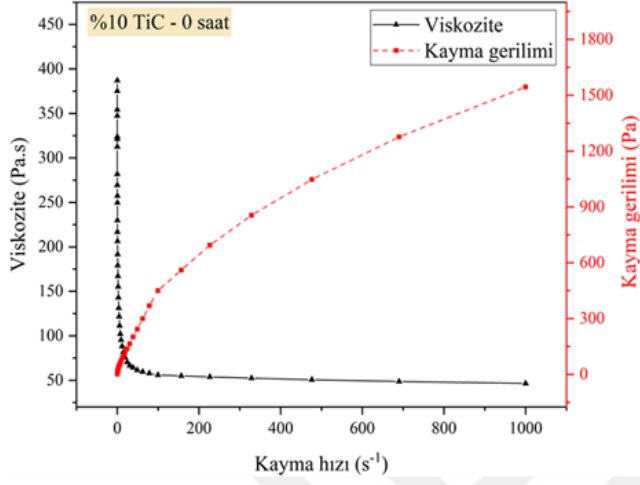


Logaritmik ölçek

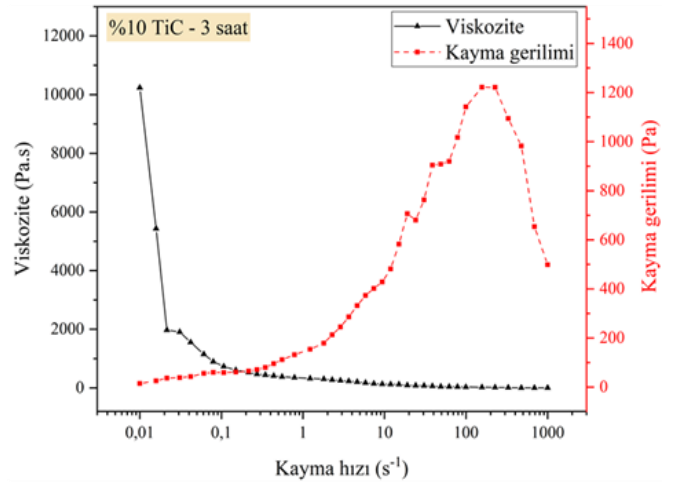
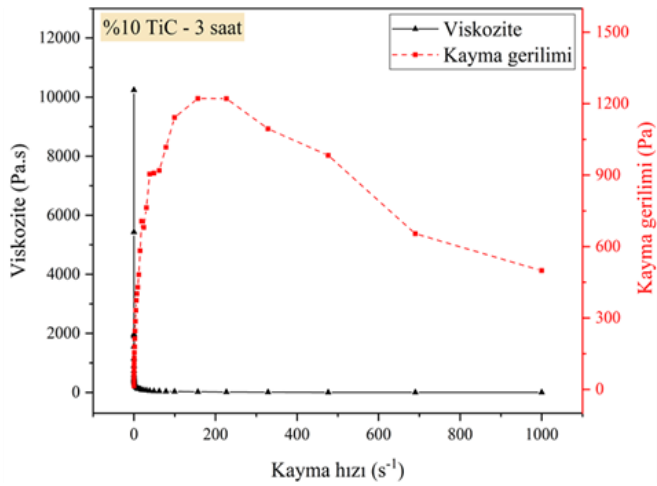
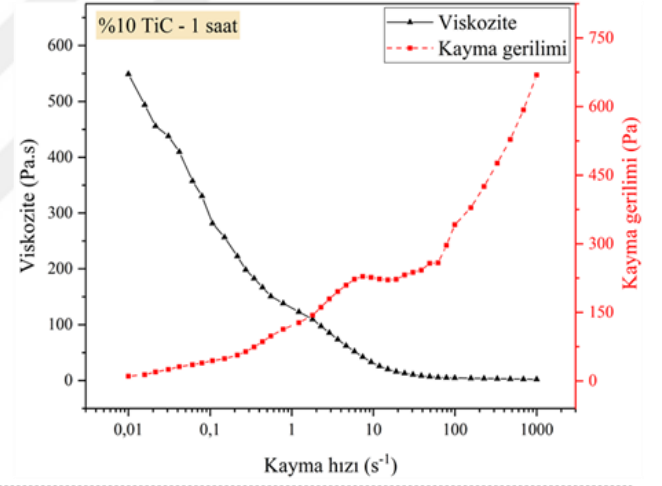
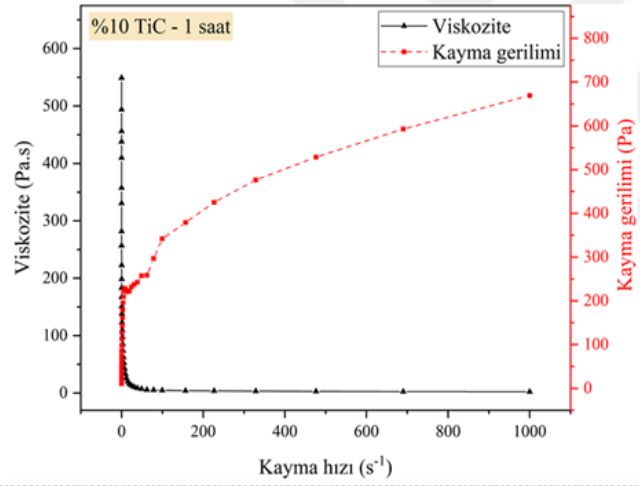
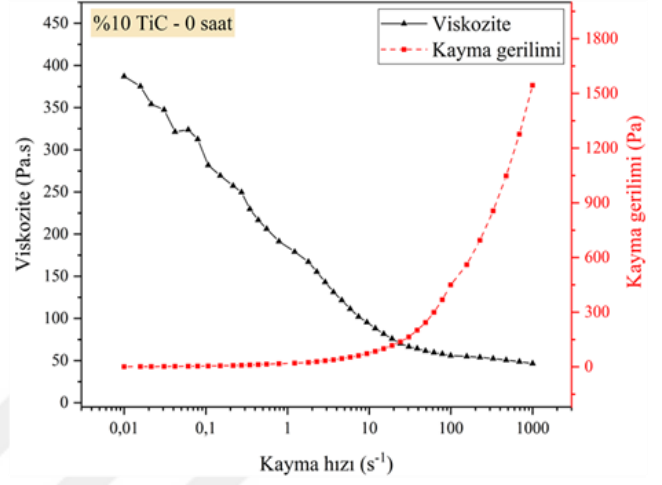


EK-7 %10 TiC takviyeli tozlara ait besleme stoklarında viskozite ve kayma gerilimi değerlerinin kayma hızına bağlı olarak değişimi (Sıcaklık 180 °C) (0, 1 ve 3 saat)

Lineer ölçek

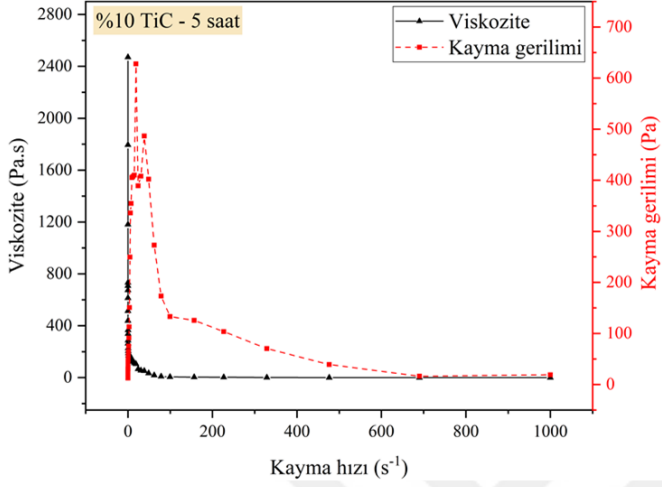


Logaritmik ölçek

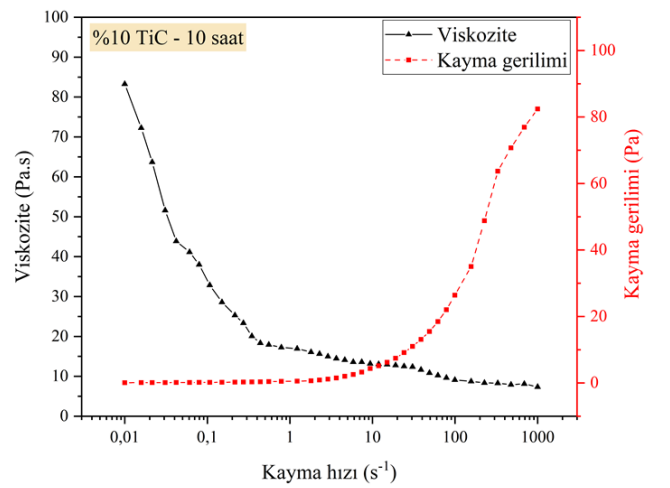
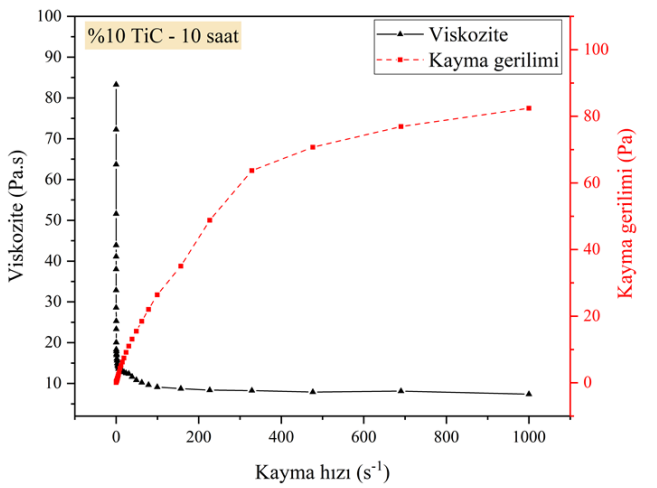
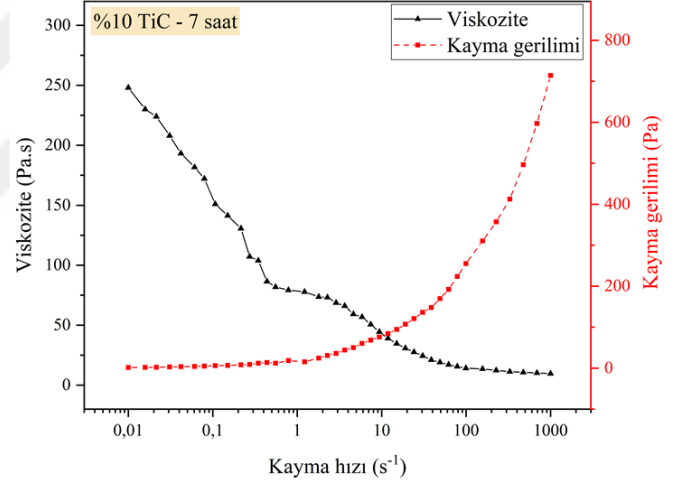
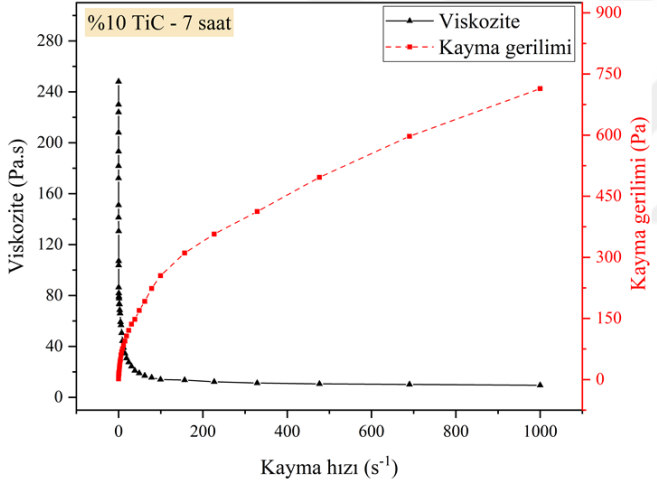
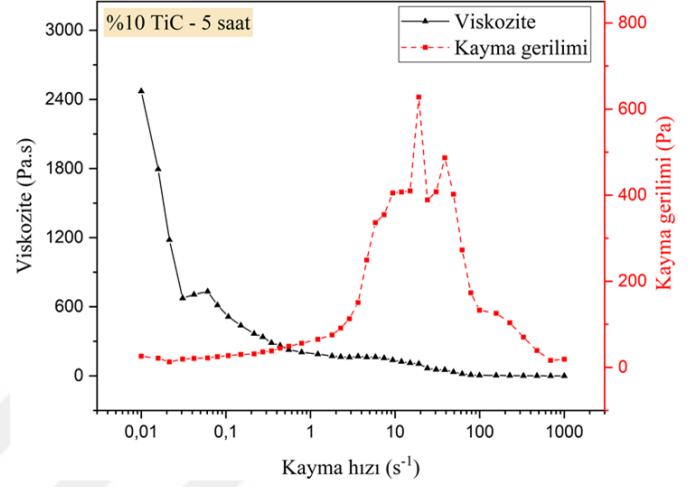


EK-7 Devamı (5, 7 ve 10 saat)

Lineer ölçek



Logaritmik ölçek



EK-8 Basit lineer regresyon analizi hakkında temel bilgiler

Determinasyon katsayısı (R^2)

Deneysel verilerin doğrusal bir eğriye ne kadar iyi uyduğunun en iyi ölçütü, regresyon analiz işleminde hesaplanmış “determinasyon katsayısıdır (R^2). $R^2 = 1$ olması, deneysel verilerin kusursuz bir doğrusal eğri sağlandığının kanıtıdır. Ne kadar çok veri noktası varsa, R^2 'nin güvenilirliği o kadar yüksektir.

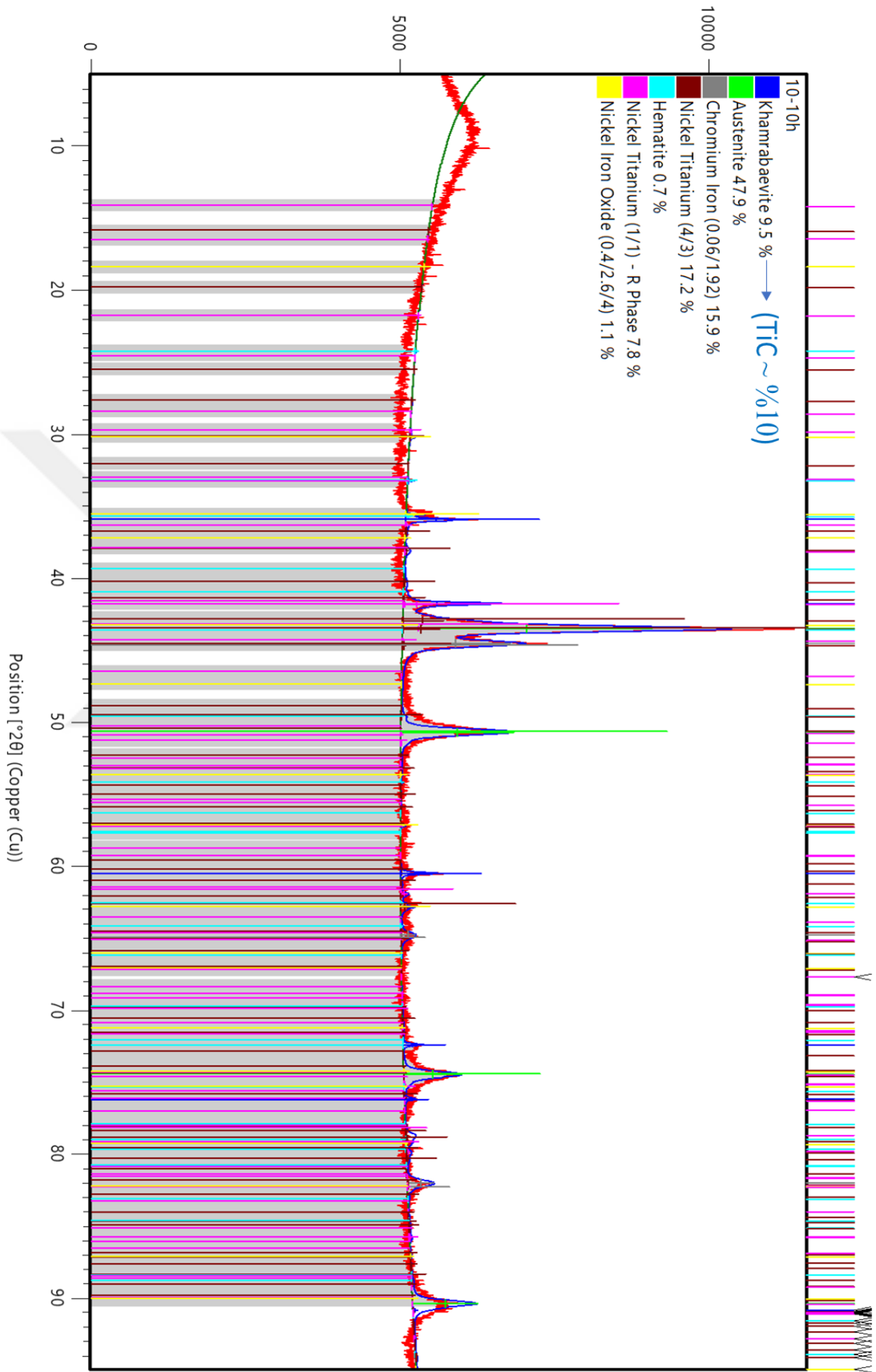
Korelasyon katsayısı (r)

Açıklanabilen varyasyonun, açıklanamayan varyasyona oranı, korelasyon katsayısı olarak tanımlanır. Eğer doğrusal eğri, grafik üzerindeki tüm noktalardan geçiyorsa, $r = 1$ olur. Bu durumda, açıklanabilen varyasyon, açıklanamayan varyasyona eşittir.

Grafik üzerindeki noktalar doğrusal eğri üzerinden sapıyorsa, bu defa açıklanmayan varyasyon daha büyük olacak ve $r < 1$ olacaktır. Regresyon analizinde hesaplanan korelasyon katsayısı ile, 2 değişken arasındaki ilişkinin var olup olmadığı test edilir. Bu ilişkinin yönü (artan veya azalan) ve gücü ölçülmüş olur.

“ r ” değeri 0 ile 1 arasında değişmektedir. “ r ” değeri verilirken, virgülden sonra en az 3 hane verilmesine dikkat edilmelidir. Eğer r değeri 0.8'den büyükse, 2 değişken arasında iyi bir ilişkinin olduğunu, buna karşın 0.5'ten küçükse zayıf bir ilişkinin olduğu anlaşılır.

EK-9 %10 TiC takviyeli 10 saat öğütülmüş tozların rietveld analizi



ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Cihad Nazik
Uyruğu : T.C.
Doğum Yeri ve Tarihi : YAHYALI - 1987
Telefon : 05462751611
Faks :
E-Posta : cnazik@selcuk.edu.tr , cihadnazik@gmail.com

EĞİTİM

Derece	Adı	İlçe	İl	Bitirme Yılı
Lise	: Yahya Kaptan Anadolu Lisesi,	Dilovası,	Kocaeli	2006
Üniversite	: Karadeniz Teknik Üniversitesi,	Merkez,	Trabzon	2010
Yüksek Lisans	: Selçuk Üniversitesi,	Selçuklu,	Konya	2013
Doktora	: Konya Teknik Üniversitesi,	Selçuklu,	Konya	2019

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görevi
2011-2019	Selçuk Üniversitesi	Araştırma Görevlisi

UZMANLIK ALANI

Toz Metalurjisi

YABANCI DİLLER

Yükseköğretim Kurumları Yabancı Dil (YÖKDİL) Sınavı , İngilizce , 71.250