



T.C.
EGE ÜNİVERSİTESİ
Fen Bilimleri Enstitüsü



**NANO PARTİKÜL TAKVİYELİ TRIP MATRİS
KOMPOZİTLERİN MEKANİK ALAŞIMLAMA
YÖNTEMİYLE ÜRETİLMESİ VE MİKROYAPI
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Yüksek Lisans Tezi

Özlem SEVİNÇ

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

İzmir
2019

T.C.
EGE ÜNİVERSİTESİ
Fen Bilimleri Enstitüsü

**NANO PARTİKÜL TAKVİYELİ TRIP MATRİS
KOMPOZİTLERİN MEKANİK ALAŞIMLAMA
YÖNTEMİYLE ÜRETİLMESİ VE MİKROYAPI
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Özlem SEVİNÇ

Danışman : Dr. Öğr. Üyesi Ege Anıl DİLER

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı
Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Yüksek Lisans
Programı

İzmir
2019



Özlem SEVİNÇ tarafından yüksek lisans tezi olarak sunulan “Nano Partikül Takviyeli TRIP Matris Kompozitlerin Mekanik Alaşım Yöntemiyle Üretilmesi ve Mikroyapı Özelliklerinin İncelenmesi” başlıklı bu çalışma EÜ Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliği ile EÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Eğitim ve Öğretim Yönergesi'nin ilgili hükümleri uyarınca tarafımızdan değerlendirilerek savunmaya değer bulunmuş ve 09.09.2019 tarihinde yapılan tez savunma sınavında aday oybirliği/oyçokluğu ile başarılı bulunmuştur.

Jüri Üyeleri:

Jüri Başkanı : Dr. Öğr. Üyesi Ege Anıl DİLER

Raportör Üye : Dr. Öğr. Üyesi Simge GENÇALP İRİZALP

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Onur ERTUĞRUL

İmza

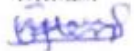
.....
.....
.....

EGE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ETİK KURALLARA UYGUNLUK BEYANI

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

1/ 8/ 2019

İmzası


ÖzlemSEVINÇ



ÖZET**NANO PARTİKÜL TAKVİYELİ TRIP MATRİS KOMPOZİTLERİN
MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİYLE ÜRETİLMESİ VE
MİKROYAPI ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

SEVİNÇ, Özlem

Yüksek Lisans Tezi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Dr. Öğr. Üyesi Ege Anıl DİLER

Ağustos 2019, 118 sayfa

Bu tezde TRIP matris kompozitler, düşük Ni oranına sahip 304L paslanmaz çelik matris ve nano boyutta Y_2O_3 ile stabilize edilmiş ZrO_2 takviyesi kullanılarak mekanik alaşımlama ve soğuk presleme yöntemiyle üretilip, plastik deformasyonla oluşan matris ve takviye dönüşümleri, deformasyon mekanizmaları incelenmiştir. TRIP matris kompozitlerin üretimi sırasında uygulanan mekanik alaşımlama ve presleme işlemleriyle numuneler plastik deformasyona uğratılmış, basma testiyle bu oran daha da artırılmıştır. Plastik deformasyon sonucunda oluşan gerilmeye bağlı olarak matris fazı olan YMK γ östenit, HSP ϵ martenzite, ϵ martenzitten HMK α' martenzite; gerinime bağlı olarak ise, östenit fazında ikizlenmeler oluşmakta ve ikizlenmeler α' martenzite dönüşmektedir. Bu tez çalışması kapsamında üretilen TRIP matris kompozitlerin, yüksek basma dayanımına sahip olması; mukavemet mekanizmaları ve deformasyon mekanizmalarıyla ilişkilendirilmiştir. Deformasyon mekanizmaları; kompozitlerin hacmini arttırarak uzamaya sebep olup, üretilen kompozitlerin sünekliğini arttırmıştır. Deformasyon mekanizmalarının mikroyapı analizleri sonucunda; yapıda α' martenzit, ϵ martenzit, ikizlenme, kayma bantları ve istiflenme kusur tetrahedronu olarak ortaya çıkmıştır. Faz dönüşümleriyle oluşan α' martenzitler, hacimsel artışa sebep olup, sünekliği arttırmakta ve pekleşmeye neden olarak da mukavemeti arttırmaktadır. Üretilen numunelerde, nano ZrO_2 partikül miktarı arttıkça yoğunluk azalmış, ancak sertlik değerleri artış göstermiştir. Takviye oranının artmasıyla aynı gerinimde % gerilme değerlerinin arttığı görülmektedir. Kırılma yüzeyleri incelendiğinde, üretilen numunelerin çukurcuk (dimple) oluşturarak kırıldığı gözlenmiştir. Bu tez çalışması kapsamında nano boyutta takviye kullanılması, plastik deformasyonla gerçekleşen faz dönüşümleriyle sağlanan yüksek mukavemet ve sünekliğe ek olarak, nano boyutta etkili olan mukavemet mekanizmaları sayesinde mukavemetin arttırılmasına katkı sağlamıştır.

Anahtar sözcükler: TRIP (Dönüşüm Kaynaklı Plastisite) matrisli nanokompozitler, nano ZrO₂, toz metalurjisi, α' martenzit, deformasyon mekanizmaları.



ABSTRACT**PRODUCTION AND MICROSTRUCTURAL
INVESTIGATION OF TRIP MATRIX COMPOSITES
REINFORCED BY NANO-SIZED REINFORCEMENT
PARTICLES VIA MECHANICAL ALLOYING METHOD**

SEVİNÇ, Özlem

MSc in Material Science and Engineering

Supervisor: Asst. Prof. Dr. Ege Anıl DİLER

Agustos 2019, 118 pages

In this thesis, TRIP matrix composites produced via mechanically alloying which is a powder metallurgy method and cold pressing process; and investigated the transformations of matrix and reinforcement phases, deformation mechanisms. As a matrix phase 304L stainless steel which have lower Ni content have been chosed as well as the Y_2O_3 stabilised ZrO_2 nano particles. The samples of TRIP matrix composites were subjected to plastic deformation by mechanical alloys and pressing processes and this ratio was further increased by compression test. In matrix, the austenite phase transforms to α' martensite as a result of stress during plastic deformation and the strain caused by plastic deformation induce the transformation of twinning to α' martensite. In this thesis, high compressive strength of TRIP matrix composites was obtained by strengthening and deformation mechanisms. Deformation mechanisms provide ductility the TRIP matrix composite samples by volume expansion cause to elongation. In microstructural images of the samples shows that the TRIP matrix composite samples have α' martensite, ϵ martensite, twinning, deformation (shear) bands, stacking fault tetrahedron and these microstructures occur due to transformations caused by plastic deformation. α' martensites provide ductility by volume expansion cause to elongation and strength by deformation hardening. TRIP matrix composites that are produced have higher hardness but lower density as the weight fraction of reinforcement increased. Increased weight fraction of reinforcement provide % strain at the same stress. The fracture images of the samples shows that the TRIP matrix composite samples have dimples, so which can be associated to ductility of the composite. In this thesis, TRIP matrix composite have higher strength and ductiliy by deformation and strengthening mechanisms; also the

addition of nano sized reinforcement particles contributed to higher strength by strengthening mechanisms that occurred only in nanoscale materials.

Keywords: TRIP (transformation induced plasticity) matrix nanocomposites, nano ZrO_2 , α' martensite, deformation mechanisms, powder metallurgy.



İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
İÇ KAPAKii
KABUL ONAY SAYFASI.....	iv
ETİK KURALLARA UYGUNLUK BEYANI	vi
ÖZET	vii
ABSTRACT	X
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	xii
ŞEKİLLER DİZİNİ	xiv
TABLolar DİZİNİ.....	xxi
KISALTMALAR DİZİNİ.....	xxii
1 GİRİŞ	1
2 KOMPOZİTLERLERLE İLGİLİ GENEL BİLGİLER.....	3
2.1 Metal Matrisli Kompozitler.....	5
2.1.1 Metal Matrisli Nanokompozitler	8
2.2 Metal Matrisli Nanokompozitlerin Mukavemet Mekanizmaları.....	10
2.2.1 Yük Transfer Etkisi.....	11
2.2.2 Hall-Petch Mukavemeti.....	11

İÇİNDEKİLER (devam)

2.2.3 Orowan Mukavemeti.....	13
2.2.4 Termal Genleşmesi Katsayısı (CTE) ve Elastisite Modülü (EM) Uyumsuzluğu.....	14
2.3 Metal Matrisli Nanokompozitlerin Üretim Yöntemleri	14
2.3.1 Sıvı Faz.....	15
2.3.1.1 Karıştırmalı Döküm	15
2.3.1.2 Ultrasonik Destekli Döküm.....	16
2.3.1.3 İnfiltrasyon Yöntemi	18
2.3.1.4 Parçalanmış Eriyik Biriktirme (DMD).....	19
2.3.1.5 Yüksek basınçlı döküm	20
2.3.1.6 Kompo Döküm.....	21
2.3.2 Katı Faz	22
2.3.2.1 Toz Metalurjisi (TM)	23
2.3.2.2 Difüzyonla Bağlama.....	24
2.3.2.3 Mekanik Alaşımlama	25
2.3.3 Gaz (Buhar) Fazı.....	31
2.3.3.1 Kimyasal Buhar Biriktirme (CVD) Yöntemi	32
2.3.3.2 Fiziksel Buhar Biriktirme (PVD) Yöntemi	33
2.3.4 İkincil Plastik Deformasyon İşlemleri	34

İÇİNDEKİLER (devam)

2.3.4.1 Sinterleme.....	36
3 ÇELİK ESASLI KOMPOZİTLER.....	40
3.1 TRIP (TRansformation Induced Plastisity) Çelikleri	41
3.2 TRIP (TRansformation Induced Plastisity) Matris Kompozitler	42
3.2.1 TRIP Matris Kompozitlerde Gerçekleşen Dönüşümler	44
3.2.1.1 Matris Dönüşümü.....	45
3.2.1.2 Takviye Dönüşümü	56
3.2.1.3 Martenzitik Dönüşümlerin Kinetiği.....	58
3.3 Kullanılan Yöntemlerin Etkisi.....	62
3.3.1 Çeliklerin Mekanik Özelliklerini Geliştirmek İçin Nanoteknoloji Kullanımı.....	62
3.3.2 Toz Metalurjisiyle Üretilen Çeliklerin Mikroyapısı, Yorulma ve Kırılma Davranışları	64
4 DENEYSEL ÇALIŞMALAR	70
4.1 Kullanılan Malzemeler.....	70
4.2 Malzeme Üretimi	72
4.3 Deneyler	74
4.3.1 Basma Testi	74
4.3.2 Sertlik Testi.....	74

İÇİNDEKİLER (devam)

4.3.3 Yoğunluk Testi	75
4.3.4 SEM ve Optik Mikroskop Analizleri.....	75
4.4 Sonuçlar.....	76
4.4.1 Mikroyapı Görüntüleri	76
4.4.1.1 Mekanik Alaşım (öğütme) İşlemi Sonrası Mikroyapı Görüntüleri	76
4.4.1.2 Soğuk Presleme ve Sinterleme Sonrası Mikroyapı Görüntüleri.....	79
4.4.2 Porozite ve Yoğunluk.....	93
4.4.3 Mekanik Özellikler	94
4.4.3.1 Sertlik	94
4.4.3.2 Basma Dayanımı.....	95
4.4.3.3 Kırılma Davranışı.....	97
5 GENEL SONUÇLAR.....	105
KAYNAKLAR DİZİNİ.....	108
TEŞEKKÜR	117
ÖZGEÇMİŞ	118

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
1.1 TRIP matris kompozitlerin uygulama alanları	1
2.1 Geleneksel monolitik malzemelerin ve kompozit malzemelerin özelliklerinin karşılaştırılması.....	3
2.2 Takviye şekillerine göre kompozitlerin sınıflandırılması (a) partikül takviyeli kompozit (b) süreksiz fiber takviyeli kompozit (c) sürekli fiber takviyeli kompozit.....	5
2.3 Metal matrisli takviyelerde kullanılan takviye çeşitleri	7
2.4 Nanokompozitlerde matris ve takviye fazlarının olası dağılımı.....	9
2.5 Hall-petch mukavetlenme mekanizması	12
2.6 Orowan mukavetlenme mekanizması	13
2.7 Karıştırmalı döküm yöntemi (stir casting) deney düzeneği	16
2.8 Ultrasonik döküm yöntemi (stir casting) deney düzeneği.....	17
2.9 İnfiltrasyon yönteminin şeması	18
2.10 Basıncsız infiltrasyon yöntemi (Lanxide yöntemi) şeması	19
2.11 Parçalanmış eriyik biriktirme (DMD) yöntemi deney düzeneği	20
2.12 Yüksek basınçlı döküm düzeneği	21
2.13 Kompo döküm döküm düzeneği.....	22
2.14 Toz metalurjisi yönteminin şeması	23

2.15 Metal folyo (a) fiber folyo birimlerini, (b) gazdan arındırma için bir kapsül içinde fiber yığını, (c) yüksek basınç altında sinterleme, (d) sürekli fiber takviyeli kompozit kullanarak difüzyonla bağlama işlemi.....	25
2.16 Mekanik alaşımlamada başlangıç tozlarının temsili bileşenlerinin deformasyon özellikleri	27
2.17 Mekanik alaşımlama sırasında toz karışımında meydana gelen toz-bilya-toz çarpışması.....	27
2.18 Kimyasal buhar biriktirme (CVD) sistemi	32
2.19 Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemi deney düzeneği	33
2.20 Partiküllerin termal enerjinin uygulanmasıyla bir araya gelerek boşlukları yok etmesi... ..	36
2.21 Sinterlemeden önce bazı seramik sıkıştırma teknikleri.....	37
3.1 Otomotiv uygulamalarında kullanılan çeşitli çelik tipleri için nominal nihai çekme dayanımı ve toplam uzama grafiği gösterimi.....	42
3.2 TRIP çeliklerinin üretim yöntemlerinin şematik gösterimi.....	43
3.3 TRIP çeliği (matrisin kimyasal elementlerini) ve kısmen stabilize edilmiş zirkonyumdan oluşan TRIP matris kompozitleri gösteren şema	44
3.4 TRIP matris kompozitin matris fazı olan östenitte, gerilmeye ve gerinime bağlı gerçekleşen martenzitik faz dönüşümleri.....	45
3.5 a) γ östenit (YMK), b) ε martenzit (HSP) ve c) α' martenzite (HMK) ait kristal yapılar	45
3.6 TRIP/TWIP çeliklerinde plastik deformasyon sırasında gerçekleşen mikroyapıların evrimi.	46
3.7 CrMnNi TRIP/TWIP çeliklerinde ortaya çıkan deformasyon mekanizmalarının sıcaklık, SFE ve mekanik özelliklere göre değişimi.....	47

3.8 Döngüsel olarak deforme edilen ($\Delta_{et}=2,5 \times 10^{-3}$) takviyesiz 16Cr-6Mn-3Ni çeliğinin deformasyon mikroyapısı.....	47
3.9 %5 deformasyondan sonra 16Cr-6Mn-Ni6 TRIP çeliğindeki kesişen deformasyon bantları a) SEM/EBSD ve b) ECCI görüntüleri.....	48
3.10 ϵ martenzit ve ikiz oluşum mekanizmasının şematik gösterimi.....	48
3.11 Kayma bantlarının oluşumunu ve deformasyon sertleşmesinin etkilerini gösteren şema: (a) dislokasyonlar Schokel kısmi dislokasyonlarına ayrılmakta; (b) dışarıdan uygulanan yük kayma gerilmesini arttırmakta; (c) dislokasyon çoğalması kayma bantlarındaki istiflenme kusurlarını arttırmakta; (d) ikincil kayma sistemlerindeki istiflenme kusurlarıyla kesişme α' martenzit çekirdekleşmesini sağlamakta; (e) kayma bantları ve α' martenzitlerin büyümesi gerçekleşmekte.....	49
3.12 Çekme testi sonrasında %10 uzama ile deforme olan kompozitte Lomer–Cottrell kilidi.....	50
3.13 a) Tamamen ve b) kısmi kapalı istiflenme kusuru tetrahedronu.....	50
3.14 CrMnNi TRIP/TWIP çeliklerinde ortaya çıkan deformasyon mekanizmalarının sıcaklık, SFE ve mekanik özelliklere göre değişimi.....	52
3.15 (a) $\epsilon = \%20$ ve (b) $\epsilon = \%60$ gerinim değerlerinde α' ve ϵ martenzit ve ikizlenme hacim oranlarının farklı SFE'ye göre değişimi.....	52
3.16 Nikel oranının paslanmaz çeliklerin gerilim-gerinim eğrileri üzerine etkisi.....	53
3.17 a) Takviyesiz, b) Al_2O_3 takviyeli, c) Mg-PSZ takviyeli TRIP matris kompozitlerde matris ve takviye partikülleri arasındaki etkileşimi gösteren şema.....	54

3.18 Martenzitik dönüşüm için termodinamik itici kuvvete mekanik enerji katkısının şematik gösterimi	55
3.19 Martenzitik dönüşüm için kimyasal ve toplam (kimyasal ve mekanik) itici güçlerin şematik gösterimi	55
3.20 Yüzey merkezli tetragonal ve hacim merkezli tetragonal birim hücrelerin kübik-tetragonal faz dönüşümü sonucu uyumu.....	56
3.21 Kübik c-ZrO ₂ (siyah) ve tetragonal t-ZrO ₂ (gri) arasındaki ilişki ve (100)c ve (110) t kafes düzlemlerinin paralellüğünün şematik gösterimi.....	58
3.22 Martensitik arayüzün ayırık-dislokasyon modeli: (a) makroskopik şekil gerinimi E üreten transformasyon "uygunluğu" tutarlı dislokasyonları E; (b) tamamlayıcı kayma P ⁻¹ üreten tutarlılık dislokasyonları; (c) kafes-değişmez P deformasyonu üreten uygun olmayan antikoherensite anticoherency dislokasyonlar; (d) toplam arayüzyapısı.....	59
3.23 Kusur ayrışma yoluyla heterojen martensitik çekirdeklenme: (a) çekirdeklenme kusuru; (b) Şekil 3.23 (a) 'daki arayüzey tutarlılık dislokasyonlarının yatay düzlemlerde üretmek için ayrılması; (c) neredeyse dikey düzlemlerde, Şekil 3.15 (b) ve (c) 'deki eşzamanlı ara yüzey dislokasyon dizilerinin üretilmesi	59
3.24 Gerilme destekli ve gerinim kaynaklı martensitik dönüşüm arasındaki ilişkilerin şematik gösterimi.....	60
3.25 Ferrit tane büyüklüğünün sementit kalınlığına göre değişimini gösteren diyagram.....	63
3.26 Toz metalurjisiyle üretilen çeliklerin üç farklı yoğunluktaki mikroyapısı: (a) 7.0 g cm ⁻³ , (b) 7.4 g cm ⁻³ ve (c) 7.5 g cm ⁻³	64
3.27 Toz metalurjisiyle üretilen çelikte; perlit, beynit ve Ni bakımından zengin östenit içeren mikroyapısal fazlar.....	66
3.28 (a) 7.0 g cm ⁻³ ve (b) 7.5 g cm ⁻³ alaşımlarının çekme kırılması.....	67

3.29 Heterojen mikroyapı yoluyla yorulma çatlak davranışı: (a) Ni bakımından zengin bölge ve (b) perlit.	68
4.1 304 paslanmaz çeliğin SEM görüntüsü.....	70
4.2 Çeliğin EDS analizi.....	71
4.3 Tedarik sürecinde a) ve b) topaklanmış halde mikro boyutta, c) 40 ± 12 nm boyutlarında Y_2O_3 ile stabilize edilmiş ZrO_2 'un SEM görüntüleri.	71
4.4 Y_2O_3 ile stabilize edilmiş ZrO_2 'un EDS analizi.	72
4.5 Planet bilyalı öğütme cihazı ve 304L paslanmaz çelik kap.....	73
4.6 Sinterleme işleminin gerçekleştirildiği Ar atmosfer korumalı tüp fırın.....	73
4.7 Basma testinin gerçekleştirildiği SHIMADZU EHF-EV200k2-040-0A basma cihazı.....	74
4.8 Sertlik testinin gerçekleştirildiği sertlik cihazı.	75
4.9 a) Thermo Scientific Apreo, S b) Carl Zeiss 300VP SEM cihazları ve c) optik mikroskop.....	75
4.10 a) Takviyesiz, ağırlıkça b) %1, c) %1 (yakın çekim), d) %3 ve e) %5 ZrO_2 takviye oranlarında mekanik alaşımlanmış (öğütülmüş) TRIP matris kompozitlerin SEM görüntüsü.	77
4.11. TRIP matris kompozitlerde a) takviyesiz ve ağırlıkça b) %1, c) %3, d) %5 oranlarında nano boyutlu ZrO_2 partiküllerinin dağılımına ait SEM görüntüleri.....	80
4.12. Ağırlıkça a) %1, b) %3, c) %5 ZrO_2 takviye oranlarına ait tane boyutlarına ve tane sınırlarına ait optik mikroskop görüntüleri.	81
4.13. a) Takviyesiz ve ağırlıkça b) %1, c) %3, d) %5 ZrO_2 takviye oranlarındaki TRIP matris kompozitlerde tane boyutlarına ve tane sınırlarına ait optik mikroskop görüntüleri.....	82

- 4.14. Ağırlıkça a) %1, b) %3, c) %5 ZrO₂ takviye oranlarındaki TRIP matris kompozitlerde tane uzamalarını ve paralel yönlene boşluklara ait optik mikroskop görüntüleri.....83
- 4.15. Ağırlıkça a) %1 ve b) %5 ZrO₂ takviye oranlarındaki TRIP matris kompozitlerde çökeltilerine ait optik mikroskop görüntüleri.....85
- 4.16. Ağırlıkça %1 ZrO₂ takviye oranındaki TRIP matris kompozitte tane sınırlarında oluşan çökeltilere ait SEM görüntüsü.86
- 4.17. Ağırlıkça %3 ZrO₂ takviye oranındaki TRIP matris kompozitte oluşan takviye kümelerine (mavi ok) ve çökeltilere (sarı ok) ait SEM görüntüsü.....86
- 4.18. Ağırlıkça %5 ZrO₂ oranındaki TRIP matris kompozitte oluşan takviye kümelerine (sarı ok), çatlaklara (yeşil ok) ve tane sınırlarında oluşan çökeltilere (mavi ok) ait SEM görüntüsü.....86
- 4.19. Döngüsel olarak deforme edilen ($\Delta_{et}=2,5 \times 10^{-3}$) takviyesiz 16Cr-6Mn-3Ni çeliğinin deformasyon mikroyapısı.....87
- 4.20. Ağırlıkça %2 ZrO₂ oranındaki TRIP matris kompozitte oluşan tetrahedron yapısındaki kayma bantlarına (sarı ok) ve α' martenzitlere (mavi ok) ait SEM görüntüsü88
- 4.21. Ağırlıkça a) %1 ZrO₂ oranındaki TRIP matris kompozitte oluşan kayma bantlarına ve b) %4 ZrO₂ oranındaki TRIP matris kompozitte oluşan tavlama ikizlere ya da (sıklıkla tavlama ikizleriyle karıştırılan) ϵ martenzitlere ait optik mikroskop görüntüsü.....88
- 4.22. Ağırlıkça %3 ZrO₂ oranındaki TRIP matris kompozitte oluşan kayma bantlarına ait SEM görüntüsü.....89

4.23. Ağırlıkça %4 ZrO ₂ oranındaki TRIP matris kompozitte oluşan kayma bantlarına (sarı ok), takviye kümelerine (yeşil ok) ve matristen ayrılan kümelerin oluşturduğu boşluklara (mavi ok) ait SEM görüntüsü.....	90
4.24. Ağırlıkça %5 ZrO ₂ oranındaki TRIP matris kompozitte oluşan kayma bantlarına ait SEM görüntüsü.....	91
4.25. Ağırlıkça %3 ZrO ₂ oranındaki TRIP matris kompozitte ikizlenmelere ait SEM görüntüsü.....	92
4.26. Ağırlıkça %4 ZrO ₂ oranındaki TRIP matris kompozitte ikizlenmelere (sarı ok) ve kayma bantlarındaki α' martenzitlere (mavi ok) ait SEM görüntüsü.....	92
4.27. Ağırlıkça %2 ZrO ₂ oranındaki TRIP matris kompozitte kıvrılmış ikiz sınırlarına ait optik mikroskop görüntüsü.....	93
4.28. Nano ZrO ₂ takviye oranına göre değişen relatif yoğunluk ve gözeneklilik değerleri.....	94
4.29. Nano ZrO ₂ takviye oranına göre değişen sertlik değerleri.....	95
4.30. Nano ZrO ₂ takviye oranına göre gerilme-gerinim grafiği.....	95
4.31. a) Takviyesiz ve ağırlıkça b) %1, c) %2, d) %3, e) %4, f) %5 ZrO ₂ takviye oranlarındaki TRIP matris kompozitlerin sünek kırılma davranışlarına ait SEM görüntüleri.....	98
4.32. Ağırlıkça a) %1, b) %2, c) %3, d) %4 ve e) %5 ZrO ₂ takviye oranlarındaki TRIP matris kompozitlerin sünek kırılma davranışlarına ait SEM görüntüleri.....	100
4.33. a) Takviyesiz ve ağırlıkça b) %1, c) %2, d) %3, e) %4, f) %5 (15 μ m), g) %5 (2 μ m) ve ZrO ₂ takviye oranlarındaki TRIP matris kompozitlerin çukurcuk (dimple) oluşturarak sünek kırıldığını gösteren SEM görüntüleri.....	102

TABLOLAR DİZİNİ

Tablo	Sayfa
2.1. Metal matrisli kompozitler kullanılan bazı önemli takviyeler	7
2.2 Metal matrisli kompozitlerin üretim yöntemlerinin sınıflandırılması	15
2.3 Farklı öğütme kaplarının kapasiteleri	28
2.4 Büyük hacimdeki nano yapıları üretmek için kullanılan yöntemler.....	34
3.1 Kompozit üretiminde kullanılan çelik matrisli kompozitlerin kimyasal bileşimi.....	40
3.2 Fe–Mo–Ni çeliğin çekme dayanımı.....	67
3.3 Mikroyapıdaki mikro bileşenlerde oluşan çatlak büyümesi (4×10^{-9} m /döngü nominal çatlak büyümesi)	69
4.1 304 paslanmaz çeliğin kimyasal bileşimi.....	71
4.2. Üretilen TRIP matris kompozit numunelerdeki ZrO ₂ takviye oranları ve öğütülmedurumları.....	74
4.3. Değişen ZrO ₂ takviye oranlarında farklı gerinim değerlerine ait gerilme değerleri	96

KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Kısaltmalar</u>	<u>Açıklama</u>
MMK	Metal Matrisli Kompozitler
MMnK	Metal Matrisli Nanokompozitler
GB	Tane sınırları
CTE	Termal Genleşme Katsayısı
EM	Elastisite Modülü
MA	Mekanik Alaşımlama
BPR	Bilya-toz oranı (ağırlıkça)
PCA	Proses Kontrol Ajanı
CVD	Kimyasal Buhar Biriktirme
PVD	Fiziksel Buhar Biriktirme
SFE	İstiflenme Kusuru Enerjisi
SF	İstiflenme Kusuru
TRIP	Dönüşüm Kaynaklı Plastiklik
TWIN	İkizlenme Kaynaklı Plastiklik
HMK	Hacim Merkezli Kübik
YMK	Yüzey Merkezli Kübik
HSP	Hegzagonal Sıkı Paket



1. GİRİŞ

Yeni geliştirilen TRIP (Transformation Induced Plasticity (transformasyon kaynaklı plastiklik)) matris kompozitler, aynı anda yüksek mukavemet ve süneklik sağlamaktadır. Ayrıca, yüksek enerji absorpsiyon kapasitesi ve mükemmel şekillendirilebilirlik vb. geliştirilmiş mekanik özelliklere sahip olduklarından (Martin, S. et al., 2013; Bokuchava, G. D. et al., 2018; Glage, A. et al., 2013); endüstride, güvenlikle ilgili bileşenlerin üretiminde, özellikle otomobil ve uçak yapımında yaygın olarak kullanılabilirler (Bokuchava, G. D. et al., 2018; Guk, S. et al., 2014). TRIP matris kompozitin takviye fazını oluşturan seramik takviyelerin eklenmesiyle, kompozite aşınma direnci, yüksek mukavemeti ve tokluğu kazandırılmaktadır (Biermann, H. et al., 2009). TRIP matris kompozitin matris fazını oluşturan TRIP çeliği ise, mükemmel enerji absorpsiyonu sayesinde araçlarda kullanıldığında çarpışma sırasında çok yüksek miktardaki kinetik enerjiyi absorbe edebilmeyi sağlamakta; takviye fazının dönüşümüyle gerçekleşen hacimsel artış uzamayı sağlayarak sünekliği arttırmakta ve hacimsel artışın basma gerilmesini arttırmasıyla mukavemet artmaktadır. Bu sebeplerle, TRIP matris kompozitler, otomotiv yapılarında ve çarpma kutuları, ön yan elemanlar, tamponlar ve yan paneller gibi güvenlik bileşenlerinin üretiminde kullanılabilirler (Altenbach, H. et al., 2015). TRIP matris kompozitler, yüksek süneklik sayesinde mükemmel şekillendirme, çarpma sırasında daha yüksek enerji absorpsiyonu sayesinde daha iyi yolcu koruması sağlamak, daha ince göstergeler kullanarak ve daha iyi yakıt tasarrufu sağlayacak şekilde taşıtlarda ağırlık azalmasını sağlamak, iyi kaynaklanabilirlik sayesinde kolay imalat sağlamak gibi avantajlara sahiptir (Tumuluru, M., 2012)



Şekil 1.1 TRIP matris kompozitlerin uygulama alanları.

TRIP matris kompozitler, TRIP (yüksek alaşımlı, yarı kararlı, östenitik CrMnNi çeliği) çelik matris ve kısmen stabilize edilmiş ZrO_2 (Mg, Al_2O_3 ya da Y_2O_3 vb.) seramik takviyeden oluşmaktadır. Kompozitin mekanik özelliklerini iyileştiren ana faktör, plastik deformasyonla hem matris hem de

takviye fazlarında gerçekleşen dönüşümlerdir (Kovalev, A. et al., 2013; Martin, S. et al., 2011; Linderov, M.,2014; Borisova, D. et al., 2013). Plastik deformasyonla TRIP matris kompozitteki çelik matriste bulunan östenit (γ) α' martenzite, takviye fazı olan ZrO_2 ise tetragonal (t) monokliniğe (m) dönüşmektedir. Bu iki dönüşüm de gerilme seviyesini arttırmasına rağmen, asıl etki çelikteki östenitin α' martenzite olan dönüşümüdür. Faz dönüşümleri sayesinde TRIP matris kompozit aynı anda yüksek mukavemete ve süneklığe sahip olmaktadır. Plastik deformasyonla birlikte; α' martenzitler oluşmakta, kısmi dislokasyon ve istiflenme kusurları gibi temel mikroyapı kusurlarının yanı sıra; dislokasyon kümeleri, istiflenme kusuru tetrahedronu, ikizlenme ve kayma bantları gibi karmaşık kusur yapıları da meydana gelmektedir (Prüger, S. et al., 2013; Martin, S. et al., 2011; Linderov, M.,2014; Borisova, D. et al., 2013).

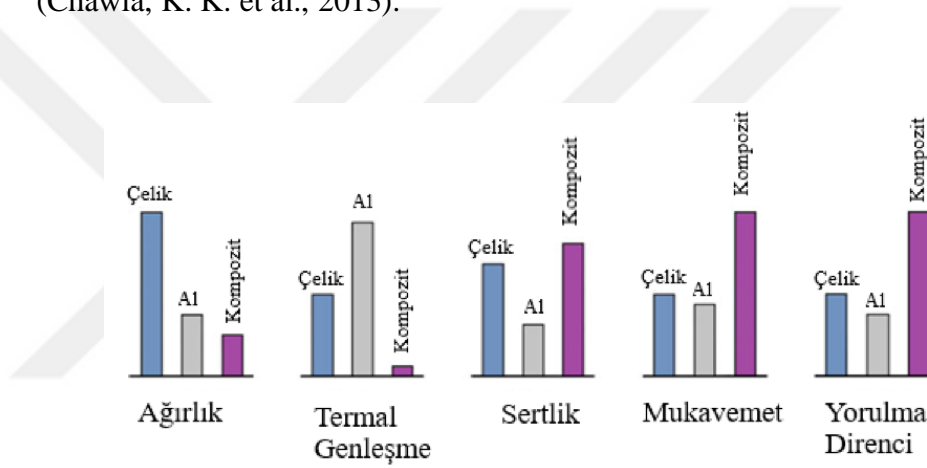
Yüksek mukavemet ve iyi süneklığın her ikisini ayrı ayrı ve aynı anda geliştirmek, deformasyonu sınırlandırmayı amaçlayan geleneksel gerinim sertleşmesi (pekleşme) teknikleriyle gerçekleştirilmesi zor bir işlemdir. TRIP matris kompozitlerde, plastik deformasyonla hem matris hem de takviye fazlarında gerçekleşen dönüşüm sayesinde mukavemet ve süneklikte aynı anda artış sağlanmaktadır. Bu tez çalışmasının amacı, aynı anda yüksek mukavemet ve süneklilik sağlayan malzeme geliştirmektir. Literatürde bu amaçla üretilen TRIP matris kompozitlerde kullanılan TRIP çelik matris ve ZrO_2 takviye fazları genellikle mikro boyuttadır (Guk, S. et al., 2014a, 2014b; Eckner, R. et al., 2016; Linderov, M. et al., 2014; Weidner, A. et al., 2015). Ancak, bu tez çalışması kapsamında nano boyutta takviye kullanılarak, plastik deformasyonla gerçekleşen faz dönüşümleriyle sağlanan yüksek mukavemet ve süneklığe ek olarak, nano boyutta etkili olan mukavemet mekanizmaları sayesinde mukavemetin daha da arttırılması amaçlanmıştır.

TRIP matris kompozitlerde, SFE'nin düşük olması α' martenzit dönüşümünün gerçekleşmesini etkileyen önemli parametrelerden biridir (Bhadeshia, H. et al., 2017; Jahn, A. et al., 2009). SFE'nin düşük olması için düşük Ni oranına sahip TRIP çelikleri kullanılmaktadır. Literatürde kullanılan TRIP çelikleri 16Cr-6Mn-9Ni, 16Cr-6Mn-6Ni, 16Cr-6Mn-3Ni kimyasal bileşimine sahiptir (Guk, S. et al., 2014a, 2014b; Eckner, R. et al., 2016; Linderov, M. et al., 2014; Weidner, A. et al., 2015). Bu nedenle bu tez çalışmasında Ni oranı 8-10.5 olan, östenitik, yarı kararlı, 25 ± 14 μm boyutta 304L (17Cr-Mn-8Ni) paslanmaz çelik matris tozları ve 40 ± 12 nm boyutta Y_2O_3 ile stabilize edilen ZrO_2 takviye partikülleri mekanik olarak alaşımlanmıştır. SFE'nin düşük olması için numuneler soğuk pres yöntemi ile preslenip sinterlenmiştir. TRIP matris kompozitlerin üretimi sırasında uygulanan mekanik alaşımlama ve presleme işlemleriyle numuneler plastik deformasyona uğratılmış, basma testiyle bu oran daha da arttırılmıştır. Plastik deformasyon sayesinde gerçekleşen matris ve takviye dönüşümleri, dönüşümlerle ortaya çıkan deformasyon mekanizmaları ve mikroyapıdaki değişiklikler, dönüşümlerin mekanik özelliklere olan etkileri incelenmiştir.

2. KOMPOZİTLERLE İLGİLİ GENEL BİLGİLER

Doğaya bakıldığında birçok doğal kompozit örneği görülebilmektedir. Hindistan cevizi yaprağı fiber takviyeli bir kompozittir. Ağaçta, lignin matrisi içinde selüloz fiberleri bulunmaktadır; selüloz fiberler yüksek çekme dayanımına sahip olup esnektirler, lignin matris fiberle birlikte sertlik sağlamaktadırlar. Kemik kısa ve yumuşak kollajen fiberlerin apatit isimli mineral matrise gömülüdür ve doğal kompozitlere başka bir örnektir (Chawla, K. K. et al., 2013).

1960'lerden beri, uzay, enerji ve inşaat mühendisliğinde kullanılacak malzemelerin daha güçlü ve sert, ama hafif olmasına yönelik talep artmaktadır. Kompozit malzemeler, malzemelerin tek tek kullanılmasıyla ulaşılamayan performanslara erişimi ve esnek tasarıma olanak tanımaktadır (Chawla, K. K. et al., 2013).



Şekil 2.1. Geleneksel monolitik malzemelerin ve kompozit malzemelerin özelliklerinin karşılaştırılması (Chawla, 2013).

Kompozit malzemeler bileşenlerinin özelliklerine, dağılımlarına, oranına, morfolojilerine, kristallik derecelerine, kristalografik yapılarına, bileşenlerinin oluşturduğu arayüzeyin yapısına ve bileşimine bağlı olarak üretilebilir; havacılık, otomobil, elektronik, inşaat, enerji, biyomedikal ve diğer sektörlerle ilgili teknolojilerin ihtiyaçlarını karşılamak üzere tasarlanabilir. Bu sebeple kompozit malzemeler ticari mühendislik malzemelerinin çoğunu oluşturmaktadır (Chung, D. D. L., 2010).

Herhangi bir malzemenin kompozit malzeme olarak adlandırılabilmesi için aşağıdaki özellikleri taşıması gerekmektedir (Chawla, K. K. et al., 2013):

1. Üretilmiş olması (doğal yollarla oluşan kompozitler hariç) gerekmektedir.

2. İki veya daha fazla fiziksel ve/veya kimyasal olarak farklı, uygun şekilde düzenlenmiş veya dağıtılmış fazdan ve bunları ayıran bir arayüzeyden oluşmalıdır.
3. Malzemeyi oluşturan bileşenlerin hiçbirinin sahip olmadığı özelliklere sahip olmalıdır.

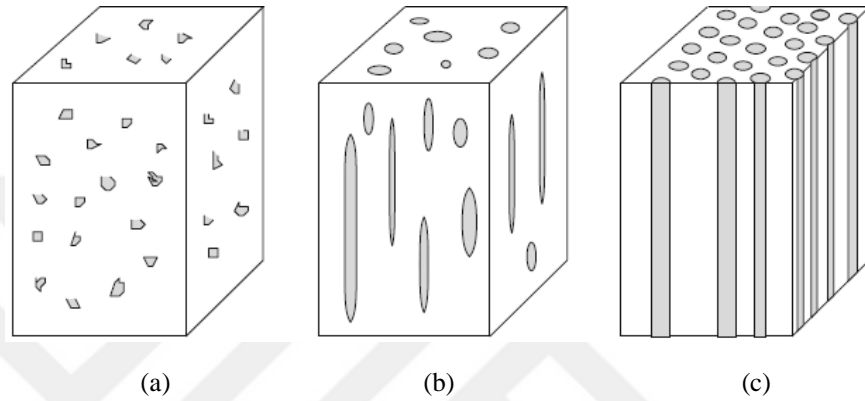
Kompozitler literatürde, farklı özelliklere ve şekillere sahip farklı malzemelerin biraraya getirilerek bileşinlerinin sahip olmadığı, yeni özelliklere sahip malzemeler üretilmesiyle oluşan malzemeler olarak tanımlanmaktadır (Nishida, Y., 2013). Bu tanımdaki biraraya getirme, atomik veya moleküler seviyedeki bir karıştırma anlamına gelmemektedir. Herbir bileşen kendi mikroyapısını ve mikro seviyedeki özelliklerini korumaktadır; bu nedenle kompozitin üretilmesinden sonra bileşenler arasında fazla miktarda arayüzey oluşmaktadır. Eğer kompozit bileşenler arasında kimyasal tepkime oluşacak kadar yüksek sıcaklıkta tutulursa, arayüzey belirsizleşmekte ve malzeme yüksek sıcaklıkta termodinamik olarak kararlı duruma doğru eğilim göstermektedir. Sonuç olarak kompozit, atomik seviyede bir karışım haline gelmekte ve bu durumda artık kompozit olarak adlandırılmamaktadır. Bu malzeme artık alaşım ya da intermetalik bir bileşiktir. Bu nedenle, kompozitler termodinamik olarak kararsız malzemelerdir. Bu sebeple, kompozit malzemeler tasarlanırken ya görece kararlı bileşenlerin kombinasyonu seçilmeli ya da arayüzeyde gerçekleşecek kimyasal reaksiyonu baskılamak için yüzey kaplama vb. işlemler uygulanmalıdır (Nishida, Y., 2013).

Kompozitlerin üretim alanları aşağıdaki gibi sıralanabilir (Natarajan, N. et al., 2015):

1. Uçaklar: dümenler, asansörler, iniş takımı kapıları, paneller ve uçakların döşenmesi.
2. Yük bölmesi kapıları, uzaktan kumanda kolu, anten, anten kaburgaları ve destekleri.
3. Denizcilik: pervane kanatları, fanlar ve vantilatörler, dişli kutuları, vanalar ve süzgeçler ve kondenser gövdesi.
4. Otomotiv: debriyaj plakaları, motor blokları, itme çubukları, çerçeveler, piston çubukları, otomotiv yarış frenleri, rocker kol kapakları ve süspansiyon kolları.
5. Kimya endüstrisi: alternatif yakıt aracında sıvı doğal gaz için kompozit kaplar, itfaiye hizmeti için raflı şişeler ve depolama tankları.
6. İnşaat: tünel destekleri, pist ve hangar gibi havaalanı tesisleri, yollar ve köprü yapıları, betonarme döşemeler, enerji santrali tesisleri.

Kompozitler matris fazına göre; polimer, metal, karbon, seramik ya da sement (Chung, D. D. L., 2010); matris malzemelere göre metal matrisli

kompozit ya da fiber takviyeli metal, fiber takviyeli plastik, fiber takviyeli seramik, fiber takviyeli cam, karbon fiber takviyeli karbon, intermetalik bileşik matrisli kompozit (Nishida, Y., 2013); takviyenin şekline göre ise, partikül takviyeli kompozit, süreksiz fiber takviyeli kompozit, sürekli fiber takviyeli kompozit olarak sınıflandırılabilirler (Chung, D. D. L., 2010; Nishida, Y., 2013). Süreksiz fiber takviyeli kompozitlerin bir alt kümesi, whisker takviyeli kompozitlerdir. Whisker (kristal yapısı için) teorik çekme dayanımına sahip çok küçük bir çapa sahip ince bir tek kristaldir, çünkü kristal kafesi içinde çok az kusur bulunmaktadır (Nishida, Y., 2013).



Şekil 2.2. Takviye şekillerine göre kompozitlerin sınıflandırılması (a) partikül takviyeli kompozit (b) süreksiz fiber takviyeli kompozit (c) sürekli fiber takviyeli kompozit (Nishida, Y., 2013).

2.1. Metal Matrisli Kompozitler (MMK)

Metal matrisli kompozitler alüminyum, magnezyum, demir, kobalt, bakır gibi metal matris ve dağılmış halde (dispersed) oksit, karbid gibi seramikler ya da metalik (kurşun, tungsten, molibden) takviye fazı ve arayüzeyden oluşmaktadır (Natarajan, N. et al., 2015; Chawla, K. K., 2013).

Metal matrisli kompozitlerin avantajları aşağıdaki gibi sıralanabilir (Natarajan, N. et al., 2015):

1. Termal genleşme katsayısının düşük olması.
2. Daha düşük sürünme oranı.
3. Daha iyi yorulma direnci dayanımı.
4. Yüksek performans.
5. Mukavim.
6. Harika mukavemet-ağırlık oranı.
7. Daha iyi aşınma direnci.
8. Daha iyi radyasyon direnci.

Metal matrisli kompozitlerin dezavantajları aşağıdaki gibi sıralanabilir (Natarajan et al., 2015):

1. Üretiminin zor olması.
2. Daha pahalı olması sebebiyle tedariği kısıtlı olması.
3. Malzeme özellikleri bakımından kararlı olması.

Metal matrisli kompozitlerin metallere göre avantajları aşağıdaki gibi sıralanabilir (Chawla, N. et al., 2006):

1. Mukavemet-ağırlık oranına göre çok büyük ağırlık tasarrufu sağlaması.
2. Olağanüstü boyutsal kararlılık göstermesi.
3. Daha iyi yüksek ısı kararlılığına (örneğin sürünme direnci) sahip olması.
4. Belirgin derecede geliştirilmiş döngüsel yorulma özelliklerine sahip olması.

Metal matrisli kompozitlerin polimer matrisli kompozitlere göre avantajları aşağıdaki gibi sıralanabilir (Chawla N. et al., 2006):

5. Daha yüksek mukavemet ve sertlik.
6. Daha yüksek servis sıcaklığı.
7. Daha yüksek elektrik iletkenliği (topraklama, alan şarjı).
8. Daha iyi ısı iletkenlik.
9. Daha iyi enine özellikler.
10. Geliştirilmiş birleştirme özellikleri.
11. Radyasyon direnci (lazer, UV, nükleer, vb.).
12. Çok az kontaminasyon olması veya hiç kontaminasyon olmaması (gazlanma veya nem absorpsiyon problemi olmaması).

Ayrıca metal matrisli kompozitler diğer kompozitlerle karşılaştırıldığında yüksek kırılma tokluğuna sahiptirler ve matris metallerin yüksek sünekliğe sahip olması nedeniyle, diğer kompozitlere kıyasla büyük miktarda darbe kırılma enerjisini absorbe edebilmektedir (Nishida, Y., 2013).

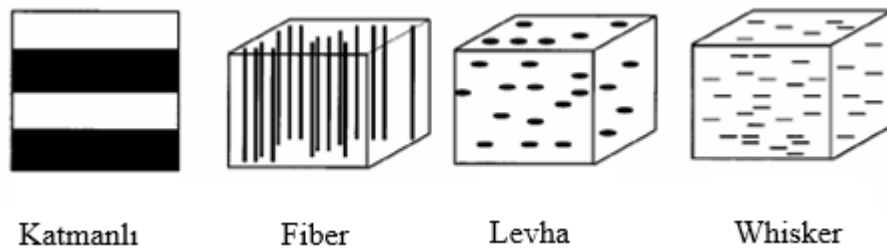
Metal matrisli kompozitlerde kullanılan takviyeler sürekli fiber, kısa fiber, whisker ve partikül formlarında olabilir. En boy oranı farklı takviye şekillerinin ayırt edilebilmesini sağlamaktadır. En boy oranı, fiberin, partikülün veya whiskerin uzunluk/çap (veya kalınlık) oranıdır. Bu nedenle, sürekli fiberler sonsuzluğa yaklaşan bir en boy oranına sahipken,

mükemmel şekilde eş eksenli parçacıkların en boy oranı yaklaşık birdir (Chawla, N. et al., 2006).

Tablo 2.1. Metal matrisli kompozitler kullanılan bazı önemli takviyeler (Chawla, N. et al., 2006).

Sürekli Fiberler	Al ₂ O ₃ , Al ₂ O ₃ +SiO ₂ , B, C, SiC, Si ₃ N ₄ , Nb-Ti, Nb ₃ Sn
Süreksiz Fiberler	Al ₂ O ₃ , SiC, (Al ₂ O ₃ +SiO ₂), buharda üretilen fiberler
1. Whisker 2. Kısa fiberler	SiC, TiB ₂ , Al ₂ O ₃
Partiküller	SiC, Al ₂ O ₃ , TiC, B ₄ C, WC

Whiskerlar; monokristal, çok yüksek mukavemetli kısa fiberlerdir. Teorik mukavemete yaklaşan bu yüksek mukavemet, dislokasyon gibi kristal yapı kusurlarının bulunmamasından kaynaklanmaktadır. Monokristal olduğu için tane sınırları bulunmamaktadır. Tipik olarak, whiskerlar birkaç mm çapa ve uzunluğa sahiptir. Böylece, boy oranı 50-10.000 arasında değişebilmektedir. En büyük dezavantajı, düzgün boyutları veya özellikleri olmadığından özelliklerindeki değişkenliktir. Kompozit elde etmek için whiskerların matriste taşınması ve hizalanması da önemli bir sorundur (Chawla, N. et al., 2006).



Şekil 2.3. Metal matrisli takviyelerde kullanılan takviye çeşitleri (Runyan, J. et al., 2001).

Arayüzey, matris ve takviye arasında sınırlayıcı yüzey olarak tanımlanabilir ve bazı parametrelerde bir süreksizlik meydana gelmektedir. Arayüzdeki süreksizlik keskin veya kademeli olabilir. Matematiksel olarak arayüzey iki boyutlu bir alan olup; pratikte ise, arayüzey bölgesi sonlu kalınlıktadır. Arayüzey takviyenin derişimi, kristal yapısı, atomik bölgesi, elastisite modülü, termal genleşme katsayısı vb. gibi parametrelerle bir taraftan diğerine değişebilmektedir. Arayüzey bu parametrelerin bir veya

daha fazlasıyla ilişkilendirilebilir. Kompozit malzemenin davranışları fiber ya da takviye fazı, matris ve takviye/matris arayüzeyin kombinasyonu ile değişmektedir (Chawla, K. K., 2013).

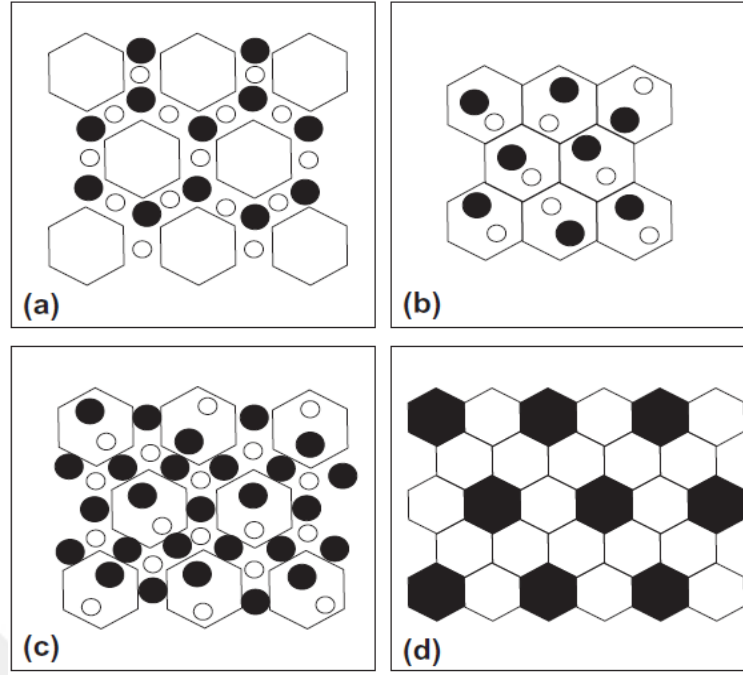
Arayüzeyin kompozit üzerinde büyük önem taşımasının sebebi arayüzey tarafından kaplanan iç yüzey alanının oldukça büyük olmasıdır. Makul miktarda takviye hacim oranında arayüzey rahatlıkla $3,000 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$ 'e kadar çıkabilmektedir. Matristeki silindirik fiber takviyede rahatlıkla gösterilebilir. Fiberin yüzey alanı aslında arayüzey alanıyla aynıdır. Fiberin bittiği yerler ihmal edilirse, fiberin yüzey-hacim oranı (S/V) aşağıdaki gibi yazılabilir: (Chawla, K. K., 2013).

$$S/V = 2\pi r l / \pi r^2 l = 2/r$$

r ve l sırasıyla fiber yarı çapı ve uzunluğudur. Böylece, fiberin yüzey alanı ya da arayüzey r azaldıkça birim hacim artmaktadır. Uygulanan yük arayüzey aracılığıyla matristen fiberlere etkili biçimde taşınmalıdır. Özellikle fiber takviyeli kompozit malzemelerde, arayüzey, fiberin yakın katmanları ile matristen ve bu iki yüzey arasındaki herhangi bir malzemenin katman/larından oluşmaktadır. Fiberin matrisi ıslatabilirliği ve bu iki bileşen arasındaki bağın tipinin göz önünde tutulması öncelik oluşturmaktadır. Ek olarak, arayüzeyin özellikleri ve sıcaklıktan, difüzyondan, kalıntı gerilme vb. parametrelerden nasıl etkilendiği araştırılmalıdır (Chawla, K. K., 2013).

2.1.1 Metal Matrisli Nanokompozitler (MMnK)

Geleneksel metal matrisli kompozitler takviyesiz alaşımlara göre birçok avantaj sunsa da; takviyenin mikro boyutta olmasına bağlı olarak takviyesiz matrise göre düşük süneklik ve tokluk, tribolojik uygulamalarda karşı malzemenin aşırı aşınması ve işleme sırasında yüksek miktarda aşınma gibi bazı kısıtlamaları bulunmaktadır. Bu önemli sorunları çözmek amacıyla yüksek gerilme direnci, sertlik, boyutsal kararlılık, hem oda hem de yüksek sıcaklıklarda iyi süneklik ve kırılma tokluğuyla birlikte, takviye fazının boyutu nanometrik seviyelere (<100 nm) kadar azaltılarak metal matrisli nanokompozitler (MMnK) üretilmektedir (Ceschini, L. et al., 2017).



Şekil 2.4. Nanokompozitlerde matris ve takviye fazlarının olası dağılımı. Boş altıgenler matris tanelerini, boş ve dolu daireler takviye fazını göstermektedir. (a) Takviye fazı matris fazında tane sınırlarında dağılmıştır. (b) Takviye fazı matris tanelerinin içindedir. (c) Takviye fazı hem tanelerin içinde hem de tane sınırlarındadır. (d) hem matris hem de takviye taneleri (dolu altıgenler) homojen olarak dağılmıştır (Suryanarayana, C. et al., 2013).

Takviye partiküllerinin boyutunun azalması kompozitin mekanik özelliklerin iyileştirilmesini sağlamaktadır. Partikül boyutu, tipi, morfolojisi, hacim oranı, takviye partiküllerin metal matris içerisinde dağılımı kompozitin bütün özelliklerinin iyileşmesi ya da kötüleşmesi üzerinde önemli bir rol oynamaktadır (Suryanarayana, C. et al., 2013). Matris mikro boyutta ve takviye fazı nano boyutta olabileceği gibi, hem matrisin hem de takviyenin nanometrik boyutlarda olması mümkündür. Takviye ve matris fazlarının olası dağılımı şekii 2.4'te gösterilmektedir (Suryanarayana, C. et al., 2013).

MMnK'lerin ana uygulama alanı otomotiv sektörüdür. Dizel motorlar için güçlendirilmiş pistonlar, Al motor bloklarında seçici olarak güçlendirilmiş silindir sondajları, emme ve egzoz subapları, transmisyon şaftı, fren bileşenleri (diskler, rotorlar ve kaliperler) ve hibrit ve elektrikli otomobiller için güç modülü bileşenlerinde MMnK'ler kullanılmaktadır (Husain, M. et al., 2016). Ayrıca MMnK'ler, endüstriyel, rekreasyon ve altyapı uygulamaları için kullanılmaktadır. Endüstriyel uygulamalar arasında sementte karbür ve sermet malzemeler, elektrolizle kaplanmış ve emdirilmiş elmas aletler, elektrik kontakları için Cu ve Ag MMnK'ler, petrokimya endüstrisi için erozyona dayanıklı kaplama, Cu ile süzülen çelik parçalar ve TiC takviyeli Fe ve Ni alaşımları bulunmaktadır (Husain, M. et al., 2016).

TiC takviyeli Fe ve Ni MMnK'ler, kesme, haddelme, peletleme, damgalama, delme, sıcak metal işleme, çekme, biçimlendirme ve delme gibi işlemler için yaygın olarak kullanılmaktadır. MMnK'lerin diğer uygulamaları çekiçler, darbe kalıpları, konserve aletleri, kıvrma silindirleri, çek valfler, haddelenmiş uçlar, bükme kalıpları, ekstrüzyon kalıpları ve sıcak dövme kalıplarıdır. Bu durumlarda takım çeliklerine ve geleneksel olarak kullanılan sertleştirilmiş Ni alaşımlarına göre üstün performans sağlanmaktadır (Husain, M. et al., 2016).

Nanokompozitlerin ticari uygulamalarında bazı zorluklar bulunmaktadır. Nanokompozit üretim tekniklerinde çoğu ham madde malzemesi olarak nano boyutta tozlar kullanılmaktadır. Nano tozların sentezi ve üretimi, son on yılda geliştiği halde, nanokompozitin başarılı bir şekilde konsolidasyonu için makul bir maliyetle büyük miktarda nano toz üretmek henüz mümkün değildir. Sadece ekonomik değil aynı zamanda yüksek hacimli nanopartiküller üretilmesini sağlayan tekniklerin geliştirilmesi gerekmektedir (Viswanathan, V. et al., 2006).

Çok ince tozların yüzey alanı fazla olması yüzey aktifliklerinin yüksek olmasına yol açmakta ve kontaminasyona karşı duyarlı olmasını sağlamaktadır. Yüzeyde oluşan kontaminasyonlar, kesinlikle nihai ürünlerin fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklerini kötü yönde etkilemektedirler. Bu nedenle, nano tozların herhangi bir kontaminasyonu önlemek için özgün şekilde saklanmaları ve kullanılmaları gerekmektedir; ancak bu sayede nano boyuttaki etkiden en üst düzeyde yararlanılabilir. Nano partiküllerin mühendislik bileşenleri yapmak için işlenmeden önce uygun taşıma ve depolama araçlarının geliştirilmesi, nanokompozit üretiminin bir başka zorlu yönüdür. Nanoteknoloji, makro ölçekte yeni özellikler sağlayan nano yapı malzemeler üretmeyi vaad etmektedir. Geleneksel konsolidasyon teknikleri, aşırı tane büyümesine yol açtıklarından, nihai üründe nano yapıyı korumak önemli bir sorun teşkil etmektedir (Viswanathan, V. et al., 2006).

2.2 Metal Matrisli NanoKompozitlerin Mukavemet Mekanizmaları

Metal matrisli nanokompozitlerin yüksek mukavemete sahip olması birden fazla mukavemet mekanizmasının mevcut olmasıyla açıklanabilir (Casati, R., 2016):

1. Yük- transfer etkisi (ya da yük taşıma kapasitesi), yükün metal matris üzerinden sert takviyeye aktarılmasıdır.
2. Hall-Petch mukavemeti (ya da tane sınırı mukavemeti) metal matrisin tane boyutuyla ilgilidir. Nanopartiküller matris tanelerinin inceltisinde önemli rol oynamaktadır.
3. Termal genişleme katsayısı (CTE) ve elastisite modülünün (EM) uyumsuzluğu partiküllerin çevresinde dislokasyon ağlarının oluşmasına neden olmaktadır.

4. Orowan mukavemeti nanopartiküllerin dislokasyon hareketini engellemesiyle oluşmaktadır. Diğer metalik malzemeler gibi metal matrisli nanokompozitler de daha yüksek mukavemette sahip olabilirler. Deformasyon sertleşmesi (soğuk işlem ya da gerinim sertleşmesi), örneğin, metalin plastik deformasyonu sayesinde dislokasyonun artmasına ve dislokasyonların altyapısının geliştirilmesine sebep olmaktadır.
5. Katı çözeltili sertleşmesi, kristal kafesin kendisinin deformasyonundan ve iç gerilmelerin oluşumundan sorumlu olan kristal kafes yapısına, arayer ya da yerdeğişimli atomlar eklenerek korunmasıdır.
6. Çökeltme sertleşmesi (ya da yaşlanma sertleşmesi), kristal örgüdeki bozulmaların veya kusurların hareketini engelleyen ince çökelti üretmek için ısıyla katı çözünürlüğündeki değişikliklere dayanmaktadır. Dislokasyonlar partikülleri keserek geçebilir veya Orowan mekanizması ile etraflarına eğilebilirler.

MMnK'lerin mukavemeti eş zamanlı olarak birden fazla unsurdan etkilenmektedir. Mukavemet etkisi birleşik ve birbirine bağlıdır; bu nedenle hala tek bir etkinin nihai mukavemet üzerindeki etkisi tam olarak anlaşılammıştır. Bununla beraber, literatürde nanokompozitlerin nihai mukavemetini tahmin etmeye yönelik çalışmalar bulunmaktadır (Casati, R., 2016).

2.2.1 Yük transfer etkisi

Dışarıdan uygulanan bir yükün yumuşak ve uyumlu metalden sağlam ve sert partiküllere geçmesi malzemenin mukavemetini arttırmaktadır. Partikül takviyeli kompozitlerde yük transferinin mukavemete olan etkisini açıklamak amacıyla Shear Lag modeli Nardone and Prewo tarafından ortaya sürülmüştür (Casati, R., 2016):

$$\Delta\sigma_{LT} = v_p\sigma_m \left[\frac{(1+t)A}{4l} \right]$$

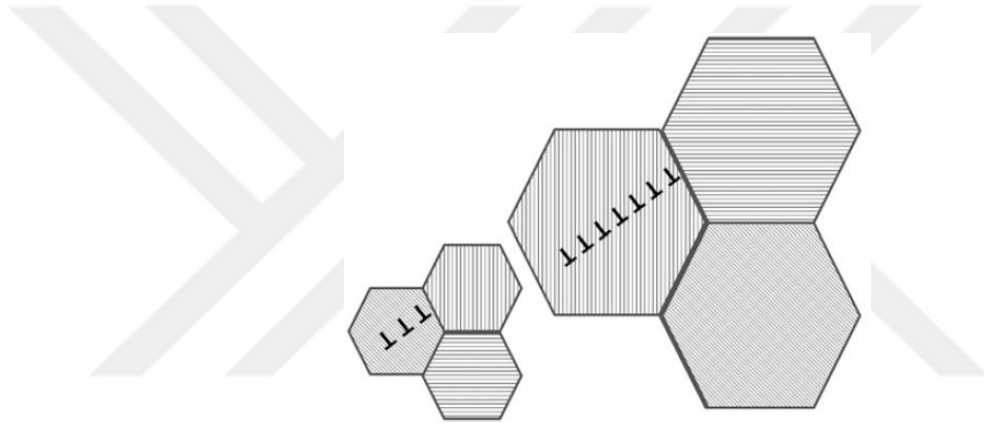
v_p partiküllerin hacim oranını, σ_m takviyesiz matrisin akma mukavemetini, l ve t sırasıyla yük yönüne paralel ya da dik yöndeki partiküllerin boyutlarını göstermektedir. Eş eksenli partiküller için denklem aşağıdaki gibi sadeleştirilebilir (Casati, R., 2016):

$$\Delta\sigma_{LT} = 1/2v_p\sigma_m$$

2.2.2 Hall-Petch mukavemeti

Tane sınırları (GBs), dislokasyon hareketini engellediği için tane boyutunun metalin mukavemeti üzerinde çok büyük bir etkisi bulunmaktadır. Bunun nedeni, komşu tanelerin farklı kristal yönelimleri ve

yer deęiřtirmelerin sürekli kayma düzleminde hareket etmelerini önleyen bu bölgelerin karakteristik yüksek kafes düzensizlięidir. Dislokasyon hareketini engelleyici tane sınırları plastiklięin bařlangıcını önemli seviyede engelleyerek malzemenin akma mukavemetini arttırmaktadır. Dıřarıdan uygulanan kuvvet malzemenin üzerinde kayma gerilmesi oluřturduęunda, var olan ve yeni oluřan dislokasyonlar, dislokasyon hareketine karřı itici bir güç saęlayan tane sınırlarıyla karřılařıncaya kadar kristal kafes boyunca hareket etmektedirler. Böylece dislokasyonlar birikerek fazlasıyla itici bir güç oluřurmakta ve tane sınırları boyunca difüzyonu engelleyecek bir bariyer oluřurmaktadırlar. Tane boyutundaki azalma bu dislokasyon yığınlarnın miktarının azalmasına neden olmaktadır (řekil 2.5). Dolayısıyla malzemedeki dislokasyon hareketini taşımak için gerekli olan kuvvet daha yüksektir. Dislokasyonları taşımak için gerekli uygulanacak yük ne kadar fazlaysa, akma mukavemeti o kadar yüksektir (Casati, R., 2016).



řekil 2.5. Hall-petch mukavetlenme mekanizması (Dislokasyonlar ters dönmüş T sembolüyle gösterilmiştir) (Casati, R., 2016).

Ortalama tane boyutunun mukavemete etkisiyle ilgili Hall-Petch denklemi ařaęıda gösterilmektedir:

$$\Delta\sigma_{H-P} = k_y / \sqrt{d}$$

k_y mukavemet katyası (her malzemenin karakteristik sabiti)dır. Metal matrisli kompozitlerde nihai tane boyutunu belirlemede partiküller çok önemli bir rol oynamaktadır. Partiküller tane sınırlarıyla etkileřime girdiklerinden, yüksek sıcaklıkta tanelerin büyümesini durdurmak ya da engellemektedirler. Hacim oranının (V_p) artması ve partikül çapının (d_p) azalması daha ince yapının oluřmasını saęlamaktadır. Bu süreç matematiksel olarak Zener denklemiyle ařaęıda gösterilmiştir (Casati R., 2016):

$$d_m = (4 \alpha d_p) / 3V_p$$

α orantılı sabiti ifade etmektedir. Bu mukavemet mekanizmasının bir limiti bulunmaktadır. Eřik deęerinden (d^*) daha küçük tane boyutu söz konusu

olduğunda, çeşitli büyüklüklerdeki dislokasyon yığınlarını engelleyerek, dislokasyonların büyüklüğü tane boyutuna yaklaşmaya başlamakta, tane sınırında kaydırma ya da dönmeler yerine malzemenin akma mukavemetinde azalma ve süneklilikte artma (süperplastiklik) meydana gelmektedir. Bu nedenle, nanokristalli malzemelerin mekanik davranışının klasik Hall-Petch ilişkisinden saptığı söylenebilir, tane boyutu küçüldükçe k değeri (mukavemet katsayısı) kademeli olarak azalmaktadır (örneğin mukavemette daha az etkili). Sonuç olarak, nanokristalli malzemelerde tane boyutu aşırı azaltıldığında yumuşama etkisi ortaya çıkmakta ve bu etki ters Hall-Petch etkisi olarak adlandırılmaktadır (sıklıkla kristal boyutu birkaç nano birim olan metallerde görülmektedir) (Casati, R., 2016).

2.2.3 Orowan mukavemeti

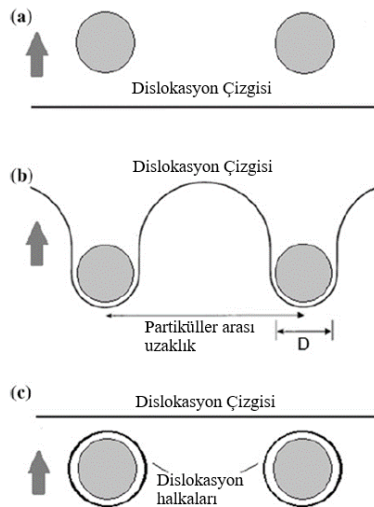
Orowan mukavemeti nanopartiküllerin dislokasyonla direkt etkileşiminden oluşmaktadır. Dışarıdan uygulanan bir yük altında, kaymayan seramik partiküller kesişen dislokasyonları sıkıştırarak, dislokasyonun partiküllerin etrafından eğilmesine (Orowan halkası) neden olmaktadır (şekil 2.6) (Casati, R., 2016).

Orowan etkisi aşağıdaki denklemle ifade edilebilir:

$$\Delta\sigma_{OR}=[0.13bG/ d_p(\sqrt[3]{1/2\nu_p}-1)] \ln(d_p/2b)$$

b Burger vektörü ve G matrisin kayma modülünü ifade etmektedir.

Orowan mukavemeti daha çok partikül boyutu 100 nm'den küçük MMnK ile ilgilidir. Çünkü daha büyük boyuttaki partiküllerin partiküller arası uzaklığı aynı hacim oranına göre daha fazladır ve tane sınırlarında ayrılmaya eğilimlidirler. Bu koşullar altında, Orowan mukavemet mekanizması göz ardı edilebilir (Casati, R., 2016).



Şekil 2.6. Orowan mukavetlenme mekanizması (Casati, R., 2016)

2.2.4 Termal genleşme katsayısı (CTE) ve Elastisite modülü (EM) uyumsuzluğu

Mükemmel proses şartlarından sonra bile (belirtilen tanıma uygun proseste, sürede, sıcaklıkta ve ısıtma işleminde) termal gerilme nedeniyle kompozitin matrisi takviyesiz matristen daha fazla dislokasyon yoğunluğuna sahiptir. Plastik gerilmeye oluşan dislokasyon yoğunluğundaki artış, matris ve takviye fazları arasındaki termal genleşme katsayısının uyumsuzluğu nedeniyle proses sonrası soğutma süresince gelişmektedir. Takviyede oluşan yüksek gerilme matris-takviye arayüzeyinde oluşan dislokasyonlar sayesinde azalmaktadır. Bu dislokasyonlar ayrıca geometrik olarak gerekli dislokasyonlar olarak adlandırılmaktadır. Sert partiküller ile yumuşak matrisin elastisite modülleri arasındaki fark nanokompozitlerin elastik gerilmeleri sırasında yeni dislokasyonlara yol açabilir. Termal genleşme (ρ^{CTE}) sebebiyle oluşan geometrik olarak gerekli dislokasyonlar ve elastisite modülü (ρ^{EM}) uyumsuzluğu aşağıdaki denklemle ifade edilmektedir (Casati, R., 2016):

$$\rho^{CTE} = [A\Delta\alpha\Delta T v_p] / [bd_p(1-v_p)]$$

$$\rho^{EM} = [6v_p / \pi d^3_p] \epsilon$$

A geometrik sabit, $\Delta\alpha$ termal genleşme katsayısındaki fark, ΔT test ve proses arasındaki sıcaklık farkını belirtmektedir. Arsenault and Shi'nin ortaya attığı bu denklem sonra desteklenerek dislokasyon delme modeli (dislocation punching model) olarak adlandırılmıştır. Termal genleşme katsayısı (CTE) ve elastisite modülünün (EM) uyumsuzluğuyla oluşan dislokasyonların toplamı ise Taylor denklemi ile ifade edilmektedir (β sabiti göstermektedir) (Casati, R., 2016):

$$\Delta\sigma_{CTE+EM} = \sqrt{3}\beta Gb(\sqrt{\rho^{CTE}} + \sqrt{\rho^{EM}})$$

2.3 Metal Matrisli Nanokompozitlerin Üretim Yöntemleri

Yüksek miktardaki MMnK'leri üretirken karşılaşılan ana sorun seramik nano partiküllerin düşük ıslatabilirliğidir. Geleneksel döküm ve eritme prosesleri, takviyelerin matris içerisinde homojen olmayan bir dağılım sağladığından MMnK'lerin üretimi bu yöntemlerle gerçekleştirilememektedir. Yüksek yüzey enerjisi (çok yüksek yüzey-hacim oranı ile ilgili) nanopartiküllerin kümelenmesine yol açmakta ve böylece dislokasyon hareketini engellemede etkili olmamasını sağlamaktadır. Nanopartiküllerin kümelenmesi ayrıca matrisle fiziksel-kimyasal bağ oluşumunu zorlaştırarak nanopartiküllerin mukavemetlendirme kapasitesini önemli ölçüde azaltmaktadır (Casati, R., 2016). Geleneksel MMK'ler için küçük partiküllü takviyeleri metal matrise eklemek, metal matriste homojen olmayan dağılıma, takviyelerin çökmesine ve düşük ıslatabilirliğe yol açması kaçınılmazdır ve sonra uygulanan termomekanik prosesler bütün

eksiklikleri gideremeyebilir (Suryanarayana, C. vd., 2013). Arttırılmış mekanik özelliklere sahip, sağlam nanokompozitler elde etmenin gerekli koşulu matris içerisindeki takviyelerin iyi dağılmasını sağlamaktır ve uygun üretim yöntemleri seçilerek bu özelliklere sahip nanokompozitler üretilebilir (Ceschini, L. et al., 2017). Metal matrisli nanokompozitlerin üretimi katı, sıvı ve gaz hal üretim yöntemleri olarak üçe ayrılabilir (Ceschini, L. et al., 2017; Casati R., 2016; Nishida, Y., 2013).

Tablo 2.2 Metal matrisli kompozitlerin üretim yöntemlerinin sınıflandırılması (Nishida, Y., 2013).

Katı Hal Üretim Yöntemleri	Toz metalurjisi, mekanik alaşımlama, difüzyonla bağlama.
Sıvı Hal Üretim Yöntemleri	Karıştırmalı döküm, ultrasonik destekli döküm, infiltrasyon yöntemi, parçalanmış eriyik biriktirme (DMD), yüksek basınçlı döküm, kompo döküm.
Gaz Hal Üretim Yöntemleri	Kimyasal buhar biriktirme (CVD), fiziksel buhar biriktirme (PVD).

2.3.1 Sıvı faz

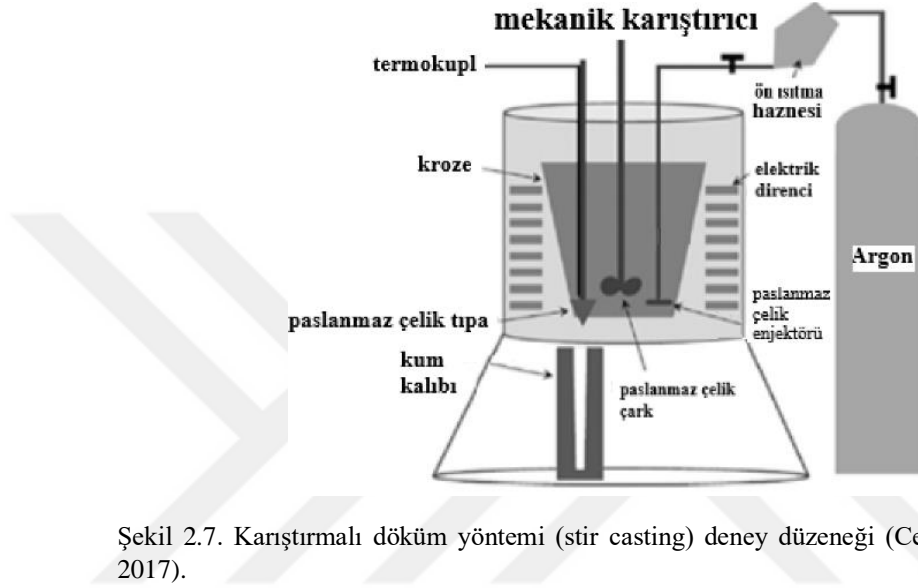
MMnK'lerin üretim yöntemleri karşılaştırıldığında, sıvı faz üretim yöntemleri oldukça basit, ucuz, net şekle yakın bileşenlerin üretimini sağlayarak potansiyel olarak endüstriyel seviyeye uydundur. Sıvı faz üretim yöntemleri; karıştırmalı döküm, ultrasonik destekli döküm, infiltrasyon teknikleri, kompo döküm, parçalanmış eriyik biriktirme ve basınçlı döküm olarak sıralanabilir (Ceschini, L. et al., 2017)

Sıvı faz üretim yöntemlerinde, genellikle seramik takviyeler sıvı metal matrisin içine eklenip karıştırılmaktadır. Bu takviyeler eriyik metal tarafından yeterince ıslatılmamaktadır. Eriyik metal ve takviye arasındaki temas açısı $\pi/2$ 'den büyük olduğunda, eriyik metal içindeki takviyelerin dağılımı ve karıştırılması zorlaşmaktadır. Bu proses kimyasal ve mekanik olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Kimyasal proses, eriyik metal ve takviyeler arasındaki ıslatabilirliği arttırmak için takviyelerin yüzeyinin kaplanmasını içermektedir. Alüminyum alaşımlarında Ca, Mg or Li gibi elementlerin eklenmesinin ıslatabilirliği arttırdığı gözlenmiştir (Nishida, Y., 2013).

2.3.1.1 Karıştırmalı döküm

MMnK'lerin sıvı faz üretiminde en çok kullanılan yöntemlerden biri karıştırmalı dökümdür. Basit, ucuz ve büyük hacimdeki metallere uygulanabilirliğinden dolayı çok tercih edilmektedir. Takviye fazı genellikle matrise eklenmekte ve eriyik fazda, bir çark yardımıyla mekanik karıştırma uygulanmaktadır. MgO, Al₂O₃, ZrO₂ ve SiC nanopartikülleri ve karbon nanotüpler de Al ve Mg matrise eklenmektedir. Prosesin temel şeması şekil 2.7'de gösterilmiştir. İçerisinde dağılmış halde partiküller bulunan eriyik

alaşıma, kum dökümü ya da kalıcı kalıp dökümü uygulanabilir. Eriyik matris içindeki nanopartiküllerin düşük ıslatabilirliği ve partiküller ve matris arasındaki yoğunluk farkı nedeniyle partiküller kümelenme eğilimi göstermekte ve nano takviyelerin homojen dağılımını sağlamak zorlaştığından nanopartiküller kümelenmektedirler. Ayrıca dönen karıştırıcı sayesinde oluşan gaz sıkışması kompozitte yüksek poroziteye ve matris/takviye arayüzeyinde istenmeyen kimyasal reaksiyonlar oluşmasına yol açabilir (Ceschini, L. et al., 2017).



Partiküller, kalıbı doldururken veya inert bir taşıyıcı gaz yoluyla matrise doğrudan erimiş akışın içine eklenebilir; dağılım ayrıca eriyik yüzeyinde kuvvetlice karıştırılarak eriyik yüzeyinde bir girdap oluşturan, vorteks yöntemiyle de elde edilebilir. Partiküller vorteksin kenarından eklenmekte ve sonunda vorteks sayesinde ve eriyiğin iç ve dış yüzeylerinin basınç farkıyla sıvı matrise karışmaktadır. Başlangıçtaki kümelenmeyi engellemek ve ıslatabilirlik sorununu azaltmak için mekanik alaşımlama (bilyalı öğütme) yapılarak nanopartiküllerin metal tozlarıyla ön dağılımı sağlanabilir. Daha sonra kompozit tozları eriyik metale eklenip karıştırılabilir. Bu sayede matris tozları erirken nanopartiküller eriyik matris içinde dağılmaktadır. Bu yöntemle üretilmiş Al_2O_3 , SiC ve karbon nanatüp takviyeli nanokompozitler bulunmaktadır (Ceschini, L. et al., 2017).

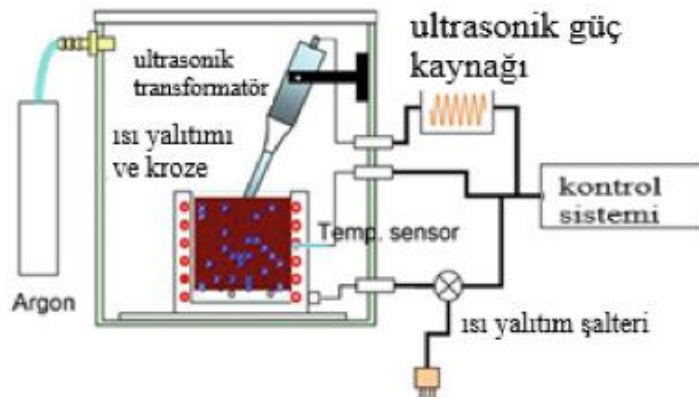
2.3.1.2 Ultrasonik destekli döküm

Ultrasonik destekli döküm, kümelenme eğilimi ve nanopartiküllerin düşük ıslatabilirliğiyle oluşan kümelenmeleri engellemede etkili bir yöntemdir. Takviye fazını eklerken ya da ekledikten sonra eriyik haldeki matrise ultrasonik dalgalar (genellikle 18–20 kHz aralığında) uygulanmakta,

SiC, Al₂O₃, B₄C, karbon nanotüp ve AlN takviyeli, Al ve Mg matrisli nanokompozitler elde edilmektedir. Şekil 2.8’de gösterildiği gibi tipik ultrasonik destekli döküm ultrasonik ışınlama sonotrodunun doğrudan eriyik içine batırılmasıyla oluşurken, ultrasonik haznenin teması olmadan üretilen nanokompozitler de bulunmaktadır (Ceschini, L. et al., 2017).

Sonotrod ultrasonik titreşimi transfer etme ve yüksek sıcaklıklarda boyutsal karalılıklarından dolayı, genellikle titanyum alaşım (Ti6Al4V), paslanmaz çelik ya da niobyum bazlı alaşımdan (C-103) oluşur. Pahalı olmasına rağmen, Nb sonotrodlar eriyik metalle temas ettiklerinde daha yüksek kimyasal inert olduklarından, yüksek sıcaklıklarda minimum ultrasonik kaviteasyon kaynaklı erozyona sebep olmaktadır. Nb ile karşılaştırıldığında daha ucuz olduklarından ve çelik sonotrodlardan daha iyi özelliklere sahip olduklarından Ti bazlı sonotrodlar sıklıkla tercih edilmektedir (Ceschini, L. et al., 2017).

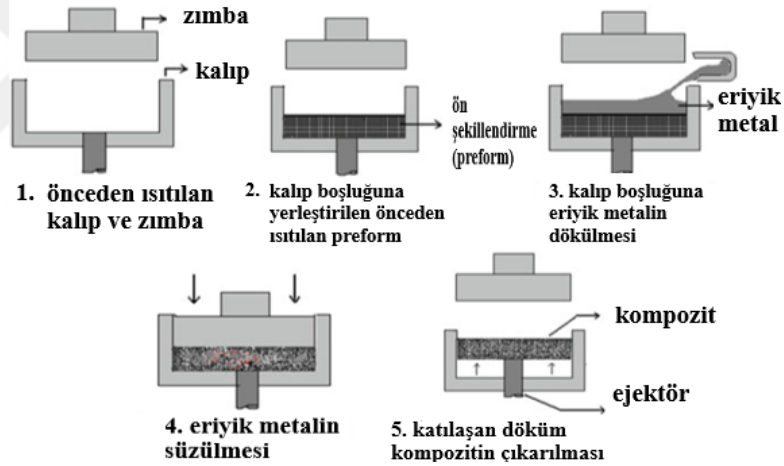
Ultrasonik kaviteasyon geçici (nanosaniye sırayla) yaklaşık 5000°C sıcaklıkta, 1000 atm üzerindeki basınçlarda ve 1010K/s'nin üzerindeki ısıtma ve soğutma hızlarında mikro "sıcak noktalar" üretebilir. Nanoparçacık kümeleri gevşek bir şekilde paketlendiğinden, kümelerdeki boşlukların içinde sıkışan hava kaviteasyon için çekirdek görevi görmektedir. Proses sırasındaki güçlü ısıtma ve soğutma hızları ve basınç farkı nanopartikül kümelerini dağıtma ve partikül yüzeyini safsızlıklardan arındırmaktadır. Ultrasonik destekli döküm nanopartikül dağılımını sağlama ve kümelenmeyi dağıtmada etkili olsa da yüksek hacimdeki dökümün ihtiyacı olan ultrasonu karşılamada kısıtlı olduğundan endüstriyel olarak uygulanması oldukça güç olup, yüksek yoğunluktaki ultrasonik yoğunluğa ihtiyaç vardır. Eriyik Al alaşımında eşik değeri 80 W/cm² iken, gelişmiş kaviteasyonun oluşması için gerekli olan ultrasonik titreşimin en azından 100 W/cm² olduğu belirtilmiştir. Ancak, işlemin skalasını arttırmanın bir başka yolu da ultrasonik hazneyle eriyik metali akışa zorlayarak küçük sonotrodu daha büyük hacimdeki metale uygulamak olabilir (Ceschini, L. et al., 2017).



Şekil 2.8. Ultrasonik döküm yöntemi deney düzeneği (Ceschini, L. et al., 2017).

2.3.1.3 İnfiltrasyon yöntemi

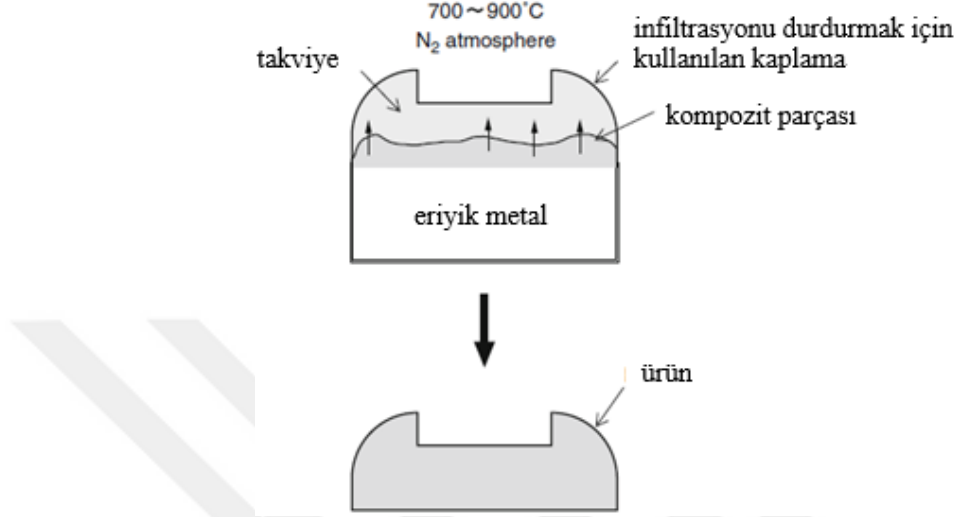
İnfiltrasyon yöntemi, sıvı metalin porlu bir ön kalıba basınç destekli enjeksiyonundan oluşmaktadır (şekil 2.9). SiC partikül ve köpükler, TiC, cam fiber, Al_2O_3 , AlN ve Al_4C_3 gibi mikro boyuttaki takviyeli kompozitlerin üretiminde sıklıkla kullanılmaktadır. Ön kalıp genellikle bir bağlayıcı, bir sıvı taşıyıcı ve takviye fazından oluşan bir bulamaç hazırlanarak ve daha sonra bulamaç filtrasyona maruz bırakılarak elde edilmektedir. Sonuç olarak, önkalıp ve basınç destekli eriyik metal infiltrasyon sırasında kurutulmakta ve boyutsal olarak kararlı olması için ısıtılmalıdır. Vakum ya da dışarıdan basınç uygulamadan seramik ön kalıp kullanılarak yapılan infiltrasyon prosesleri de bulunmaktadır. Geleneksel infiltrasyon yöntemine göre daha ucuz olup, pahalı ekipmanlara gerek yoktur; ancak, daha uzun infiltrasyon süresi bulunmaktadır. SiC partikül takviyeli Al esaslı nanokompozitler, basınçsız infiltrasyondan önce, mekanik alaşımlama ve soğuk kombinasyonu uygulanarak üretilmiştir. Bu yöntemle, uzun infiltrasyon süresi ve ön kalıp maliyetiyle uygulanan metal hacmi kısıtlıdır (Ceschini, L. et al., 2017).



Şekil 2.9. İnfiltrasyon yönteminin şeması (Ceschini, L. et al., 2017).

Erimiş metal kendiliğinden bir ön forma, seramik elyaflardan veya parçacıklardan yapılmış gözenekli bir malzemeye sızarsa kompozit kolayca üretilmektedir. Basınçsız infiltrasyon yöntemi Lanxide yöntemi olarak da adlandırılmaktadır. Bu yöntemde eriyik alüminyum ile yeterince ıslanmayan SiC partiküllerinden yapılan ön kalıp Mg ile işlem uygulanmaktadır (şekil 2.10). Ön kalıp nitrojen atmosferinde eriyik alüminyumun üzerine konmakta ve SiC partiküllerinin yüzeyinde magnezyum nitrid oluşmakta, eriyik Al basınç uygulanmadan kendiliğinden infiltre olmaktadır. İnfiltrasyon eriyik Al ön kalıbı doldurana kadar devam etmektedir. Ön kalıp istenilen ürün şeklinde yapılmakta ve dış yüzeyi (eriyik alüminyumla temas halindeki temeli hariç) kaplanmakta ve böylece eriyik alüminyum dış yüzeye ulaşınca infiltrasyon durmaktadır. Bu sayede, infiltrasyon sonra kompozit nete yakın

şekilde üretilmektedir. Takviye ve eriyik metal matrisin uygun kombinasyonu kısıtlı olduğundan, bu proses çok yaygın olarak kullanılmamaktadır. Ayrıca, bu yöntemde basınçlı infiltrasyon yöntemindeki gibi, eriyik metalin boşlukları doldurması kolay bir işlem değildir (Nishida, Y., 2013).



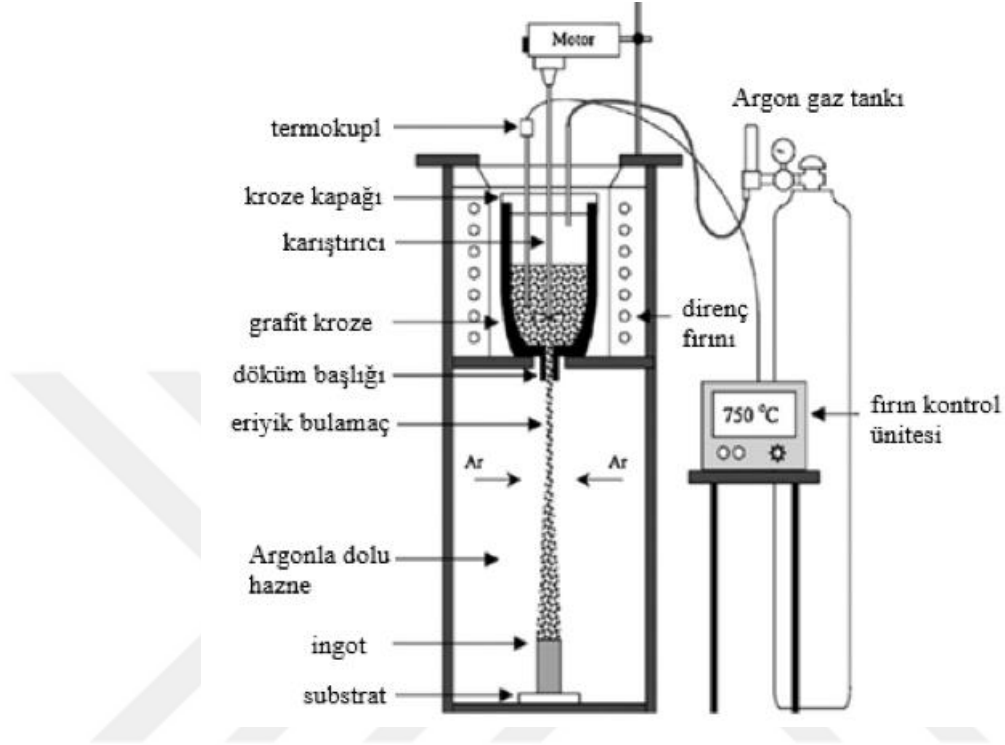
Şekil 2.10. Basınçsız infiltrasyon yöntemi (Lanxide yöntemi) şeması (Nishida, Y., 2013).

2.3.1.4 Parçalanmış eriyik biriktirme (DMD)

Parçalanmış eriyik biriktirme (DMD) yöntemi, döküm ve püskürtme yöntemlerinin bir kombinasyonu olarak nete yakın biçimde süresiz takviyeli MMK'leri üretmek için geliştirilmiştir. Seramik partiküller eklendikçe eriyik alaşımı karıştırılmakta ve bulamaç halindeki kompozit 750°C sıcaklıkta inert gazla parçalanmakta ve sonuç olarak metalik substrat üzerinde biriktirilmektedir (şekil 2.11). Külçeye sonrasında ekstrüzyon işlemi uygulanabilir. Bu yöntem Al ve Mg matrisli nanokompozitleri üretmek için uygun olsa da daha çok Mg matrisli nanokompozitlerde kullanılmaktadır. Mg'un yüksek oranda oksitlenebilir doğasından dolayı nihai ürünlerdeki oksitler ve Mg matrisi ile takviye arasındaki yoğunluk farkları nedeniyle takviye partiküllerinin potada tutulması gibi sorunlarını gidermek amacıyla bu yöntem kullanılabilir. Bu sorunlar, safsızlığın artmasına, takviyelerin yetersiz hacim oranına ve homojen olmayan dağılımına neden olur, ki bu da kompozitin özelliklerini önemli ölçüde azaltmaktadır.

Parçalanmış eriyik biriktirme yöntemi bir tabana dökme tekniği olduğundan, biriken ürüne oksit girişinin ortadan kaldırılmasını ve takviyenin tamamen kullanılmasını sağlayabilir. Al_2O_3 , SiC, Y_2O_3 , B_4C , BN, ZrO_2 , ZnO gibi çeşitli nanopartiküller ve çok duvarlı karbon nanotüpler Mg alaşımlarına eklenerek Mg matrisli nanokompozitler üretilmektedir. Yapılan çoğu çalışma, ekstrüze edilmiş kompozitlerin mikroyapılarının, seramik takviyelerin homojen dağılımının gerçekleştirildiğini, takviye ve matris

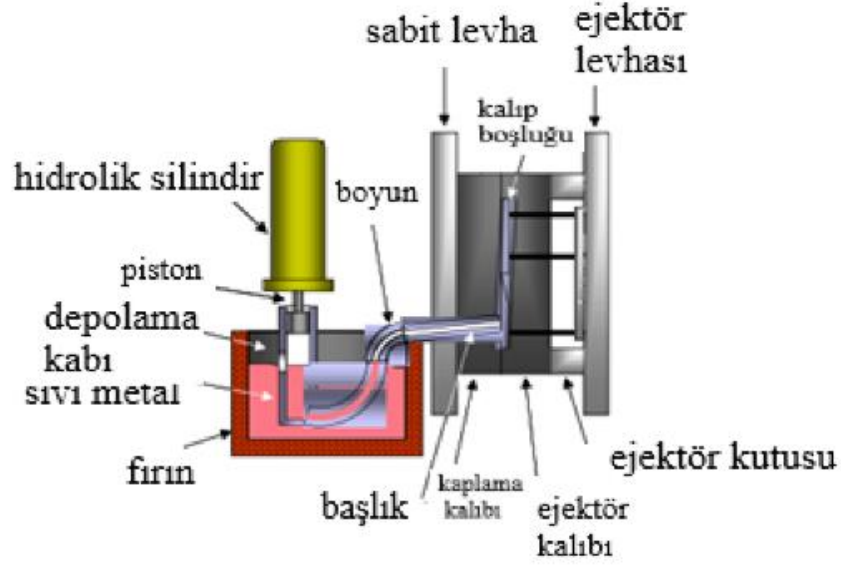
arasında iyi bir arayüzey bütünlüğü oluşturduğunu ve sınırlı miktarda poroziteye sahip olduğunu göstermiştir (Ceschini, L. et al., 2017). Bu sebeplerle, Mg esaslı nanokompozitlerin mukavemet ve süneklikte önemli gelişmeler gösterdiği söylenebilir (Ceschini, L. et al., 2017).



Şekil 2.11. Parçalanmış eriyik biriktirme (DMD) yöntemi deney düzeneği (Ceschini, L. et al., 2017).

2.3.1.5 Yüksek basınçlı döküm

Yüksek basınçlı döküm MMnK'leri üretmek için kullanılan yöntemlerden birisidir. Genel olarak, yüksek basınçlı döküm, yer çekimi ve düşük basınçlı kalıp döküm yöntemleriyle karşılaştırıldığında daha ayrıntılı bileşenler elde edilmesini sağlamaktadır. Eriyik metal basınç altında oyuk oluşturmaya zorlanmakta, doldurma hızları ve katılma oranları özellikle yüksek olması sağlanmaktadır (şekil 2.12). Bu nedenle yüksek basınçlı döküm, dökümün büyüklüğüne ve duvarın kalınlığına göre saniyeden dakikalara kadar değişen birçok skalada hızlı süre döngülerine sahiptir. Öte yandan, bu yöntem kaçınılmaz olarak oyuktaki metalin yüksek türbülanslı metal akışı nedeniyle gaz sıkışmasına neden olmaktadır. MMK'lerin özellikle de MMnK'lerin üretiminde yüksek basınçlı dökümün kullanıldığı çok az çalışma bulunmaktadır (Ceschini, L. et al., 2017).

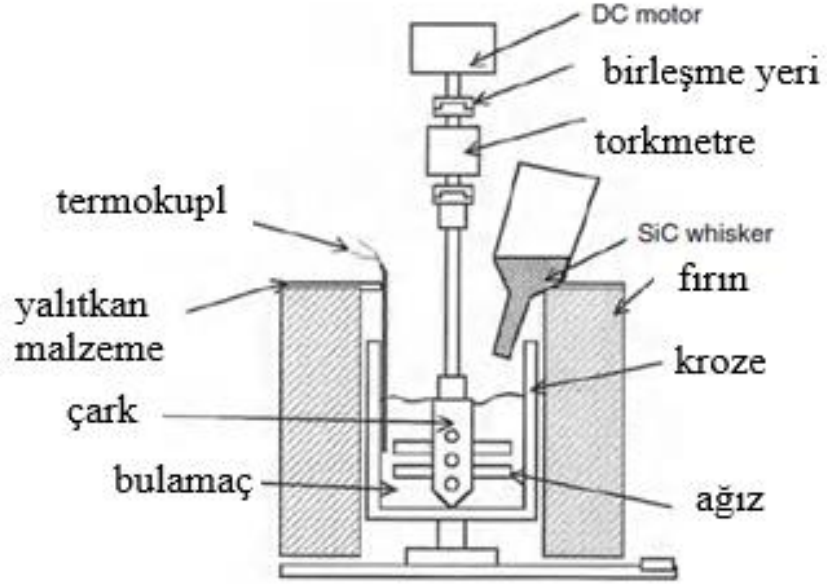


Şekil 2.12. Yüksek basınçlı döküm düzeneği (Vinarcik, E. J., 2002).

2.3.1.6 Kompo döküm

Alaşım katı ve sıvı sıcaklıkları arasında tutulduğunda, yarı-katı bir hal almaktadır. Bu sıcaklıkta, alaşım güçlü bir şekilde karıştırılırsa katının dendritleri kırılarak yuvarlak partiküller haline gelmektedir. Katının şeklinin değişmesiyle alaşımın akışkanlığı değişmekte ve iyi bir bulamaç elde edilmektedir. Bu yöntem Rheocasting olarak adlandırılır ve aşağıdaki özelliklere sahiptir (Nishida, 2013):

1. Homojen tane yapısı elde edilmekte ve diğer kalıp döküm ürünlere kıyasla makro ayrışma azalmaktadır.
2. Dökümden önce alaşımın bir kısmı katıdır. Bu, katılaşma üzerine büzüşmenin tamamen sıvı bir alaşım için olduğundan daha az olduğu anlamına gelmektedir. Bu nedenle ürünlerin boyutsal doğruluğu artmaktadır.
3. İç ısının bir kısmı zaten salındığından, kalıba verilen ısı şoku tamamen sıvı bir alaşım dökümü için gerekenden daha düşüktür. Bu kalıp ömrünü artırır.
4. Tamamen katı bir alaşım ile karşılaştırıldığında akış gerilimi düşük olduğundan, deformasyon daha kolaydır.
5. Yarı-katı alaşımın viskozitesi yüksek olduğundan, seramik partiküllerin karıştırılması kolaydır ve homojen dağılım sağlanabilir.



Şekil 2.13. Kompo döküm deney düzeneği (Nishida, Y., 2013).

Karıştırıcı ile potanın duvarı ile arasındaki dar boşluk, yarı katı halde kayma gerilimi dar alanda iyi çalışması sayesinde, metal dendritlerin küresel parçacıklara etkili bir şekilde ezilmesini sağlamaktadır (şekil 2.13). Ayrıca seramik partiküllerin eklenmesinden sonra, mekanik çalkalama ile sağlanan mekanik enerjiden kaynaklanan yüksek kayma gerilimi, seramik parçacıkları matris metalle ıslatmak için fazlasıyla etkilidir. Bu yöntemde, seramik partiküllerle metal matrisin ıslatabilirliğini arttırmak için bulamaç halindeki Al alaşımlarına Mg eklenmektedir (Nishida, Y., 2013).

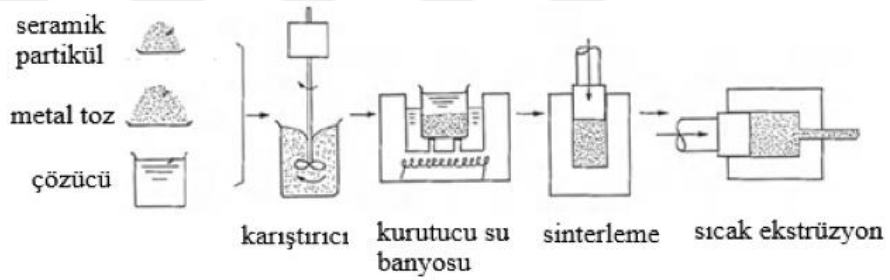
2.3.2 Katı faz

Katı fazdaki nanokompozitlerin üretimi toz metalurjisine (TM) dayanmaktadır. Nanopartiküllerin matris/takviye ıslatabilirlik sorunları, sıvı ve yarı katı faz üretim yöntemlerine göre açıkça ve gözle görülür şekilde azalmaktadır. Bir dereceye kadar, birincil sıvı ve yarı katı faz üretim yöntemlerine benzer şekilde, toz metalurjisi nete yakın şekil bileşenleri üretmeyi mümkün kılmaktadır. Bu yöntem, takviyenin yüksek hacim oranlarında kullanılmasına izin verirken, sıvı faz döküm yöntemlerinde sağlanamayan matris/takviye sistemlerini de sağlayabilmektedir. TM, genellikle küçük ölçekli bileşenlere sahip olmasına rağmen, tipik olarak otomotiv endüstrisi için büyük partilerin üretimi için de büyük ilgi çekmektedir. En büyük dezavantajları tozların pahalı olması ve son ürünlerdeki yüksek miktardaki poroziteyi gidermek için gereken ekstrüzyon, haddeleme veya dövme gibi ikincil işlemlere gereksinim duyulmasıdır (Ceschini, L. et al., 2017)

2.3.2.1 Toz metalurjisi (TM)

Toz metalurjisi (TM) yöntemi, metal matris ve takviye tozlarının karıştırılması; presleme ile tozların sıkıştırılması, uçucu kirletici maddeleri (yağlayıcılar, karıştırma ve harmanlama katkı maddeleri), su buharını ve gazları çıkarmak için sıkıştırılmış yapının gazının alınmasından oluşmaktadır ve sonrasında yeşil kompaktların doğrudan sinterlemesi, sıcak izostatik presleme (HIP), vakumlu sıcak izostatik presleme, sıcak ekstrüzyon veya soğuk sinterleme gibi farklı yollarla konsolide edilmesi sağlanmaktadır (şekil 2.14). Eşit kanallı açılmalık presleme gibi çeşitli plastik deformasyon işlemleri tozları konsolide etmek için kullanılmaktadır (Ceschini, L. et al., 2017)

Alınan metal tozunun bir kısmında kümelenme olması kaçınılmazdır. Metal matris tozu ve takviyelerin eşit şekilde karıştırılması ve homojen dağılması için, kuru ve ıslak olmak üzere iki yöntem kullanılmaktadır. Islak yöntemde karıştırma için bir çözücü kullanılırken ve kuru yöntemde herhangi bir çözücü kullanılmamaktadır (Nishida, Y., 2013).



Şekil 2.14. Toz metalurjisi yönteminin şeması (Nishida, Y., 2013).

Islak yöntemde, uygun çözücüler, düşük yüzey enerjisine (yüzey gerilimi) ve buharlaşma için düşük iç ısıya sahip sıvı malzemelerdir (böylece karışım kolayca kurutulabilir). Endüstriyel etanol, yukarıdaki koşulları sağlayan kolay elde edilebilir bir çözücüdür. Matris metal tozu ve takviyeler, çözücü içinde iyice karıştırılıp çalkalanmakta, daha sonra toz karışımının çökmesine izin verilip çözücü dökülmekte, karışım ısıyla ya da evaporatörde kurutulmaktadır. Suyun kaynama noktasında tutulan bir su banyosu, ısıtma yoluyla etanol bazlı bir karışımı kurutmak için çok etkilidir, çünkü etanolün kaynama noktası 80°C civarındadır (Nishida, Y., 2013).

Suyun istenilen bir çözücü olması beklense de bu amaç için bir çözücü olarak kullanımı kolay değildir; çünkü yüksek yüzey gerilimine ve geniş bir gizli buharlaşma ısısına sahiptir. Ek olarak, bazı takviyelerin yüzeyleri kuvvetli asidik veya alkalidir; bu nedenle, suyu bir çözücü olarak kullanmadan önce bu takviyelerin yüzey işlemine ihtiyaç duyulmaktadır. Diğer takviyeler su içinde iyi dağılmadığından, suyun yüzey gerilimini azaltmak ve dispersiyonu iyileştirmek için katkı maddeleri gerekebilir (Nishida, Y., 2013).

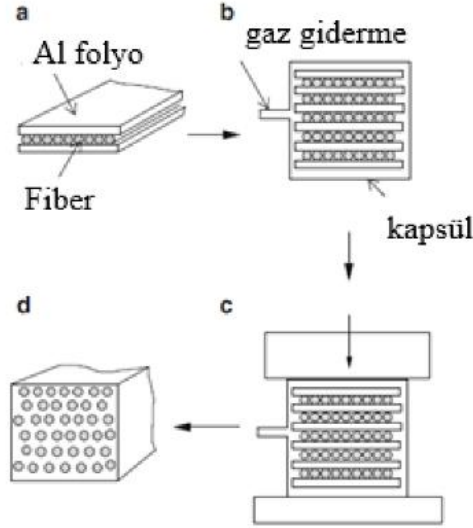
Kuru yöntemde, bu yöntem takviye ve matris metalini çözücü olmadan karıştırarak uygulanmaktadır. Takviyelerin homojen şekilde dağılması kolay değildir. Takviyenin dağılımı için bir bilyalı değirmen (çözücü olmadan) kullanılmaktadır. Elde edilen karışım gazdan arındırılmakta ve sıcak bir pres, sıcak izostatik pres veya vakum altında sıcak bir pres kullanılarak sinterlenmektedir (Nishida, Y., 2013).

Toz metalurjisinin avantajı, matris ve takviye fazının katı haldeyken karıştırılmasıdır. Böylece sıvı metal ve takviye arasındaki ıslatabilirlik sorun olmamakta ve takviyelerin görece iyi bir şekilde dağılımı gerçekleşmektedir. Partiküllerin dağılması, matris metalinin partikül boyutuna bağlıdır. Çok ince seramik partiküllerinin (çapı 1 mm'den az) bir matris metaline eşit olarak dağılması için, benzer parçacık boyutunda bir matris metal tozu kullanılması gerekmektedir (Nishida, Y., 2013).

Tozların üretimi için inorganik peroksitlerin ayrışması veya deoksidasyonu gibi birçok yöntem kullanılmaktadır. Bu yöntemler arasında gaz atomizasyonu en etkili yöntemlerden biridir. Gaz, erimiş metalin parçalanmasına ve hızlı bir şekilde istenen küresel şekle dönüşmesine neden olan yüksek enerjili jetlerden geçirilmektedir. Matris metalinin mekanik öğütülmesi de kullanılabilir yöntemlerden biridir. Daha ince metal tozu üretmek için gaz atomizasyonu ürünlerine uygulanabilir. Bu işlemler sayesinde, nispeten geniş parçacık büyüklüğü dağılımına sahip tozlar üretilmektedir. Bu ürünlerde çok ince parçacıkların yüzdesi düşüktür ve bu nedenle çok ince tozun verimi sınırlıdır (Nishida, Y., 2013).

2.3.2.2 Difüzyonla bağlama

Difüzyonla bağlama yöntemi, sürekli fiber takviyeli kompozitlerin üretimi için geliştirilmiştir. Bir difüzyon bağlama işleminin bir örneği, şekil 2.15'te gösterilmiştir. İlk önce, fiberler metal bir folyo üzerine yan yana yerleştirilmekte ve başka bir metal folyo ile kaplanmaktadır. Bu işlem, bir fiber/ folyo yığını yapılabildiği kadar tekrar edilmektedir. Yığın bir kaba yerleştirilip gazdan arındırılmaktadır. Daha sonra, yığın sıcak preslenip kompozit üretmek için yüksek basınç altında sinterlenmektedir. Başka bir örnekte, fiberler düzenlenip, erimiş metal, fiberleri birbirine bağlamak ve tek tabakalı fiber tabakalar yapmak için üzerlerine püskürtülüp, tabakalar üst üste eklenmekte ve oluşan yığın bir kaba konup gazdan arındırılıp sinterlemek amacıyla sıcak preslenmektedir (Nishida, Y., 2013). Difüzyonla bağlama işleminde, sinterleme, kompozitin boşluklardan arındırılması hususunda ciddi bir öneme sahiptir. Bu işlem, tek yönlü takviyeli kompozitlerin üretimi için uygulanabilir; ancak, çok yönlü takviyeli kompozitlerin üretiminde kullanılması zordur (Nishida, Y., 2013).



Şekil 2.15. Metal folyo (a) fiber folyo birimlerini, (b) gazdan arındırma için bir kapsül içinde fiber yığını, (c) yüksek basınç altında sinterleme, (d) sürekli fiber takviyeli kompozit kullanarak difüzyon bağlama işlemi (Nishida, Y., 2013).

2.3.2.3 Mekanik alaşımlama (öğütme)

Mekanik alaşımlama (MA), yüksek enerjili bir bilyalı öğütücüde toz parçacıklarının tekrarlanan soğuk kaynak, kırılma ve yeniden kaynaklanmasıyla devam eden katı hal toz prosesidir. Bu işlemde, harmanlanan elemental toz karışımının az miktarı, genellikle paslanmaz çelik bilyalarla önceden belirlenmiş bir süre için yüksek bir hızda çalkalanmaktadır. Proses kontrol ajanı (PCA) (yağlayıcı veya sürfaktan) sünek malzemeler öğütülürken, soğuk kaynağın etkisini en aza indirmek ve tozların kümelenmesini önlemek için eklenmektedir. Alaşımlama, element tozları arasında meydana gelmekte ve işlemin sonunda homojen bir alaşım elde edilmektedir (Suryanarayana, C. et al., 2013).

1966 yılında John Benjamin ve Paul D. Merica tarafından nikel bazlı alaşımdan aşınmaya ve oksidasyona dirençli gaz tırbünü üretmek için ilk kez mekanik alaşımlama yöntemi geliştirilmiştir (Benjamin, JS., 1989a, 1992 b). Oksit-dispersiyon ile güçlendirilmiş (ODS) süper alaşımlar olarak adlandırılan bu alaşımlar, mekanik alaşımlama ile geliştirilen ilk tip nanokompozit olarak kabul edilebilir (Suryanarayana, C. et al., 2013). Mekanik alaşımlama yönteminin katkıları aşağıda sıralanmıştır (Suryanarayana C., 2001):

1. İkinci faz partiküllerinin (genelde oksit) ince dağılımının sağlanması.
2. Katı çözünürlük sınırlarının genişletilmesi.
3. Tane büyüklüklerinin nanometre boyutuna indirgenmesi.
4. Yeni kristal ve kuasikristal fazların sentezi.

5. Amorf (camsı) fazların gelişimi.
6. Sıralı haldeki intermetaliklerin bozulması.
7. Alaşımlanması zor olan elementleri alaşımlama olanağı.
8. Düşük sıcaklıklarda kimyasal (yer değiştirme) reaksiyonlarına neden olması.
9. Ölçülebilir bir proses olması.

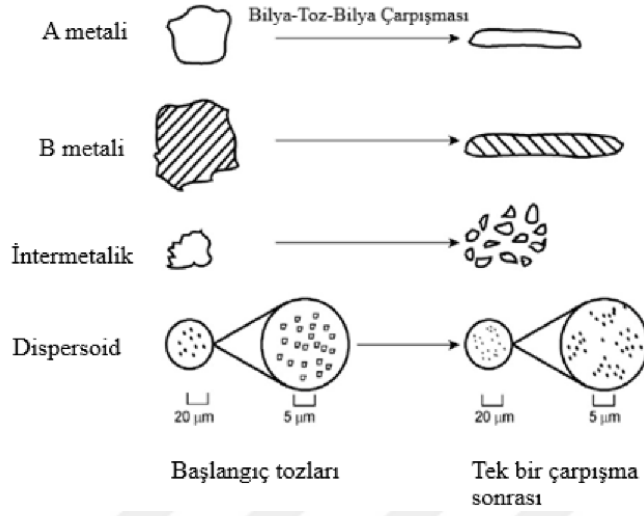
Bu işlem sırasında, toz parçacıkları tekrar tekrar yassılaştırmakta, soğuk kaynak yapılmakta, kırılıp yeniden kaynaklanmaktadır. Soğuk kaynak ve kırma işlemleri, kinetiği ve öğütmenin herhangi bir aşamasındaki baskınlığı, çoğunlukla başlangıç tozlarının deformasyon özelliklerine bağlıdır (Suryanarayana, C. et al., 2013).

Her bir çarpışmanın her tipteki toz partikül üzerindeki etkisi şekil 2.18'de gösterilmiştir. Kullanılan bilyalar ilk olarak sünek metal tozlarının düzleşmesine ve sertleşmesine neden olmaktadır. Şiddetli plastik deformasyon, partiküllerin yüzey-hacim oranını artırıp adsorbe edilen kontaminantların yüzey filmlerini kırmaktadır. Kırılgan intermetalik toz partiküller kırılarak boyutları küçülmektedir. Oksit dispersoit partikülleri daha ciddi şekilde ufalanmaktadır (Suryanarayana, C. et al., 2013).

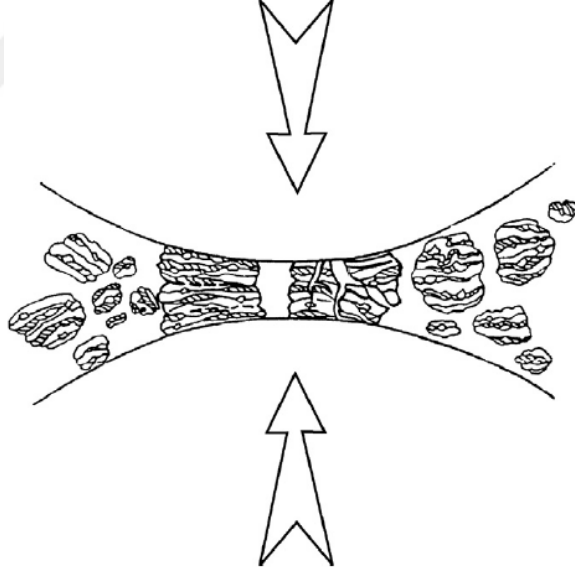
İki bilya çarpıştığında, küçük miktarda toz iki bilya arasında sıkışmaktadır. Genellikle, her bir çarpışma sırasında toplam ağırlığı yaklaşık 0,2 mg olan yaklaşık 1000 partikül tutulmaktadır (şekil 2.17). Bu işlem sırasında, toz morfolojisi iki farklı şekilde değiştirilebilir. Başlangıç tozları yumuşak metal partiküller ise, yassılaştırılmış tabakalar üst üste gelerek soğuk kaynaklar oluşmaktadır. Bu, başlangıç bileşenlerinin çeşitli kombinasyonlarından oluşan katmanlı kompozit toz parçacıklarının oluşumuna yol açmaktadır. Aynı zamanda sertleşen elemental ya da kompozit toz partikülleri kırılabilirler. Birbiriyle yarış halinde olan bu iki olay, yani soğuk kaynak (plastik deformasyon ve kümelenme) ve kırılma (boyut küçülmesi) öğütme süresince tekrarlanarak devam etmektedir. Sonuç olarak, incelmış ve homojen mikroyapı sağlandığında kararlı duruma ulaşılmaktadır ve toz partiküllerin bileşimi, başlangıç bileşen tozlarının oranı ile aynıdır (Suryanarayana, C. et al., 2013).

Ancak, sünek-gevrek bileşenlerin kombinasyonunda (ODS alaşımları ve nanokompozitlerinde sıklıkla karşılaşılan bir durum) ise, toz-bilya-toz çarpışmasıyla, sünek metal partiküller düzleşirken, gevrek oksit ya da intermetalik partiküller parçalanmakta/ufalanmaktadır. Bu parçalanmış gevrek partiküller sünek bileşenler tarafından tıkanma ve sünek fazla hapsolme eğilimi gösterirler. Gevrek bileşenler katmanlar arası aralık boyunca sıkıca yer almaktadırlar. Öğütmenin ilerleyen evrelerinde, sünek partiküller sertleşmekte, katmanlar kıvrılıp incelmekte; gevrek partiküller ise, homojen şekilde dağılmaktadırlar; yumuşak matris içinde çözünmezler

ya da gevrek fazın çözünürlüğü varsa alaşımlı hale gelirler. Bu şekilde metal matrisli kompozitler oluşmaktadır (Suryanarayana, C. et al., 2013).



Şekil 2.16. Mekanik alaşımlamada başlangıç tozlarının temsili bileşenlerinin deformasyon özellikleri. Sünek metal tozları (metaller A ve B) düzleşmekte, gevrek intermetalik ve dispersoit partikülleri daha küçük partiküller halinde parçalanmaktadır (Suryanarayana, C. et al., 2013).



Şekil 2.17. Mekanik alaşımlama sırasında toz karışımında meydana gelen toz-bilya-toz çarpışması (Suryanarayana, C. et al., 2013).

Mekanik alaşımlama karmaşık bir proses olduğu için, istenilen faza ya da yapıya ulaşabilmek için birden fazla parametrenin optimizasyonu gerekmektedir. Öğütücünün tipi, kabın tipi, bilyaların tipi, büyüklüğü, dağılım oranı, bilya-toz oranı, kabı doldurma derecesi, öğütme sıcaklığı ve basıncı, hızı, süresi, proses kontrol ajanının miktarı ve tipi, parçacık boyutu, tipi, hacmi ve kütlesi üretim sürecini etkilemektedir (Suryanarayana, C., 2001a, 2013b; Casati, R., 2016; Ceschini, L., 2017). Bütün parametreler

birbirinden bağımsız değildir. Örneğin, optimum öğütme süresi, öğütme tipine ve öğütme ortamının büyüklüğüne ve sıcaklığına, bilyaların boyutuna, öğütme sıcaklığına, bilya-toz oranına vb. bağlıdır. Ancak, fazla sayıda parametre olması istenilen ürünün geliştirilmesinde görece kolaylık sağlamaktadır (Suryanarayana, C. et al., 2013).

Öğütücülerin kapasiteleri, çalışma hızları ve öğütme sıcaklığını ve tozların kirlenmesini en aza indigeme derecesini değiştirerek işlemi kontrol etme yetenekleri bakımından farklılık göstermektedir. Tozun türüne, miktarına ve gereken nihai yapıya bağlı olarak, uygun bir öğütücü seçilebilir. Bununla birlikte, en yaygın olarak, SPEX çalkalama öğütücülerini alışımları ayırma amacıyla kullanılmaktadır. Fritsch Pulverisette planet bilyalı öğütücüler veya attritörler büyük miktarda öğütülmüş toz üretmek için kullanılmaktadır (Tablo 2.3). Özel uygulamalar için ise özel olarak tasarlanmış öğütücüler kullanılmaktadır (Suryanarayana, C., 2001).

Tablo 2.3. Farklı öğütme kaplarının kapasiteleri (Suryanarayana, C., 2001).

Öğütücü Tipi	Numune Ağırlığı
Karıştırıcı öğütücüler	2x20 g'a kadar
Planet bilyalı öğütücüler	4x250 g'a kadar
Attritörler	0,5-100 kg
Tek bilyalı öğütücüler	4x2000 g'a kadar

Öğütme ortamına, kabın iç kısmı da dahil olduğu için kabın yapıldığı malzeme önemli olup, bazı malzemeler yerinden koparak tozlara karışabilir. Bu, tozda kontaminasyona neden olup tozun kimyasını değiştirebilir. Eğer öğütücü kabının yapıldığı malzeme tozdan farklı olursa, tozlar kabın malzemesinden dolayı kontamine olmuş olabilir. Öte yandan, eğer iki malzeme aynı olursa, tozun içine eklenen elementin ilave miktarını telafi etmek için uygun önlemler alınmadıkça tozun kimyası değişebilir. Sertleştirilmiş çelik, alet çeliği, sertleştirilmiş krom çeliği, temperli çelik, paslanmaz çelik, WC ± Co, WC-kaplı çelik ve rulman çeliği öğütücü kapları için kullanılan en yaygın malzeme türleridir. Bazı spesifik malzemeler özel amaçlar için kullanılır; bunlar bakır, titanyum, sinterlenmiş korendon, itriyum-stabilize zirkonya (YSZ), kısmen stabilize stabilize zirkonya, safir, akik, sert porselen, Si₃N₄ ve Cu ± Be olarak sıralanabilir. Kabın şekli de özellikle kabın iç tasarımı gibi önemlidir. Hem düz uçlu hem de yuvarlak uçlu SPEX değirmen kapları kullanılmaktadır. Alaşımlamanın, düz uçlu kapta yuvarlak uçlu kaptakinden çok daha yüksek oranlarda gerçekleştiği bulunmuştur. Çapraz kontaminasyonu önlemek için, mümkün olduğunda, öğütme kabının ve öğütme ortamının aynı malzemeye sahip olması her zaman arzu edilmektedir (Suryanarayana, C., 2001).

Geleneksel bilyalı bir öğütücüde, dönme hızının arttırılması, bilyaların hareket hızını arttırmaktadır. Kritik bir hızın üstünde, bilyalar kabın iç

duvarlarına tutturulmakta ve herhangi bir darbe kuvveti uygulamak için yere düşmemektedir. Bu nedenle, maksimum çarpma enerjisini üretmek ve bilyaların maksimum yükseklikten düşmesini sağlamak için maksimum hız bu kritik değerin hemen altında olmalıdır. Maksimum hıza bir başka sınırlama ise, yüksek hızlarda (veya öğütme yoğunluğunda) kabın sıcaklığının yüksek bir değere ulaşmasıdır. Bu, tozlarda homojenleşmeyi ve/veya alaşımlamayı arttırmak için difüzyonun gerekli olduğu bazı durumlarda avantajlı olabilir. Ancak, bazı durumlarda, sıcaklıktaki bu artış bir dezavantaj olabilir, çünkü artan sıcaklık dönüşüm sürecini hızlandırır ve aşırı doymuş katı çözeltilerin veya öğütme sırasında oluşan diğer kullanılabilir fazların ayrışmasıyla sonuçlanır. Ek olarak, üretilen yüksek sıcaklıklar da tozları kirletebilir. Nanokristal oluşumu sırasında, ortalama kristal boyutunun arttığı ve içsel gerilmenin, gelişmiş dinamik yeniden kristalizasyon nedeniyle daha yüksek öğütme yoğunluklarında azaldığı bildirilmiştir. Ulaşılan maksimum sıcaklık, farklı öğütücü türlerinde farklıdır ve değerler çok değişkendir (Suryanarayana C., 2001).

Öğütme süresi mekanik alaşımlamayı etkileyen en önemli parametredir. süre Süre, toz parçacıklarının kırılması ve soğuk kaynaklanması arasında sabit bir durum elde etmek üzere seçilir. Gereken süre, kullanılan öğütme tipine, öğütme yoğunluğuna, bilya-toz oranına ve öğütme sıcaklığına bağlı olarak değişmektedir. Süreye, yukarıdaki parametrelerin her bir kombinasyonu ve belli toz sistemi için karar verilmelidir. Ancak, tozun gerekenden daha uzun süre öğütülmesi durumunda kirlenme seviyesi artmakta ve bazı istenmeyen fazların oluşmaktadır. Bu nedenle, tozun sadece gerekli bir süre için öğütülmesi arzu edilmektedir (Suryanarayana, C., 2001).

Bilyaların ağırlığının toza (BPR), bazen şarj oranı (CR) olarak adlandırılan oranı, öğütme işleminde önemli bir değişkendir. Bu oran, farklı araştırmacılar tarafından 1:1 kadar düşük bir değerden 220:1 kadar yüksek bir değere değişmiştir. Genel olarak, tozu SPEX öğütücü gibi küçük kapasiteli bir öğütücüde öğütürken en çok 10:1 oranında kullanılmaktadır. Ancak öğütme işlemi, büyük bir öğütücüde yapıldığında, 50: 1'e kadar daha yüksek bir BPR veya hatta 100:1 oranına kullanılmaktadır. BPR öğütülmekte olan tozda belirli bir faza ulaşmak için gereken zaman üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. BPR ne kadar yüksek olursa, gereken süre o kadar kısa olmaktadır. Yüksek bir toz-bilya oranında, bilyaların ağırlık oranındaki artış nedeniyle, birim zamandaki çarpışma sayısı artmakta ve sonuç olarak toz parçacıklarına daha fazla enerji aktarılıp alaşımlamanın daha hızlı gerçekleşmesi sağlanmaktadır. Daha yüksek enerjiden dolayı daha fazla ısı üretilmesi tozun yapısını değiştirebilir. Oluşan amorf fazı, önemli miktarda sıcaklık artışı olduğunda kristalleşebilir (Suryanarayana, C., 2001).

Mekanik alaşımlama, toz partikülleri ve onlara uygulanan darbe kuvvetleri sayesinde gerçekleştiğinden, bilyaların ve toz parçacıklarının kapta serbestçe hareketi için yeterli alan bulunması gerekmektedir. Bu

nedenle, öğütücü kabının toz ve bilyalarla olan doluluk oranı önemlidir. Bilyaların ve tozun miktarı çok küçükse, üretim hızı çok düşüktür. Diğer taraftan, eğer miktar büyükse, o zaman bilyaların hareket etmesi için yeterli alan olmayıp etkinin enerjisi daha azdır. Bu nedenle, öğütücü kabının fazla doldurulmamasına özen gösterilmelidir; genellikle kabın yaklaşık %50'si boş bırakılmalıdır (Suryanarayana, C., 2001).

Öğütme atmosferinin ana etkisi tozun kirlenmesidir. Bu nedenle, tozlar vakumlanmış veya argon, helyum gibi inert bir gazla doldurulmuş kaplarda öğütülmektedir. Azot metal tozlarıyla reaksiyona girdiğinden, nitrit üretilmeyecekse öğütme sırasında kirlenmeyi önlemek için kullanılmamaktadır. Yüksek saflıkta argon, tozun oksidasyonunu ve/veya kirlenmesini önlemek için en yaygın tercih edilen ortamdır. Normalde, tozların kabın içine eklenmesi ve boşaltılması, atmosfer kontrollü eldiven kutuları içinde gerçekleştirilmelidir. Bu eldiven kutuları genellikle tekrar tekrar vakumlanarak argon gazı ile yeniden doldurulmaktadır (Suryanarayana, C., 2001).

Toz partikülleri, öğütme sırasında özellikle sünek olduklarında, ağır plastik deformasyona uğradıklarından birbirlerine soğuk kaynak yaparlar. Ancak, toz parçacıkları arasında gerçek alaşımınma, ancak soğuk kaynak ve parçacıkların kırılması arasında bir denge sağlandığında meydana gelebilir. Soğuk kaynağın etkisini azaltmak ve tozların kümelenmesini önlemek için öğütme sırasında toz karışımına bir proses kontrol ajanı (PCA) (ayrıca kayganlaştırıcı veya yüzey aktif madde olarak da bilinir) eklenmektedir. PCA'lar katı, sıvı veya gaz olabilir. Çoğunlukla yüzey aktif maddeler olarak işlev gören organik bileşiklerdir; ancak, organik bileşik olması zorunlu değildir. PCA, toz parçacıklarının yüzeyine adsorbe olmakta ve toz parçacıkları arasındaki soğuk kaynağı en aza indirerek toplanmayı önlemektedir (Suryanarayana, C., 2001a; 2013b).

Partikül yüzeylerine adsorbe edilen yüzey aktif maddeler, soğuk kaynağa müdahale ederek katı maddenin yüzey gerilimini azaltmaktadır. Fiziksel boyut küçültme işlemi için gerekli olan enerji olduğundan E,

$$E = \gamma \Delta S$$

g spesifik yüzey enerjisi ve DS yüzey alanının artışı ise, yüzey enerjisindeki bir azalma, daha kısa öğütme sürelerinin ve /veya daha ince tozların üretilmesine neden olmaktadır (Suryanarayana, C., 2001).

PCA'ların en önemlileri stearik asit, hegzan, metanol ve etanol olarak sıralanabilir. Ayrıca, sodyum-1,2-bis- (dodesil karbonil) etan-1-sülfonat, lityum-1,2-bis-dodesiloksi karbonil sülfasüsinat, diodetil-dimetil amonyum asetat (DDAA), didosildimetil amonyum bromür (DDAB), triklorotrifloroetan ve polietilen glikol, dodekan, etil asetat, oksalik asit, borik asit, boraks, alümina ve alüminyum nitrat da PCA olarak kullanılmaktadır. Bu bileşiklerin çoğunluğu öğütme sırasında ayrıışarak, tozlarla etkileşime girmekte ve bileşikler oluşturmaktadırlar. Öğütme

sırasında toz partiküllerine kapsüller ve/veya dispersoitler halinde dahil edilmektedirler. Bu nedenle, hidrojen ve karbon içeren hidrokarbonların ve hidrojen, karbon ve oksijen içeren karbonhidratların toz partiküllerine karbon ve/veya oksijen vermesi muhtemeldir, bu da matriste homojen bir şekilde dağılmış karbürler ve oksitler oluşmasına neden olmaktadır. Oluşan karbürler ve oksitler alaşım sistemine zararlı olmak zorunda değildir, çünkü malzemenin dağılmasının güçlendirilmesine katkıda bulunarak mukavemet ve sertliğin artmasına yol açmaktadırlar. Hidrojen daha sonra bir gaz olarak uçmakta ya da ısıtma veya sinterleme sırasında metal kafes içine absorbe edilmektedir. Her ne kadar hidrojen gazı esas olarak bir yüzey aktif madde olsa ve genellikle alaşımlama işlemine katılmasa da bazı çalışmalar hidrojenin titanyum bakımından zengin alaşımlarda amorf faz oluşumu için bir katalizör görevi yaptığını göstermektedir (Suryanarayana, C., 2001). PCA'ların son faz oluşumunu, katı çözünürlük seviyelerini, cam oluşturma aralığını ve kirlenme seviyelerini etkilediği bildirilmiştir (Suryanarayana, C., 2001).

Öğütme işleminde kullanılacak PCA seçimi, öğütülmekte olan tozun yapısına ve istenen nihai ürünün saflığına bağlıdır. Öğütme sırasında kullanılan PCA'nın niteliği ve miktarı, nihai toz parçacık büyüklüğünü ve toz verimini belirlemektedir. Aslında, PCA'nın etkinliğini belirlemenin bir yolu, mekanik alaşımlamadan sonra toz verimini belirlemektir. Toz veriminin yüksek olması kullanılan PCA'nın etkili olduğunu göstermektedir. Toz verimi yüksek değilse, o zaman kullanılan PCA miktarı yeterli değildir veya büyük olasılıkla sisteme uygun PCA değildir (Suryanarayana, C., 2001).

Evrensel bir PCA olmadığı anlaşılmalıdır. PCA'nın miktarı toz parçacıklarının soğuk kaynak özelliklerine, PCA'nın kimyasal ve termal stabilitesine ve kullanılan toz ve öğütme ortamının miktarına bağlıdır. PCA'nın toza ağırlık oranı kritik bir değer altına düşerse toz partikül büyüklüğü artma eğilimindedir, bu değer üstünde ise partikül büyüklüğü düşme eğilimindedir. Metal ile PCA'daki bileşenler arasındaki olası etkileşimlere bakılarak kullanılacak olan PCA'ya karar vermek gerekmektedir (Suryanarayana, C., 2001).

Öğütme sıcaklığı öğütülmüş tozun oluşumuna karar vermede önemli bir parametredir. Difüzyon işlemleri, nihai ürün fazının katı bir çözelti, intermetalik, nano-yapı veya amorf bir faz olmasına bakılmaksızın alaşım fazlarının oluşumunda rol oynadığından, öğütme sıcaklığının herhangi bir alaşım sisteminde önemli bir etkiye sahiptir (Suryanarayana, C., 2001).

2.3.3 Gaz -buhar fazı

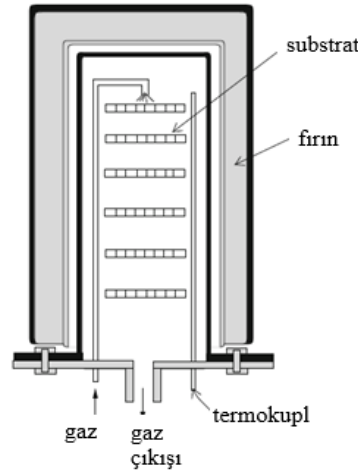
İnce film bir malzemenin yüzeyinin (substrat) gaz fazındaki bir malzemeyle bırakılmasıyla MMnK'lar üretilebilir. Bir malzemenin başka bir malzeme ile kaplanması da bir çeşit kompozittir. Bu üretim yöntemlerini

kullanarak kalın tabakalı kaplama yapmak çok uzun sürmektedir. Bu yüzden, gaz fazındaki üretim teknikleri ince film kaplamalarıyla sınırlıdır. İnce filmlerin üretilmesi amacıyla geliştirilen birçok proses vardır. Bu prosesler kabaca kimyasal buhar biriktirme (CVD) ve fiziksel buhar biriktirme (PVD) olarak sınıflandırılabilirler (Nishida, Y., 2013).

2.3.3.1 Kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemi

Kimyasal buhar biriktirme yönteminde (CVD), akan gaz fazı malzemeleri sıcak bir katı malzemenin (substrat) yüzeyine ve substratın yüzeyinde biriken katı reaksiyon ürünleriyle reaksiyona girmektedir. Metal halojenürlerin hidrojenli bir katalizör ile indirgenmesi, gaz fazlarının termal ayrışması ve substratın gaz fazları ile reaksiyonu olmak üzere üç ana işlemden oluşmaktadır. Biriktirme oranı veya kristalleşme hızı, esas olarak substratın sıcaklığına bağlıdır. Bu nedenle, biriken katmanın mikro yapısı da substrat sıcaklığına bağlıdır. Genel olarak, yüksek sıcaklıkta, birkaç tür tekli kristal büyümekte ve düşük sıcaklıkta ise polikristal veya amorf fazlar büyümektedir (Nishida, Y., 2013).

Kimyasal buhar biriktirme yönteminde, ısıtma sistemi ve duvarın içinde fırın bulunmaktadır ve bunlar Şekil 2.18’de gösterilmiştir. Aynı anda çok sayıda küçük substratı kaplama için uygun olan bu cihaz sıcak duvar tipi olarak adlandırılmaktadır. Alternatif olarak, yüksek frekanslı endüksiyonla ısıtma kullanıldığında, fırın duvarı sıcak değildir; bu cihaz ise soğuk duvar tipi olarak adlandırılmaktadır. Substrat ve kaplama malzemesi arasındaki termal genişleme katsayısı çok büyük olduğunda, bu işlemden sonra substrat/kaplama malzemesi arasındaki arayüzde çatlamlar meydana gelebilir. Çatlamları önleme amacıyla daha ince kaplama kullanarak kaplama malzemesinin bazı özelliklerinden ödün verilebilir ya da kaplama materyali ile substrat arasında her iki materyali içeren bir ara faz veya difüzyon tabakası kullanılabilir (Nishida, Y., 2013).



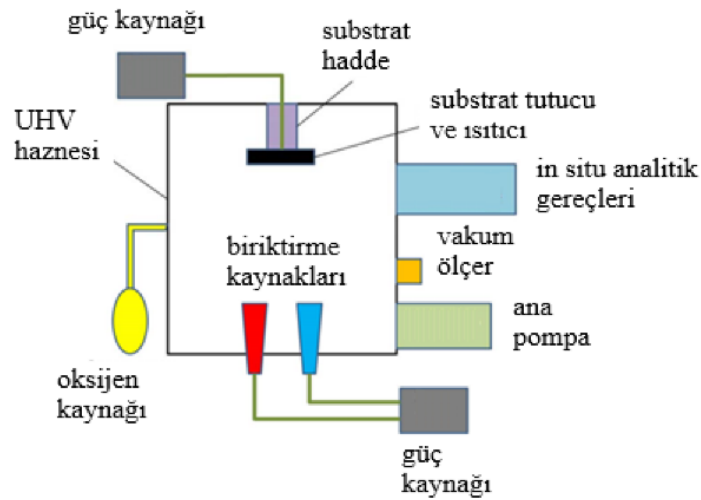
Şekil 2.18. Kimyasal buhar biriktirme (CVD) sistemi (Nishida, Y., 2013).

2.3.3.2 Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemi

Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemi, bir malzemenin vakum içerisinde elektrik direnci veya elektron ışını ısıtıcıyla buharlaştırılıp bir substrat üzerinde biriktirilmesi aşamalarından oluşmaktadır (şekil 2.19). Birçok farklı fiziksel buhar biriktirme yöntemi bulunmaktadır, ancak püskürtme yöntemi fiziksel buhar biriktirme için tipik bir örnektir. Püskürtme yönteminde atomlar ya da kümeler hedef malzemeden iyon bombardımanı sayesinde koparılmakta ve substrat yüzeyinde biriktirilmektedir. Bu yöntemin ayrıca, atmosfer ortamında C_2H_2 ya da NH_3 gibi başka malzemelerle karbid veya nitridleri üretmek için de kullanılabilir. Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemi, geleneksel püskürtme ve iyon demeti püskürtme olmak üzere ikiye ayrılmaktadır (Nishida, Y., 2013):

Geleneksel püskürtme yönteminde, argon, oksijen ve nitrojen plazmada 1–10 Pa basınç altında, atomlar negatif yüklü hedeften (kaplama olarak kullanılacak malzeme) plazmadaki pozitif iyon bombardımanı ile koparılmakta ve substrat yüzeyinde biriktirilmektedir. Bu yöntemde kullanılan potansiyel fark birkaç bin voltur. Bu işlem sırasında, yüzey yüksek hızlı elektronlara maruz kaldığından, yüzey sıcaklığı birkaç yüz dereceye yükselmektedir. Biriktirme oranı yaklaşık 0.1 mm/dk'dır (Nishida, Y., 2013).

İyon demeti püskürtme yönteminde ise, ayrı olarak konumlandırılmış bir iyon kaynağından 0.1-1 Pa basınçta iyon ışını enjekte edilmekte ve iyonlar hedefi ısıtarak, hedeften çıkan atomlar bir substrat üzerine biriktirilmektedir. Bu yöntemle, substrat bir elektron ışınına maruz kalmadığından, substrat sıcaklığı daha düşük olabilir ve koşulların daha iyi kontrol edilmesine izin verebilir (Nishida, Y., 2013).



Şekil 2.19 Fiziksel buhar biriktirme (PVD) yöntemi deney düzeneği (Rabe, K.M. et al, 2007).

2.4.4 İkincil plastik deformasyon işlemleri

Nanokompozitlerin, malzeme bilimi laboratuvarlarının sınırlarının ötesindeki ticari uygulamaları, bu malzemelerin nanoyapıları koruyan büyük boyutlu bileşenlerle birleştirilip, başarılı bir şekilde konsolide edilmesinde yatmaktadır. Geleneksel konsolidasyon teknikleri, tane büyümesi sorunu nedeniyle tanelerin büyüklüğünü nano boyutta koruyamamak konusunda güçlü bir sınırlamaya sahiptir. Yeşil kompaktın yoğunluğu, elektrostatik, Van der Waals ve yüzey adsorpsiyon kuvvetlerinden kaynaklanan toz partiküllerinin sürtünme kuvvetlerine bağlıdır. Bu kuvvetler, sert kümelenmeler ve nispeten büyük olan kümelenmeler arasında oluşturan nano parçacıklarda önemli ölçüde yüksektir. Büyük gözenekler sadece daha yüksek sıcaklık gerektirmez, aynı zamanda başarılı eliminasyonları için sinterleme süresini uzatarak tane büyüklüğünün nano boyutta tutulmasını zorlaştırmaktadır. Büyük gözenekler, konsolide nanopartiküllerdeki tam yoğunluğu elde etmeyi kısıtlayan gözenek sınırından ayrılma geçirmektedir. Nano parçacıkların sinterlenmesi sırasında, kritik boyuttan daha küçük gözenekler küçülürken, daha büyük gözenekler gözenek-sınır ayrılmasından geçmektedir. Nano malzemelerde tane sınırlarının oranı, iri taneli malzemelere kıyasla daha yüksektir. Tane sınır bölgelerinin yoğunluğu, esasen tane sınırlarındaki atomların gevşemesi nedeniyle, tanelerin iç kısmından daha azdır ve ayrıca başka kafes kusurları da içermektedir. Bu nedenle, nanoyapılı konsolide nano parçacıkların, büyük yapıların teorik yoğunluğundan daha düşük bir yoğunluk göstermesi beklenmektedir. Nanopartiküllerin sinterleme davranışı hakkında çok sayıda çelişkili görüş vardır. Nanopartiküller, sinterleme sıcaklığının, normal olarak $0.5T_m-0.8T_m$ aralığı sergileyen geleneksel tozları ile karşılaştırıldığında, $0.2T_m-0.3T_m$ arasında bir başlangıç göstermektedir (T_m erime noktasıdır ($^{\circ}K$)). Bu tür sonuçlar muhtemelen yüksek yüzey alanı nedeniyle bu parçacıkların yapısal dengesizliği nedeniyle oluşmuştur. Seramik, metalik ve nanopartikül haldeki karışımlarının sentezi, son on yılda önemli bir ilerleme kaydetmiştir, ancak nanoyapıların hala tutulmasını sağlayacak şekilde konsolide edilmesi zor bir işlemdir (Viswanathan, V. et al., 2006).

Tablo 2.4 Büyük hacimdeki nano yapıları üretmek için kullanılan yöntemler (Viswanathan, V. et al., 2006).

Mekanik Yöntem	Ciddi plastik deformasyon (eşit kanallı açılmalı presleme vb.), şok dalga konsolidasyon, dönüşüm destekli konsolidasyon
Termomekanik Yöntem	Sıcak pres, sıcak izostatik pres, sıcak ekstrüzyon, sinter döküm (sinter forging), sinterleme.
Denge Dışı (nonequilibrium) Yöntem	Mikrodalga sinterleme, termal spreyleme, spark plazma sinterleme, lazer temelli teknikler.
Kimyasal/Elektrik Yöntem	Elektron biriktirme (electron deposition).

Nano ve mikro kristalli malzemeler fazla miktarda tane sınırına sahiptir. Büyük miktarda tane sınırına sahip olan nano ve mikrokristalin malzemeler, mekanik, fiziksel ve elektronik özelliklerdeki nadir değişikliklere dayandırılan gelişmiş malzemelerin araştırma alanında büyük dikkat çekmiştir. Malzemelerde ultra ince tanecik yapısını indüklemenin etkili yöntemlerinden biri, ara ısı işlem uygulanmadan yeniden kristalleşme sıcaklığının altındaki büyük gerilmelere deforme etmektir. Dövme, ekstrüzyon, çekme veya haddeleme gibi daha yüksek gerilmelerin deformasyonunu sağlamak için kullanılan geleneksel teknikler, homojen mikron düzeyinde tane küçülmesine neden olmak için yeterli yük ya da baskı uygulamada kaçınılmaz sınırlamaya sahiptir. Son zamanlarda ultra ince tanecik yapısını üretmek için geliştirilen tekniklerden inert gaz kondenzasyonu ve yüksek enerjili bilyalı öğütme (mekanik alaşımlama) henüz büyük hacimli homojen yapılar üretme yeteneğine sahip değildir. Son yıllarda, büyük hacimli nanoyapılı malzemelerin sentezlenmesi için çeşitli plastik deformasyon teknikleri uygulanmıştır. Homojen tane küçültmeyi sağlamanın yanı sıra, kalıntı gözeneklilikteki azalma ve sıkıştırılmış numunelerdeki safsızlıklar da çeşitli plastik deformasyon yöntemleriyle sağlanabilir (Viswanathan, V. et al., 2006).

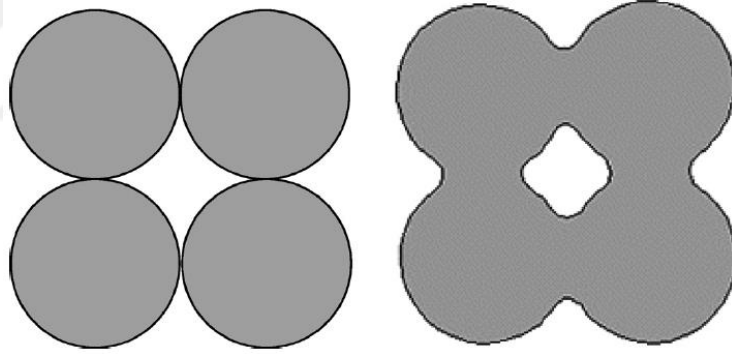
Plastik deformasyonda, malzemelerin işlenmesi malzemeye yüksek miktarda gerilme uygulanarak gerçekleştirilmektedir ve diğer nano konsolidasyon işlemlerine göre bazı avantajlara sahiptir. Soğuk haddeleme, çekme, dövme veya ekstrüzyon gibi geleneksel plastik deformasyon teknikleriyle malzemeleri işleyerek tüm numune boyunca homojen bir mikro yapı elde etmek zordur. Özel mekanik şemaya sahip plastik deformasyon yöntemleriyle, aynı anda tane küçülmesi ve homojen mikroyapı elde edilebilir. Gözeneklilik ve safsızlıkla ilgili problemler, plastik deformasyonla sağlanan konsolidasyondaki çıkmazlardır. Gözenekliliğin ve safsızlık seviyesinin azaltılması, çeşitli plastik deformasyon yöntemleriyle büyük ölçüde gerçekleştirilebilir. Numunelerin plastik deformasyonlara maruz kalırken herhangi bir mekanik hasar veya çatlağa sahip olması arzu edilmemektedir. Plastik deformasyon tekniklerinde kalıp tasarımı ve yük uygulama şekli bu sorunu çözmektedir (Viswanathan, V. et al., 2006).

Geleneksel işleme yöntemleriyle büyük hacimli nanoyapıların üretilmesi oldukça zordur, oysa nispeten daha büyük bileşenler plastik deformasyon yöntemleriyle üretilebilir. Bu nedenle, çok ince ve homojen bir mikro yapıya sahip büyük hacimdeki malzemelerin sentezi, işlenmiş malzemelerin gözeneklilik ve kontaminasyonun hiç veya çok az olduğu çeşitli ciddi plastik deformasyon yöntemleriyle mümkündür. Eşit kanallı açısız presleme (ECAP), yüksek basınçlı burulma (HPT), birikimli haddeleme bağlanması (ARB), döngüsel ekstrüzyon-basma, burulma-basma ve çok eksenli dövme gibi çeşitli plastik deformasyon yöntemleri, büyük hacimli nanoyapılı malzemelere ulaşmak için zaman içinde geliştirilmiştir. Eşit-kanallı açısız presleme ve yüksek basınçlı burulma, en iyi bilinen yöntemlerdendir ve

çeşitli ciddi plastik deformasyon teknikleri arasında en ileri tekniklerdir (Viswanathan, V. et al., 2006).

2.3.4.1 Sinterleme

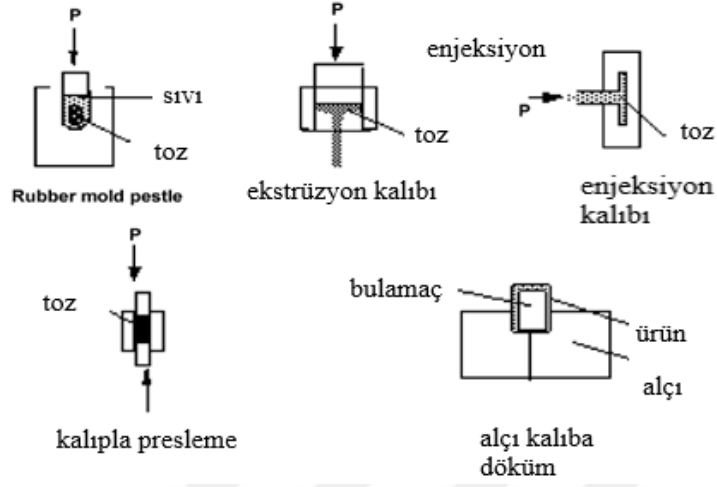
Sinterleme, sıkıştırılmamış tozları büyük hacimdeki bileşenler haline getirmek için kullanılan konsolidasyon yöntemidir. Bu işlem sırasında, partiküller birbirine yapışmakta ve boşlukları yok etmekte; bu sayede karmaşık şekillerde yoğun yapılar elde edilmesini sağlamaktadır (Viswanathan, V. et al., 2006). Şekil 2.20'de partiküllerin termal enerjinin uygulanmasıyla nasıl bir araya geldiği gösterilmiştir. Sinterleme işlemi, farklı toz partiküllerini bir kohezif malzemede birleştiren, atomların difüzyonuna bağlıdır. Difüzyon, malzemenin erime noktasının çok altında, ancak difüzyon hızının gerçekleşmesine izin verecek kadar yüksek, genellikle bir Kelvin ölçeğinde erime noktasının yarısından daha büyük bir sıcaklıkta gerçekleşmektedir. Böylece toz parçacıkları birlikte sıkıştırılmakta ve sıkı istifli kristal yapıya benzeyen kompakt toz parçacıkları oluşmakta ve oluşan toz parçacıkları kristalin atomlarına benzemektedir (Viswanathan, V. et al., 2006).



Şekil 2.20. Partiküllerin termal enerjinin uygulanmasıyla bir araya gelerek boşlukları yok etmesi (Viswanathan, V. et al., 2006).

Partikül büyüklüğü ve yüzde saflık gibi tozların özellikleri, son bileşenin mikroyapısal ve mekanik özelliklerini etkilediği için çok önemlidir. Tane büyüklüğü azaldıkça dayanım arttığından, başlangıçtaki tozların çoğu ince bir toz elde etmek için öğütülmektedir. Kuru tozların sıkıştırılması zor olduğundan, plastikliklerini geliştirmek için su, polimer vb. işleme katkı maddeleri ilave edilmektedir. Konsolidasyon, seramik karışımının belirtilen şekilde oluşturulmasını içermektedir. Bu adım için birçok teknik bulunmaktadır ve bu tekniklerin bazıları şekil 2.21'de gösterilmiştir. Sinterleme, bu işlemdeki son adımdır. Yüksek sıcaklıklardaki (800–1800°C) sinterleme, programlanabilir PLC'lerle donanımlı yüksek sıcaklık fırınlarıyla gerçekleştirilebilmekte ve böylece ısıl işlem döngüleri

programlanabilmektedir. Vakumlu sinterleme, kontrollü ortamlar için donanımlı haznelere de yapılabilir (Viswanathan, V. et al., 2006).



Şekil 2. 22. Sinterlemeden önce bazı seramik sıkıştırma teknikleri (Viswanathan, V. et al., 2006).

Sinterleme işlemi genellikle densifikasyonu arttırmak için kullanılmaktadır. Sinterlemeye yardımcı olacak maddelerin ilavesi, sinterleme sıcaklığında bir sıvı fazın küçük bir fraksiyonunun oluşumuna yol açması ve bu sıvı faz daha hızlı kütle transferi sağlamak için tane sınırlarını (GB) ıslatması durumunda, yoğunlaşma artışı bilinen sıvı faz sinterleme teorileriyle anlaşılabilir. Bununla birlikte, çoğu sistemde, küçük sinterleme yardımcılarının eklenmesi, dökme sıvı faz henüz kararlı olmadığına yoğunlaşma oranlarını önemli ölçüde artırabilir. Örneğin, Ni, Fe, Co ve Pd gibi geçiş metallere %1'den daha az eklenmesi, W ve Mo sinterleme hızlarını, %60-85'ine karşılık gelen kütle ötektik ya da peritektik sıcaklıklarındaki sinterleme hızının düşüklüğü kadar önemli ölçüde hızlandırabilir. Benzer katı hal aktif sinterleme, ZnO-Bi₂O₃, CaF₂-NaF ve CeO₂-CoO (primer fazların altı çizildiği) dahil olmak üzere çeşitli seramik sistemlerinde de gözlenmiştir (Luo, J., 2012).

Sinterleme, Y₂O₃, Si₃N₄, Mg-MgO-Mg₂Cu, W₂C- Si₃N₄, BaTiO₃, MgTiO₃, ZrO₂, WC - Co, Al₂O₃- SiC, Cu-Al₂O₃ gibi sistemlerde basınç gibi harici kuvvetler uygulamadan konsolidasyonunda başarılı bir şekilde kullanılmaktadır. Sistemlerin çoğunda nano yapılar etkili bir şekilde korunabildiği halde, bazılarında az miktarda tane büyümesiyle maksimum densifikasyonu sağlanmıştır (Viswanathan V. et al., 2006).

Sinterleme işlemi sırasında mekanik bir basıncın uygulanmasının (sıcak pres) birkaç büyük avantajı vardır (Riedel, R. et al., 2012; Viswanathan, V. et al., 2006):

1. Gözenekliliği ortadan kaldırmakta ve sinterlenmesi zor seramik ve seramik kompozitlerin yoğunlaşmasını sağlamaktadır.
2. Yapısal hataları, örneğin boşlukları ve mikro çatlakları en aza indirerek mekanik dayanım, kırılma tokluğu, Weibull modülü, aşınma ve erozyon direnci ve optik saydamlık gibi özellikleri geliştirmektedir.
3. Kesici uçlar ve seramik zırhlar gibi seramik bileşenlerin üretimi için çok önemli yapısal özellik olan homojenliğini arttırmaktadır.
4. Yoğunlaştırma ile ilgili gelişmiş kinetikler nedeniyle sinterleme sıcaklığını düşürerek termal olarak kararsız seramiklerin yoğunlaşmasını ve nanoseramik ve seramik nanokompozitlerde ince taneli yapının tutulmasını kolaylaştırmaktadır.
5. Nete yakın şekilli bileşenlerde verim sağlamak ve böylece konsolidasyon sonrası kütleli kaldırma ihtiyacını en aza indirmektedir.
6. Basınç uygulamasının bir sonucu olarak nanopartiküllerin işlem süresinde azalma sağlamaktadır.

Bununla birlikte, sıcak presin birkaç dezavantajı da bulunmaktadır. Presleme cihazındaki grafit kalıplar işlenecek numune ile istenmeyen reaksiyonlara ve/veya karbon kontaminasyonuna neden olabilir. Sürekli üretim hattının kurulmasındaki doğal zorluklardan dolayı, yoğunlaştırma kinetiğine rağmen, normalden yavaş üretim sağlanmaktadır. Bu durum, üretim maliyetlerini arttırmakta ve sıcak pres ve diğer presleme destekli işlemlerin daha yaygın bir şekilde endüstriyel olarak benimsenmesini engellemektedir (Riedel, R. et al., 2012).

Tek eksenli bir basıncın uygulanması ek bir itici güç sağlamakta, böylece sinterlemeyi aşağıdaki şekilde teşvik etmektedir (Riedel, R. et al., 2012):

- 1) Sinterlemenin ilk aşamasında partikül düzenlemesini arttırmaktadır.
- 2) Sinterlemenin orta ve son aşamasında tane sınırında kayma ve difüzyon sürünmesini kolaylaştırmaktadır.
- 3) Özellikle sinterlemenin son aşamasında, kütle taşınmasını sağlayan ek kimyasal potansiyel ve boşlukları oluşturmaktadır.

Başlangıç partikül büyüklüğü, partikül büyüklüğü dağılımı, partikül morfolojisi, partikül aglomerasyonu ve partiküller arasındaki sürtünme direnci, paketlenme (yeşil gövde) yoğunluğunu ve daha küçük ve daha büyük gözeneklerin dağılımını etkilemektedir. Isıtmanın ardından ve tek eksenli bir basınç uygulandığında, parçacıklar arasındaki sürtünme direncinin üstesinden gelinerek, yoğun bir partikül dizilimi için partikül aglomerasyonunun çökmesine neden olmaktadır. Sıcak presleme sırasında, tozlar ayrıca kalıp duvarından gelen radyal bir kısıtlamaya maruz kalarak

kalıp duvarında oluşturulan radyal baskı, u'nun etkili Poisson oranı olduğu bir faktör olan $u/(1-u)$ faktörü ile çarpılmaktadır (Sinterlemenin son evresinde neredeyse yoğun seramiklerde, u 1/2'ye yaklaşır ve radyal stres, aksiyal basınca yaklaşır, hidrostatik gerilme durumuna ulaşmaktadır). Bu radyal gerilme ayrıca partiküllerin yeniden düzenlenmesini, daha büyük gözeneklerin çöküşünü, kusurların ortadan kaldırılmasını ve herhangi bir yüzey filminin partiküller üzerinde bozulmasını destekleyen partikül kaymasını da yol açmaktadır. Bu durum, sadece daha fazla partikül temas alanına neden olmakla kalmamakta, aynı zamanda sinterlemenin ilk aşamasını da hızlandırmaktadır (Riedeli, R. et al., 2012).

Tane sınırı kayması (tane kayması), tane sınırları boyunca birbiri üzerinde kayan taneleri ifade etmektedir. Burada bu terim, ilk aşamadaki kayan partiküllerin yeniden düzenleme işleminin bir parçasını oluşturan neredeyse yoğun seramikler için kullanılmaktadır. Tane sınırı kayması yoğun seramiklerde difüzyon sürünmesine katkıda bulunmakta ve böylece basınç destekli sinterlemede ara ve final evrelerinde yoğunlaştırmaya yardımcı olmaktadır. Tane sınırı kayması ya sıvı destekli sıcak preste viskozla ya da katı hal sıcak preste sürünme akışıyla sağlanmaktadır (Riedel, R. et al., 2012).

Genel olarak whisker takviyeli kompozitler, matris metal tozlarının ve dağılmış fiberlerin karışımlarının sıcak presleme, sıcak izostatik presleme ve/veya ekstrüzyon kombinasyonu ile birleştirildiği geleneksel tekniklerle hazırlanmaktadır. Bununla birlikte, bu tekniklerin bazı eksiklikleri bulunmaktadır (Suryanarayana, C. et al., 2013):

1. Metal matrislere karıştırılacak olan karbür ve nitrit fiberleri, karıştırma sırasında kırılacakları kadar sert ve kırılmalıdır. Fiberlerin parçalanması, birleştirme işlemlerinden de kaynaklanabilir.
2. Fiberler metal matriste homojen dağılmamaktadır.
3. Yüksek sıcaklığa maruz kalma sırasında, metal matris ve fiberler arasında kimyasal bir reaksiyon meydana gelmekte ve bu etkileşim, kompozitlerin mekanik özelliklerinin zayıflamasına neden olmaktadır.

3. ÇELİK ESASLI KOMPOZİTLER

Çelik esaslı kompozitler; çelik matris ve takviyeden oluşan geleneksel kompozitler ve ferritik/perlitik çelik, çift fazlı çelik gibi çok fazlı çelikler olmak üzere ikiye ayrılabilir. Bu iki tip kompozitte de kullanılan malzemelerin uzunlukları; makro, mezo, mikro veya nano boyutlarda olabilmektedir (Embury, D. et al., 2010).

Tablo 3.1. Kompozit üretiminde kullanılan çelik matrisli kompozitlerin kimyasal bileşimi (Pagounis, E. et al., 1998).

Sınıf	Kimyasal bileşim (%)	Toz büyüklüğü (µm)
Paslanmaz çelik (SS) Ferritik-östenitik çelik (duplex) Östenitik (316L) Süperöstenitik (654 SMO)	26Cr-6,6 Ni-3,3 Mo-1,1 Mn-2,5 Cu-0,36 Si-0,02 C-0.22 N-Fe (geri kalan)	<75 (ince), 75-250 (iri)
	17Cr-12 Ni-2,5 Mo-1,6 Mn- 1,0 Si-0,1 C-Fe (geri kalan)	<75
	24Cr-22 Ni-7,3 Mo-3,5 Mn-0,5 Cu-0,3 Si-0,01 C-0.5 N-Fe (geri kalan)	<75
Takım çeliği Yüksek hız çeliği Sıcak işlenmiş çelik Beyaz demir	4,2 Cr-5,0 Mo-6,3 W-3,1 V-Fe (geri kalan)	<106
	4,9 Cr-1,6 Mo-0,6 V-0,35 C-Fe (geri kalan)	<106
	26 Cr-2 C- Fe (geri kalan)	<150

Makro boyutlu çelik esaslı kompozitler; çeşitli oksidasyon reaktörleri, ısı eşanjörleri ve kristalleştiricilerde kullanılarak petrokimya endüstrisinde geniş uygulama alanı bulmaktadır. Amaç, genellikle çok kalın bölümlerde, yeterli mekanik özelliklere sahip bir kimyasal dayanıklılık sağlamaktır. Son 30 yılda, yapısal çeliklerin ve paslanmaz çeliklerin birleşimini üretmek için patlayıcı kaplama gibi tekniklerin yanı sıra, titanyum ya da zirkonyumla kaplanmış malzemelerin kullanımı yaygındır. Lamine çelikler, kompozitler veya mimarlık malzemeleri mezo boyutlu kompozitlere örnek verilebilmektedir. Mimaride üretilmiş malzemeler ayrıca nano boyutta çeliklerin üretilmesinde de temel olarak kullanılabilir (Embury, D. et al., 2010).

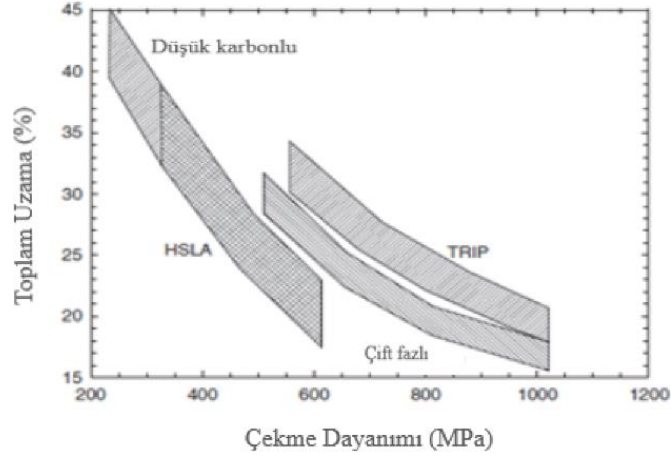
Gelişmiş yüksek mukavemetli çeliklerin büyüklüğü tipik olarak 10 µm ile 0.1 µm arasındadır. Mikro boyutta çelik esaslı kompozitlerde, sert fazın hacim oranı sabit değildir; ancak, plastik deformasyonla gelişmektedir. Plastik deformasyon sırasında fazlardan bir veya daha fazlasının ikizlenmesiyle TWIP (ikizlenme kaynaklı plastiklik) çelikleri veya martenzitik dönüşümün gerçekleştiği TRIP (transformasyona bağlı plastiklik) çelikleri geliştirilmiştir. Böylece, bu malzemeler dinamik kompozit etkisine sahip olmaktadır. Yarı kararlı östenitte plastik

deformasyonla meydana gelen deęişimler, TRIP ve TWIP eliklerinin temelini oluřturmaktadır (Embury D. et al., 2010).

3.1 TRIP (TRansformation Induced Plastisity) elikleri

Yüksek mukavemet ve iyi süneklięin her ikisini ayrı ayrı ve aynı anda geliřtirmek, deformasyonu sınırlandırmayı amaçlayan geleneksel gerinim sertleřmesi (pekleřme) teknikleriyle gerekleřtirilmesi zor bir iřlemdir. Yarı kararlı östenitik elikte deformasyonla gerekleřen dönüřüm sayesinde mukavemet ve süneklikte aynı anda artış saęlanmaktadır. Bu kavram TRIP ((TRansformation Induced Plastisity (transformasyona baęlı plastiklik)) etkisi olarak adlandırılmakta ve bu dönüřümün gerekleřtięi elikler de TRIP elięi olarak sınıflandırılmaktadır. Cr, Mn ve Ni elementleriyle alařımlanma östenitik mikroyapıya sebep olmakta ve plastik deformasyonla martenzitik faz dönüřümü gerekleřmektedir. Bu dönüřümdeki ana itici güç, östenit ve martenzit arasındaki Gibbs enerji farklılıęıdır. elik gerinime uęradıęında, martenzitik faz dönüřümü için gerekli olan enerji mekanik yük ile karřılanmakta ve YMK östenit HSP ϵ martenzite, sonrasında da HMK α' martenzite dönüřmektedir. Bu sayede, martenzit oranının artmasıyla oluřan hacimsel artış uzamaya sebep olmakta ve martenzitler deformasyon sertleřmesinin gerekleřmesini saęlamaktadır. TRIP eliklerinde gerekleřen martenzitik faz dönüřümü, yüksek enerji absorpsiyonu, yüksek mukavemet, iyi süneklik ve tokluk saęlamaktadır (Eckner, R. et al., 2016; Bhadeshia, H. et al., 2017; Linderov, M., 2014; Martin, S. et al., 2015; Altenbach, H. et al., 2015).

TRIP eliklerin geleneksel düşük dayanımlı karbon eliklere (300 MPa'dan daha az ekme dayanımı) göre; yüksek süneklik sayesinde mükemmel řekillendirme, arpma sırasında daha yüksek enerji absorpsiyonu sayesinde daha iyi yolcu koruması saęlama, daha ince göstergeler kullanarak ve daha iyi yakıt tasarrufu saęlayacak řekilde tařıtlarda aęırlık azalmasını saęlama, iyi kaynaklanabilirlik sayesinde kolay imalat saęlama gibi avantajları bulunmaktadır (Tumuluru, M., 2012). TRIP eliklerin dięer otomotiv eliklerine kıyasla sahip olduęu yüksek mukavemet ve yüksek uzama řekil 3.1'de görölmektedir (Tumuluru, M., 2012). TRIP elięi, araçlarda kullanıldıęında arpıřma sırasında ok yüksek miktarda kinetik enerjiyi absorbe edebilir. Bu sebeplerle TRIP elięi, otomotiv yapılarında ve arpma kutuları, ön yan elemanlar, tamponlar ve yan paneller gibi güvenlik bileřenleri için uygun bir seenek olabilir. Bugünlerde otomotiv endüstrisinde yaygın kullanılmaktadırlar (Altenbach, H. et al., 2015).



Şekil 3.1. Otomotiv uygulamalarında kullanılan çeşitli çelik tipleri için nominal nihai çekme dayanımı ve toplam uzama grafiği (Tumuluru, M., 2012).

Mikroyapısal açıdan bakıldığında, TRIP'i açıklamak için, Magee mekanizması ve Greenwood-Johnson etkisi olmak üzere genellikle iki mekanizma kullanılmaktadır. Buna göre, TRIP etkisi martenzit dönüşümünün ani hacimsel değişimine ve şekil değişimine sebep olmaktadır. Gerilmeye bağlı martenzitik dönüşüm hasar ya da mikro çatlak sebebiyle oluşan negatif hidrostatik basıncı rahatlatarak hacimsel artışa yol açmaktadır. Bu yüzden, boyunlanma başlangıcının gecikmesiyle iyi mukavemet ve süneklik sağlanmaktadır (Altenbach, H. et al., 2015).

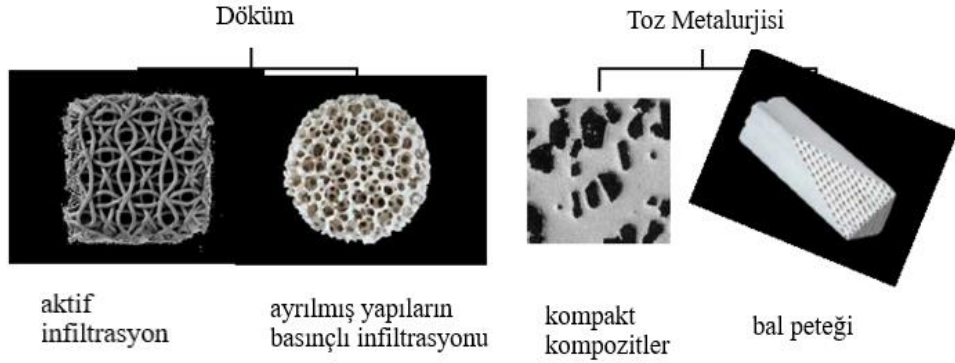
TRIP çeliği ve TRIP destekli çelik olmak üzere iki tip TRIP çeliği bulunmaktadır. TRIP çeliği nikel ve diğer pahalı östenit stabilize edici elementler bakımından zengin olma eğilimindeyken, TRIP destekli çeliklerin genel mikro yapılarında östenit sadece küçük bir fazdır. TRIP destekli çeliklerle karşılaştırıldığında, TRIP çelikler başlangıç mikroyapıları nedeniyle daha çok dikkat çekmiştir. TRIP destekli çelikler hem boyalı yüzeyler için hem de çarpışma durumunda yolcu bölümünün güvenliğini arttırmak için otomobil endüstrisinde kullanılmaktadırlar (Bhadeshia, H. et al., 2017).

3.2 TRIP Matris Kompozitler

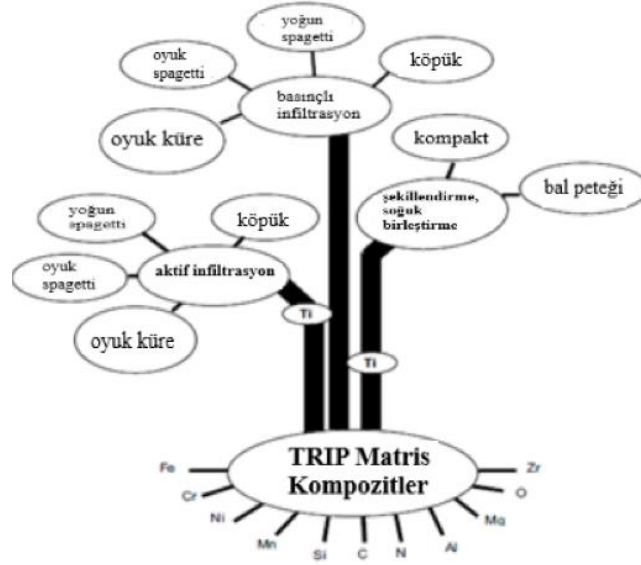
Yeni geliştirilen TRIP (Transformation Induced Plasticity) matris kompozitler, çok fazlı çeliklere örnek olarak gösterilebilmektedir. Bu kompozitler, TRIP (yüksek alaşımlı, yarı kararlı, östenitik CrMnNi çeliği) çelik matris ve kısmen stabilize edilmiş ZrO_2 (Mg, Al_2O_3 ya da Y_2O_3 vb.) seramik takviyeden oluşmaktadır (Bokuchava, G. D. et al., 2018; Biermann, H. et al., 2009; Martin, S. et al., 2013). TRIP matris kompozitler, TU Bergakademie Freiberg'de (Collaborative Research Center CRC 799) geliştirilmiştir (Biermann, H. et al., 2009; Guk, S. et al., 2014). Plastik deformasyonla hem matris hem de takviye fazları dönüşüme uğramaktadır;

bu sayede TRIP matris kompozitler aynı anda yüksek mukavemet ve süneklik, yüksek enerji absorpsiyonu ve tokluğa sahip olmaktadır (Glage, A. et al., 2013; Bokuchava, G. D. et al., 2018; Biermann, H. et al., 2009; Martin, S. et al., 2013). Geliştirilmiş mekanik özelliklere sahip TRIP matris kompozitler, endüstride, özellikle otomobil ve uçak yapımında yaygın olarak kullanılabilir (Bokuchava, G. D. et al., 2018).

TRIP matris kompozitlerin üretiminde temel olarak toz metalurjisi ve döküm yöntemi kullanılmaktadır (Martin, S. et al., 2013; Biermann, H. et al., 2009). Döküm yöntemi, aktif infiltrasyon ve ayrılmış yapıların basınçlı infiltrasyonu olarak ikiye ayrılmaktadır. İnfiltrasyon yöntemiyle, köpük, yoğun spagetti, oyuk spagetti, oyuk küre şeklinde kompozitler; şekillendirme ve soğuk birleştirme yöntemiyle ise bal peteği ve kompakt kompozitler elde edilmektedir. Toz metalurjisinde, şekillendirme yoluyla (oda sıcaklığında) ZrO_2 partikül takviye ve TRIP çelik matris eklenerek kompozit malzeme üretilmektedir. Sinterlemeden önce veya sonra presleme işlemiyle kompakt partiküllere sahip kompozit ya da presleme işlemi uygulanmadan mikro veya makro gözenekli bal peteği (honeycomb) şeklinde kompozitler üretilebilmektedir. Hacim oranı, %0-70 arasında değişebilmekte ve arayüzeyler toz partikül boyutuna göre belirlenmektedir (Biermann, H. et al., 2009).



Şekil 3.2. TRIP matris kompozitlerin üretimi için kullanılan yöntemler (Biermann, H. et al., 2009).



Şekil 3.3. TRIP çeliği (matrisin kimyasal elementlerini) ve kısmen stabilize edilmiş zirkonyumdan oluşan TRIP matris kompozitleri gösteren şema. (Ti matrise potansiyel olarak uygun olduğunda toz veya kaplama olarak ilave edilmektedir) (Biermann, H. et al., 2009).

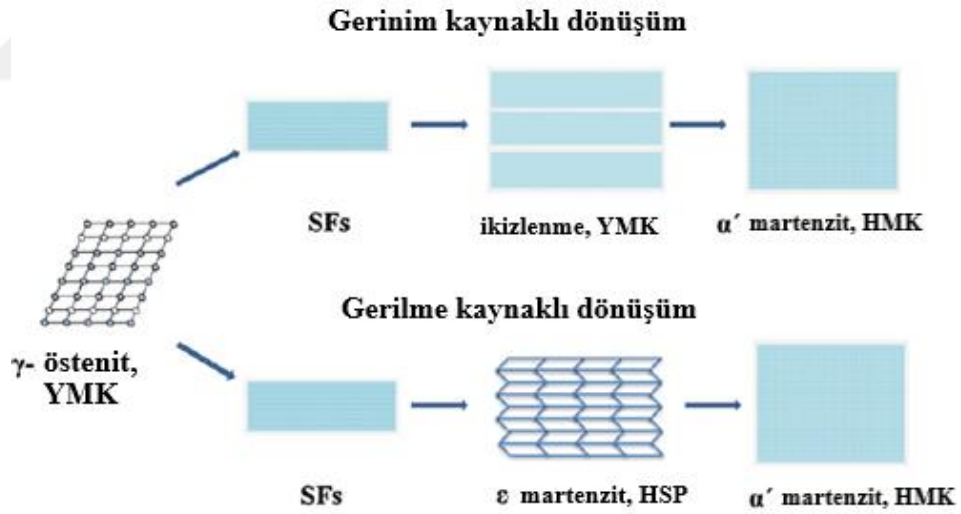
3.3.1 TRIP matris kompozitlerde gerçekleşen faz ve takviye dönüşümleri

TRIP matris kompozitler, matris olarak yarı kararlı östenitik (CrMnNi) paslanmaz çelik, takviye olarak da stabilize edilmiş (Y_2O_3 , Al_2O_3 ya da Mg) zirkonyumdan oluşmaktadır. Östenitik CrMnNi çeliklerinde, farklı gerilme ve gerinime bağlı deformasyon mekanizmaları ve faz dönüşümleri meydana gelmektedir. Gerilmeye bağlı işlemler elastik deformasyon sırasında, yani, östenitin akma dayanımının altındaki gerilmelerde meydana gelmektedir. Buna karşılık, gerinime bağlı işlemler, östenitin plastik deformasyonu sırasında, yani akma dayanımının üzerindeki gerinimlerde meydana gelmektedir (Kovalev, A. et al., 2013). Plastik deformasyon sırasında hem matris hem de takviye fazı faz dönüşümüne uğramaktadır. TRIP matris kompozitteki çelik matriste bulunan östenit (γ) α' martenzite, takviye fazı olan ZrO_2 ise tetragonaldan (t) monoklinik (m) faza dönüşmektedir. Bu iki dönüşüm de gerilme seviyesini arttırmasına rağmen, asıl etki çelikteki östenitin α' martenzite olan dönüşümüdür. Bu faz dönüşümleri sayesinde TRIP matris kompozitin mukavemeti, TRIP çeliğinkine göre daha yüksek olmaktadır. Plastik deformasyonla birlikte; α' martenzitler oluşmakta ve kısmi dislokasyon ve istiflenme kusurları gibi temel mikroyapı kusurlarının yanı sıra; dislokasyon kümeleri, istiflenme kusuru tetrahedron, ikizlenme ve kayma bantları gibi karmaşık kusur yapıları da oluşmaktadır (Prüger, S. et al., 2013; Martin, S. et al., 2011; Linderov, M. 2014; Borisova, D. et al., 2013). Bu mekanizmalar, çeşitli kombinasyonlarda meydana gelmekte ve/veya neredeyse her zaman büyük oranda örtüşmektedir (Linderov, M. et al., 2014) ve mekanizmaların arasındaki geçişler akıcıdır (Martin, S. et al., 2013).

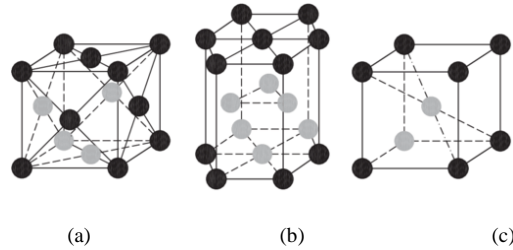
Dislokasyonlar ve istiflenme kusurları gibi temel mikroyapı kusurları deformasyona bağlı kafes gerinimini azaltmakta; TRIP matris kompozitteki çelik matris ise enerjii absorplamaktadırlar. TRIP matris kompozitteki takviye ve matris fazlarında gerçekleşen dönüşümler aynı anda mukavemetin ve sünekliğin artmasını sağlamaktadır. Östenitte kusur aglomeratlarının oluşumundan önce gelen mikroyapı kusurlarının düzenlenmesi için, dislokasyonların ve istiflenme kusurlarının iki ayrı dislokasyona ayrılması, istiflenme kusurlarının yayılması ve sıralanması çok önemli bir rol oynamaktadır (Borisova, D. et al., 2013).

3.3.1.1 Matris dönüşümü

TRIP matris kompozitin mekanik özelliklerini plastik deformasyonla sağlanan deformasyon mekanizmaları belirlemektedir. Plastik deformasyonla birlikte östenitte gerilmeye ve gerinime bağlı olarak martenzitik faz dönüşümleri gerçekleşmektedir. Gerilmeye bağlı olarak YMK γ östenit, HSP ϵ martenzite ve ϵ martenzitten HSP α' martenzite dönüşmektedir. Gerinime bağlı olarak ise, östenit fazında ikizlenmeler oluşmakta, ikizlenmeler α' martenzite dönüşmektedir (Shen, Y. S. et al., 2012; Glage, A. et al., 2013).

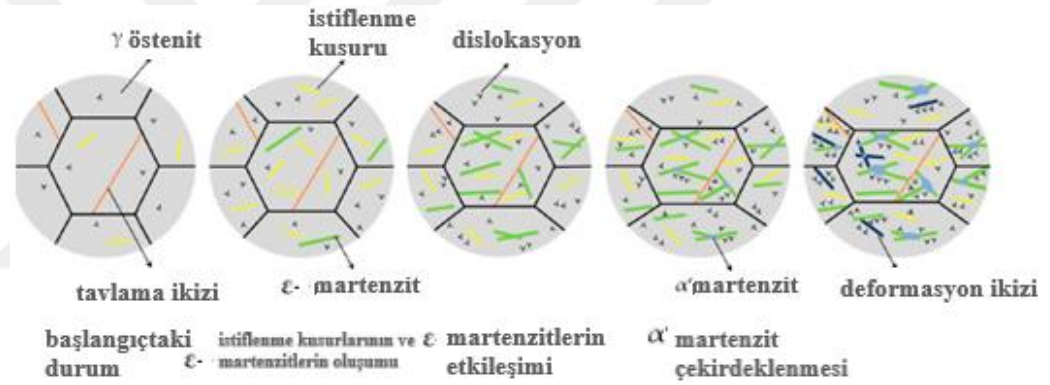


Şekil 3.4. TRIP matris kompozitin matris fazı olan östenitte, gerilmeye ve gerinime bağlı gerçekleşen martenzitik faz dönüşümleri (Shen, Y. S. et al., 2012).



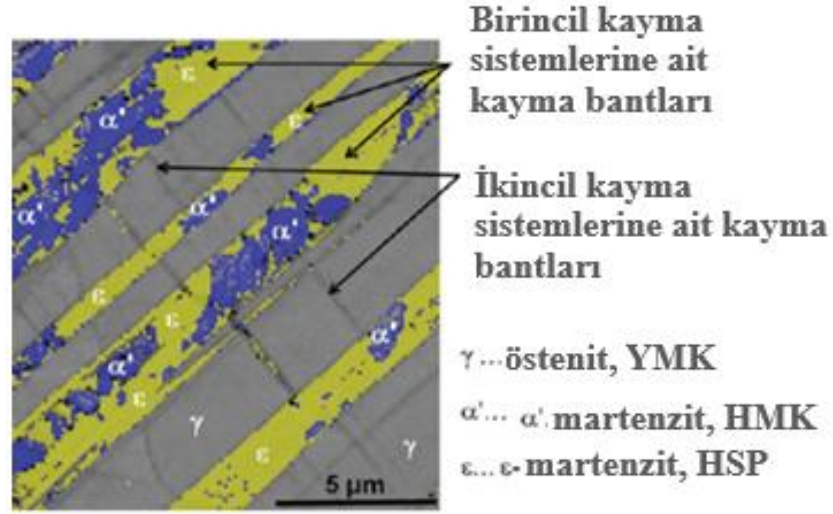
Şekil 3.5. a) γ östenit (YMK), b) ϵ martenzit (HSP) ve c) α' martenzite (HSP) ait kristal yapılar.

Östenit fazında, plastik deformasyon öncesinde tavlama nedeniyle oluşan ikizlenmelerin yanı sıra, kısmi dislokasyonlar ve istiflenme kusurları bir arada bulunmaktadır. Plastik deformasyondan sonra oluşan dislokasyonların ve istiflenme kusurlarının miktarı artmakta ve ϵ martenzitler oluşmaktadır. Belirgin bir şekilde genişletilmiş ve örtüşen istiflenme kusurlarının yoğun bir şekilde düzenlenmesine bağlı olarak ϵ -martenzitler veya mekanik ikizlenmeler oluşmaktadır (Borisova, D. et al., 2013; Linderov, M., 2014). Plastik deformasyonun artmasıyla ϵ martenzitler ve deformasyon (mekanik) ikizlenmeleri etkileşime girerek α' martenzitleri oluşturmaktadır (Ma, Y. et al., 2017). HSP ϵ martenzit ve ikizlenmeler, östenitin α' martenzite dönüşümünde oluşan ara fazlardır. α' martenzit tercihen ϵ martenzitlerin ya da ikizlenmelerin kesişim noktalarında çekirdeklenmektedir. İkizlenmeler ek olarak, dislokasyon-ikizlenme etkileşimleri boyunca var olan kayma sistemleri ya da ek kayma sistemleri arasında oluşmakta ve mevcut kayma sistemleri arasındaki aktarımı kolaylaştırarak deformasyonu kolaylaştırmaktadır (Shen, Y. S. et al., 2012).

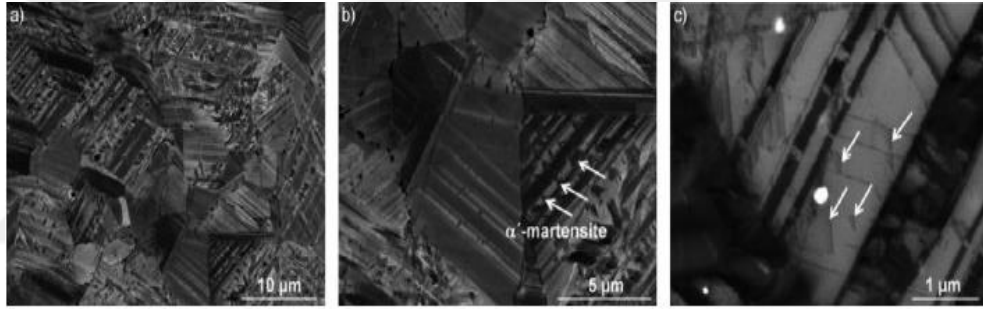


Şekil 3.6. TRIP/TWIP çeliklerinde plastik deformasyon sırasında gerçekleşen mikroyapıların evrimi (Ma, Y. et al., 2017).

Uygulanan yüklerin farklı Burger vektörlerine sahip olması nedeniyle etkileşimlerin kısıtlanması ve kısmi dislokasyonların ayrılmasıyla istiflenme kusurları oluşmaktadır. Eğer kısmi dislokasyonların Burger vektörü uygun konumlandığıysa, istiflenme kusurları dışarıdan uygulanan yük sayesinde daha da genişlemektedir (Martin, S. et al., 2015). Kayma bantları büyük istiflenme kusurları sayesinde oluşmakta ve istiflenme kusur yoğunluğu, istiflenme kusurlarının çakışmasına yol açan deformasyonla artmaktadır (Weidner, A. et al., 2011). Artan deformasyon, istiflenme kusur yoğunluğunun artmasını ve istiflenme kusurunun, östenit ymk kafesinde, en yüksek atom yoğunluğuna sahip kristalografik düzlemleri $\{111\}$ olan kayma düzlemleri üzerindeki kayma bantları halinde düzenlenmesini arttırmaktadır. İstiflenme kusur yoğunluğunun artmasıyla birlikte, kayma bantları içindeki istiflenme kusuru rastgele dağılmamakta, ancak genellikle östenit içindeki $\{111\}$ kafes düzlemlerinde düzenlenmektedir (Borisova, D. et al., 2013).

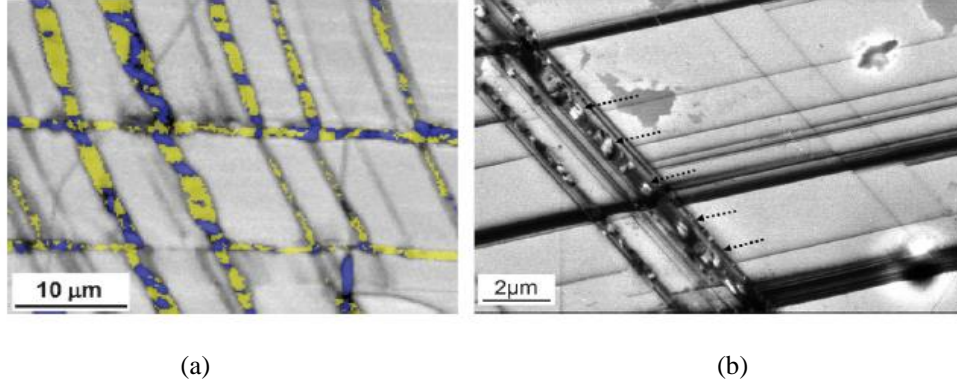


Şekil 3.7. Östenit, ϵ martenzit ve α' martenziti gösteren EBSD haritası (Gerilme yönü yataydır) (Weidner, A. et al., 2011).



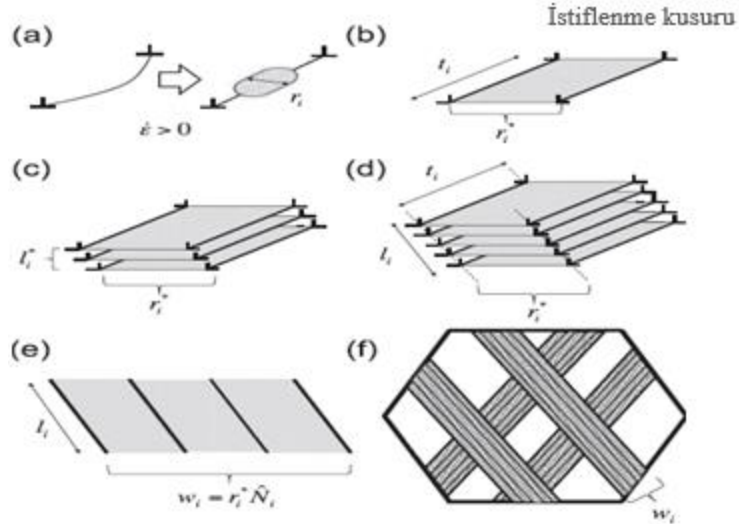
Şekil 3.8. Döngüsel olarak deforme edilen ($\Delta_{et}=2,5 \times 10^{-3}$) takviyesiz 16Cr-6Mn-3Ni çeliğinin deformasyon mikroyapısı (Gerilme yönü yataydır) (Glage, A. et al., 2013).

Kayma bantlarındaki yüksek istiflenme kusur oranı nedeniyle, plastik deformasyon sırasında östenitteki $[110]\{111\}$ dislokasyonları, $[112]\{111\}$ Shockley kısmi dislokasyonlarına ayrılmakta ve her bir ymk $\{111\}$ kafes düzlemindeki istiflenme kusurlarının düzenlenmesiyle ϵ martenzitler; ardışık $\{111\}$ düzlemlerdeki istiflenme kusurlarının düzenlenmesiyle de ikizlenmeler oluşmaktadır (Martin, S. et al., 2015). Östenitin bozulmamış kafesi, kafes düzlemlerinin ABCABCABC düzenlemesine sahiptir. İstiflenme kusuru $\{111\}$ düzleminde ABABAB, CACACA veya BCBCBC olarak düzenlenmesiyle ϵ -martenzit, CBACBA'nın ters (ayna simetrik) olarak düzenlenmesiyle de ikizlenmeler oluşmaktadır (Borisova, D. et al., 2013).



Şekil 3.9. %5 deformasyondan sonra 16Cr-6Mn-Ni6 TRIP çeliğindeki kesişen kayma bantları a) SEM/EBSD: östenitte (gri) kesişen kayma bantlarındaki ϵ martenzit (sarı) ve α' martenzit (mavi); b) ECCI görüntüsü: α' martenzit noktalı oklarla gösterilmiştir (Borisova, D. et al., 2013).

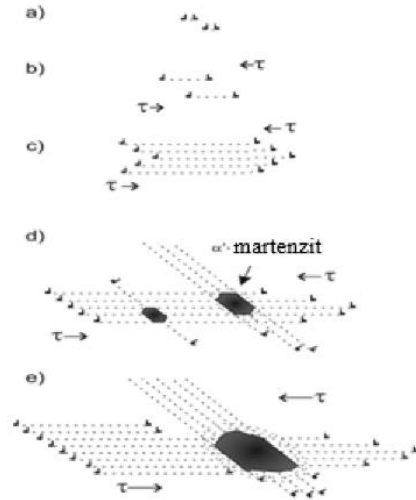
ϵ martenzit, yarı kararlı bir ara faz olup, YMK ve HSP arasındaki düşük Gibbs enerji farkından dolayı oluştuğu varsayılmaktadır (Martin, S. et al., 2015). ϵ plakaları ve ikizlenmelerin oluşumundaki tek fark, çakışan istiflenme kusur sayısındaki farklılıktır (Galindo-Nava, E.I. et al., 2017). İkizlenme kafes yapısındaki istiflenme kusurları ϵ martenzitinkinden iki kat daha fazladır (Borisova, D. et al., 2013). ϵ martenzitler paralel taraflı plakalar olarak oluşmakta ve düşük istiflenme kusur enerjili YMK matrislerde yaygın olarak tavlama ikizleri ile kolayca karıştırılabilmektedir (Bhadeshia, H. et al., 2017).



Şekil 3.10. ϵ martenzit ve ikiz oluşum mekanizmasının şematik gösterimi (Galindo-Nava, E.I. et al., 2017).

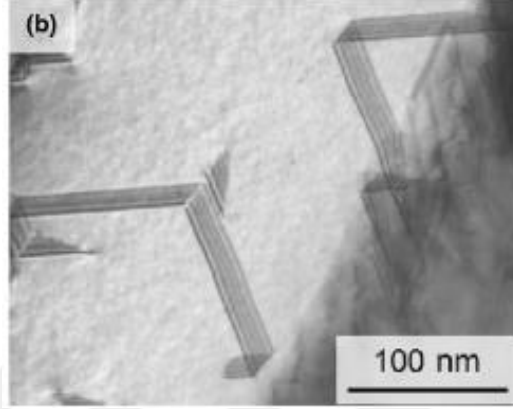
Kayma bantlarının oluşumu şekil 3.11'de gösterilmiştir. Östenitteki $\{111\}$ kafes düzlemindeki dislokasyonlar, düşük SFE'ye bağlı olarak

ayrılmakta (şekil 3.11a), plastik deformasyon sırasında kayma gerilmeleri (τ), Burgers vektörleri gibi davranarak önde gelen ve takip eden kısımlarda farklı kuvvetlerle etki etmektedirler. Bu nedenle, eğer uygun konumlanırlarsa farklı hızlara ulaşır, ayrılmanın genişliğini arttırmaktadırlar (şekil 3.11b). Devam eden deformasyonla birlikte dislokasyonların çoğalmasıyla yüksek istiflenme kusur yoğunluğuna sahip daha geniş kayma bantları oluşmaktadır (şekil 3.11c). İstiflenme kusurlarının düzenlenmesine bağlı olarak, kayma bantları ϵ martenzit veya ikizlenmeleri oluşturmaktadır. Bu aşamaya kadar, östenitin gerinim sertleşmesi sadece dislokasyon etkileşimlerinden etkilenmektedir. Dislokasyonlarla istiflenme kusurlarının ya da ikincil kayma sistemlerinden kayma bantlarının etkileşimleriyle α' martenzit çekirdeklenmeleri oluşmaktadır (şekil 3.11d). Önceden oluşmuş istiflenme kusurları çekirdekte sabitlenmektedirler. Yeni oluşan arayüzeyler ve α' martenzitin çevresindeki gerilme alanları (şekil 3.11d ve 3.11e'de kesik elips şeklinde gösterilmiştir) birincil kayma sistemlerinin daha sonraki hareketlerini engellemektedir. İkizler ise meydana geldikleri birincil kayma sistemlerinde parçalanmadıklarından, α' martenzit çekirdeklenmesinin bariyer etkisi ikizlenmenin deformasyon sırasında deformasyon sertleşmesinden daha büyüktür. Her bir α' martenzit çekirdeğinin arasındaki uzaklık kayma bantlarındaki ortalama uzaklıktan daha küçüktür. Bu nedenle, α' martenzit çekirdeklerinin etkileşiminin deformasyon sertleşmesine olan katkısı, ikincil kayma sistemlerinde oluşan kayma bantlarının etkileşiminden daha fazladır. Aktif kayma gerilmesinin yeni dislokasyonların oluşabilmesi ve çekirdeğin paralel kafes düzlemlerinden geçebilmesi için artması gerekmektedir (şekil 3.11e). Sonuç olarak, kayma bantları yanlara doğru büyümektedir (Martin, S. et al., 2015).



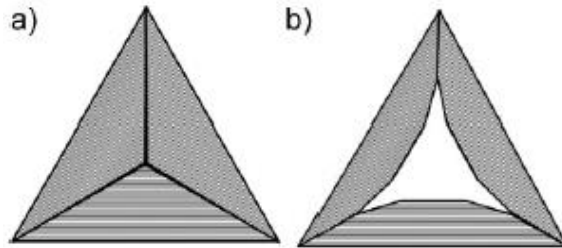
Şekil 3.11. Kayma bantlarının oluşumunu ve deformasyon sertleşmesinin etkilerini gösteren şema: (a) dislokasyonlar Schokel kısmı dislokasyonlarına ayrılmakta; (b) dışarıdan uygulanan yük kayma gerilmesini arttırmakta; (c) dislokasyon çoğalması kayma bantlarındaki istiflenme kusurlarını arttırmakta; (d) ikincil kayma sistemlerindeki istiflenme kusurlarıyla kesişme α' martenzit çekirdeklenmesini sağlamakta; (e) kayma bantları ve α' martenzitlerin büyümesi gerçekleşmekte (Martin, S. et al., 2015).

Gerinim derecesi arttıkça, istiflenme kusur yoğunluğu artmakta ve kristalografik olarak eşdeğer düzlemlerde oluşturulanlar $\{111\}$ kesişmektedir (Bokuchava, G. D. et al., 2018). Lomer-Cottrell kilidi (şekil 3.12), farklı $\{111\}$ düzlemlerde iki istiflenme kusurunun kesişmesinden kaynaklanmakta; tetrahedron istiflenme kusuru (şekil 3.13) ise, çeşitli $\{111\}$ kafes düzlemlerinde istiflenme kusurunun kesişmesiyle oluşmaktadır (Borisova, D. et al., 2013).



Şekil 3.12. Çekme testi sonrasında %10 uzama ile deforme olan kompozitte Lomer-Cottrell kilidi (Weidner, A. et al., 2015).

Lomer-Cottrell kilidi (LC kilidi), tetrahedron istiflenme kusuru ve deformasyon aglomerasyonu gibi kusurlar; TRIP çeliğindeki yüksek enerji absorpsiyonuna da katkıda bulunmaktadır. Bu kusurlar oda sıcaklığında hareket etmemekte ve yüksek istiflenme kusuru ve dislokasyon yoğunluğunun birikim alanları olarak işlev görmekte ve daha fazla deformasyon ve dolayısıyla deformasyon sertleşmesi sırasında mikro gerinim alanlarının ve kusurlarının aglomerasyonuna neden olmaktadır.



Şekil 3.13. a) Tamamen ve b) kısmi kapalı istiflenme kusuru tetrahedronu. Gri düzlemler $\{111\}$ kafes düzlemindeki istiflenme kusurlarını göstermektedir (Borisova, D. et al., 2013).

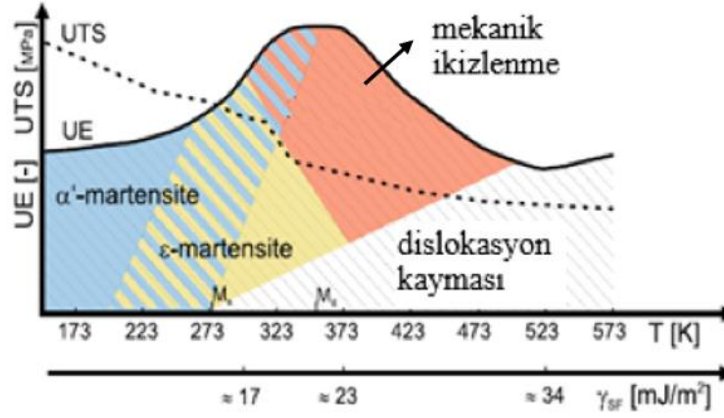
Plastik deformasyonla birlikte matris ve takviye fazında gerçekleşen gerçekleşen dönüşümlerle, aynı anda mukavemeti ve sünekliği arttıran deformasyon mekanizmaları etkili olmaktadır. Düşük plastik

deformasyondan sonra, dislokasyonların sürekli parçalanmasına neden olan α' martenzit çekirdekleri dislokasyon hareketini engelleyen ana engel olmaktadır. α' martenzitin çekirdeklenmesi kayma bantlarındaki HSP ε martenzitlerin oranına bağlıdır. α' martenzitin çekirdeklenmesi birincil kayma sistemlerindeki dislokasyon hareketlerini bile engellemektedir. Deformasyon mekanizmaları, kayma bantlarındaki kısmi dislokasyon hareketine karşı güçlü engeller olarak işlev görmekte, deformasyon sertleşmesine ve boyunlanmayı geciktiren güçlü bir Hall-Petch etkisine yol açmakta, mukavemeti ve sünekliği arttırmaktadır (Linderov, M. et al., 2014; Martin, S. et al., 2015). Kayma bantlarındaki kaymanın fazla olması α' martenzit çekirdeklenmesini arttırmaktadır. Bir martenzit bandının oluşumu sırasındaki net gerinimler, α' martenzit dönüşümü sırasında hacimsel artış; ε dönüşümü sırasında ise, az miktarda hacimsel düşüş meydana gelmekte; ancak, α' dönüşümü sırasındaki genişlemeden daha küçük olmaktadır (Vinogradov, A. et al., 2013). Plastik gerinim arttığında, dislokasyon yığınları dislokasyonların hareketini güçleştirerek adyabatik ısınmaya neden olmaktadır. Deformasyon sırasında açığa çıkan ısının tamamının dağıtılması zor olduğundan, yüksek gerinimlerde martenzit oluşumu adyabatik ısınmayla baskılanmaktadır (Shen, Y. S. et al., 2012).

Deformasyon mekanizmaları; kimyasal bileşime, deformasyon sıcaklığına ve gerilme oranına büyük ölçüde bağlıdır. Ayrıca, kimyasal bileşim ve sıcaklık, istiflenme kusur enerjisini (SFE) ve östenit stabilitesini etkilemekte ve böylece genel deformasyon davranışını değiştirmektedir (Vinogradov, A. et al., 2013; Linderov, M. et al., 2014). SFE'nin artan sıcaklıkla yükselmesi, belirgin istiflenme kusurlarından ve düşük sıcaklıklarda ε martenzit oluşumuna, yüksek sıcaklıklarda mekanik ikizlenmeye geçişi sağlamaktadır. Sonuç olarak, TRIP'ten TWIP (ikizlenme kaynaklı plastiklik) etkisine geçiş, daha düşük bir gerilme seviyesine neden olan, ancak çekme testi ile artan uniform uzamayla sonuçlanan daha yüksek sıcaklıklarda gözlenmektedir (Martin, S. et al., 2013). Mikroyapısal stabilitenin artmasıyla artan aktivasyon gerilmesi, yüksek sıcaklıklarda toplam α' martenzit miktarının azalmasına ve ikizlenme, dislokasyon kayması gibi diğer deformasyon mekanizmalarında ise artışa neden olmaktadır (Linderov, M., 2014).

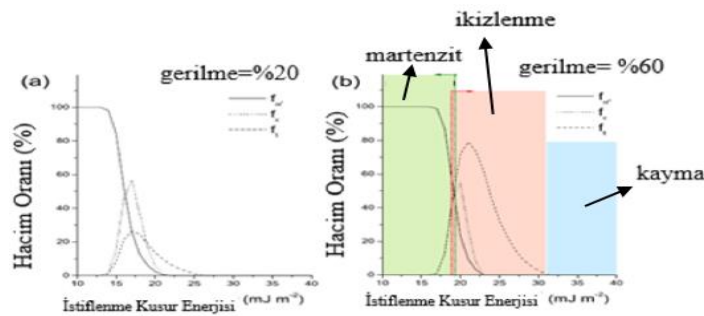
Martin vd. yaptıkları çalışmada, yüksek alaşımlı, östenitik, CrMnNi TRIP/TWIP çeliklerinin, 213°K ve 473°K (-60°C ve 200°C)'de gerçekleştirilen çekme testinde deforme olduğunu belirtmişlerdir. Çalışmaya göre, en yüksek mukavemet 213°K (-60°C)'de, en yüksek uzama ise 373°K (100°C)'dir. 213°K (-60°C) ve 473°K (200°C)'de α' martenzit, 293°K ve 523°K (20°C ve 250°C)'de ise ikizlenme oluşumu gözlenmiştir. Düşük sıcaklıkta α' martenzitler oluşurken, yüksek sıcaklıklarda ε martenzit aracılığıyla ikizlenmeler oluşmaktadır. TRIP'tan TWIP'e devamlı geçiş gözlenmektedir. Şekil 3.14'te CrMnNi TRIP/TWIP çeliklerinde ortaya çıkan deformasyon mekanizmalarının sıcaklık, SFE ve mekanik özelliklere

göre değişimi gösterilmiştir. Düşük SFE'nin olması durumunda ise, geniş istiflenme kusurları oluşmaktadır (Martin, S. et al., 2014b).

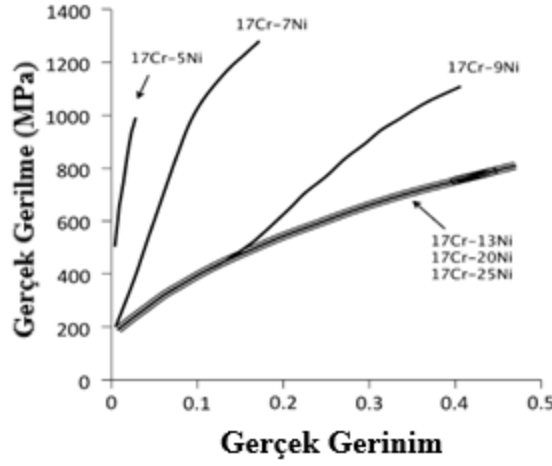


Şekil 3.14. CrMnNi TRIP/TWIP çeliklerinde ortaya çıkan deformasyon mekanizmalarının sıcaklık, SFE ve mekanik özelliklere göre değişimi (Martin, S. et al., 2014b).

Alaşım elementleri, östenitin istiflenme kusuru enerjisini (SFE) azaltmakta; bu azalmanın da ampirik denklemlerle oda sıcaklığında $14-16 \text{ mJm}^{-2}$ civarında olduğu tahmin edilmektedir (Martin, S. et al., 2013). CrNi östenitik çelikleri, $5-60 \text{ mJm}^{-2}$ aralığında istiflenme kusur enerjisine sahiptir. Nikel, östenitin istiflenme kusur enerjisini yükselten element olmasına rağmen; Cr, Mn, Co, Si, C ve N elementleri, östenitin istiflenme kusur enerjisini azaltma eğilimindedir (Bhadeshia, H. et al., 2017; Jahn, A. et al., 2009). Genellikle istiflenme kusur enerjisi yaklaşık olarak $15-20 \text{ mJm}^{-2}$ 'nin altındayken ϵ ve α' martenzite dönüşüm gerçekleşmekte; istiflenme kusur enerjisi $40-50 \text{ mJm}^{-2}$ 'nin üstündeyken ise deformasyon kaynaklı ikizlenmeler (mekanik ikizlenmeler) oluşmaktadır. Daha yüksek istiflenme kusur enerjisindeyken bile, geleneksel dislokasyon kayması ana deformasyon mekanizmasıdır (Martin, S. et al., 2013; Bhadeshia, H. et al., 2017; Shen, Y. S. et al., 2012). Şekil 15'te $\epsilon = \%20$ ve $\epsilon = \%60$ gerinim değerlerinde α' ve ϵ martenzit, kayma ve ikizlenme oranlarının farklı SFE'ye göre değişimi gösterilmiştir (Galindo-Nava, E.I. et al., 2017).



Şekil 3.15 (a) $\epsilon = \%20$ ve (b) $\epsilon = \%60$ gerinim değerlerinde α' ve ϵ martenzit, kayma ve ikizlenme oranlarının farklı SFE'ye göre değişimi (Galindo-Nava, E.I. et al., 2017).



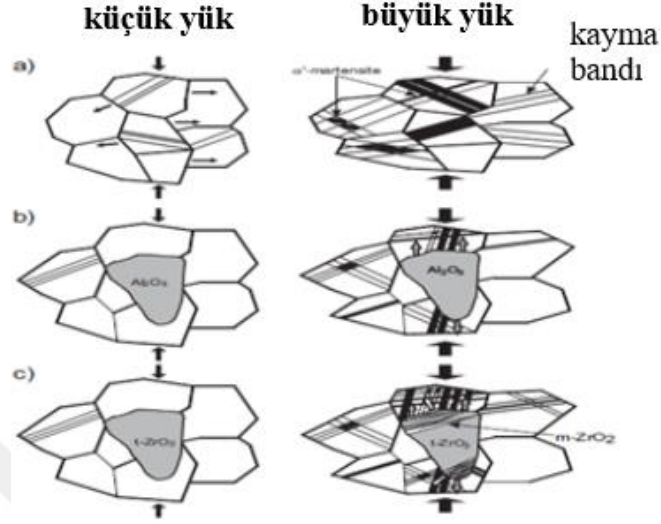
Şekil 3.16. Nikel oranının paslanmaz çeliklerin gerilme-gerinim eğrileri üzerine etkisi (Bhadeshia, H. et al., 2017).

Östenit stabilitesi, kompozitin genel deformasyon davranışını değiştirmektedir. Yarı kararlı 304 paslanmaz çelik ve kararlı 316 paslanmaz çelikteki dönüşüm mikroyapıları bazı çalışmalarda incelenmiştir. Buna göre, %8 ve 10 kütle oranında Ni içeren 304 paslanmaz çelikte, mekanik ikizlenmeler, HSP ϵ ve α' martenzit oluşumu meydana gelirken; 316 paslanmaz çelikte ise ϵ martenzit oluşumu gözlenmemiştir (Hadji, M. et al., 2002). Bunların aksine, literatürde 316L'nin sadece düşük sıcaklıkta ve döngüsel deformasyonda çok az sayıda martenzit oluştuğu bildirilen çalışmalar da mevcuttur (Man, J. et al., 2011; Weidner, A. et al., 2011).

Şekil 3.17'de seramik partiküllü TRIP matris kompozitlerde, matris ve takviye partikülleri arasında gerçekleşen etkileşim gösterilmiştir. Herhangi bir takviye içermeyen östenit taneleri serbest şekilde deforme olmakta ve uygulanan yükün yönüne göre şekil değiştirmektedir. Schmid's yasasına göre, kayma sistemlerinin konumuna bağlı olarak, belirgin tanelerin dislokasyon hareketi, çoğunlukla kayma bantlarını ve gelişmiş bir faz dönüşümünü göstermektedir. Östenit tanelerinin plastik hareketi, sert Al_2O_3 ve Mg-PSZ takviye partiküllerin engel oluşturmasıyla kısıtlanmaktadır. Seramik partiküllerin dışındaki östenit tanelerinde daha az gerinim olduğundan, daha az faz dönüşümüne uğramaktadırlar. Partikülün üst kısmındaki taneler dislokasyon kayması için uygun olmadığından ($\text{SFE} \approx 0.43$), ϵ ve α' martenzit oluşumu gerçekleşmemektedir. TRIP çeliğindeki ZrO_2 partiküllerinin iki veya üç tane uzaklığında, partikülün sol yanındaki tanelerde ($\text{SFE} \approx 0.49$) ise, tam tersi bir durum gözlenmektedir (Martin, S. et al., 2011).

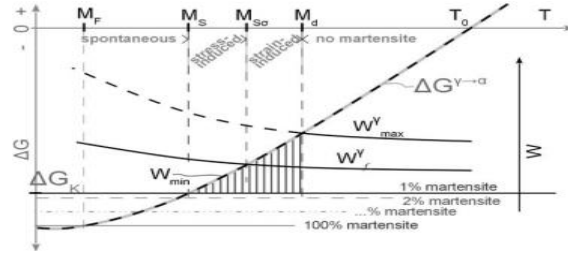
Seramik partiküller kırılarak deforme olmadan önce yüksek gerilmelere dayanmaktadırlar. Arayüzeyde yük yönüne dik olarak plastik gerinim artmakta ve α' martenzit oluşumunun artması beklenmektedir. Fakat, partikülün yan kısımlarında daha düşük gerinim olduğundan, o bölgelerde daha az deformasyon ve faz dönüşümü gerçekleşmektedir. Ayrıca, deformasyon sırasında takviye fazı ZrO_2 , tetragonaldan monoklinik faza

dönüşmektedir. Spesifik hacmin artmasıyla, basma gerinimleri ortaya çıkmaktadır. Östenit tanelerin konumlanmasına bağlı olarak, bu ek gerinimler plastikliği arttırmakta ve seramik partikülün kutuplarındaki östenit tanelerinde faz dönüşümü artmaktadır (Martin, S. et al., 2011).

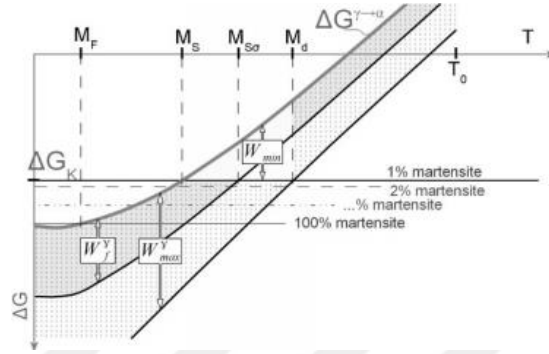


Şekil 3.17. a) Takviyesiz, b) Al_2O_3 takviyeli, c) Mg-PSZ takviyeli TRIP matris kompozitlerde matris ve takviye partikülleri arasındaki etkileşimi gösteren şema (Martin, S. et al., 2011).

Yarıkararlı östenitin plastik deformasyonu sırasında, martenzit ve ikizlerin oluşmasıyla süneklikte önemli bir artış elde edilmektedir. Bu nedenle, gerilme ve gerinim kaynaklı martenzit ve ikizlerin oluşabileceği sıcaklık ve gerilme değerlerini tanımlamak gerekmektedir. Transformasyon ve ikizlenme kaynaklı plastisiteyi anlamak, oluşturulan martenzit oranı ve ikiz aktivitesinin yanı sıra, faz transformasyonu ve ikizlenmenin aktarılan ilave uzama değerleri bilgisini gerektirmektedir. Bu amaçla gerilim-sıcaklık-dönüşüm (STT) ve deformasyon-sıcaklık-dönüşüm (DTT) diyagramları kullanılmaktadır. STT ve DTT diyagramları martenzit oluşumu ve ikizlenme dahil deformasyona bağlı yapı dönüşümleri hakkındaki tüm bilgileri özetlemekte ve TRIP ve TWIP etkilerini göstermektedir. Östenitin martenzite dönüşümü, çekirdeklenme eşiği olarak adlandırılan kritik bir Gibbs serbest enerji değişiminde başlamakta ve %1 martenzit oluşumuyla bu eşiğe ulaşılmaktadır. Martenzitik dönüşüm için çekirdeklenme eşiği, kimyasal bileşime bağlıdır (Kovalev, A. et al., 2013).



Şekil 3.18. Martenzitik dönüşüm için termodinamik itici kuvvete mekanik enerji katkısının şematik gösterimi (Kovalev, A. et al., 2013).



Şekil 3.19. Martenzitik dönüşüm için kimyasal ve toplam (kimyasal ve mekanik) itici güçlerin şematik gösterimi (Kovalev, A. et al., 2013).

Deformasyon (mekanik) ikizlenmesi, istiflenme kusurlarının oluşumu ve deformasyona bağlı martenzitik faz dönüşümü benzer mikroyapısal süreçlerdir. Bu süreçlerde, büyük atom gruplarının hızlı yayınımlı kooperatif (işbirlikli) hareketiyle ana kristalin kısıtlanmış bir plaka şeklindeki bölgesi kesilmektedir. Deformasyon mikroyapılarını uyarlamak ve yeni geliştirilmiş özelliklere sahip malzemeler geliştirmek, temel olarak farklı deformasyon işlemlerinin kinetiğinin detaylarını bilmeyi gerektirir (Linderov, M., 2014).

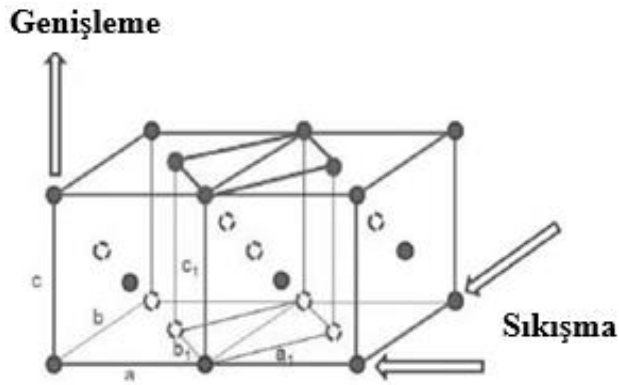
Modern akustik emisyon (AE) tekniği, deformasyon işlemlerinin kinetiğinin araştırılması için mükemmel bir in situ yöntemidir. Akustik emisyon, geçici elastik dalgaların, bir malzemenin içindeki lokalize kaynaklardan hızlı enerji salınımı ile üretilmektedir. Bu nedenle, AE tekniği, plastik deformasyon sırasında malzemede meydana gelen lokal gerilme rahatlamasının tahribatsız izlenmesini sağlayabilir. Birbiriyle etkileşime giren birkaç deformasyon mekanizması, gerinim sırasında aktiftir. Bu nedenle, (i) plastik deformasyonun karmaşıklığı-dislokasyon kayması, ikizlenme ve martenzitik dönüşümün dahil olduğu birincil mekanizmalar arasındaki diğerinin etkisini arttıran etkileşimin daha iyi anlaşılması; (ii) bireysel deformasyon işlemlerinin kinetiğini araştırmak; (iii) mekanizmaların her biri için başlangıç gerilmelerini veya gerinimlerini belirlemek, yeni malzemelerin verimli bir şekilde geliştirilmesi için esastır (Vinogradov, A. et al., 2013). Çoklu parametrik analiz, istatistiksel ve örüntü tanıma teknikleriyle birleştirildiğinde, AE tekniği, bireysel ve toplu kaynakların aktivitesini yükleme koşullarıyla ilişkilendirmek için bir araç

sağlamaktadır. AE, çoğu zaman başarılı bir AE tespiti için gerekli bir ön koşul olan ses hızına yakın olduğu varsayılan çok yüksek hızlarda meydana gelen difüzyonsuz kaymaya benzer martenzitik geçişler tarafından kolayca üretilmektedir (Vinogradov, A. et al., 2013)

3.3.1.2 Takviye Dönüşümü

Stabilize edilmemiş zirkonyum dioksit (ZrO_2), sıcaklığa bağlı olarak üç faz (α , β , γ) halinde kararlı yapıya ulaşmaktadır. Monoklinik ZrO_2 , $1200^\circ C$ 'ye kadar sıcaklıklarda kararlı kalmakta; tetragonal ZrO_2 1200 - $1525^\circ C$ 'de ve ZrO_2 'nin kübik yüksek sıcaklık fazı ise 1525 - $2700^\circ C$ 'de kararlıdır. ZrO_2 genellikle MgO , Y_2O_3 veya CeO_2 ile stabilize edilmektedir (Bokuchava, G. D. et al., 2018; Biermann, H. et al., 2009; Rajabi, J. et al., 2015; Schärfl, W. et al., 2011).

TRIP matris kompozitin takviye fazını oluşturan stabilize edilmiş ZrO_2 plastik deformasyonla oluşan gerilme sayesinde, kübik ve tetragonal fazlardan monoklinik faza dönüşmektedir. Bu dönüşüm kompozitin mukavemetinin ve tokluğunun artmasını sağlamaktadır. ZrO_2 dönüşümüyle birlikte kompozitin hacminin artması ve belli miktardaki enerjinin absorbe edilmesi sağlanmakta ve kompozitin tokluğunda artış gözlenmektedir (Eckner, R. et al., 2016). Ayrıca, bu dönüşüm hacimsel artış sayesinde basma gerilmesine neden olmakta ve mukavemeti arttırmaktadır (Glagea, A. et al., 2011). Seramik partiküller, plastik deformasyonla hem mukavemeti arttırmakta hem de α' martenzit çekirdeklenmesini arttırmaktadır. Ayrıca, kübik ve tetragonal fazlardan monoklinik faza dönüşüm, TRIP çelik matrisi ve seramik takviye arasındaki bağın kopmasını geciktirmektedir (Prüger, S. et al., 2013). TRIP matris kompozitteki matris ve takviye fazları arasındaki arayüzeyin güçlü olması, ZrO_2 faz dönüşümünün daha homojen olmasını sağlamakta ve TRIP çeliklere göre TRIP matris kompozitlerdeki deformasyon sertleşmesi ve dönüşüm oranlarını arttırmaktadır.



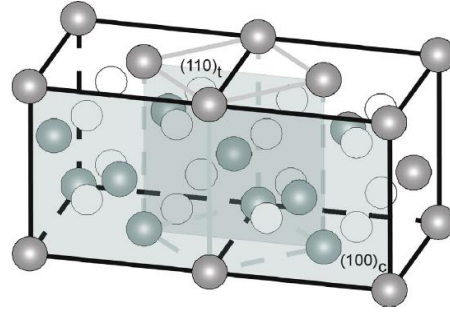
Şekil 3.20. Yüzey merkezli tetragonal ve hacim merkezli tetragonal birim hücrelerin kübik-tetragonal faz dönüşümü sonucu uyumu (Berek, H. et al., 2011).

Sıcaklığa ve lokal kimyasal bileşime bağlı olarak a ve b yönünde sıkışma, c yönünde genişleme gerçekleşmekte ve ZrO_2 kübik fazdan tetragonal faza dönüşmektedir (Berek, H. et al., 2011). ZrO_2 faz dönüşümü her zaman kübik tanelerdeki kristal uçlarından başlamaktadır (Berek, H. et al., 2011; Schärfl, W. et al., 2011). Ancak, ana yol kübik fazdan tetragonale, tetragonaldan stabil monoklinik faza dönüşümdür.

Monoklinik yapıdaki ZrO_2 'nin kübik veya tetragonal fazından daha büyük bir spesifik hacme sahip olması nedeniyle, bu faz dönüşümü TRIP matris kompozitin mikroyapısında basma gerilmelerine neden olmaktadır. Kayma gerilmeleri çelik matristen seramik partiküllere iletilmekte ve ZrO_2 fazında dönüşümü tetiklenmektedir. ZrO_2 faz dönüşümü sırasında hacimsel genişleme nedeniyle, TRIP çelikte basma gerilmesi indüklenmekte ve TRIP matris kompozitin takviyesiz TRIP çeliğine kıyasla daha yüksek gerilmeye sahip olması sağlanmaktadır (Martin S. et al., 2013).

Kritik gerimimden sonra çelik matris ve seramik takviye arayüzeyindeki bağlar zirkonyum partikülünden ve çatlakların birleştiği yerden kopmakta ve makro düzeyde kusurlar görülmeye başlanmaktadır. Daha yüksek sinterleme sıcaklıkları monoklinik ZrO_2 oranının daha fazla olmasını sağlamaktadır. Geleneksel (basınç uygulanmadan) sinterlemeyle üretilen TRIP matris kompozitlerde stabilize ZrO_2 'nin sinterleme sıcaklığının çok altında sinterleme yapılsa bile, malzeme bileşenleri arasında difüzyon gerçekleşmektedir. ZrO_2 partiküllerinden stabilize eden elementler ayrılmakta ve çelik matristeki elementlerle birleşerek arayüzeyde Mg, Mn, Al, O içeren spinel ve Mg, Mn, Si, O içeren silikat çökeltiler oluşturmaktadır. Zirkonyum MgO ile stabilize edildiğinde, ((Mg, Mn) Al_2O_4) spinel ve $(Mg_{0.38}Mn_{0.62}SiO_3)$ (Mg, Mn) Si_2O_4 silikatları; Y_2O_3 ile stabilize edildiğinde ise $YCrO_4$ (itriyum kromat) ve (krom demir zirkonyum) $CrFe_3Zr_2$ çökeltileri oluşmaktadır (Rajabi, J. et al., 2015; Berek, H. et al., 2011).

Mg zirkonyum kafes yapısından difüzyonla ayrılıp, çelik matriste çökeltiler oluşturmakta ve zirkonyumun stabilliği bozulmaktadır. Öte yandan, Mn çelik matristen zirkonyum kafes yapısına difüze olmakta ve zirkonyumun stabilliği geri kazanılmaktadır. Mn ve Mg iyonlarının benzerliği sebebiyle, Mn katyon kafes yapısında Mg'un yerini almaktadır. Bu sayede zirkonyum partiküllerinin tamamına yakını monoklinik faza dönüşmekte, az miktarda kalıntı tetragonal zirkonyum bulunmaktadır (Berek, H. et al., 2011; Schärfl, W. et al., 2011).



Şekil 3.21. Kübik c-ZrO₂ (siyah) ve tetragonal t-ZrO₂ (gri) arasındaki ilişki ve (100)_c ve (110)_t kafes düzlemlerinin paralelliklerinin şematik gösterimi (iyonlar: Zr⁴⁺ gri, O₂⁻ beyaz) (Martin, S. et al., 2013b).

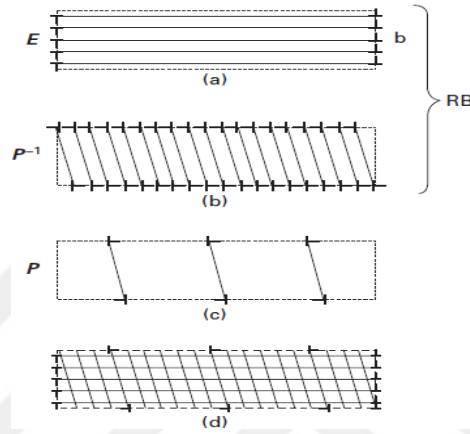
3.3.1.3 Martenzitik dönüşümlerin kinetiği

Plastik deformasyonla birlikte östenitte gerilmeye ve gerinime bağlı olarak martenzitik faz dönüşümleri gerçekleşmektedir. Gerilmeye bağlı olarak YMK γ östenit, HSP ε martenzite ve ε martenzitten HMK α' martenzite dönüşmektedir. Gerinime bağlı olarak ise, östenit fazında ikizlenmeler oluşmakta, ikizlenmeler α' martenzite dönüşmektedir (Shen, Y. S. et al., 2012; Glage, A. et al., 2013). Dönüşüm ürününü α' martenzit statik sertleşme sağlarken, dönüşümün bir deformasyon mekanizması olarak çalışması nedeniyle güçlü bir yumuşama katkısı ortaya çıkmaktadır. (Olson, G. B. et al., 2012). Dönüşüm yumuşatma ve sertleşme etkileri, gerilme-gerinim eğrisini normal aşağı eğimli şekilden yukarı eğimli şekle eğrilmesini sağlayabilir; bu sayede maksimum üniform sünekliliği destekleyen ideal bir üstel sertleştirme davranışına yaklaşmaktadır (Olson G. B. et al., 2012).

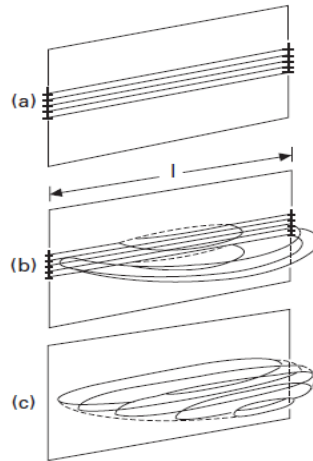
Martenzitik dönüşümler; dominant kayma kafes bozulmasından kaynaklanan gerilme enerjisiyle, dönüşüm sırasındaki kinetik ve ürün morfolojisini değiştirmektedir. Bu dönüşümler, difüzyonsuz/yer değiştiren katı hal dönüşümlerinin bir alt kümesi olarak tanımlanmakta ve göreceli olarak keskin arayüzlerin yayılmasıyla devam eden, birinci dereceden ve heterojen dönüşümlerdir. Bu dönüşümlerin meydana geldiği termodinamik koşullar altında, kritik enerji bariyeri termal olarak üstlenilemeyecek kadar büyük olduğundan, klasik homojen çekirdeklenmenin mümkün olmadığı sonucuna varılabilir. Kusurlu bir kristalde, kusur etkileşimleri klasik bir çekirdeğin enerjisini büyük ölçüde değiştirebilir; bu nedenle heterojen çekirdeklenme için serbest enerji engeli homojen duruma göre büyük ölçüde azalmaktadır. Genellikle heterojen martenzitik çekirdeklenmedeki en önemli etkileşimin kusurun gerilme alanıyla olduğu varsayılmaktadır (Olson, G. B. et al., 2012).

Kayma bantlarındaki yüksek istiflenme kusur oranı nedeniyle, plastik deformasyon sırasında östenitteki $[110]\{111\}$ dislokasyonları, $[112]\{111\}$ Shockley kısmi dislokasyonlarına ayrılmakta ve her bir ymk $\{111\}$ kafes düzlemindeki istiflenme kusurlarının düzenlenmesiyle ε martenzitler,

ardışık $\{111\}$ düzlemlerdeki istiflenme kusurlarının düzenlenmesiyle de ikizlenmeler oluşmaktadır (Martin, S. et al., 2015). Klasik bir martenzitik embriyonun arayüzey yapısındaki dislokasyonların ayrılmaları şekil 3.23'te gösterilmiştir. Embriyonun uzun mesafeli gerilme alanı ve hacimsel gerinim enerjisi esas olarak, bir düzlemde kristal düzlemler üzerindeki dönüşüm tutarlılık (coherency) dislokasyon dizisinden kaynaklanmaktadır (Şekil 3.23a). İkinci dislokasyon dizilimi, mevcut bir kusurun ayrışmasından kaynaklandığında, çekirdeklenme için gereken serbest enerji bariyeri büyük ölçüde azalmaktadır (Olson, G. B. et al., 2012).



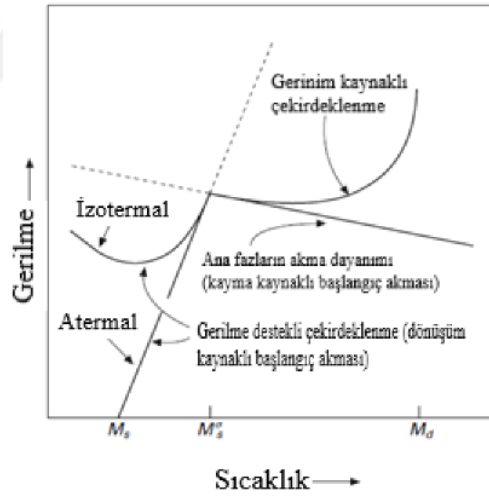
Şekil 3.23. Martenzitik arayüzün ayırık-dislokasyon modeli: (a) makroskopik şekil gerinimi E üreten transformasyon tutarlılık dislokasyonları, (b) tamamlayıcı kayma P^{-1} üreten tutarlılık dislokasyonları; (c) kafes-değişmez P deformasyonu üreten uyumlu olmayan dislokasyonlar; (d) toplam arayüz yapısı (Olson, G. B. et al., 2012).



Şekil 3.24. Kusur ayrışmasıyla heterojen martenzitik çekirdeklenme: (a) çekirdeklenme kusuru; (b) Şekil 3.23 (a) 'daki arayüzey tutarlılık dislokasyonlarının yatay düzlemlerde üretmek için ayrılması; (c) neredeyse dikey düzlemlerde, Şekil 3.23 (b) ve (c) 'deki eşzamanlı arayüzey dislokasyon dizilerinin üretilmesi (Olson, G. B. et al., 2012).

Plastik deformasyonla birlikte oluşan istiflenme kusurları, ε martenzitler, kayma bantları ve mekanik ikizler oluşmaktadır (Prüger, S. et al., 2013; Martin, S. et al., 2011; Linderov, M., 2014; Borisova, D. et al., 2013). Plastik deformasyonun artmasıyla ε martenzitler etkileşime girerek α' martenzitleri ve deformasyon (mekanik) ikizlenmelerini oluşturmaktadır (Ma, Y. et al., 2017). α' martenzit tercihen ε martenzitlerin ya da ikizlenmelerin kesişim noktalarında çekirdeklenmektedir. Bu yapıların kesişimi, Şekil 3.24'a da gösterildiği gibidir. Daha güçlü kusurlar dislokasyon ayrılmasıyla üretilmekte ve dolayısıyla düşük itici kuvvetlerde gerinim kaynaklı çekirdeklenmeler meydana gelmektedir (Olson, G. B. et al., 2012).

Dönüşümün baskın olarak gerilme destekli veya gerinim kaynaklı çekirdeklenmeden başlatıldığı sıcaklık, Şekil 3.25'teki şematik gerilme-sıcaklık diyagramında gösterilmektedir. Soğutmadan martenzit başlangıç (M_s) sıcaklığına kadar, mevcut çekirdeklenme bölgeleri sayesinde oluşan kendiliğinden dönüşüm meydana gelmektedir. Aynı bölgelerdeki gerilme destekli çekirdeklenme belirtilen katı çizgi ile gösterilen gerilmede gerçekleşmektedir (Olson, G. B. et al., 2012).



Şekil 3.25. Gerilme destekli ve gerinim kaynaklı martenzitik dönüşüm arasındaki ilişkilerin şematik gösterimi (Olson, G. B. et al., 2012)

Uygulanan gerilme, soğutmadaki dönüşümden sorumlu olan aynı çekirdeklenme bölgelerinin (aynı toplam kritik itici güçle) çalışmasına yardımcı olmaktadır. Bu tür gerilme destekli çekirdeklenme, herhangi bir gerilme durumu için, gerilme termodinamik etkisi ile tanımlanabilir (Olson, G. B. et al., 2012):

$$\Delta g^{\sigma} = \tau \gamma_T + \sigma_n \varepsilon_n$$

burada τ ve σ_n , düzlemlerdeki çözülen kayma ve dönüşüm kaymasını ve transformasyon kaymasının yönlerini (γ_T) ve normal gerilmeleri (ε_n)

göstermektedir. Bununla birlikte, uygulanan gerilme ana fazın akma gerilmesini aşarsa, plastik gerinim sayesinde çekirdeklenme meydana gelebilmektedir. Bu şartlar altında, çekirdeklenme bölgeleri bol miktarda bulunmakta ve bu, esasen çeşitli kayma bandı kesişme türlerinden oluşan ve tane sınırları olan kesişimleri içeren çok sayıda gerinim kaynaklı bölgelerin gözlenmesini sağlamaktadır.

M_s^σ ile belirlenmiş bir sıcaklıkta, bu gerilme ana fazdaki kayma için akma gerilmesine ulaşmaktadır. M_s^σ 'in üstünde, yeni çekirdeklenme bölgeleri, belirtilen katı eğrisiyle gösterilen gerilme seviyesinde, plastik gerinimi tetikleyen gerinim kaynaklı çekirdeklenme gerginliğinin oluşturduğu çekirdeklenmeyi tetiklemektedir. Bu nedenle M_s^σ sıcaklığı, iki çekirdeklenme modunun baskın olduğu sıcaklıklar arasında yaklaşık bir sınırdadır; M_s^σ yakınında her iki mod da çalışmaktadır. Transformasyon plastikliğinden dolayı, gözlenen akma gerilmesi, M_s^σ 'nin altındaki gerilme destekli transformasyon için gerilmeyi izlemektedir. M_d sıcaklığının üstünde, kırılma deformasyonunda herhangi bir dönüşüm meydana gelmemektedir. (Olson, G. B. et al., 2012).

Gözlemlenen kayma bandı kesişimlerinde gerinim kaynaklı martenzitik çekirdeklenmenin kinetiği, iki sıcaklığa bağlı parametre ve sabit bir üs içeren basit bir bağıntı ile tanımlanabilir:

$$F^{\alpha'} = 1 - \exp\{-\beta[1 - \exp(-\alpha\varepsilon)]^n\}$$

Birinci parametre (α), gerinim kaynaklı kayma bandı oluşum oranını göstermektedir ve temel olarak istiflenme kusur enerjisine bağlıdır. İkinci parametre (β), bir kesme bandı kesişiminin bir martenzitik embriyo üretme olasılığı ile doğrusal olarak ilişkilidir ve γ östenit ve α' martenzit olmak üzere, martenzitik $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ reaksiyon kimyasal itici güç sayesinde gerçekleşmektedir. Dönüşüm eğrisi (martenzit ve plastik gerinimin hacim oranı) sigmoidaldır ve β parametresi tarafından belirlenen bir doygunluk değerine yaklaşmaktadır. Plastik gerinim kaynaklı dönüşüm oranı, her iki parametre ile de kontrol edilmektedir. Bu dönüşüm kinetiğinin sıcaklık duyarlılığı büyük ölçüde $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ ve istiflenme kusur enerjisinden kaynaklanmaktadır ve entropi farklılıkları $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ ve $\Delta S^{\gamma \rightarrow \alpha'}$ 'nin azalmasıyla en aza indirilebilir (Olson, G. B. et al., 2012).

İlk dönüşüm hızı f , n_s çekirdeklenme bölgelerinin yoğunluğu, V ise anlık ortalama martenzitik hacimdir ve v ise çekirdeklenme girişimi frekansdır. Belirli bir f 'yi elde etmek için gereken kritik ΔG , sıcaklığa (T) doğrusal bir bağıllık gösteren bağıntısıyla verilmektedir. Gerilme destekli dönüşümlerde, dönüşüm plastisikliği oranıyla gerçekleşen akma ve uygulanan gerilme oranı eşleşmekte; bu da $f = k\varepsilon$ 'nin maruz kalınan dönüşüm oranına karşılık gelmektedir. Yüksek mukavemetli TRIP çeliklerinde M_s^σ 'nin altındaki sıcaklıklarda gözlenen akma gerilmesinde toplam termodinamik itici kuvvetin (kimyasal ve gerilim katkısı) hesaplanması, denklemin doğrusal $\Delta G_{crit}(T)$ ilişkisini doğrulamaktadır:

$$f = n_s V_v \exp[-(A + B\Delta G)/RT]$$

$$\Delta G_{\text{crit}}(f) = -1/B[A + RT \ln(f/n_s V_v)]$$

3.4 Kullanılan Yöntemlerin Etkisi

Bu tez çalışmasında, nano boyutta çelik matris ve toz metalurjisi yöntemlerinden mekanik alaşımlama yöntemi kullanılmıştır. Bu sebeple, kullanılan yöntemlerin etkisini incelemek amacıyla, çeliklerin mekanik özelliklerini geliştirmek için nanoteknoloji kullanımı ve toz metalurjisiyle üretilen çeliklerin mikroyapısı, yorulma ve kırılma davranışlarına yer verilmiştir.

3.4.1 Çeliklerin mekanik özelliklerini geliştirmek için nanoteknoloji kullanımı

Son on yılda, tane küçültmesinin polikristal malzemelerin dayanıklılığını ve tokluğunu aynı anda arttırmanın etkili bir yolu olduğu görülmüş ve çeliklerin kapsamlı mekanik özelliklerini dikkat çekici şekilde iyileştirmek için kullanılmıştır (Shi, X. et al., 2013). Ortalama tane büyüklüğü veya ağırlıklı ortalama tane büyüklüğü azaldıkça, polikristal malzemelerin (örneğin çeliklerin) akma dayanımının ve sertliğinin, Hall-Petch ilişkisine göre, büyük ölçüde artması beklenmektedir. Tane büyüklüğü nanometre aralığına küçüldükten sonra ters Hall-Petch ilişkisi gözlemlenebilir. Nano taneli çeliğin mikroyapısında son derece yüksek tane sınırı bulunmaktadır; bu nedenle deformasyon mekanizmasını tane kütlesi yerine tane sınırı etkilemektedir. Tane küçültmesi çelikler için yüksek dayanım elde etmenin ana yolu olmaktadır (Lesuer, D. et al., 2010; Shi X. et al., 2013).

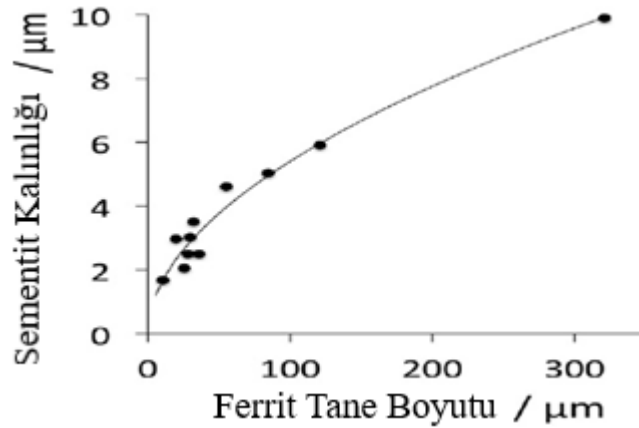
Çeliklerin mikroyapısında ince partiküller kullanılması, ısıdan etkilenen bölgelerin, lokalize tane büyümesiyle çeşitli derecelerde gevrekleşme ve lokal olarak yumuşama etkisi gösterme eğilimine yol açmaktadır. Isıdan etkilenen bölgelerin tanelerini inceltmek ve tokluğunu arttırmak için oksit dağılımıyla mukavetlendirme (ODS), çeliğe nanopartikülleri ekleme vb. yöntemler kullanılabilir (Lei, Y. et al., 2007; Mann, S. et al., 2006). Yüksek sıcaklıklarda gerçekleşen tane irileşmesi, tane sınırı ayrımı ve çeşitli çekme direnci etkileri (Malow, T.R. et al., 1997; Matsuia, K. et al. 2006) veya tanelerin içindeki nano ikizlenme sınırlarının tane sınırları modifikasyonu ile engellenebilir (Li, X. et al., 2010). Bu mekanizmaların tümü yüksek mukavemetli çeliğin sünekliğinin korunmasını sağlamaktadır (Shi, X. et al., 2013).

Nanoteknoloji, yüksek mukavemetli çeliklerin sünekliğini önemli ölçüde arttırmak için potansiyel bir çözüm sağlamaktadır; çünkü nanokompozit çelikler dislokasyon hareketinden ziyade kayma ve difüzyon gibi tane sınırı mekanizmalarıyla deforme olmaktadır. Tane küçültmesi ve

mikron veya nano boyutta γ taneleri oluşumunu sağlayan faz dönüşümü kaynaklı plastiklikle (TRIP) birlikte çeliğe mukavemet, süneklik ve deformasyon sertleşmesi (pekleşme) kabiliyeti açısından olağanüstü nitelikler sağlamaktadır. Ancak, kısmi ergime nedeniyle karbür çökeltileri oluşmakta ve tane sınırlarında meydana gelen karbür çökeltileri iri boyuttaysa, paslanmaz çeliğin sürünme-yorulma direncini ve kırılma direncini düşürürken; daha küçük boyuttaki karbürler ise, tanelerin büyümesini engellemekte ve paslanmaz çeliğin çarpma özelliğini ve dayanımını önemli ölçüde iyileştirmektedir (Lo, K. H. et al., 2009; Shi, X. et al., 2013).

Nanoteknolojinin kullanımıyla, fazların dönüşümü veya deformasyon kinetiği yoluyla çeliklerin istenen mikroyapılarının elde edilmesi veya nano ölçeğe kadar kilit kimyanın kontrol edilmesiyle, çeliklerin mekanik özelliklerinde ve korozyon direncinde kayda değer gelişmeler sağlanmıştır. Tane büyüklüğü ve dağılımını, mikroyapının heterojenliğini ve derecesini kontrol ederek (örneğin, miktar, morfoloji ve nano fazların dağılımı), kuvvet/tokluk birlikteliği ve çeliklerin diğer özellikleri büyük ölçüde artırılabilir (Bhadeshia, H. et al., 2017).

Şekil 3.19'da ferrit tane büyüklüğü ile sementit kalınlığı üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Tane küçültmesi, aynı zamanda ince sementit parçacıklarına da yol açmakta ve ferrit tane büyüklüğü küçüldüğünde tokluk artmaktadır. Benzer mantık, bey nitik ferrit ve karbonla zenginleştirilmiş kalıntı östenit karışımları için de geçerlidir. Karışımın ($\alpha_b + \gamma$) genel olarak inceltilmesinin sertlikte bir iyileşmeye yol açmaktadır (Bhadeshia, H. et al., 2017).

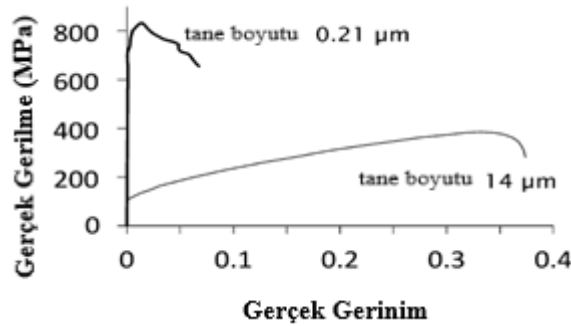


Şekil 3.26. Ferrit tane büyüklüğünün sementit kalınlığına göre değişimini gösteren diyagram (Tane küçültmesi, aynı zamanda ince sementit parçacıklarına da yol açmaktadır, böylece tokluğun iyileşmesi beklenmektedir) (Bhadeshia, H. et al., 2017).

Gerilmede sayesinde oluşan sünek kırılma; genellikle çekirdeklenme, boşlukların büyümesi ve kırılmasından oluşmaktadır. Ancak, gerilme

uzamasında, homojen olarak dağıtılan plastik gerilme sayesinde numune homojen bir şekilde deforme olmaktadır. Deformasyon elbette çeliği sertleştirmektedir; ancak, bir noktada sertleştirme hızı bölgedeki azalmayı dengelemek için yeterli değildir, bu yüzden deformasyon boyunlanmaya yol açmaktadır. Bu durum, mühendislik gerilmesinin maksimumuna ulaştığı ve kırılmanın kaçınılmaz hale geldiği noktadır. İyi bir çelikte, uzamanın çoğunluğu homojen olmalıdır (Bhadeshia, H. et al., 2017).

Şekil 3.27, tamamen ferritik çelik üzerinde yapılan iki gerilme testini göstermektedir. Tane boyutu küçüldüğü zaman mukavemet açık bir şekilde artmaktadır; ancak plastik kararsızlık akma meydana gelir gelmez devreye girdiği için uniform uzama gözlenmemektedir. Buna karşılık, aynı çelik daha iri taneli bir yapıya sahip olduğu zaman, deformasyon sertleşmesi (pekleşme) ve dikkate değer uniform süneklik göstermektedir. Deformasyon sertleşmesi mekanizması, öncelikle dislokasyonların çoğalmasındadır. İnce taneli numuneler, deformasyon sertleşmesi kabiliyetinden yoksundur; çünkü dislokasyon etkileşimleri iri taneli bir numunede olduğu gibi gelişecek alana sahip olmayabilir ve dislokasyon yoğunluğu bitişik sınırlara gömülü olan kusurlarla azaltılabilir (Bhadeshia H. et al., 2017).



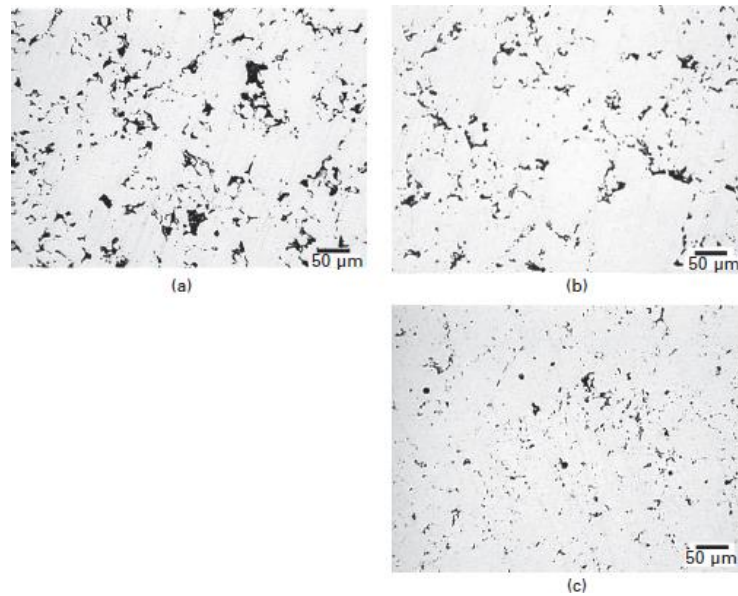
Şekil 3.27. İki farklı ferrit tane büyüklüğüne sahip arayer atomsuz ferritik çelik üzerinde gerçekleştirilen çekme testlerine ait diyagram (Bhadeshia, H. et al., 2017).

3.4.2 Toz metalurjisiyle üretilen çeliklerin mikroyapısı, yorulma ve kırılma davranışları

Toz metalurjisiyle üretilip sinterlenen çelikler; düşük maliyet, yüksek performans ve net şekle yakın işlemden geçirilme kabiliyetleri nedeniyle birçok uygulamada dövme çeliklerinin yerini almaktadır. Bu malzemelerin kırılma ve yorulma davranışı çok önemlidir. Sinterlenmiş çeliğin mekanik davranışını etkileyen parametreler; gözeneklilik, mikroyapı ve kalıntı gerilmeler olarak sıralanabilir (Chawla, N. et al., 2013)

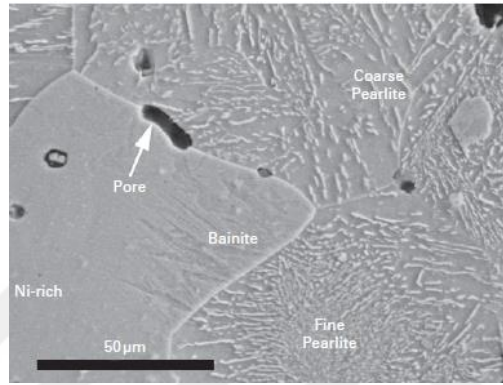
Toz metalurjisi çeliklerinin ve sinterlenmiş malzemelerin mikroyapısında, tipik olarak, bu malzemelerin mekanik özelliklerine oldukça zararlı olan sinterleme sonrası kalıntı gözeneklilik bulunmaktadır (Salak, A., 1997; Hadrboletz, A. et al., 1997). Gözeneklilik; ham yoğunluk

(basınç uygulanan yapının yoğunluğu), sinterleme sıcaklığı ve süresi, alaşım ilavesi ve başlangıç tozlarının partikül büyüklüğü gibi çeşitli parametreler tarafından kontrol edilmektedir (Salak, A., 1997). Özellikle, gözenekliliğin oranı, büyüklüğü, dağılımı ve morfolojisi, malzemelerin mekanik davranışı üzerinde önemli bir etkiye sahiptir (Hadrboletz, A. et al., 1997; Polasik, S. J., et al., 2002). Genel olarak, sinterlenmiş demir alaşımlarında gözeneklilik çift durumlu olup, birincil veya ikincil gözenekliliğe bölünebilir. Birincil gözeneklilik, sinterleme sırasında tam densifikasyondan daha az sonuçlanan toz istiflenme özellikleri nedeniyle daha büyük gözeneklerden oluşmaktadır. Diğer yandan, ikincil gözeneklilik, sinterleme sırasında oluşan bir veya daha fazla alaşım ilavesinin geçici sıvı fazından kaynaklanan, çok daha küçük gözeneklerden oluşmaktadır. Demir içeren toz metalurji alaşımları, kalıntı gözeneklilik ve toz partiküllerinin heterojen dağılımı ve sinterleme sırasında alaşım ilavelerinin tamamlanmayan difüzyonuna bağlı olarak gelişen heterojen bir mikroyapıya sahiptir (Salak, A., 1997). Örneğin, grafit tipik olarak toz metalurjisiyle üretilen çeliklerde bir karbon kaynağı olarak kullanılmaktadır; bu nedenle karbon içeriği ve/veya soğutma oranındaki yerel değişimlerden kaynaklanan beynit, iri ve ince perlitten oluşan bir mikroyapı oluşmaktadır. Diğer taraftan, nikel, sinterleme sırasında katı halde kalmaktadır. Nikel baskın bir şekilde gözeneklerin çevresinde bulunan heterojen mikroyapıya katkıda bulunmakta ve yalnızca kısmen demirin içine yayılmaktadır (Polasik, S. J., et al., 2002). Bu nedenle, toz metalurjisiyle üretilen çeliklerde mikroyapı, uygulanan gerilme altındaki hasarın başlangıcında ve evriminde kesinlikle rol oynamaktadır (Chawla N. et al., 2013b).



Şekil 3.28. Toz metalurjisiyle üretilen çeliklerin üç farklı yoğunluktaki mikroyapısı: (a) 7.0 g cm^{-3} , (b) 7.4 g cm^{-3} ve (c) 7.5 g cm^{-3} (En düşük yoğunlukta daha yüksek gözeneklilik oranının yanı sıra daha büyük, daha düzensiz gözenekler bulunmaktadır) (Chawla, N. et al., 2013b).

Şekil 3.28'de görüldüğü gibi, en düşük yoğunluktaki gözenekler, diğer iki alaşımdaki gözeneklerden çok daha büyük ve düzensiz olup; ayrıca partiküller arasındaki boşluklar boyunca daha kümelenmiş ve ayrılmıştır. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenen çelikte, gözeneklerin çevresi etrafında perlit (iri ve ince), beynit ve Ni açısından zengin östenit içeren fazları olduğu görülmüştür (Şekil 3.29). Uygulanan sinterleme sıcaklıkları, nikelin bir sıvı oluşturmaya neden olacak kadar yüksek değildir, bu nedenle yalnızca nikelin katı hal difüzyonu gerçekleşmektedir (Chawla, N. et al., 2013b).



Şekil 3.29. Toz metalurjisiyle üretilen çelikte; perlit, beynit ve Ni bakımından zengin östenit içeren mikroyapısal fazlar (Chawla, N. et al., 2013b).

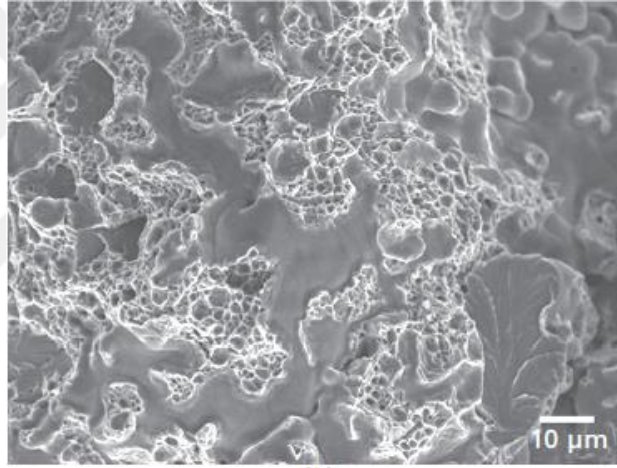
Monotonik çekme gerilmesi altında, gözeneklilik, etkili yük taşıyan kesit alanını azaltmakta ve gerinim lokalizasyonu ve hasarı için bir gerilme bölgesi olarak işlev görmekte ve hem mukavemeti hem de sünekliği azaltmaktadır (Hadrboletz, A. et al., 1997). Gözeneklilik oranındaki (>%5) bir artışta gözenekler birbirine bağlantıda olma eğilimindedir. Bağlantılı gözenekler, partiküller arasında nispeten daha küçük sinterlenmiş bölgelerde gerinim lokalizasyonunda bir artışa neden olurken; izole gözenekler daha homojen deformasyona neden olmaktadır. Malzemedeki gözeneklilik dağılımı homojen değildir ve gerinim lokalizasyonu gözenek kümelerinde gerçekleşmektedir (Danninger, H. et al., 1993; Chawla, N. et al., 2013b)

Alaşımın monotonik davranışları, gözeneklilik oranı ve gözenek morfolojisinden etkilenmektedir. Yoğunluğun artması, Young modülünde, orantılı limit geriliminde veya %2 zorlama geriliminde (gerilme-gerinim eğrisinin doğrusal elastik bölümünden %2'lik bir sapma ile ölçülen malzemedeki akma başlangıcı olarak alınan), çekme dayanımı ve kopma uzamasında bir artışa neden olmaktadır (Tablo 3.2). Orta derecede bir gözeneklilik oranı bile (~%10–12), mukavemette ve kopma uzamasında önemli bir düşüşe neden olmaktadır (Chawla, N. et al., 2013b).

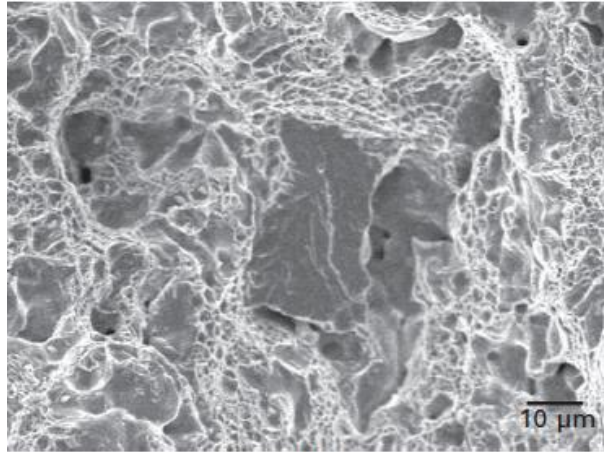
Tablo 3.2. Fe–Mo–Ni çeliğın çekme dayanımı (Chawla, N. et al., 2013b).

Yoğunluk (g cm ⁻³)	Young modülü (GPa)	Orantılı limit gerilimi (MPa)	Maksimum çekme dayanımı	Kopma uzaması (%)
7	138.6±1.2	160±19.4	570.6±8.1	2.1±0.1
7.4	171.6±0.8	189±8.1	745.2±24	4.6±0.4
7.5	182.6±1.9	196.4±9.3	784.4±16.3	6.5±0.7

Şekil 3.30a’da görüldüğü gibi, en düşük yoğunlukta, çekme kırılması, öncelikle malzemenin sinterlenmiş boyunlarındaki lokalize boşluk çekirdeklenmesi ve büyümesi ile gerçekleşmektedir. Bununla birlikte, daha yüksek yoğunluklarda, tamamen yoğun olan perlitik tanelerin kırılmanın yanı sıra, sünek yırtılması ve kırılma, tamamen yoğun malzemelerin özelliklerinden daha karakteristiktir (Şekil 3.30b) (Chawla, N. et al., 2013b).



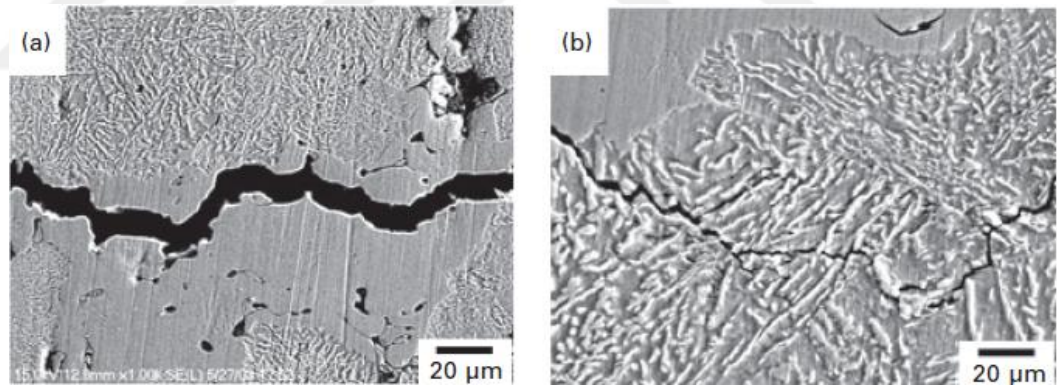
(a)



(b)

Şekil 3.30. (a) 7.0 g cm⁻³ ve (b) 7.5 g cm⁻³ alaşımlarının çekme kırılması (Düşük yoğunlukta lokalize boşluk büyümesi, yüksek yoğunlukta boşluk büyümesi ve kırılma bölünme kırığı kombinasyonu gözlenmektedir) (Chawla, N. et al., 2013b).

Porozite (gözeneklilik), aynı zamanda yorulma davranışını da önemli ölçüde etkilemektedir; ancak porozitenin yorulmadaki rolü monotonik çekmeden oldukça farklıdır. Birçok araştırmada (Hadrboletz, A. et al., 1997; Polasik, S. J., et al., 2002; Christian, K.D. et al., 1995; Lindstedt, U. et al., 1997), çatlak başlangıcının numune yüzeyinde veya yakınında bulunan gözeneklerde veya gözenek kümelerinde olduğu bildirilmiştir. Gözeneklerdeki, özellikle de yüzey gözeneklerindeki nispeten yüksek gerilme, çatlak başlangıcına yol açan lokalize kaymaya neden olmaktadır. Gözeneklilik oranı, gözeneklerin büyüklüğü, şekli ve açıklığı, toz metalurjisiyle üretilen malzemelerinin yorulma davranışını kontrol eden önemli parametrelerdir (Christian, K.D. et al., 1995). Genel olarak, düzensiz gözenekler, mükemmel yuvarlak gözeneklerden daha fazla gerilmeye sahiptir (Salak, A., 1997). Gözenekler aynı zamanda, gözenekler arası ligamentler sayesinde çatlak ilerlemesi için bağlantı bölgeleri görevi görmektedir (Hadrboletz, A. et al., 1997; Polasik, S. J. et al., 2002). Küçük çatlaklar, yorulma sırasındaki gözeneklerden çekirdeklenmekte ve yorulma kırılmasına yol açan daha büyük bir çatlak oluşturmak üzere birleşmektedir (Polasik, S. J. et al., 2002). Mikroyapının heterojen olması, çatlak eğriliğine katkıda bulunmaktadır. Partikül sınırları, ince perlit ve nikel bakımından zengin bölgeler gibi mikroyapısal engeller, çatlak durdurma ve çatlak sapmasına neden olmaktadır (Chawla, N. et al., 2013b).



Şekil 3.31. Heterojen mikroyapı yoluyla yorulma çatlak davranışı: (a) Ni bakımından zengin bölge ve (b) perlit (Çatlak, Ni bakımından zengin bölgelerde yayılmakta, ancak iğnemsiz Fe₃C sayesinde perlit ile bükülmekte ve sapıtılmaktadır) (Chawla, N. et al., 2013b).

Toz metalurjisiyle üretilen çeliklerinin heterojen mikroyapıları da bu malzemelerdeki yorulma çatlak büyümesi üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Yorulma çatlama, çatlak ucundaki faza/fazlara önemli derecede bağlıdır (Şekil 3.31) (Chawla, K.K. et al., 2006). Ni bakımından zengin bölgeler için, çatlaklar doğrusal biçimde yayılma eğilimindedir; bu da Ni açısından zengin bölgelerin çatlak yayılmasına karşı çok az direnç gösterdiğini veya hiç direnç göstermediğini göstermektedir. Bu durum, Ni bakımından zengin fazın çok yumuşak olduğunu belirterek, Ni açısından

zengin östenit fazları olabileceğini gösteren Vickers sertlik verileriyle de desteklenmektedir (Prasad, S. N. et al., 2003). Perlit bölgeleri için, çatlakları köprüleyen ferrit matrisindeki bazı Fe_3C partiküllerle, çatlaklar yüksek derecede sapma eğilimindedir. Ni bakımından zengin bölgelerin içindeki gözenekler ayrıca ikincil çatlaklar için çekirdeklenme bölgeleri olarak da işlev görebilmektedir. Çatlak ucundan önceki gözeneklerden kaynaklanan bu çatlaklar, çoğunlukla ana çatlaklara katılmaktadır (Polasik, S. J. et al., 2002; Prasad, S. N. et al., 2003). Çatlak sapması nedeniyle; iri perlit, ince perlit ve beynit boyunca ilerleyen çatlakların tümü, yorulma direncinde büyük artışlara neden olmaktadır. Çatlak durdurma sıklıkla gerçekleşmekte ve ayrıca dallanma yoluyla çatlak sapmasına neden olmaktadır (Chawla, N. et al., 2013b).

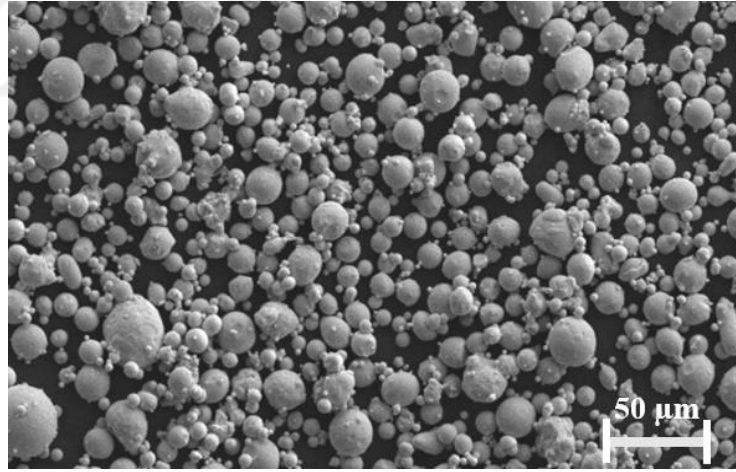
Tablo 3.3. Mikroyapıdaki mikro bileşenlerde oluşan çatlak büyümesi (4×10^{-9} m /döngü nominal çatlak büyümesi) (Chawla, N. et al., 2013b).

Faz	Yorulma çatlak büyüme oranı (10^{-8} m/döngü)	Toplam çatlak yolu oranı (%)
Ni bakımından zengin	1,74±0,89	35,9
İri perlit	0,55±0,04	41,7
İnce perlit	0,18±0,04	19,0
Beynit	0,08±0,01	3,5

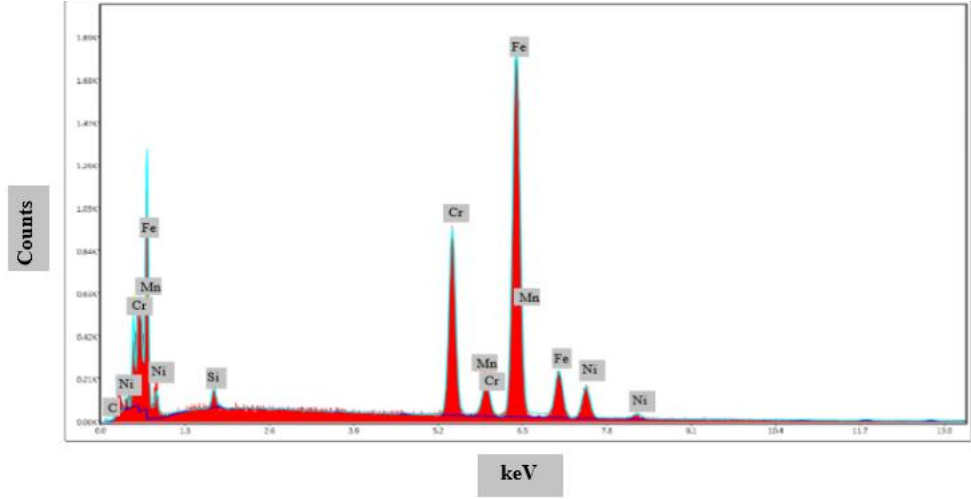
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1 Kullanılan Malzemeler

Literatürde yapılan çalışmalarda, TRIP matris kompozitlerin üretiminde matris olarak östenitik, yarı kararlı ve genellikle 16Cr-6Mn-9Ni, 16Cr-6Mn-6Ni, 16Cr-6Mn-3Ni kimyasal bileşimine sahip TRIP çelikleri kullanılmaktadır (Guk, S. et al., 2014a, 2014b; Eckner, R. et al., 2016; Linderov, M. et al., 2014; Weidner, A. et al., 2015). TRIP matris kompozitlerde, SFE'nin düşük olması α' martenzit dönüşümünün gerçekleşmesini etkileyen belki de en önemli parametredir (Bhadeshia, H. et al., 2017; Jahn, A. et al., 2009). Bu nedenle, bu tez çalışmasında matris malzemesi olarak, SFE'nin düşük olması amacıyla Ni oranı (ağırlıkça %) 8-10,5 olan, (17Cr-Mn-8Ni) östenitik, yarı kararlı, 25 ± 14 μm boyutlarında küresel formda 304L paslanmaz çelik tozları kullanılmıştır (Şekil 4.1, 4.2 ve tablo 4.1). Üretilecek olan kompozit malzemenin sertlik ve basma dayanımı gibi mekanik özelliklerinin yüksek olması amacıyla da takviye malzemesi olarak 40 ± 12 nm boyutlarında (ancak tedarik sürecinde topaklanmış halde mikro boyutta) Y_2O_3 ile stabilize edilmiş seramik ZrO_2 partikülleri kullanılmıştır (Şekil 4.3, 4.4).



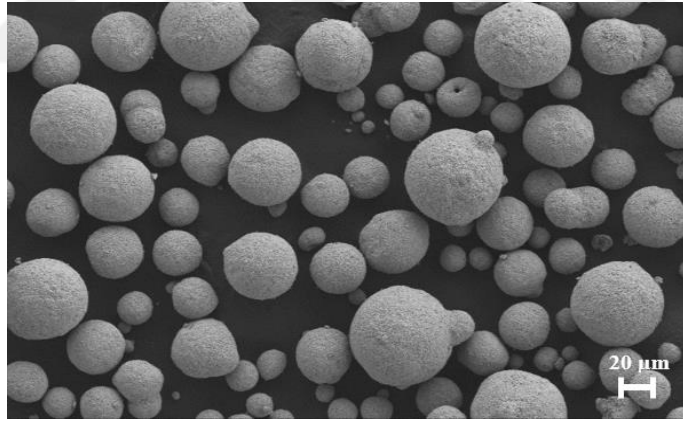
Şekil 4.1. 304L paslanmaz çeliğin SEM görüntüsü.



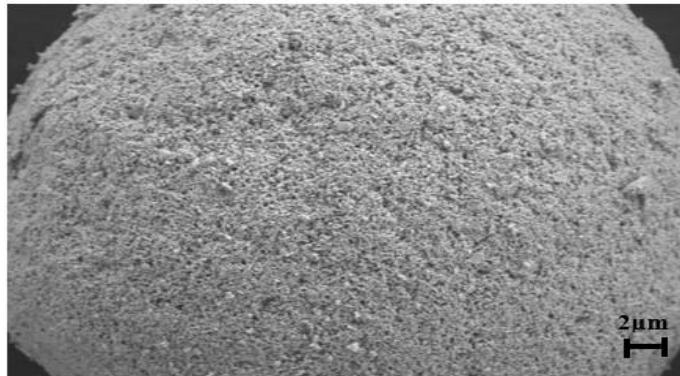
Şekil 4.2. Çeliğin EDS analizi.

Tablo 4.1. 304L paslanmaz çeliğin kimyasal bileşimi (ağırlıkça %).

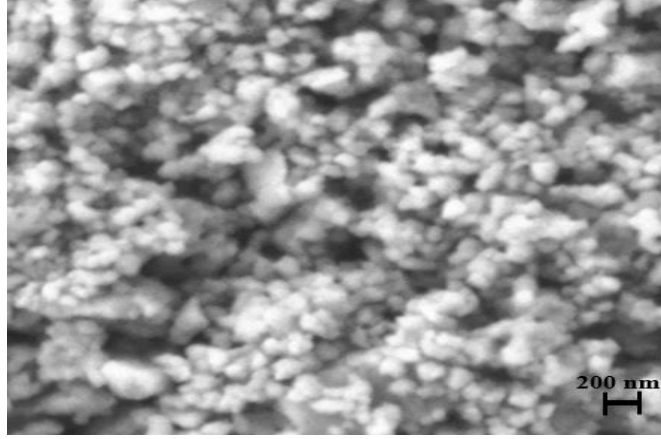
Cr	Mn	Ni	C	P	S	Si	Fe
17,85	1,21	7,1	0,03	0,045	0,03	1,06	72,68



(a)

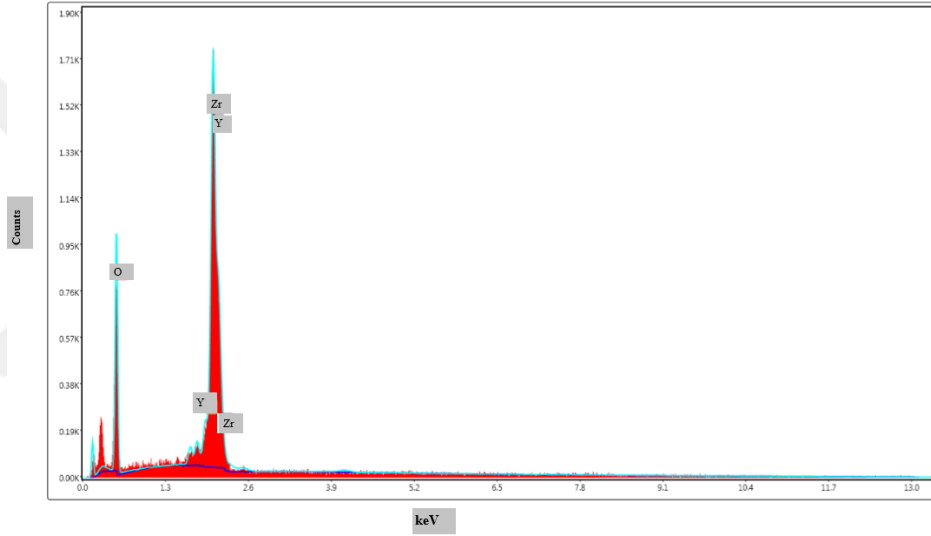


(b)



(c)

Şekil 4.3. Tedarik sürecinde a) ve b) topaklanmış halde mikro boyutta, c) 40 ± 12 nm boyutlarında Y_2O_3 ile stabilize edilmiş ZrO_2 'un SEM görüntüleri.



Şekil 4.4. Y_2O_3 ile stabilize edilmiş ZrO_2 'un EDS analizi.

4.2 Malzeme Üretimi

304L paslanmaz çeliği tozları, Y_2O_3 ile stabilize edilmiş ZrO_2 takviye partikülleri ile ağırlıkça % 1, 2, 3, 4 ve 5 oranlarında karıştırılmış ve içerisine mekanik alaşımlama işlemi sırasında matris tozları ve takviye partikülleri arasındaki soğuk kaynak etkisini azaltmak ve birbirleriyle kümelenmeleri engellemek amacıyla 304L- ZrO_2 karışımına proses kontrol ajanı (PCA) olarak ağırlıkça %2 streaik asit ilave edilmiştir. Hazırlanan karışım, içerisinde toz-bilya oranı ise 1:20 olacak şekilde 10 mm çapında krom çelik bilyaların bulunduğu 304L paslanmaz çelik kaplara konulmuş ve koruyucu atmosfer olarak argon atmosferinde, planet bilyalı mekanik öğütme (alaşımlama) cihazında, 160 rpm dönme hızında aktif olarak 2 saat mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulmuştur (Şekil 4.5). Mekanik alaşımlama işlemi sırasında sürtünme gibi nedenlerden dolayı çalışma ortamında ve dolayısıyla toz ve partiküllerde oluşabilen ve tozların özelliklerini olumsuz

yönde etkileyebilen aşırı sıcaklık artışını önleyebilmek için her 45 dakikalık alaşımlama işlemi sonrasında 30 dakikalık dinlendirme işlemi uygulanmıştır. Mekanik alaşımlanmış tozlar, SFE'nin düşük olmasını sağlamak amacıyla 1000 MPa'lık bir basınç altında soğuk (oda sıcaklığında) olarak preslenmiştir. Daha sonrasında, soğuk olarak preslenmiş tozlar, tüp fırında 5dk/°C ısıtma hızında 1280°C supersolidus sıcaklığında 2 saat sinterlenmiştir (Şekil 4.6). Sinterleme sonrası numuneler fırında soğumaya bırakılmıştır. Sonuçta 5 mm çapında, öğütülmemiş ve öğütülmüş takviyesiz 304L numunelerle birlikte ağırlıkça farklı oranlarda Y_2O_3 ile stabilize edilmiş nano boyutta ZrO_2 takviyeli 304L- ZrO_2 kompozit numuneler üretilmiştir (Tablo 4.3).



Şekil 4.5. Planet bilyalı öğütme cihazı ve 304L paslanmaz çelik kap.



Şekil 4.6. Sinterleme işleminin gerçekleştirildiği Ar atmosfer korumalı tüp fırın.

Tablo 4.2. Üretilen TRIP matris kompozit numunelerdeki ZrO_2 takviye oranları ve öğütülme durumları.

Numune No	Öğütülme Durumu	304L	Y_2O_3 ile stabilize edilmiş ZrO_2 (Ağr. %)	PCA (%2 Steraik Asit)
1	-	98	-	2
2	+	98	-	2
3	+	97	1	2
4	+	96	2	2
5	+	95	3	2
6	+	94	4	2
7	+	93	5	2

4.3 Deneyler

4.3.1 Basma Testi

Tez kapsamında üretilen numunelerin basma dayanımlarını belirlemek için numunelere, 0,02 m/sn hızda basma testi uygulanmış ve cihazın kapasitesine bağlı olarak 240 kN'luk basma yüküne ulaştığında test durdurulmuştur (Şekil 4.7).



Şekil 4.7. Basma testinin gerçekleştirildiği basma cihazı SHIMADZU EHF-EV200k2-040-0A.

4.3.2 Sertlik Testi

Üretilen numunelerin sertlik değerlerinin belirlenmesi amacıyla numunelere 2.5 mm çapında sertleştirilmiş çelik bilya ile 15 sn boyunca 187.5 kgf uygulanarak Brinell sertlik testi yapılmıştır (şekil 4.8).



Şekil 4.8. Sertlik testinin gerçekleştirildiği Brinell sertlik cihazı.

4.3.3 Yoğunluk Testi

Üretilen numunelerin yoğunluk ve gözeneklilik oranlarının belirlenmesi amacıyla, teorik yoğunluk değerleri hesaplanıp, numunelerin hacmi ve kütlesi ölçülerek numunelerin deneysel yoğunluğu hesaplanmıştır. Deneysel ve teorik yoğunluk değerleri birbirleriyle karşılaştırılarak (oranlanarak) relatif yoğunluk değerleri elde edilmiştir.

4.3.4 SEM ve Optik Mikroskop Analizleri

Numuneler, 800-1000-1200'lük SiC zımpara kağıtları kullanılarak zımparalanıp, 1 µm elmas süspansiyon ile parlatılmıştır. 300 ml hidroklorik asit (HCl), 200 ml nitrik asit (HNO₃), 50 ml doymuş demir (II) klorür (FeCl₂) çözeltisi ve 2,5 g bakır (II) klorür (CuCl₂) karıştırılıp, 500 ml destile su ile seyreltilerek hazırlanan çözelti ile dağlama işlemi gerçekleştirilmiştir. Numuneler izopropil alkolle temizlenerek SEM ve optik mikroskop (şekil 4.9) analizleri yapılmıştır.



(a)



(b)

Şekil 4.9. SEM cihazları ve modelleri a) Carl Zeiss 300VP ve Apreo S, b) Thermo Scientific, c) optik mikroskop cihazı.

4.4 Sonular

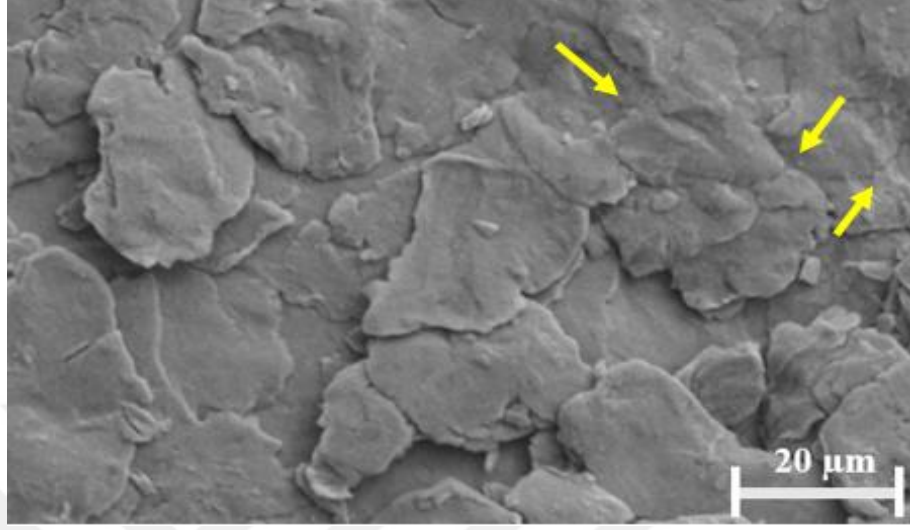
4.4.1 Mikroyapı Grntleri

4.4.1.1 Mekanik alařımlama (gtme) iřlemi sonrası mikroyapı grntleri

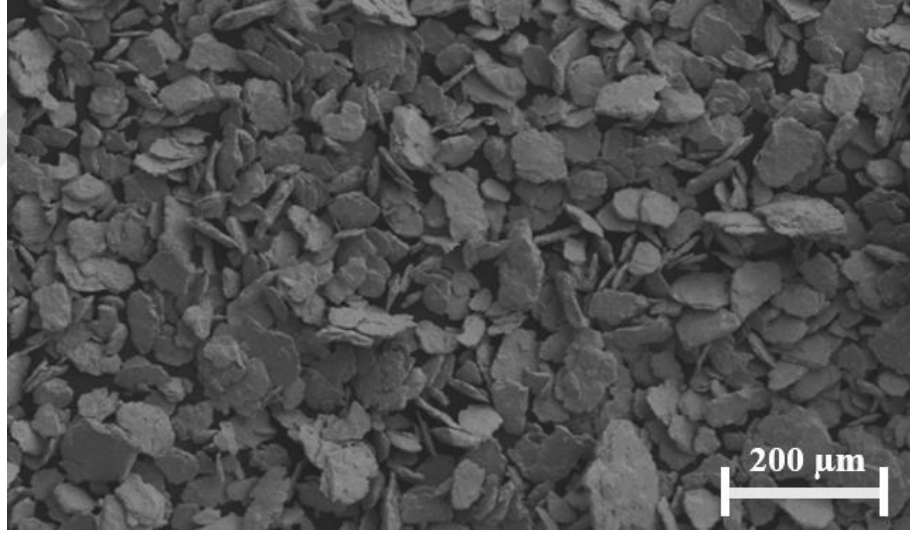
Blm 2.3.2.3'te deęinildięi gibi, mekanik alařımlama (gtme) iřleminde tozların kırılarak boyutlarının klmesi, birbirleriyle soęuk kaynak ile birleřmeleri ve sonrasında tekrar kırılarak daha kk boyutlara ulařması ařamaları gtme (alařımlama) sresince tekrarlanarak devam etmektedir (Suryanarayana, C. et al., 2013). Mekanik alařımlama iřleminde, dnme hareketiyle birlikte bilyaların sahip oldukları enerjiyi tozlara aktarmasıyla, daha snek olan elik matris tozları hem bilyaların arasında hem de bilyalarla alařımlama kabı arasında plastik deformasyona uęrayarak, kresel formdan tabaka formuna gelmektedir. Őekil 4.10a'daki SEM grntsnde, mekanik gtme iřlemi sonrasında, takviyesiz 304L tozların, plastik deformasyon sonucu olduka ince tabakalar haline geldięi ve ince ve byk boyuttaki tabakaların birbirleriyle soęuk kaynak sonucunda birleřmeye bařladıkları grlmektedir. Őekil 4.10b'deki Sem grntsnde ise, aęırlıka %1 oranında ZrO₂ partikl takviyeye sahip numunelerde de plastik deformasyona baęlı olarak tozların tabaka formuna geldięi ve mekanik alařımlanan takviyesiz tozlarla karřılařtırıldıęında %1 takviye ieren tozların daha kk boyutlarda ancak daha kalın tabakalar halinde olduęu grlmektedir. Őekil 4.10c'de de, birbirleriyle soęuk kaynak yapmıř tabakalar grlmektedir. Literatrdeki bir alıřmada, takviye partikllerinin bilya gibi davranarak matris tozlarının ve takviye partikllerinin pekleřmesine katkıda buldukları belirtilmektedir (Ravazi, Z. H. et al., 2006). Ancak takviye partikllerinin bu etkisi mikro boyutta nano boyuttakilere gre daha fazladır, nk nano boyutlu takviyeler sz konusu olduęunda sistemdeki enerji bilya etkisinin yanı sıra kmelenen takviyeleri ayırmak iin de kullanılmaktadır. Yapılan bu tez alıřması kapsamında kullanılan takviye partiklleri nano boyutta olmasına raęmen tedarik srecinde topaklanarak bir araya gelmeleri sonucu mikro boyutta olmaları, mekanik alařımlamanın ilk ařamalarında hızlı pekleřme artıřına katkıda bulunmuř olabilir. Őekil 4.10d ve e'de grldę gibi, daha dřk oranlar ya da takviyesiz durumla karřılařtırıldıęında yksek takviye partikl oranlarında azalan plastik deformasyon kabiliyetiyle birlikte pekleřme hızındaki artıř, dolayısıyla gevrekleřmeye baęlı olarak daha kk boyutta ve eř eksenli tozlar elde edilmiřtir. Bu arada řunu belirtmek gerekir ki, alařımlama iřlemi topak halde bulunan takviye partiklleri alařımlama sırasında daęılarak mikron boyuttan nano boyuta dřtklerinden, nano boyutlu takviyelerin (alařımlanmak zere karıřtırılan) tozların boyutlarının klmesi zerinde etkisi kalmamaktadır.

Sonuç olarak, mekanik alařımlanan matris tozları ve takviye partikllerinin boyut ve řekilleri takviye partikl oranındaki artıřa baęlı

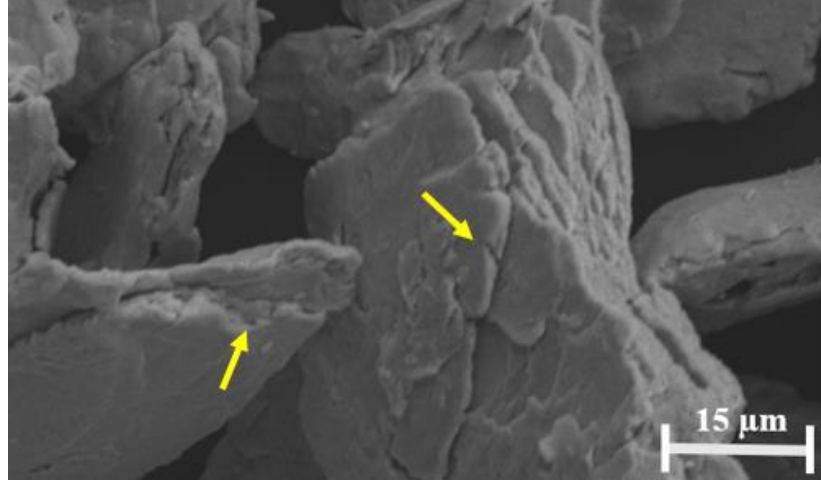
olarak deęişmektedir. Takviye partikül oranı arttıkça plastik deformasyon kabiliyeti, pekleşme ve soęuk kaynak olaylarına baęlı olarak alaşımlanan toz ve partikül boyutları daha küçük boyutlu ve eşeksizli olmaktadır.



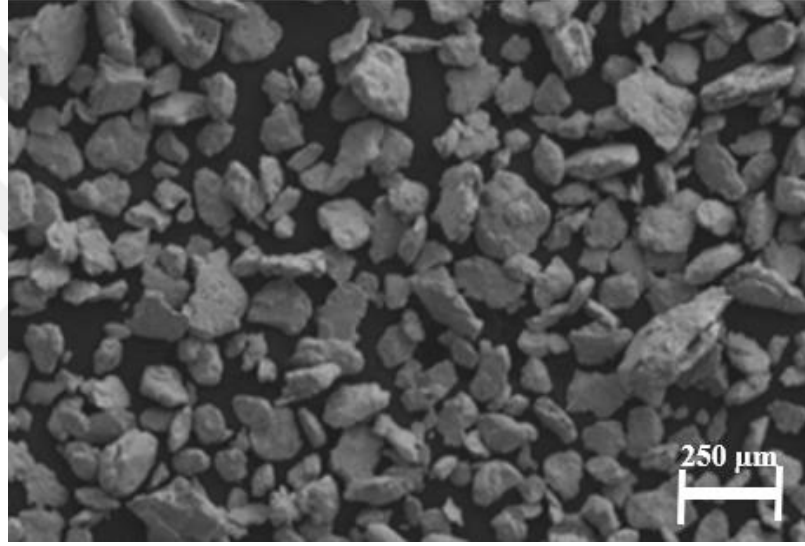
(a)



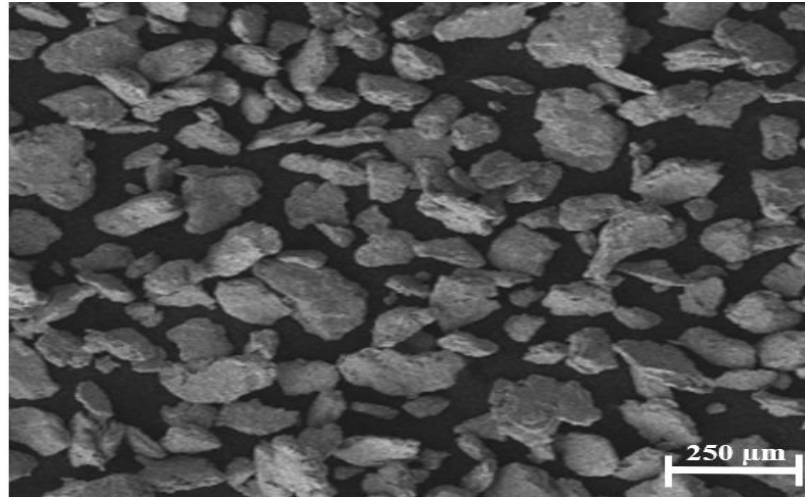
(b)



(c)



(d)

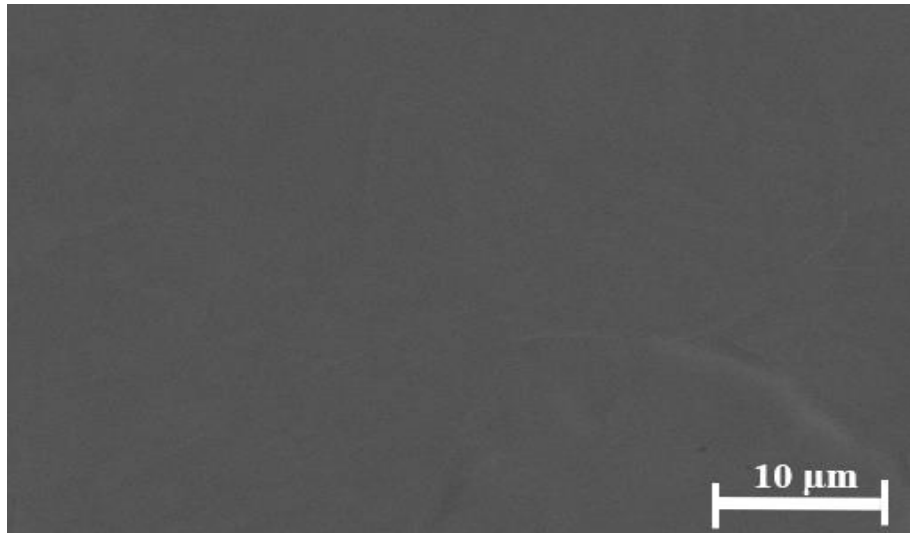


(e)

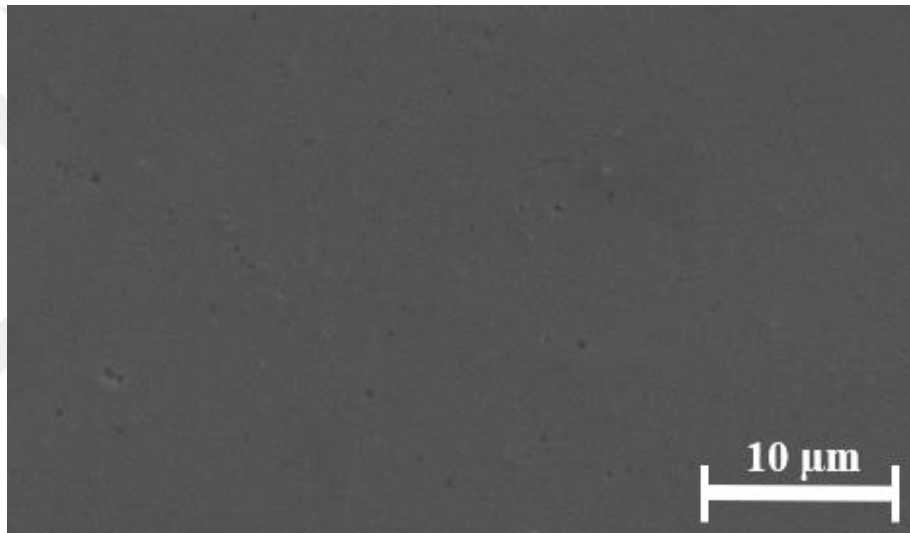
Şekil 4.10. a) Takviyesiz, ağırlıkça b) %1, c) %1 (yakın çekim), d) %3 ve e) %5 ZrO₂ takviye oranlarında mekanik alaşımlanmış (öğütülmüş) TRIP matris kompozitlerin SEM görüntüsü.

4.4.1.2 Soğuk presleme ve sinterleme işlemi sonrası mikroyapı görüntüleri

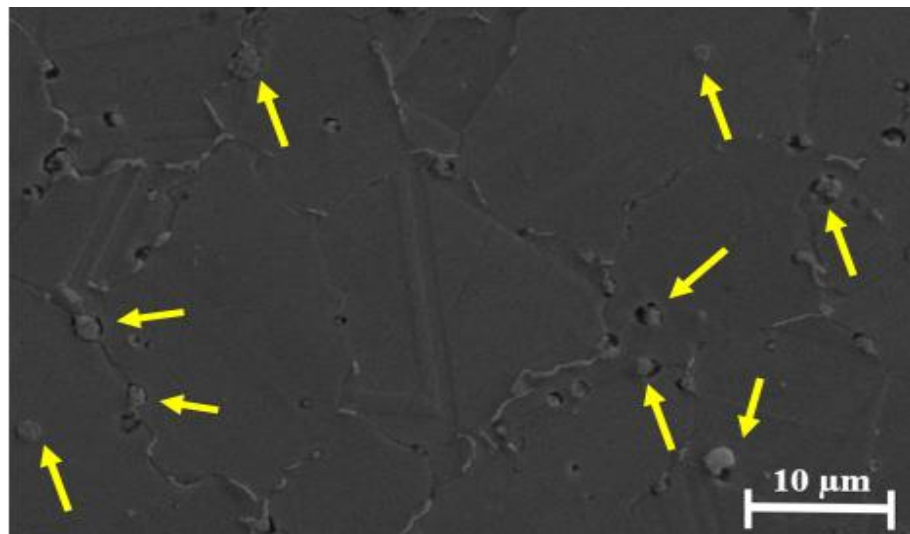
Şekil 4.11’de ağırlıkça %1’den 5’e kadar farklı oranlarda nano boyutta ZrO₂ partikülleri içeren kompozitlerin mikroyapı görüntüleri verilmiştir. Şekil 4.11a’da verilen SEM görüntüsü incelendiğinde, takviyesiz 304L tozlarının sinterleme işlemi sonrasında oldukça yoğun bir yapıda olduğu, gözenek ve/veya boşluk gibi yapılara nerdeyse hiç rastlanmadığı görülmektedir. Bu durum, takviyesiz numunede soğuk presleme sırasında plastik deformasyon kabiliyetinin hala yüksek olabileceğini ve sinterleme işlemi sonrasında da seçilen sinterleme sıcaklığına bağlı olarak oldukça yüksek bir yoğunluğa erişilebildiğini göstermiş olabilir. Deneysel kısımda belirtildiği gibi, sinterleme sıcaklığı olarak supersolidus sıcaklığı olan 1280°C seçilmiştir. Bu sıcaklık değerinde, katı fazın yanında az miktarda gerçekleşen sıvı faz boşlukların kapanmasına katkıda bulunmuş olabilir. Ağırlıkça %1 oranında ZrO₂ takviye partikül ilavesiyle birlikte ZrO₂ partiküllerinin mikroyapıda homojen bir şekilde dağıldığı şekil 4.11b’de görülmektedir. Sinterleme sonrasında numunelerde görülen gözenek ve/veya boşluk oluşumu; sert seramik takviye partiküllerinin mekanik öğütme sırasında toz karışımının daha fazla gevrekleşmesine neden olduğu için karışımdaki tozların soğuk presleme sırasında yeteri kadar sünek olmaması nedeniyle, yeterli plastik deformasyona uğrayarak boşlukları kapatamaması ve takviye oranının daha fazla artmasının takviye partiküllerinin kendi aralarında kümelenme miktarını da arttırmış olmasıyla ilişkilendirilebilir (Şekil 4.11b). Şekil 4.11c’de görüldüğü gibi, ağırlıkça %3 takviyeli kompozit numunede nano boyutlu ZrO₂ partikülleri kendi aralarında kümelenerek tane sınırlarına yerleşmişlerdir. Takviye partiküllerinin kendi aralarında kümelenmeleri ve bu takviye kümelerinin özellikle tane sınırlarında bulunması halinde, kompozit malzemelerin mekanik özellikleri olumsuz yönde etkilenmektedir (Mazen, A. A. et al., 2000). Takviye oranındaki daha büyük artışla birlikte takviye kümelerinin miktarının ve kümelerin büyüklüklerinin de arttığı görülmektedir. SEM görüntüleri incelendiğinde, takviye kümenlenmelerinin hem tane içlerinde hem de tane sınırlarında meydana geldiği görülmektedir. Şekil 4.11c ve d’de, takviye kümelenmeleri sarı oklarla ve kümelenmelerin matristen kopmasıyla oluşan boşluklar ise mavi oklarla gösterilmiştir.



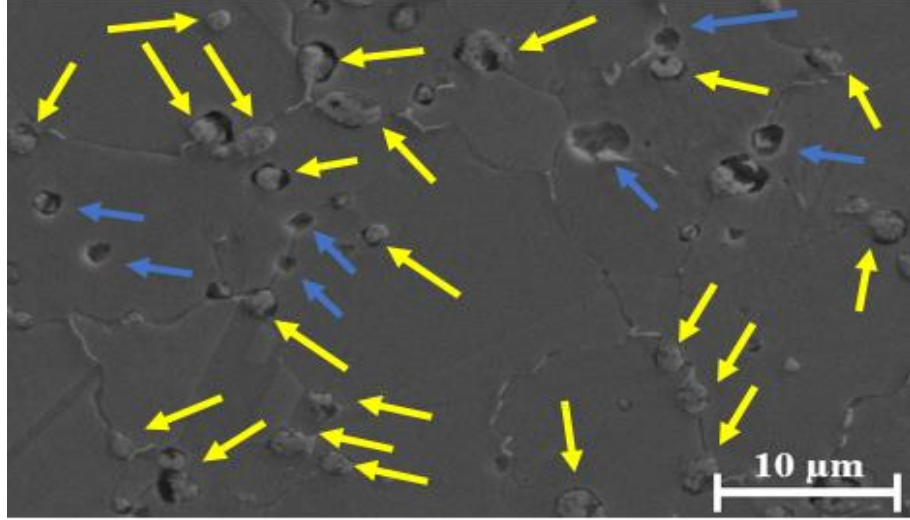
(a)



(b)



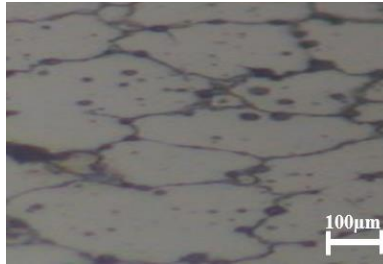
(c)



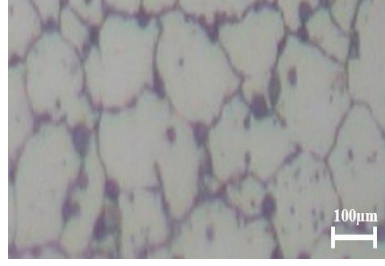
(d)

Şekil 4.11. TRIP matris kompozitlerde a) takviyesiz ve ağırlıkça b) %1, c) %3, d) %5 ZrO_2 takviye içeren TRIP matris kompozitlerin nano boyutlu ZrO_2 partiküllerinin dağılımına ait SEM görüntüleri (takviye kümelenmeleri sarı oklarla ve kümelenmelerin matristen kopmasıyla oluşan boşluklar ise mavi oklarla gösterilmiştir).

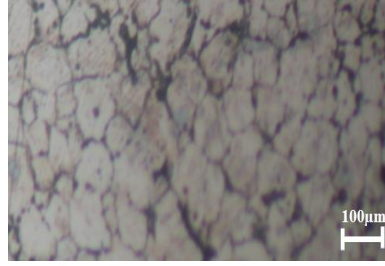
Sinterleme işlemi sonrasında numunelerden alınan optik görüntüler gözenek vb. dışında üretilen malzemelerin tane boyutları hakkında da bilgi vermektedir. Şekil 4.12 ve 4.13'te verilen optik mikroyapı görüntülerinden, takviye miktarındaki artışla birlikte tane boyutunun küçüldüğü, takviye küme miktarı, boyutu ve gözenek ve/veya boşluk miktarının arttığı görülmektedir. Takviye miktarındaki artış, takviye partiküllerinin Hall-Petch vb. etkilerden dolayı tane boyutunun küçülmesini sağlamasının yanında mekanik alaşımlama sırasında da daha küçük tane boyutu oluşumuna katkıda bulunmuş olabilir.



(a)

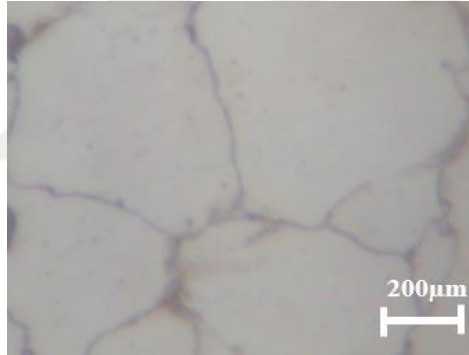


(b)

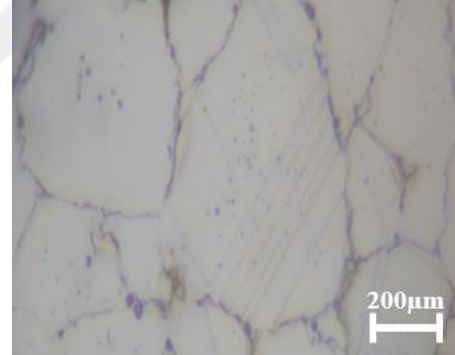


(c)

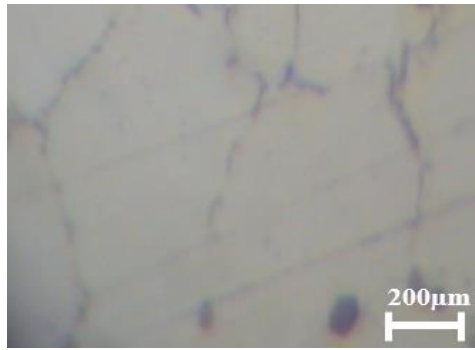
Şekil 4.12. Ağırlıkça a) %1, b) %3, c) %5 ZrO_2 takviye içeren TRIP matris kompozitlerin tane boyutları ve tane sınırlarına ait optik mikroskop görüntüleri.



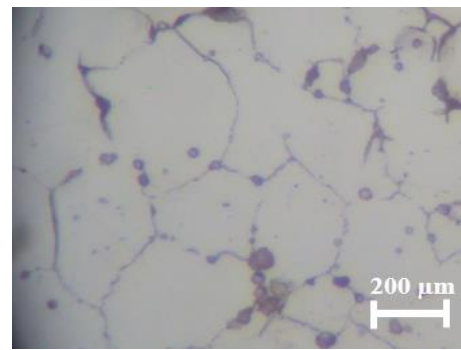
(a)



(b)



(c)



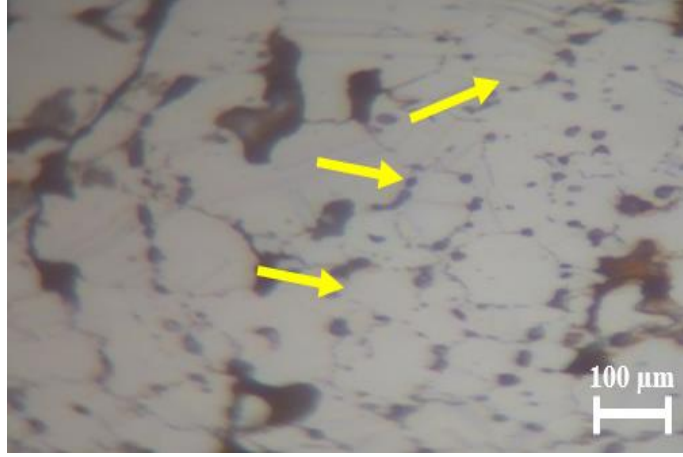
(d)

Şekil 4.13. a) Takviyesiz ve ağırlıkça b) %1, c) %3, d) %5 ZrO_2 takviye içeren TRIP matris kompozitlerin tane boyutları ve tane sınırlarına ait optik mikroskop görüntüleri.

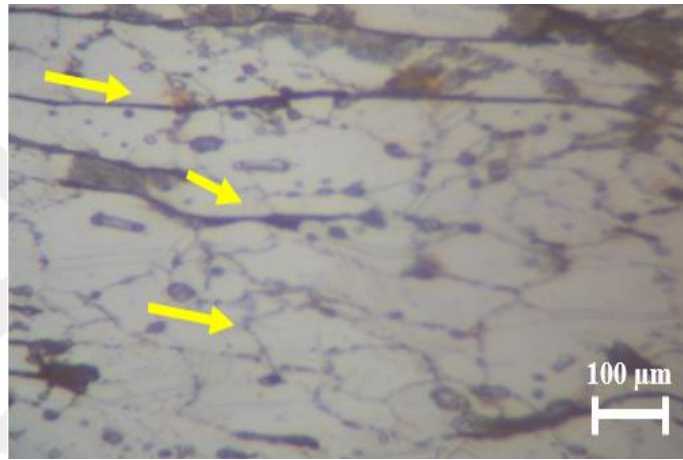
Mekanik alařımlanan toz karıřımının, her ne kadar mekanik alařımlama sırasında deformasyona baęlı pekleřmeye uęramasıyla plastik deformasyon kabiliyeti azalsa da, soęuk presleme iřlemi sırasında mekanik alařımlanan tozlar (matris tozları ve takviye partikülleri) basma yükünün etkisiyle plastik deformasyon sırasında kalıp ięerisinde buldukları ve kalıp ile aralarında meydana gelen sürtünme kuvvetinden dolayı bazı alanlarda hareket edemediklerinden basma yönüne dik yönde deformasyona zorlanmaktadırlar. Bu durumda, takviye miktarındaki artıřla birlikte, takviyeler mekanik alařımlanan tozların aralarında bulunma ve kümelenme eğilimi göstermektedirler. Őekil 4.14'te görüldüęü gibi, takviyeler basma yükünün yönüne dik olarak mekanik alařımlanan tozların arasına yerleřmiřlerdir. Mekanik alařımlanan tozların arasına yerleřen takviye partikülleri, birbirlerine komřu tozların (mekanik alařımlanan) birleřmelerine engel olabilirler. Ayrıca mekanik alařımlama ve soęuk presleme sırasında sünek elik tozlarının azalan deformasyon kabiliyetleri takviye kümelerinin aralarındaki bořlukları doldurarak komřu tozların (mekanik alařımlanan) birbirleriyle birleřmelerini engellemiř olabilir. Takviye miktarının artmasıyla miktarı artan gözenekler birleřerek bořlukları, bořluklar da birleřerek atlakları meydana getirmiř olabilir (Polasik, S. J. et al., 2002) (řekil 4.14). Őekil 4.14'te verilen optik mikroskop görüntülerinden, oluřan bořlukların tane sınırları boyunca ilerledięi, atlak ve mikro atlakların oluřumuna neden olduęu anlařılmakta ve basma iřlemi sırasında oluřan atlakların paralel olarak yönlendięi görülmektedir.



(a)



(b)

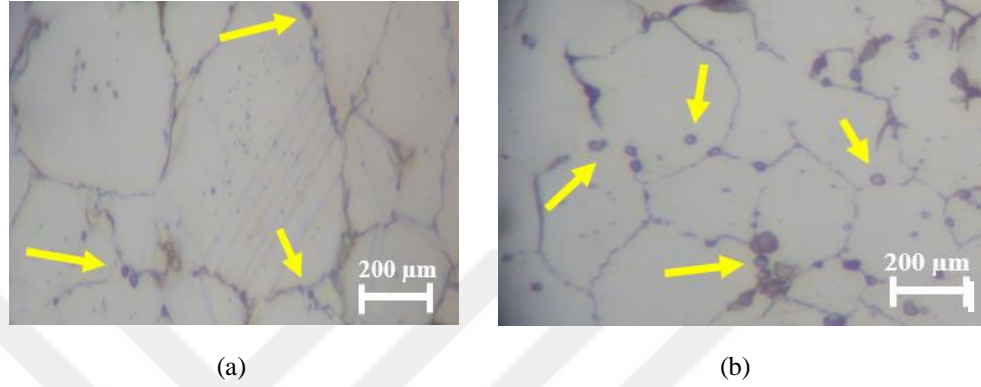


(c)

Şekil 4.14. Ağırlıkça a) %1, b) %3, c) %5 ZrO₂ takviye içeren TRIP matris kompozitlerin tane uzamalarına ve paralel yönlene boşluklara ait optik mikroskop görüntüleri.

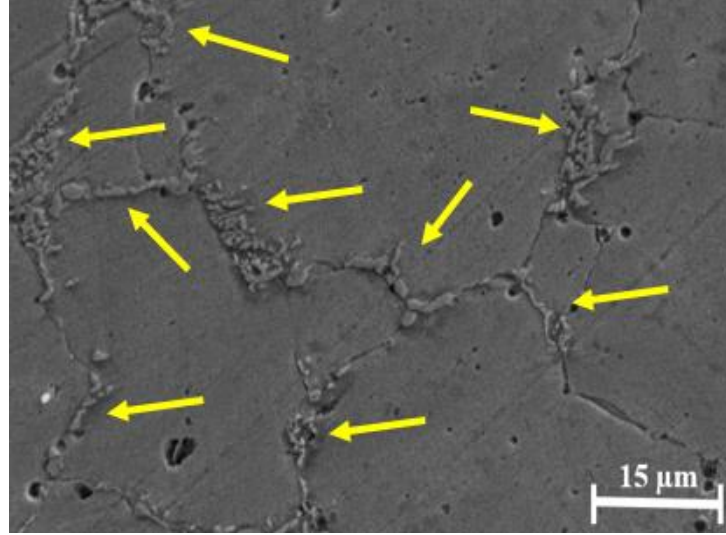
Sinterleme işleminde, sıcaklık ve sürenin yüksek tutulması, malzemede gözeneklerin sayısının ve boyutlarının azalarak yoğunluğunun artmasına olumlu yönde etki etse de, diğer taraftan sinterleme süresinin uzunluğu tane irileşmesine ve sinterleme süresinin uzunluğuyla birlikte yüksek sıcaklık değerleri de kısmi ergime neticesinde mikroyapıda istenmeyen reaksiyon ürünlerinin oluşmasına neden olmaktadır (Hu, Y. et al., 2019; Shen, H. et al., 2013). Sinterleme sıcaklığının yüksek olması ($T_{\text{sinter}} > 1300^{\circ}\text{C}$) tane sınırlarında gerçekleşen kısmi ergime nedeniyle tane sınırlarında krom karbür (Cr_{23}C_6) çökeltisi oluşmaktadır. Soğuma hızının yavaş olması da bu süreçte etkilidir (Silva, F. J. G., 2017). Ayrıca malzemedeki nikel oranının düşük olması da krom karbür oluşumunu artmasına neden olabilmektedir. Bu tez çalışması kapsamında, kullanılan 304L matris tozlarının karbon oranının düşük olması ve üretim sırasında koruyucu gaz atmosferi kullanılmasına rağmen; üretilen TRIP matris kompozitlerde oluşan çökeltilerden bazılarının krom karbür çökeltileri olabileceği düşünülmektedir. Karbür çökeltilerinin oluşum süreci birden fazla

parametreye bağlıdır. Sinterlenen numunelerin soğuma hızının yavaş olması, nikel oranının düşük olması, mekanik alaşımlama kabı ve bilyaların aşınması sonucu artan karbon miktarı ve PCA olarak kullanılan stearik asit içerisindeki karbon miktarının fazla olması, krom karbür çökeltilerinin oluşmasını sağlamış olabilir (şekil 4.15). Şekil 4.15'te verilen optik mikroskop görüntülerindeki mavi renkli bölgelerin krom karbür (Cr_{23}C_6) çökeltisi olduğu düşünülmektedir.

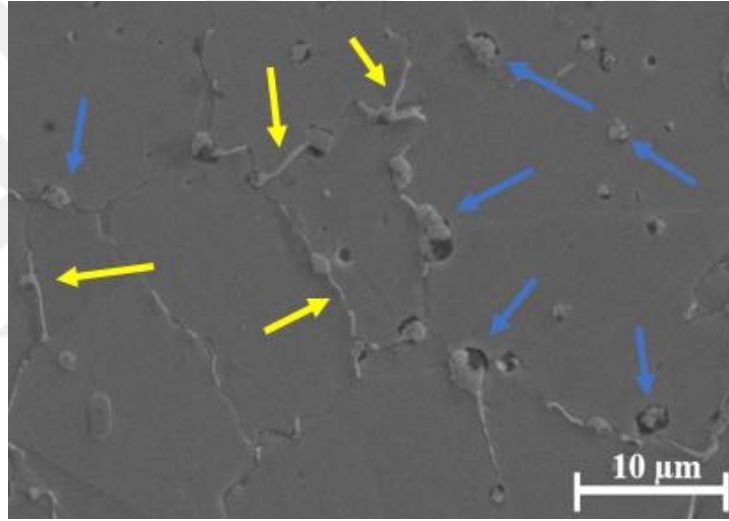


Şekil 4.15. Ağırlıkça a) %1 ve b) %5 ZrO_2 takviye içeren TRIP matris kompozitlerin karbür çökeltilerine ait optik mikroskop görüntüleri.

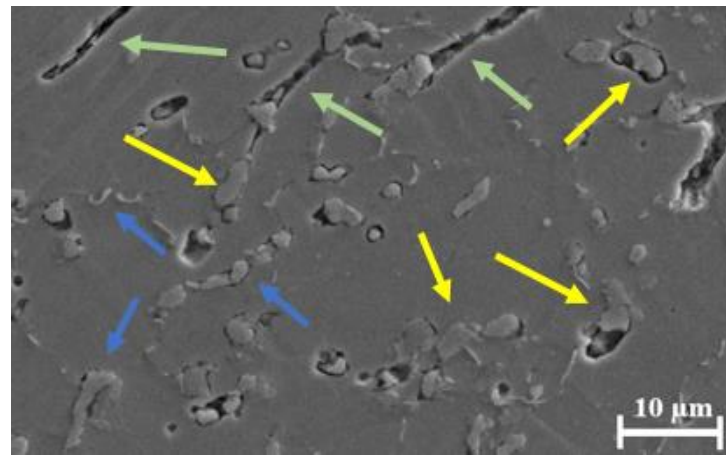
Karbür çökeltilerinin dışında TRIP matris kompozitlerde, spinel ve silikat içeren çökeltiler de meydana gelmektedir. TRIP matris kompozitlerde stabilize ZrO_2 'nin sinterleme sıcaklığının çok altında sinterleme yapılsa bile, takviye ve matris fazları arasında difüzyon gerçekleşmektedir. ZrO_2 partiküllerinden stabilize edici elementler ayrılmakta ve çelik matristeki elementlerle birleşerek arayüzeyde Mg, Mn, Al, O içeren spinel ve Mg, Mn, Si, O içeren silikat çökeltiler oluşturmaktadır (Rajabi, J. et al., 2015; Berek, H. et al., 2011). Şekil 4.16, 4.17 ve 4.18'de verilen SEM görüntülerinde, tane içinde veya tane sınırlarında çökeltiler ya da takviye kümelenmeleri ve oluşan çatlaklar görülmektedir. Numunelerde oluşan çökeltiler krom karbür çökeltileri olabileceği gibi, spinel veya silikat çökeltiler de olabilir.



Şekil 4.16. Ağırlıkça %1 ZrO₂ takviye içeren TRIP matris kompozitin tane sınırlarında oluşan çökeltilere ait SEM görüntüsü.



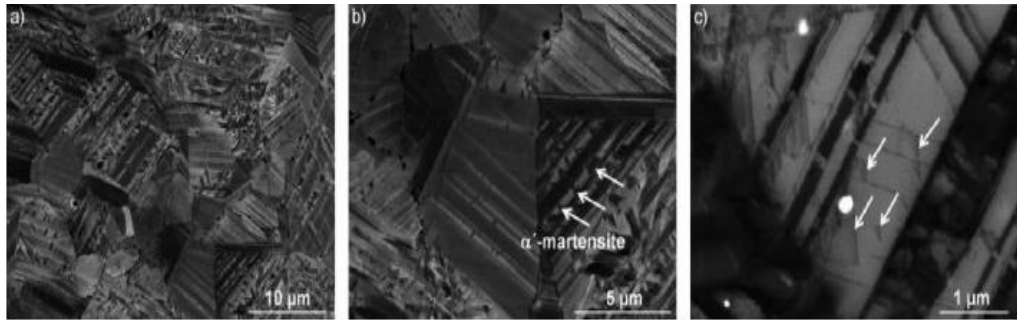
Şekil 4.17. Ağırlıkça %3 ZrO₂ takviye içeren TRIP matris kompozitteki takviye kümelerine (mavi ok) ve çökeltilere ait (sarı ok) SEM görüntüsü.



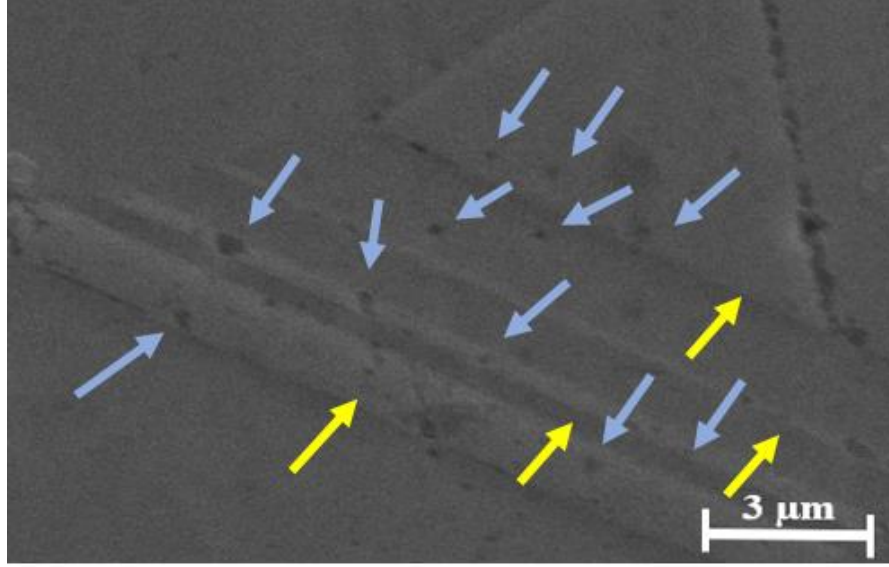
Şekil 4.18. Ağırlıkça %5 ZrO₂ takviye içeren TRIP matris kompozitteki takviye kümelerine (sarı ok), çatlaklara (yeşil ok), tane sınırlarında oluşan çökeltilere (mavi ok) ait SEM görüntüsü.

TRIP matris kompozitlerde, SFE'nin düşük olması α' martenzit dönüşümünün gerçekleşmesini etkileyen parametrelerden biridir (Bhadeshia, H. et al., 2017; Jahn, A. et al., 2009). Bu nedenle, bu tez çalışmasında SFE'nin düşük olması amacıyla, matris malzemesi olarak Ni oranı (ağırlıkça %) 8-10,5 olan 304L paslanmaz çelik kullanılıp, soğuk presleme işlemi uygulanmıştır. Üretim sırasında uygulanan mekanik alaşımlama ve presleme işlemlerinin kompoziti plastik deformasyona uğrattığı, basma testi sırasında uygulanan 1000 MPa basıncın da plastik deformasyonu daha da arttırdığı düşünülmektedir.

Plastik deformasyon sayesinde oluşan gerinimle matriste, östenitteki istiflenme kusurları ikizlenmelere, sonra da HMK α' martenzite dönüşmektedir. Plastik deformasyon sayesinde oluşan gerilmeyle ise, matris fazındaki östenitte bulunan istiflenme kusurları önce HSP ε martenzite, sonra da HMK α' martenzite; takviye fazı olan tetragonal yapıya sahip ZrO_2 ise monoklinik kristal yapısına dönüşmektedir (Shen, Y. S. et al., 2012; Glage, A. et al., 2013). Seramik partiküller α' martenzit çekirdeklenmesini arttırmaktadır (Prüger, S. et al., 2013). Takviye dönüşümü, TRIP matris kompozitteki matris ve takviye fazları arasındaki arayüzeyin güçlü olması ZrO_2 faz dönüşümünün daha homojen olmasını sağlamaktadır (Prüger, S. et al., 2013). Bu tez çalışması kapsamında üretilen TRIP matris kompozitlerin yapısında, plastik deformasyon sonucunda α' martenzitin (şekil 4.20 ve 4.26), ε martenzit ya da tavlama ikizlenmelerinin (şekil 4.21b), ikizlenmelerin (şekil 4.25, 4.26, 4.27), kayma bantlarının (şekil 4.21a, 4.22, 4.23 ve 4.24) ve istiflenme kusur tetrahedron yapısının (şekil 4.20) oluştuğu düşünülmektedir. Şekil 4.20'de oluşan yapı, Glage, A. vd. yaptığı çalışmada görülen istiflenme kusur tetrahedron yapısına benzemektedir (Glage, A. et al., 2013; şekil 4.19). Bu nedenle şekil 4.20'de verilen SEM görüntüsünün istiflenme kusur tetrahedron yapısı ve bu yapıda oluşan α' martenzitler olduğu düşünülmektedir.

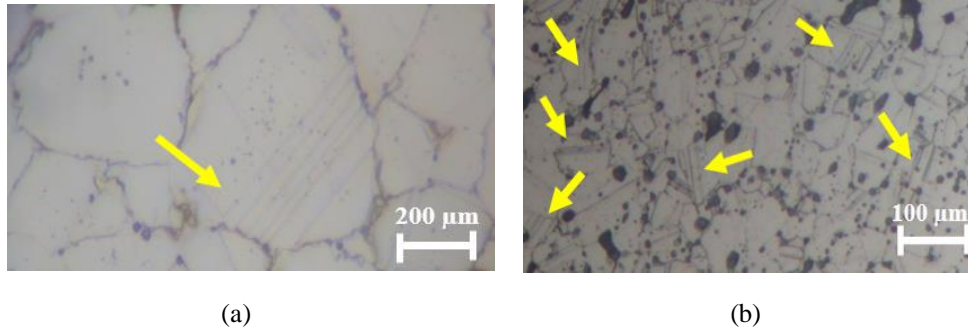


Şekil 4.19. Döngüsel olarak deforme edilen ($\Delta\epsilon_t=2,5 \times 10^{-3}$) takviyesiz 16Cr-6Mn-3Ni çeliğinin deformasyon mikroyapısı (Gerilme yönü yataydır) (Glage, A. et al., 2013).



Şekil 4.20. Ağırlıkça %2 ZrO₂ takviye içeren TRIP matris kompozitteki istiflenme kusur tetrahedron yapısındaki kayma bantlarına (sarı ok) ve α' martenzitlere (mavi ok) ait SEM görüntüsü.

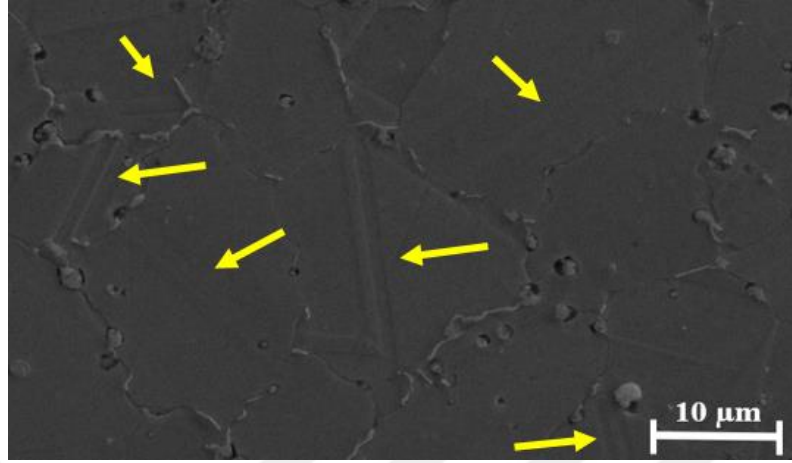
Deformasyonun artmasıyla dislokasyonlar ayrılarak istiflenme kusurlarını oluşturmakta, istiflenme kusur yoğunluğu artmakta ve istiflenme kusurları kayma bantları halinde yeniden düzenlenmektedir (Borisova, D. et al., 2013). Şekil 4.21a, 4.22, 4.23 ve 4.24'te verilen SEM görüntülerinde oluşan yapıların, istiflenme kusurlarının düzenlenmesiyle oluşan kayma bantları olduğu düşünülmektedir.



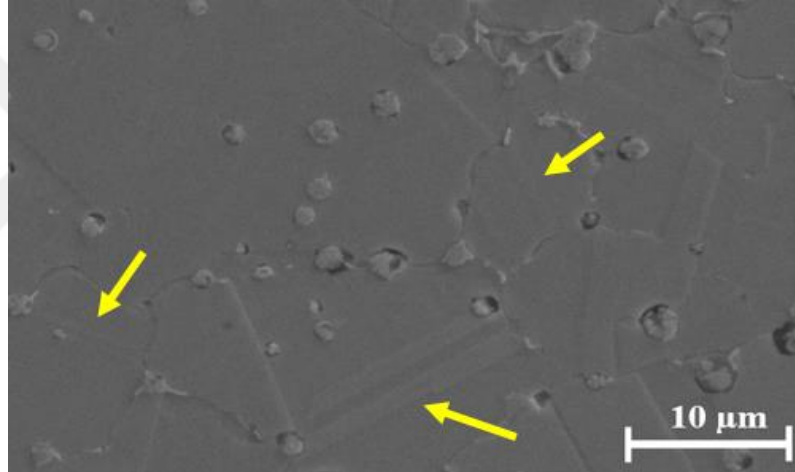
Şekil 4.21. Ağırlıkça a) %1 ZrO₂ takviye içeren TRIP matris kompozitteki kayma bantlarına ve b) 4% ZrO₂ takviye içeren TRIP matris kompozitteki tavlama ikizlerine ya da (sıklıkla tavlama ikizleriyle karıştırılan) ϵ martenzitlere ait optik mikroskop görüntüsü.

İstiflenme kusurlarının düzenlenmesine bağlı olarak, kayma bantları ϵ martenzitleri veya ikizlenmeleri oluşturmaktadır (Borisova, D. et al., 2013). ϵ plakaları ve ikizlenmelerin oluşumundaki tek fark, çakışan istiflenme kusur sayısındaki farklılıktır (Galindo-Nava, E.I. et al., 2017). ϵ martenzitler, düşük istiflenme kusur enerjili ymk matrislerde yaygın olarak tavlama ikizleri ile kolayca karışabilen paralel taraflı plakalar olarak

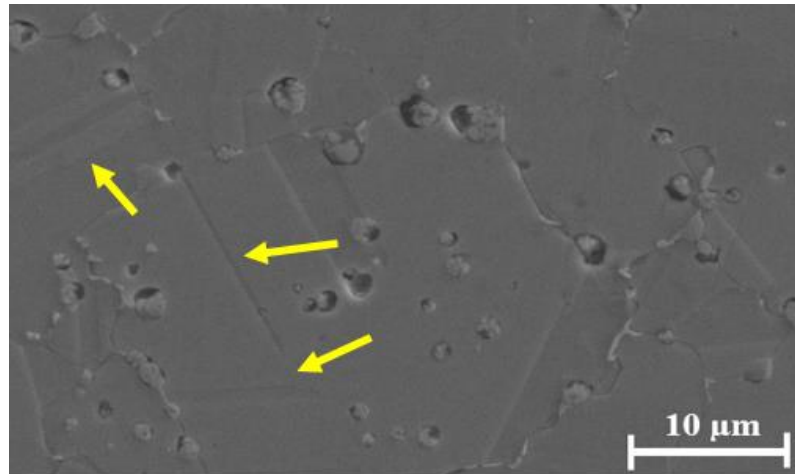
oluşmaktadır (Bhadeshia, H. et al., 2017). Şekil 4.21b’de oluşan yapıların, tavlama ikizleri ya da ϵ martenzit olduğu düşünülmektedir.



(a)

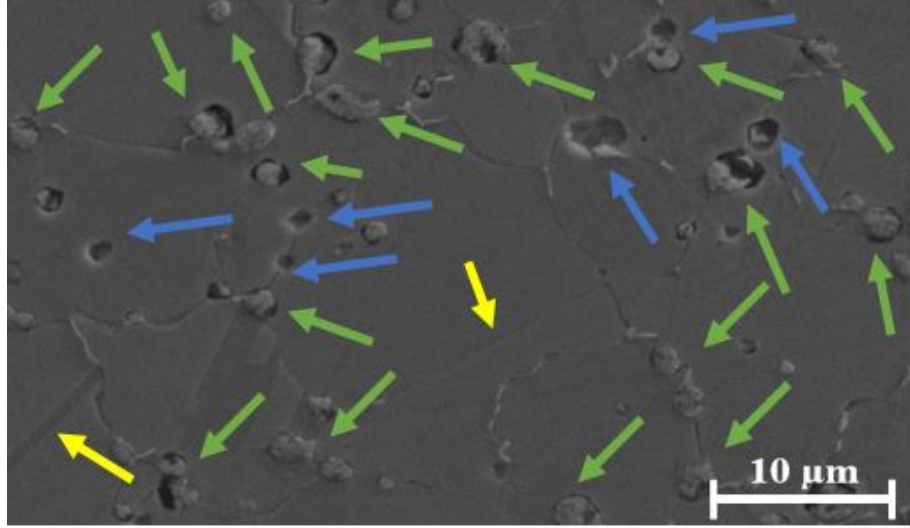


(b)

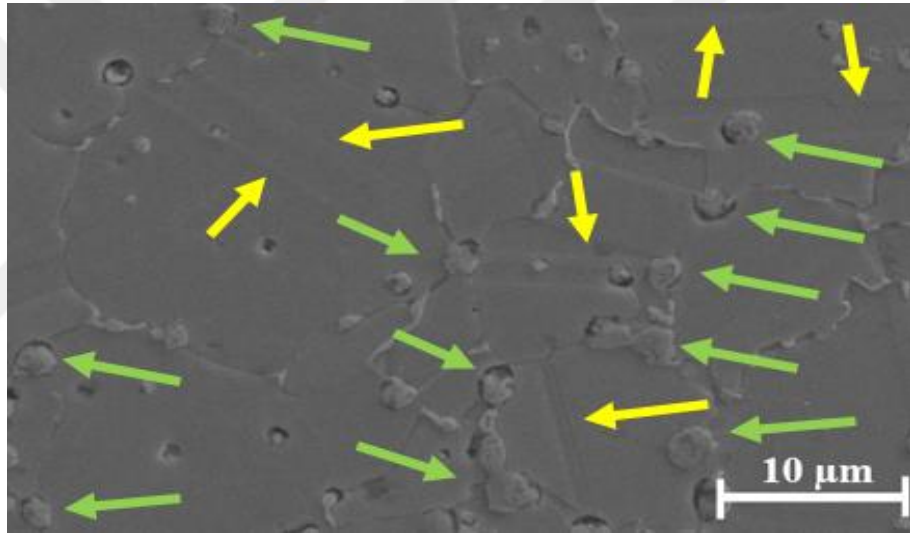


(c)

Şekil 4.22. Ağırlıkça %3 ZrO_2 takviye içeren TRIP matris kompozitteki kayma bantlarına ait SEM görüntüsü.

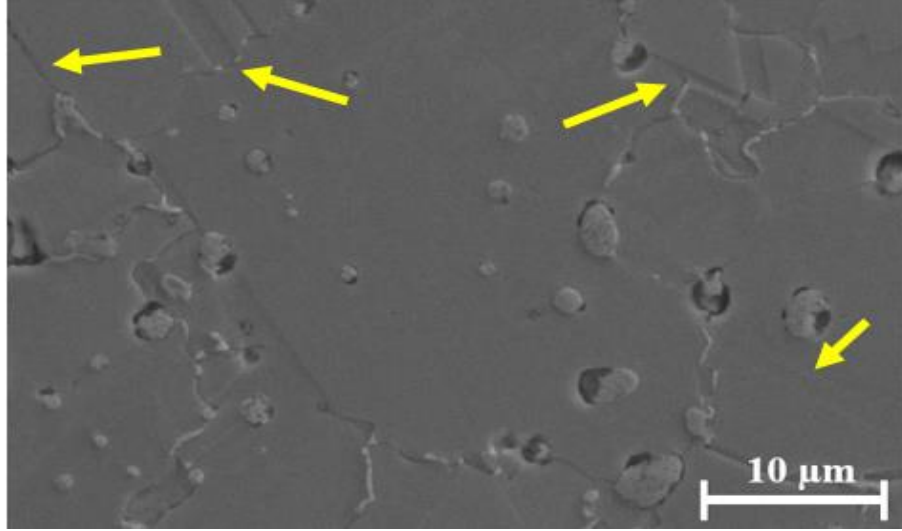


(a)

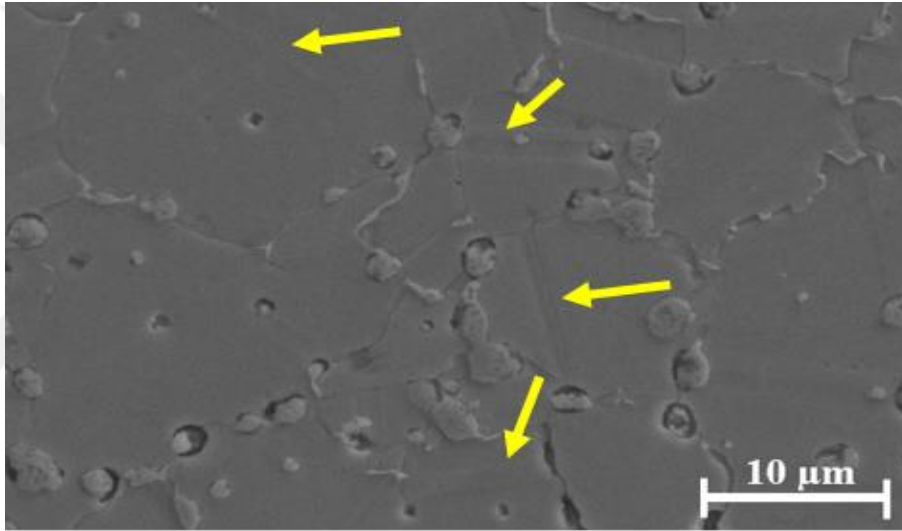


(b)

Şekil 4.23. Ağırlıkça %4 ZrO₂ takviye içeren TRIP matris kompozitteki kayma bantlarına (sarı ok), takviye kümelerine (yeşil ok) ve matristen ayrılan kümelerin oluşturduğu boşluklara (mavi ok) ait SEM görüntüsü.



(a)

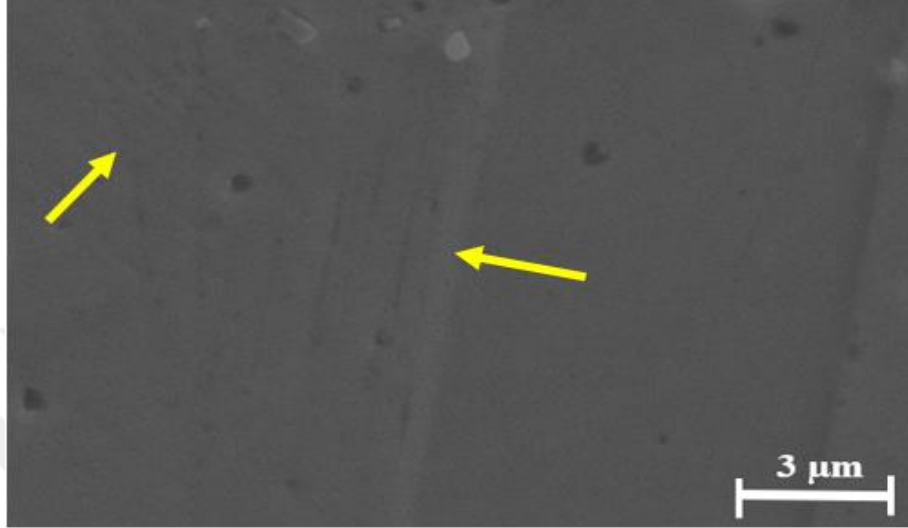


(b)

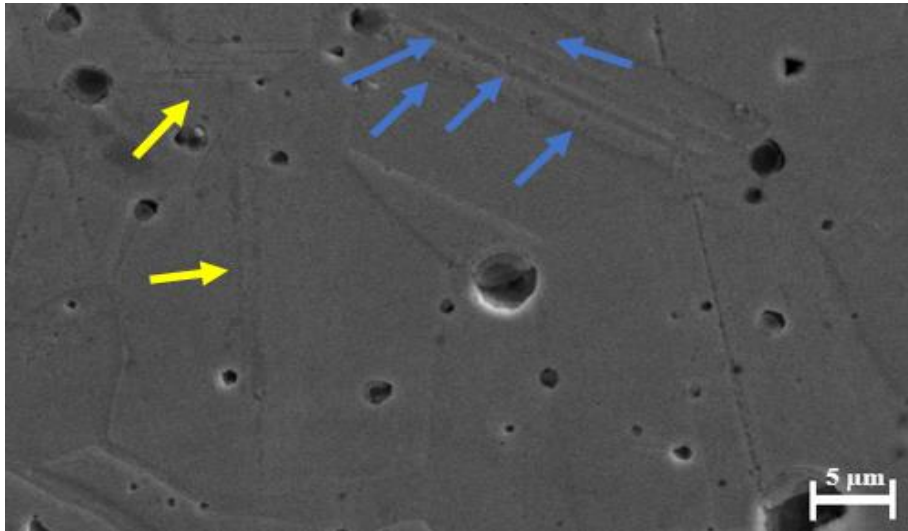
Şekil 4.24. Ağırlıkça %5 ZrO₂ takviye içeren TRIP matris kompozitteki kayma bantlarına ait SEM görüntüsü.

TRIP matris kompozitlerdeki deformasyon mekanizmalarından biri de ikizlenmelerdir. Şekil 4.25 ve 4.26’de olduğu düşünülen ikizlenmeler, sinterleme sonrası oluşan tavlama ikizleri veya deformasyona bağlı mekanik ikizleri olabilir (Ma, Y. et al., 2017). İkizlenmeler, tane irileşmesini geciktirmekte ve korozyon dayanımını arttırmakta ve kayma sistemleri arasındaki aktarımı kolaylaştırarak deformasyonu kolaylaştırmaktadır. Mekanik ikizlenmeler ve ϵ martenzitler, α' martenzite dönüşerek, sünekliliğin ve mukavemetin artmasını sağlamaktadır (Shen, Y. S. et al., 2012; Glage A. et al., 2013). Sıcaklığın yüksek olması da deformasyon (mekanik) ikizlerin tavlama ikizlerine dönüşmesine neden olabilir. Ayrıca, kompozitteki takviyenin varlığı ikizlenmenin çekirdeklenmesini ve büyümesini önemli derecede engellemektedir (Garcés, G. et al., 2016). Mekanik ikizlenmelerin α' martenzite dönüşmesi, mekanik ikizlerin tavlama ikizlerine dönüşmesi ve takviye fazının ikizlenmelerin oluşumunu engellemesi sayesinde,

ikizlenmelerin miktarının az olduđu gör÷lmektedir. Őekil 4.25 ve 4.26'da olduđu dűŐün÷len ikizlenmeler sarı okla, olduđu dűŐün÷len kayma bantlarındaki α' martenzitler ise mavi okla gösterilmiŐtir. Őekil 4.27'de %2 ZrO₂ takviye oranına ait verilen optik mikroskop görüntüsünde gör÷len yapının ise, kıvrılmış ikiz sınırları olduđu dűŐün÷lmektedir.



Őekil 4.25. Ađırlıkça %3 ZrO₂ takviye iŐeren TRIP matris kompozitteki ikizlenmelere ait SEM görüntüsü.



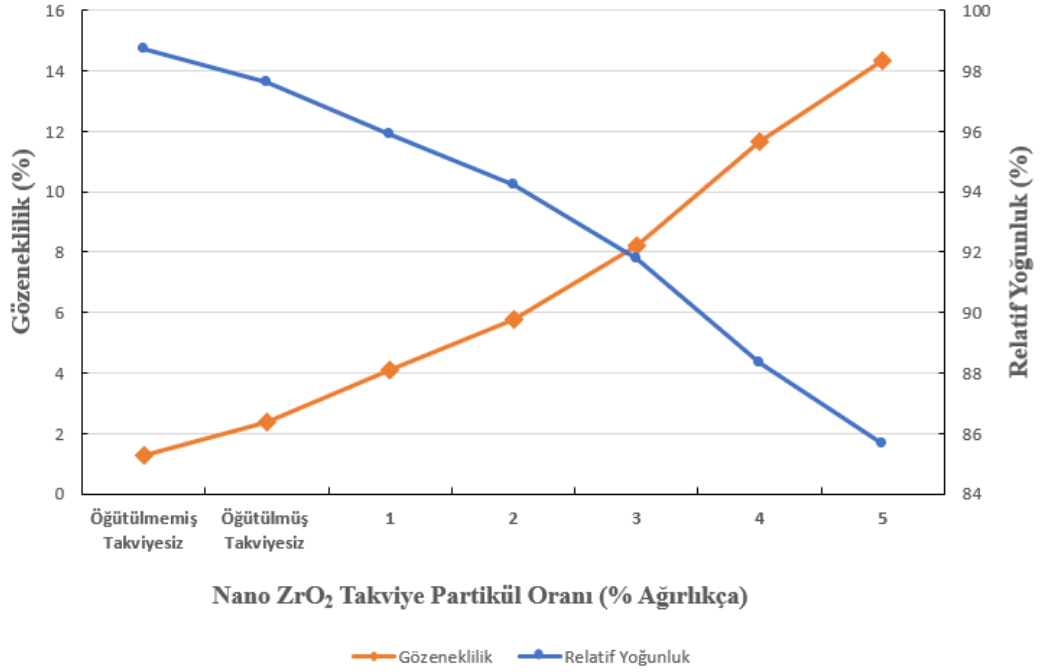
Őekil 4.26. Ađırlıkça %4 ZrO₂ takviye iŐeren TRIP matris kompozitteki ikizlenmelere (sarı ok) ve kayma bantlarındaki α' martenzitlere (mavi ok) ait SEM görüntüsü.



Şekil 4.27. Ağırlıkça %2 ZrO₂ takviye içeren TRIP matris kompozitteki kıvrılmış ikiz sınırlarına ait optik mikroskop görüntüsü.

4.4.2 Porozite ve Yoğunluk

TRIP matris kompozitte, matris tozları ve takviye partikülleri arasında olmak üzere iki tip gözenek bulunmaktadır (Chawla, N. et al., 2013). Büyük matris tozları arasında toplamda daha az gözenek bulunmasına rağmen, bir gözenegın boyutu daha küçüktür. Küçük matris tozlarında ise durum tam tersidir. Presleme işlemi sırasında tozlar deforme olmakta ve küçük matris tozlarının arasındaki gözenekler bu işlem sayesinde rahatlıkla kapanmaktadır. Takviye oranı arttıkça matris tozları küçülmektedir; tozlar daha fazla şekil deęiştirme işlemine maruz kaldığından, küçük tozların presleme işlemi sırasında boşlukları kapatma olasılıkları daha azdır. Şekil 4.28’de ağırlıkça % ZrO₂ takviye oranına göre deęişen relatif yoğunluk ve gözeneklilik deęerleri verilmiştir. Ağırlıkça %4 ve 5 ZrO₂ takviye oranlarında nano partiküller arasında kümelenmeler gerçekleşmektedir; ağırlıkça %3 takviye oranından sonra bir anda artan gözeneklilięin kümelenmeye baęlı olduęu düşünölmektedir. Kümelenmeler arasındaki gözenekler presleme işlemiyle kapatılamamaktadır.

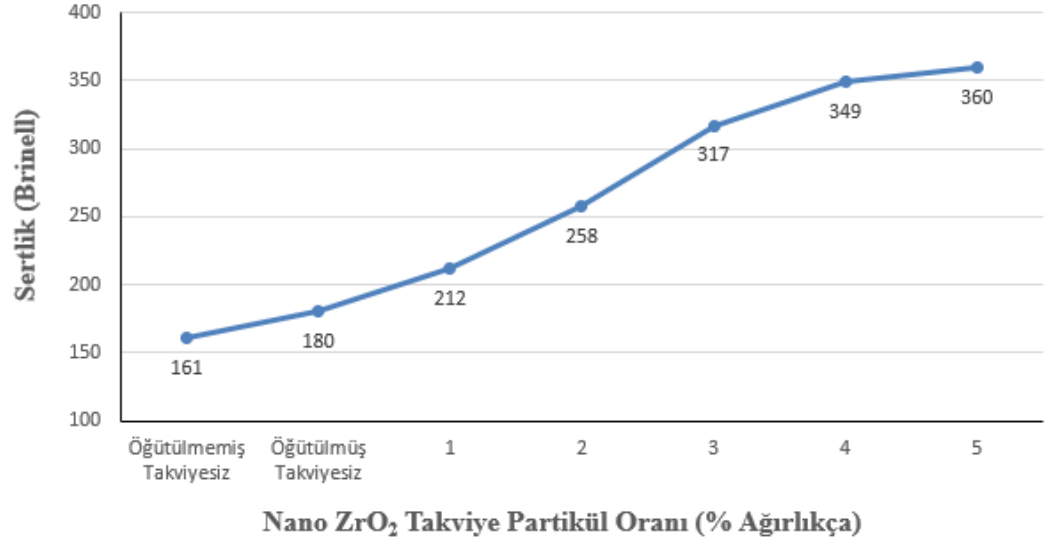


Şekil 4.28. Nano ZrO₂ takviye oranına (% ağırlıkça) göre değişen relatif yoğunluk ve gözeneklilik değerleri.

4.4.3 Mekanik Özellikler

4.4.3.1 Sertlik

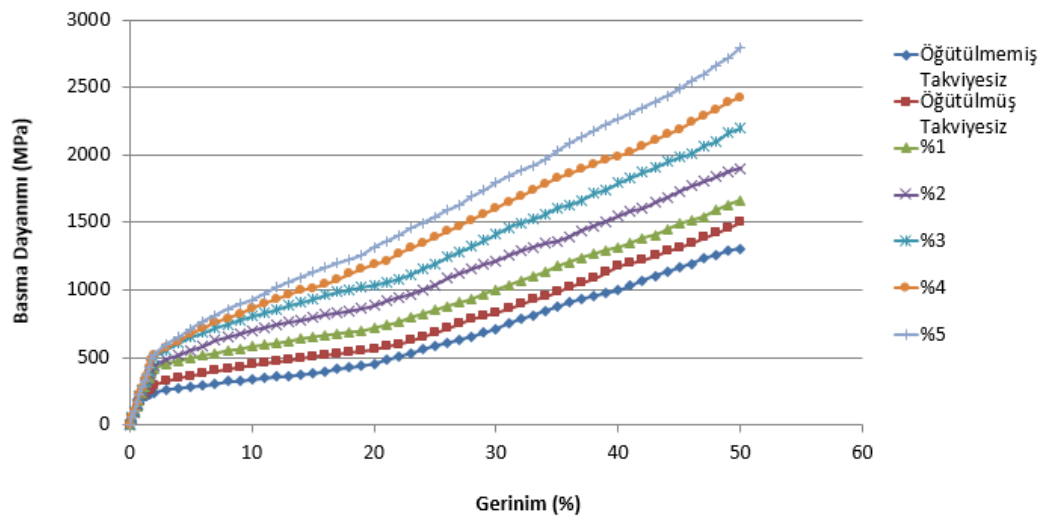
Takviye partikül miktarı, tane boyutu, partiküller arası mesafelerin artışı sertliği olumlu yönde etkilerken, gözeneklilik sertlik değerlerini azaltmaktadır. Şekil 4.29'da % ağırlıkça nano ZrO₂ takviye oranına göre değişen Brinell sertlik değerleri verilmiştir. Öğütülmemiş takviyesiz 304L paslanmaz çelik numunesi en düşük sertlik değerine sahiptir. Mekanik öğütme işlemi, tozların plastik deformasyona uğrattığından deformasyon sertleşmesine (pekleşme) neden olmakta ve öğütülen malzemelerin tane boyutu küçülmekte, Hall Petch etkisiyle malzemenin sertliği artmaktadır. Öğütülmüş takviyesiz numunenin sertliğinin öğütülmemiş takviyesiz numuneye göre yüksek olmasının sebebinin, Hall Petch etkisi ve pekleşme olduğu düşünülmektedir. Ayrıca, sert seramik takviyelerin kullanılması kompozitin sertliğini arttırmaktadır. Takviye oranı arttıkça öğütme işlemi hızlanmakta, taneler daha fazla ufalanmakta ve tane boyutları daha fazla küçülmektedir. Takviye oranı arttıkça artan sertlik değerlerinin, yukarıda belirtilen sebepler olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.29. Nano ZrO₂ takviye oranına (% ağırlıkça) göre değişen sertlik değerleri.

4.4.3.2 Basma dayanımı

Üretilen TRIP matris kompozitlere basma testi uygulanmıştır. Literatürdeki bir çalışmada, çekme testinde arayüzey bağlarının kopmasıyla faz dönüşümünün durduğu; fakat, basma testinde arayüzey bağları tamamen kopmasına rağmen dönüşümün devam ettiği belirtilmiştir (Prüger, S. et al., 2013). Basma deneyi sırasında numunelerde gözlenmeyen kırılma davranışının, basma testi sırasında devam eden dönüşüm olduğu düşünülmektedir. Şekil 4.30'da üretilen TRIP matris kompozitlere ait gerilme-gerinim grafiği gösterilip, %20, 30, 40 ve 50 gerinim oranlarında kompozitin sahip olduğu gerilme değerleri verilmiştir (tablo 4.3). Buna göre, takviye oranının artmasıyla aynı gerinimde % gerilme değerlerinin arttığı görülmektedir.



Şekil 4.30. Nano ZrO₂ takviye oranlarına (% ağırlıkça) göre gerilme-gerinim grafiği.

Tablo 4.3 Değişen ZrO₂ takviye oranlarında farklı gerinim değerlerine ait gerilme değerleri.

Takviye oranı (Ağırlıkça %)	Gerilme (MPa)- Gerinim (%)			
	%20	%30	%40	%50
Öğütülmemiş takviyesiz	454	712	994	1304
Öğütülmüş Takviyesiz	561	834	1176	1503
1	719	1002	1313	1662
2	883	1215	1545	1901
3	1036	1412	1792	2196
4	1188	1604	1991	2426
5	1317	1793	2263	2794

Literatürdeki çalışmalara göre, TRIP matris kompozitin mekanik özelliklerini plastik deformasyonla oluşan deformasyon mekanizmaları belirlemektedir. Plastik deformasyonla birlikte matris ve takviye fazında gerçekleşen dönüşümlerle, aynı anda mukavemeti ve sünekliği arttıran deformasyon mekanizmaları etkili olmaktadır (Shen, Y. S. et al., 2012; Glage A. et al., 2013). Takviye dönüşümü, kompozitin hacminin artmasını ve belli miktardaki enerjinin absorbe edilmesini sağlamakta ve bu sayede kompozitin tokluğunda artış gözlenmektedir (Eckner, R. et al., 2016). Ayrıca, bu dönüşüm hacimsel artış sayesinde basma gerilmesine neden olmakta ve mukavemeti arttırmaktadır (Glagea, A. et al., 2011). Seramik partiküller plastik deformasyonla hem mukavemeti hem de α' martenzit çekirdeklenmesini arttırmaktadır. Ayrıca, kübik ve tetragonal fazlardan monoklinik faza dönüşüm, TRIP çelik matrisi ve seramik takviye arasındaki bağın kopmasını geciktirmektedir (Prüger, S. et al., 2013). TRIP matris kompozitteki matris ve takviye fazları arasındaki arayüzeyin güçlü olması ZrO₂ faz dönüşümünün daha homojen olmasını sağlamakta ve TRIP çeliklere göre TRIP matris kompozitlerdeki deformasyon sertleşmesi ve dönüşüm oranlarını arttırmaktadır. Deformasyon mekanizmaları, kayma bantlarındaki kısmi dislokasyon hareketine karşı güçlü engeller olarak işlev görmekte, gerinim sertleşmesine ve güçlü bir Hall-Petch etkisine yol açmakta, mukavemeti arttırmakta ve martenzit oranının artmasıyla oluşan hacimsel artış uzamaya sebep olup sünekliği arttırmaktadır (Linderov, M. et al., 2014; Martin, S. et al., 2015). Dislokasyonlar ve istiflenme kusurları gibi temel mikroyapı kusurları deformasyona bağlı kafes gerinimini azaltmakta, TRIP matris kompozitteki çelik matris ise enerjiyi absorplamaktadır (Borisova, D. et al., 2013). α' martenzit çekirdekleri, dislokasyonların sürekli parçalanmasına neden olup, dislokasyon hareketini engelleyen ana engel olmaktadır ve α' martenzitin çekirdeklenmesi birincil kayma sistemlerindeki dislokasyon hareketlerini bile engellemektedir. Oluşan

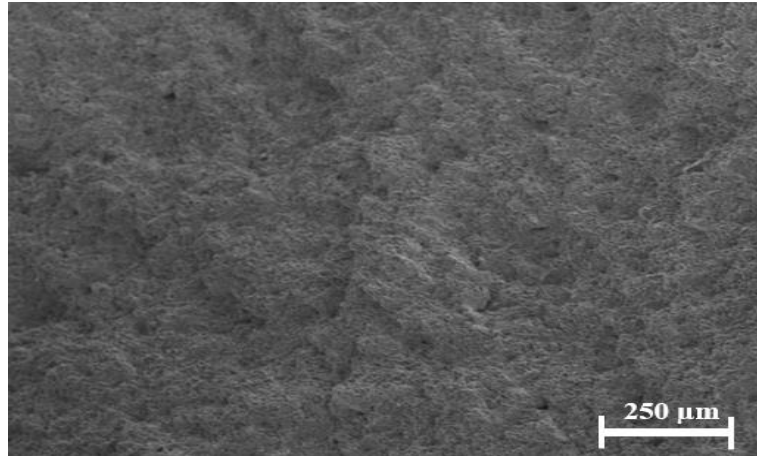
ikizlenmeler ise, tane irileşmesini geciktirmektedir (Shen, Y. S. et al., 2012; Glage A. et al., 2013).

Literatürdeki çalışmalara göre, mukavemetin yüksek olması, plastik deformasyonla ortaya çıkan deformasyon mekanizmalarının yanı sıra yük transfer etkisi, Hall-Petch ve Orowan mukavemetleri, termal genleşme katsayısının (CTE) ve elastisite modülünün (EM) uyumsuzluğu, deformasyon sertleşmesi gibi birçok mukavemet mekanizmasının bir arada bulunmasıyla sağlanmaktadır (Casati R., 2016; Shen, Y. S. et al., 2012; Glage A. et al., 2013). Yük matristen sert takviye fazına aktarıldığından kompozitin yük taşıma kapasitesi fazla olması, nanopartiküller dislokasyon hareketini engellemesi (Orowan mukavemeti), nano boyuttaki takviyelerin miktarı arttıkça matris tane boyutu azalmasıyla (Hall-Petch mukavemeti), dislokasyonların engellenmesi, tane sınırlarının dislokasyon hareketini engellemesi, takviye ve matris fazları arasındaki termal genleşme katsayısı ve elastisite modülü uyumsuzluklarının dislokasyonları arttırması, mekanik alaşımlama işlemi sırasında takviye oranının artmasıyla matris tane boyutunun azalması ve tozların aşırı sertleşmesi, mekanik alaşımlama ve soğuk pres işlemlerinin kompoziti plastik deformasyona uğratmasıyla oluşan pekleşmeyle dislokasyonlar artmasıyla mukavemet artmaktadır. Ancak, kompozitteki gözeneklilik mukavemeti kötü yönde etkilemektedir. TRIP matris kompozitin gözenekliliğin mukavemet üzerindeki etkisi, diğer parametrelere göre daha azdır.

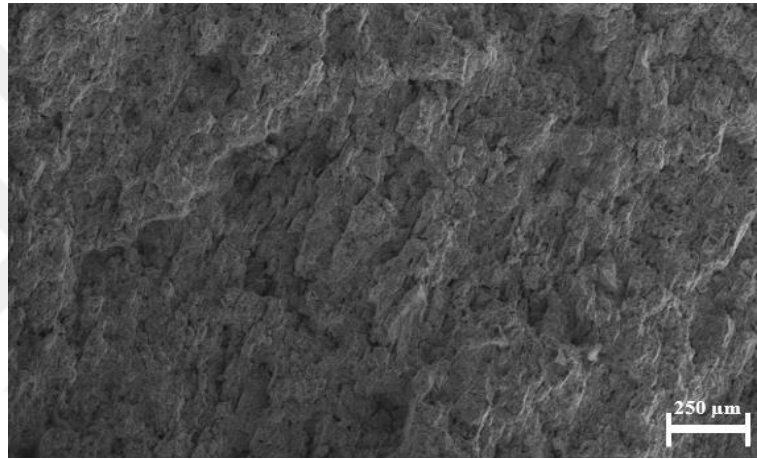
Bu tez çalışması kapsamında üretilen TRIP matris kompozitlerin, yüksek basma dayanımına sahip olması; mukavemet mekanizmaları ve yapıda olduğu düşünülen deformasyon mekanizmalarıyla ilişkilendirilebilir. Plastik deformasyonla gerçekleştiği düşünülen deformasyon mekanizmalarının; kompozitlerin hacmini arttırarak uzamaya sebep olmasıyla üretilen kompozitlerin sünekliğini arttırdığı düşünülmektedir.

4.4.3.3 Kırılma davranışı

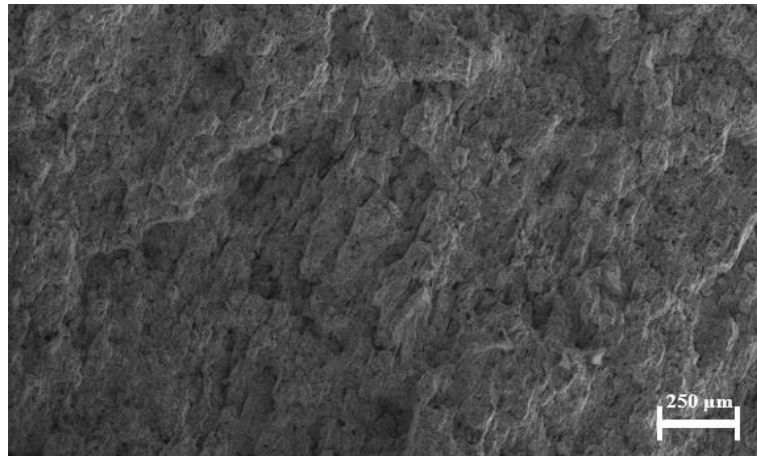
Basma testi sırasında numunelerde kırılma davranışı gözlenmemiştir; bu nedenle malzemeye çentik atılarak kırılması sağlanmış ve malzemenin kırılma davranışı gözlenmiştir. Basma deneyi sırasında numunelerde gözlenmeyen kırılma davranışının, basma testi sırasında devam eden dönüşüm olduğu düşünülmektedir. Literatürdeki çalışmalara göre, sünek kırılma yapıya sahip malzemeler çukurcuk (dimple) oluşturarak kırılmaktadır (Broek, D., 1973; Das, A. et al., 2008). Çukurcuklar, malzemenin mikro bölgelerinde plastik deformasyonla oluşan mikro boşluklardır. Şekil 4.34'te üretilen numunelere ait SEM görüntülerinde görülen yapıların çukurcuk (dimple) olduğu görülmektedir. SEM görüntülerinde görülen çukurcuklar, bu tez çalışması kapsamında üretilen kompozitlerin sünekliğiyle ilişkilendirilebilir.



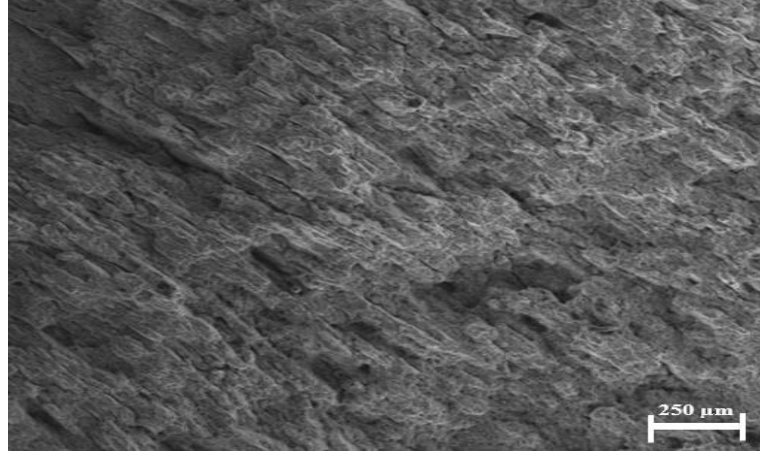
(a)



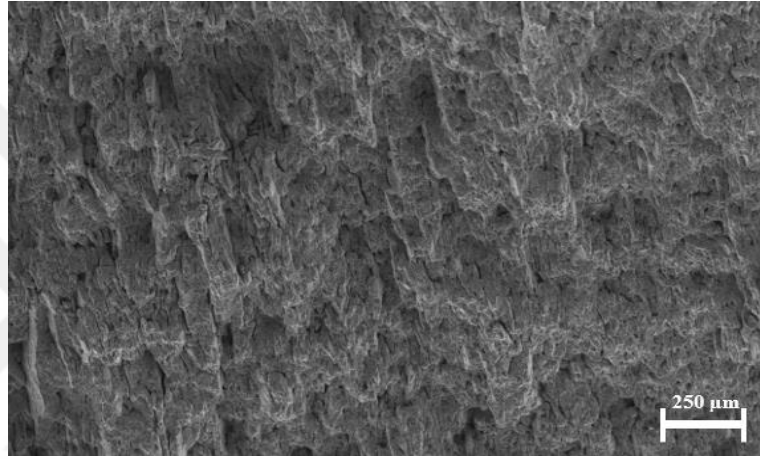
(b)



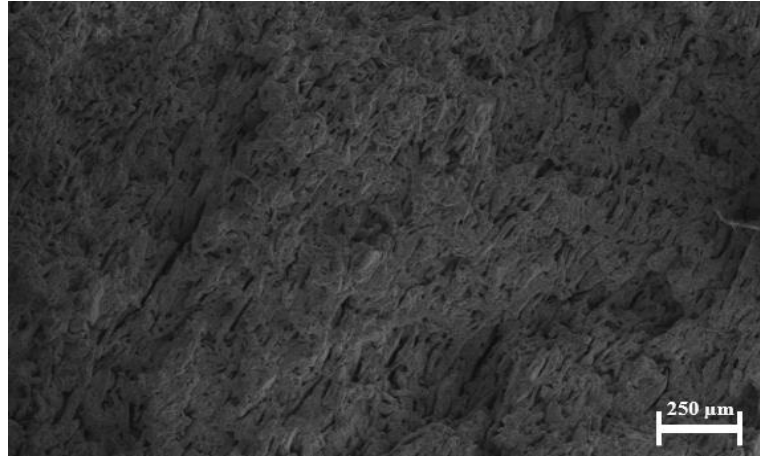
(c)



(d)



(e)

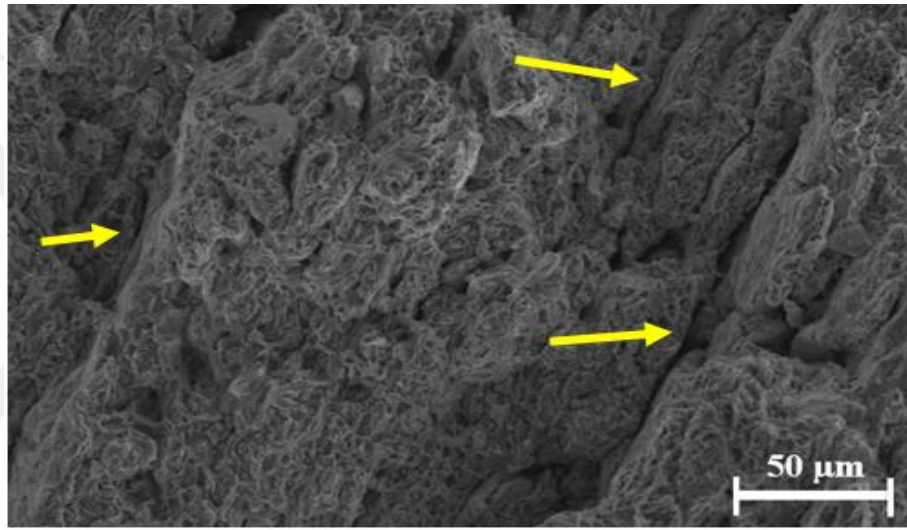


(f)

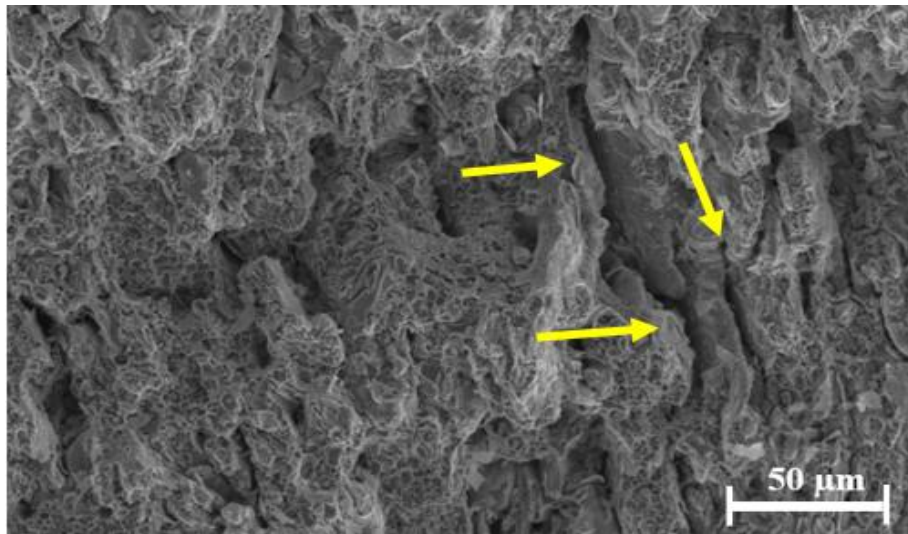
Şekil 4.31. a) Takviyesiz ve ağırlıkça b) %1, c) %2, d) %3, e) %4, f) %5 ZrO₂ takviye oranlarındaki TRIP matris kompozitlerin sünek kırılma davranışlarını gösteren SEM görüntüleri.

Takviye oranının artmasıyla takviye partiküllerinin kümelenme oranı artmaktadır. Matris tozları ve takviye partikülleri arasında çoğu durumda

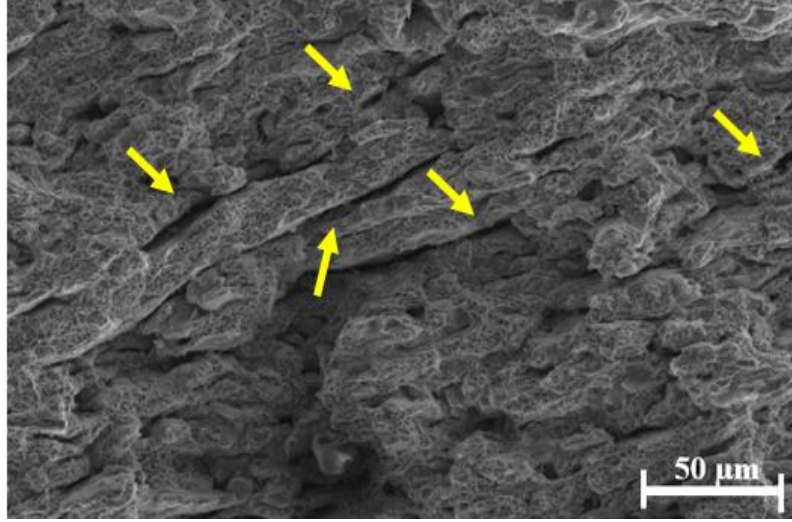
özellikle kümelenme kısımlarında iyi bir arayüzey bağı bulunmamaktadır. Matris tozları arasında yüksek oranda takviye partikülü bulunması, matris ve takviyenin bağ yapmalarına engel teşkil etmektedir. Takviye miktarının artmasıyla miktarı artan gözenekler birleşerek boşlukları, boşluklar da birleşerek çatlakları meydana getirmiş olabilir (Polasik, S. J. et al., 2002). Oluşan boşlukların tane sınırları boyunca ilerlediği ve çatlak ve mikro çatlakların oluşumuna neden olduğu, basma işlemi sırasında oluşan çatlakların paralel olarak yönlendiği, takviye oranının artmasıyla paralel yönlene çatlakların derinliğinin arttığı görülmektedir (şekil 4.32). Şekil 4.32e'de ağırlıkça %5 takviye oranına sahip kompozitin sahip olduğu çatlakların daha düşük takviye oranındakilere göre oldukça derin olduğu görülmektedir.



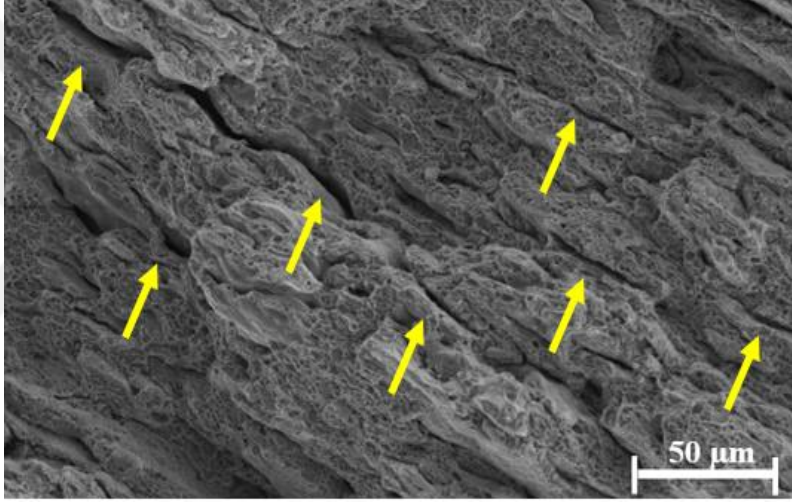
(a)



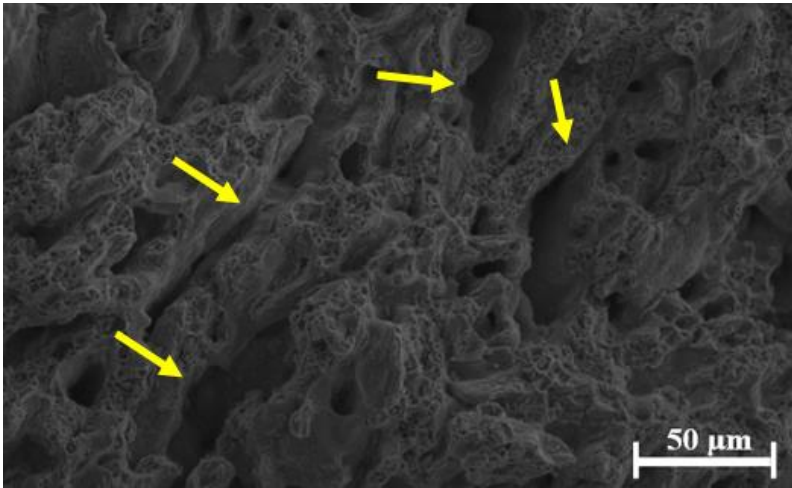
(b)



(c)



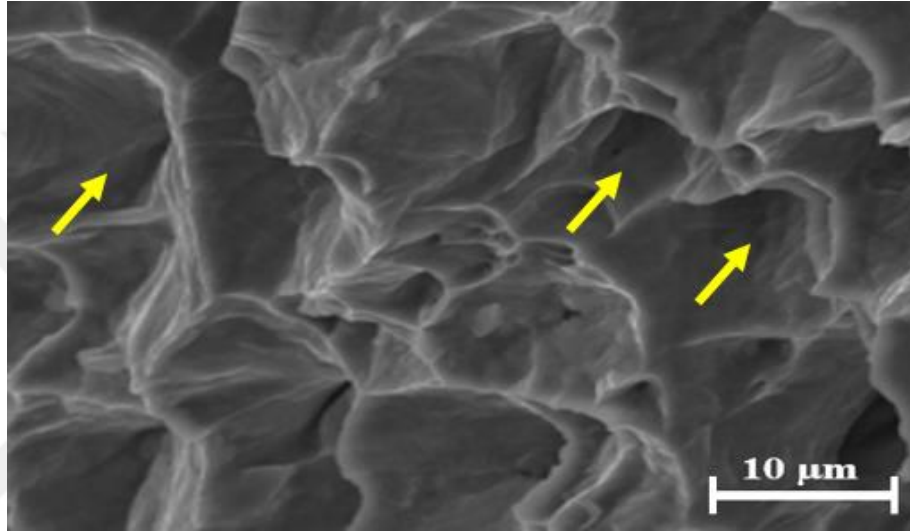
(d)



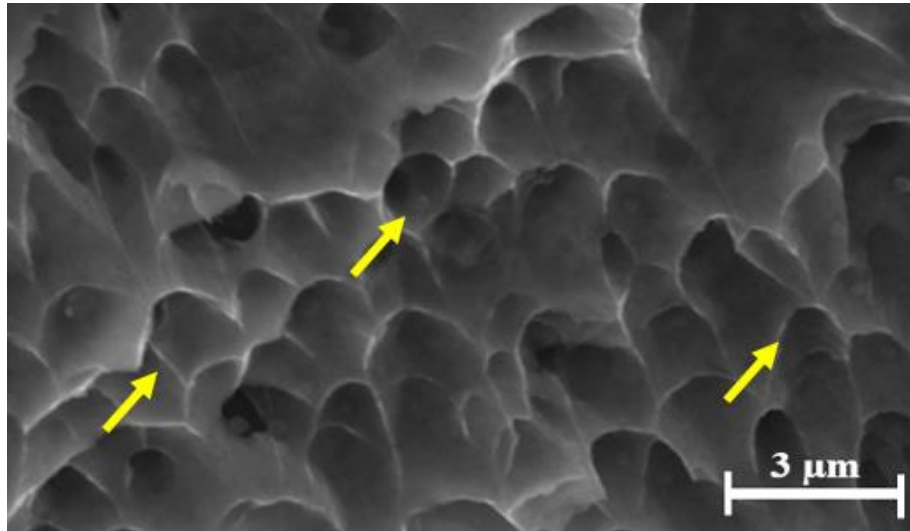
(e)

Şekil 4.32. Ağırlıkça a) %1, b) %2, c) %3, d) %4 ve e) %5 ZrO_2 takviye oranlarındaki TRIP matris kompozitlerin sünek kırılma davranışlarını gösteren SEM görüntüleri.

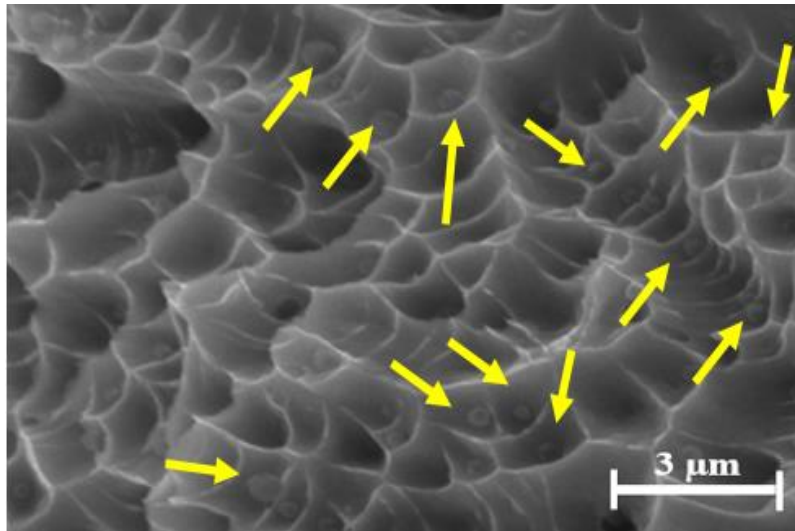
Fazla süneklığe sahip malzemeler, daha geniş, daha büyük, daha derin çukurcuklara sahip olup, çukurcukların etrafında uzamaların görülmesi ve gözlenen uzamaların çok olması malzemenin daha sünek olduğunu göstermektedir. Ağırlıkça % ZrO_2 takviye oranının artmasıyla nano boyuttaki takviyelerin kümelenmesinin, çukurcukların boyutunu arttırdığı ve kümelenmelerin kompozitin süneklliğini kötü yönde etkilediği düşünülmektedir. Şekil 4.33a'da görüldüğü gibi, %1 takviye oranındaki kompozitin sahip olduğu çukurcuklar daha küçükken, %5 takviye oranında (şekil 4.33g) çukurcuklar büyümekte ve çukurcukların içinde kümelenen takviyeler bulunmaktadır.



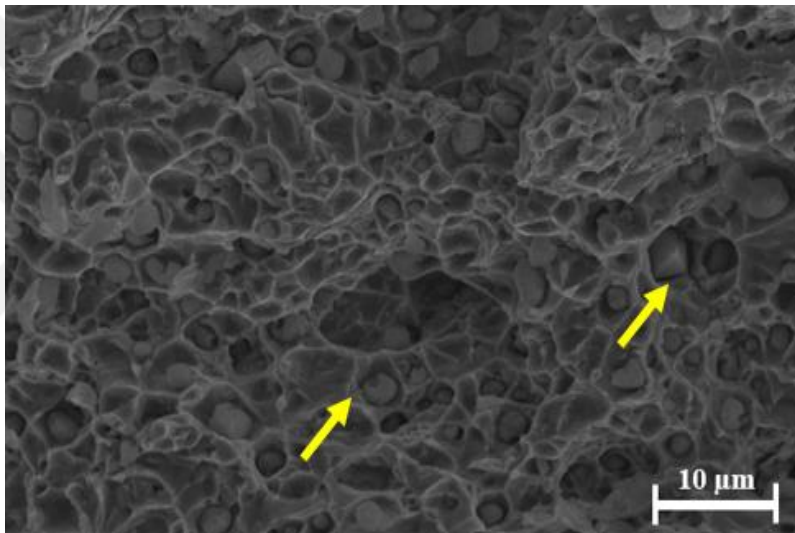
(a)



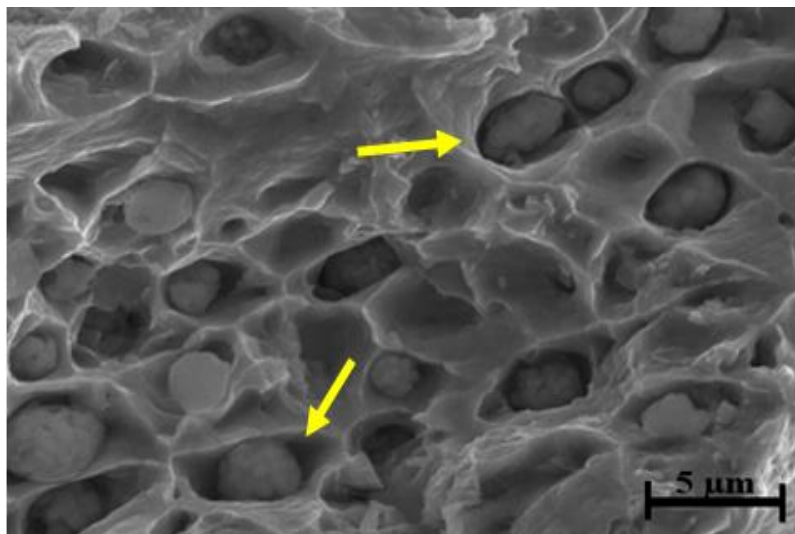
(b)



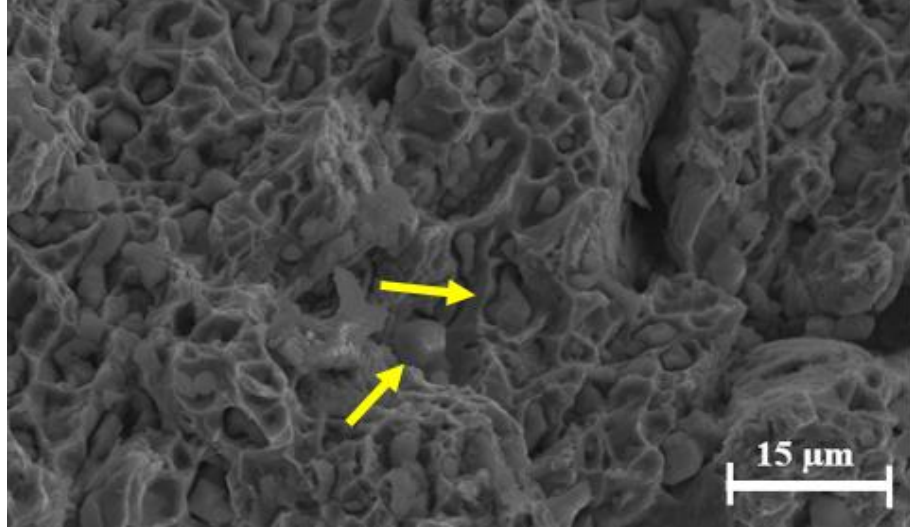
(c)



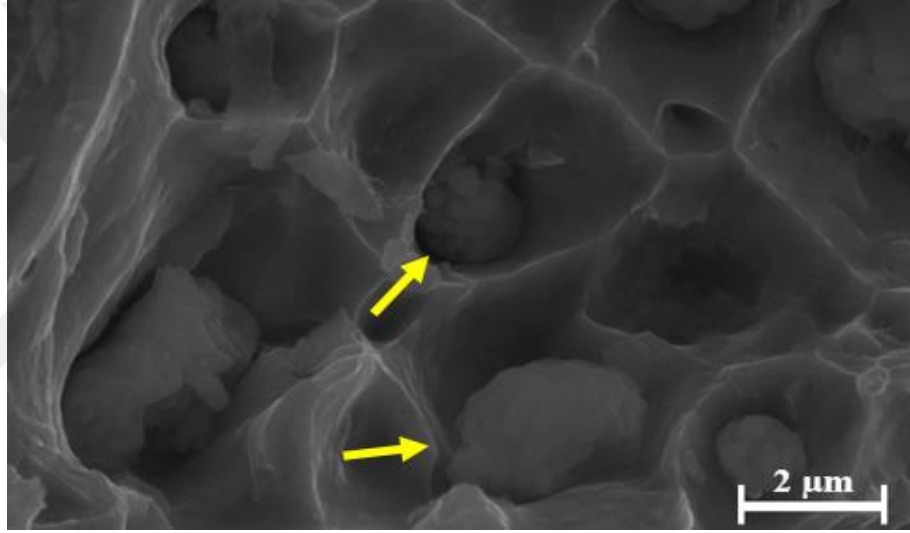
(d)



(e)



(f)



(g)

Şekil 4.33. a) Takviyesiz ve ağırlıkça b) %1, c) %2, d) %3, e) %4, f) %5 (15μm), g) %5 (2μm) ve ZrO₂ takviye oranlarındaki TRIP matris kompozitlerin çukurcuk (dimple) oluşturarak sünek kırıldığı gösteren SEM görüntüleri.

5. GENEL SONUÇLAR

Bu tez çalışması kapsamında, takviyesiz öğütülmemiş ve takviyesiz öğütülmüş 304L tozlarıyla birlikte ağırlıkça %1'den %5'e kadar nano-ZrO₂ takviyeli matris tozları mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulmuş, toz ve partikül karışımı öncesinde soğuk presleme işlemi ve sonrasında da sinterleme işlemi ile TRIP matris nano-ZrO₂ takviyeli kompozit numuneler üretilmiştir. Kompozit numunelerin fiziksel ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla; yoğunluk, sertlik ve basma testleri uygulanmıştır. Numunelerin uygulanan deneyler öncesi ve sonrasında mikroyapı özellikleri optik, SEM ve EDS analizleri ile gerçekleştirilmiştir. Çalışmada elde edilen bulgular aşağıda verilmiştir:

- Optik mikroyapı analizlerinde nano-ZrO₂ takviye miktarı arttıkça TRIP matrisin tane boyutunun küçüldüğü gözlemlenmiştir. Tane boyutundaki küçülmenin, takviye miktarındaki artışla takviye partiküllerinin Hall-Petch etkisini arttırmasına bağlı olarak gerçekleştiği düşünülmektedir. SEM analizlerinden, öğütme veya mekanik alaşımlama işleminin de tane küçülme mekanizması üzerinde etkili olduğu anlaşılmaktadır.
- Optik ve SEM mikroyapı analizleri ile nano-ZrO₂ takviye oranındaki artışın; mikroyapıda kümelenmiş takviye miktarında, takviye kümelerinin boyutunda ve gözenek ve/veya boşluk miktarında artışa neden olduğu görülmektedir.
- Tane sınırlarında ve tane içlerinde oluşan çökeltilerin; 1280°C'de gerçekleştirilen sinterlemeyle ortaya çıkan kısmı ergime nedeniyle oluşan krom karbür (Cr₂₃C₆) çökeltileri ya da yüksek sıcaklığa bağlı olarak takviye ve matris fazları arasındaki difüzyonla ZrO₂ takviyeyi stabilize eden elementlerin ayrılarak çelik matristeki elementlerle birleşmesiyle oluşan spinel ve silikat çökelti olabileceği düşünülmektedir.
- Kullanılan 304L matris tozlarının karbon oranının düşük olması ve üretim sırasında koruyucu gaz atmosferi kullanılmasına rağmen; üretilen TRIP matris kompozitlerde oluşan çökeltilerden bazılarının krom karbür çökeltileri olabileceği düşünülmektedir. Karbür çökeltilerinin oluşum süreci birden fazla parametreye bağlıdır. Sinterlenen numunelerin soğuma hızının yavaş olması, nikel oranının düşük olması, mekanik alaşımlama kabı ve bilyaların aşınması sonucu artan karbon miktarı ve PCA olarak kullanılan stearik asit içerisindeki karbon miktarının fazla olması, krom karbür çökeltilerinin oluşmasını sağlamış olabilir.
- Nano-ZrO₂ takviye oranındaki artışla birlikte üretilen TRIP matris kompozitlerin yoğunluklarında ani azalmalar meydana gelmiştir. Ağırlıkça %4 ve %5 takviye içeren TRIP matrisli kompozitlerde; sert takviye partiküllerinin kendileri, takviye partiküllerinin kümelenmeleri, takviye partiküllerinin mekanik alaşımlama işlemi sırasında toz ve partikül karışımının aşırı pekleşmesine neden olması gibi birçok olumsuz etkenin biraraya gelmesiyle birlikte, presleme

ve sinterleme işlemlerini güçleştirerek bu kompozitlerde yoğunluğun takviyesiz 304L malzemelerden daha az yoğunluğa sahip olmalarına neden olduğu düşünülmektedir. En düşük yoğunluk değerine %85 ile %5 ZrO₂ takviye oranındaki numune sahipken, en yüksek relatif yoğunluk değeri ise %98 ile öğütülmemiş takviyesiz numuneye aittir.

- Üretilen malzemelerin sertlik değerleri bakımından en düşük sertliğe öğütülmemiş takviyesiz 304L paslanmaz çelik numunesi sahip olmuştur. Öğütülmüş takviyesiz 304L numunesi, mekanik öğütme işlemi ile öğütülmemiş numuneye göre daha küçük tane boyutuna sahiptir. Bu durum sertlik artışına neden olabileceği gibi, ayrıca öğütme işlemi malzemeyi pekleşmeye uğratarak sertliğinin artışına katkıda bulunmuş olabilir. Ancak sertlikteki bu artışın, gözenek artışının getireceği sertlik azalması karşısında daha etkin olduğu düşünülmektedir.
- Nano-ZrO₂ takviyeli TRIP matris kompozitlerde, takviye oranı arttıkça kompozitlerin sertlik değerleri artmıştır. En düşük sertlik değerine 161 BN ile öğütülmemiş takviyesiz numune sahip olurken, en yüksek sertlik değeri yaklaşık 2,5 kat artarak 360 BN ile ağırlıkça %5 ZrO₂ takviye oranında elde edilmiştir. Nano-ZrO₂ takviye partiküllerinin kendi sertlikleri ve tozları daha fazla pekleşmeye uğratmaları, mekanik alaşımlarda daha küçük tane boyutu sağlayarak Hall-Petch vb. mekanizmalar sayesinde üretilen TRIP matris kompozitlerin sertliklerinin yüksek olmasını sağladığı düşünülmektedir. Ancak bu artış, takviye oranı arttıkça azalan hızda bir artış olarak gerçekleşmektedir. Bunun nedeni, yüksek takviye oranlarında oluşan partikül kümelerinin yüksek miktarda gözenek ve/veya boşluk oluşturması olabilir.
- Yapılan bu çalışmada, mekanik alaşımlama (öğütme), soğuk presleme ve basma testi sırasında meydana gelen plastik deformasyonla birlikte gerçekleştiği düşünülen dönüşümlerle, mukavemeti ve sünekliği arttıran deformasyon mekanizmalarının etkili olduğu düşünülmektedir. SEM görüntüleri incelendiğinde, bu mekanizmaların mikroyapıda; α' martenzit, ϵ martenzit ya da tavlama ikizleri, mekanik ikizlenme, kayma bantları ve istiflenme kusur tetrahedronu olarak gözlemlendiği düşünülmektedir.
- Mikroyapı analizlerinde ikizlenmelerin; mekanik ikizlenmelerin α' martenzite dönüşmesi, mekanik ikizlerin tavlama ikizlerine dönüşmesi ve takviye fazının ikizlenmelerin oluşumunu engellemesi sebebiyle az miktarda olduğu görülmüştür.
- Bu tez çalışması kapsamında üretilen TRIP matris kompozitlerin, yüksek basma dayanımına sahip olması; mukavemet mekanizmaları ve yapıda olduğu düşünülen deformasyon mekanizmalarıyla ilişkilendirilebilir. Plastik deformasyonla gerçekleştiği düşünülen deformasyon mekanizmalarının, kompozitlerin hacmini arttırarak

uzamaya sebep olduđu ve bu sayede üretilen kompozitlerin sünekliğini arttırdığı düşünölmektedir.

- Basma deneyi sırasında numunelerde kırılma davranışı gözlenmediğinden, malzeme üzerinde çentik etkisi yaratılarak kırılması sağlanmıştır. SEM görüntülerinde görölen çukurcukların, üretilen kompozitlerin sünekliğiyle ilişkisi olduđu düşünölmektedir.
- Kırılma görüntüleri incelendiğinde, yüksek takviye oranlarında, takviye partiküllerinin, daha büyük boyutta olan matris tozları arasına girerek presleme işlemi sırasında yükün yönüne paralel olarak dizildikleri ve hem birbirine komşu matris tozlarının birleşmelerini engellediğı ve sinterleme sıcaklığının takviyelerin kendi aralarında birleşmelerinde yetersiz kalmasıyla birlikte çatlakların bu bölgelerde oluştuğı gözlemlenmiştir.
- Ağırlıkça % ZrO_2 takviye oranının artmasıyla nano boyuttaki takviyelerin kümelenmesinin, çukurcukların boyutunu arttırdığı ve kümelenmelerin kompozitin sünekliğini kötü yönde etkilediğı düşünölmektedir. Kırılma görüntülerinde göröldüğü gibi, %1 takviye oranındaki kompozitin sahip olduđu çukurcuklar daha küçükken, %5 takviye oranında çukurcuklar büyümekte ve çukurcukların içinde kümelenen takviyeler bulunmaktadır. Ayrıca, bu görüntülerden %1 ZrO_2 takviye oranındaki kompozitin sahip olduđu çukurcukların daha küçük ve sayılarının daha fazla olduđu, %5 ZrO_2 takviye oranındaki çukurcukların ise boyutlarının büyüdüğü ve sayılarını azaldığı anlaşılmaktadır.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- Altenbach, H., Matsuda, T. and Okumura, D.,** 2015, From Creep Damage Mechanics to Homogenization Methods, *Advanced Structured Materials*, Springer International, Switzerland, 601p.
- Benjamin, JS.,** 1989, New materials by mechanical alloying techniques, In: Arzt E, Schultz L, 3±18p.
- Benjamin, JS.,** 1992, Mechanical alloying – history and future potential. In: Capus JM, German RM, et al., editors. *Advances in powder metallurgy and particulate materials. Novel powder processing*, vol. 7. Princeton (NJ): Metal Powder Industries Federation. 155–68p.
- Berek, H., Yanina, A., Weigelt, C., and Aneziris, C. G.,** 2011, Determination of the Phase Distribution in Sintered TRIP-Matrix / Mg-PSZ Composites using EBSD, *Steel Research Int.*, 82(9):1094-1100p.
- Bhadeshia H., Honeycombe R.,** 2017, *Steels: Microstructure and Properties.*, Elsevier.
- Biermann, H., Aneziris, Ch. G. and Kuna, M.,** 2009, Collaborative Research Center TRIP-Matrix-Composite, ESOMAT 2009, 05002 (2009).
- Biermann, H., Aneziris, C.G., Kolbe, A., Martin, U., Müller and Schärfl, A. W., Herrmann M.,** 2010, Microstructure and compression strength of novel TRIPsteel/ Mg-PSZ composites, 15th International Conference on the Strength of Materials (ICSMA-15), *IOP Publishing Journal of Physics: Conference Series*, 240(012099):1-4p.
- Biermann, H., Glage, A. and Droste, M.,** 2016, Influence of Temperature on Fatigue-Induced Martensitic Phase Transformation in a Metastable CrMnNi-Steel, *Metallurgical and Materials Transactions*, 47(A):84-94p.
- Bokuchava, G. D., Gorshkova, Yu. E., Papushkin, I. V., Guk, S. V. and Kawalla, R.,** 2018, Investigation of Plastically Deformed TRIP-Composites by Neutron Diffraction and Small-Angle Neutron Scattering Methods, *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 12(2):227–232p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Borisova, D., Klemm, V., Martin, S., Wolf, S. and Rafaja, D.,** 2013, Microstructure Defects Contributing to the Energy Absorption in CrMnNi TRIP Steels, *Advanced Engineering Materials*, 15(7):571-581p.
- Broek, D.,** 1973, The role of inclusions in ductile fracture and fracture toughness, *Engineering Fracture Mechanics*, 5(1):55-56p.
- Casati, R.,** 2016, Aluminum Matrix Composites Reinforced with Alumina Nanoparticles, Springer Briefs in Applied Sciences and Technology, Italy, 126p.
- Ceschini, L., Dahle, A., Gupta, M., Wollmar, Jarfors, A.E., Jayalakshmi, S., Morri, A., Rotundo, F., Toschi, S. and Singh R.A.,** 2017, Aluminum and Magnesium Metal Matrix Nanocomposites, Springer, Singapore, 164p.
- Chawla, N. and Chawla, K.K.,** 2006, Metal Matrix Composites, Springer Science+Business Media, the USA, 401p.
- Chawla, K. K.,** 2013, Composite Materials, Science and Engineering, Springer Science+Business Media, New York, 542p. **Chawla, Krishan K.,** 2013
- Chawla, N. and Williams J.J.,** 2013, Fatigue and fracture of powder metallurgy steels, Woodhead Publishing Limited, 455-490p.
- Christian, K.D. and German, R.M.,** 1995, Relation between pore structure and fatigue behavior in sintered iron–copper–carbon, *Int J Powder Metall*, 31: 51–61p.
- Chung, D. D. L.,** 2010, Composite Materials, Science and Applications, Springer-Verlag London Limited.
- Danninger, H., Tang, G., Weiss, B. and Stickler, R.,** 1993, Microstructure and mechanical properties of sintered iron. Part II-Experimental study, *Powder Metall Int*, 25:170–5p.
- Das, A., Tarafder, S.,** 2008, Geometry of dimples and its correlation with mechanical properties in austenitic stainless steel, *Scripta Materialia*,

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

59:1014–1017p.

Embury, D. and Bouaziz, O., 2010, Steel-Based Composites: Driving Forces and Classifications, *Annu. Rev. Mater. Res.*, 40:213–241p.

Fischer, F.D., Reisner, G., Werner, E., Tanaka, K., Cailletaud, G. and Antretter T., A new view on transformation induced plasticity (TRIP), *International Journal of Plasticity*, 16 (2000): 723-748p.

Galindo-Nava, E.I., Rivera-Díaz-del-Castillo, P.E.J., 2017, Understanding martensite and twin formation in austenitic steels: A model describing TRIP and TWIP effects, *Acta Materialia*, 128:120-134p.

Garcés, G., Máthis, K., Pérez, P., Čapek, J. and Adeva, P., 2016, Effect of reinforcing shape on twinning in extruded magnesium matrix composites, *Materials Science & Engineering A*, 666:48-53p.

Glage, A., Weigelt, C., Räthel J. and Biermann H., 2013, Influence of Matrix Strength and Volume Fraction of Mg-PSZ on the Cyclic Deformation Behavior of Hot Pressed TRIP/TWIP-Matrix Composite Materials, *Advanced Engineering Materials*, 15(7):550-557p.

Glage, A., Weider, M., Hasterok, M., Weidner, W., Eigenfeld, K., Aneziris, C.G. and Biermann, H., 2011, Mechanical properties of metal matrix composites based on TRIP steel and ZrO₂ ceramic foams, *Procedia Engineering*, 10:548–555p.

Guk, S., Pranke, K., and Müller, W., 2014, Flow Curve Modelling of an Mg-PSZ Reinforced TRIP-matrixcomposite, *ISIJ International*, 54(10):2416–2420p.

Guk, S., Müller, W., Pranke, K. and Kawalla, R., 2014, Mechanical Behaviour Modelling of an Mg-Stabilized Zirconia Reinforced TRIP-Matrix-Composite under Cold Working Conditions, *Materials Sciences and Applications*, 5:812-822p.

Hadji, M. and Badji, R., 2002, Microstructure and Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steels After Cold Rolling, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 11(2):145-151p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Hadrboletz, A. and Weiss, B.**, 1997, Fatigue behavior of iron based sintered material: A review', *Int Mater Rev*, 41:1–44p.
- Hu, Y., Li, Y., Lou, J., He, H. and Zhang, X.**, 2018, Effects of Sintering Temperature and Holding Time on Densification and Mechanical Properties of MIM HK30 Stainless Steel, *International Journal of Metallurgy and Metal Physics*, 3(022):1-7p.
- Husain, M. and Khan, Z. H.**, 2016, *Advances in Nanomaterials*, Springer, India, 429p.
- Jahn, A., Kovalev, A., Weiß, A., Scheller, P.R., Wolf, S., Krüger, L., Martin, S. and Martin, U.**, 2009, Mechanical properties of high alloyed cast and rolled CrMnNi TRIP steels with varying Ni contents, *Esomat*, 0513:2-7p.
- Kovalev, A., Wendler, M., Jahn, A., Weiß, A. and Biermann, H.**, 2013, Thermodynamic-Mechanical Modeling of Strain-Induced α' -Martensite Formation in Austenitic Cr–Mn–Ni As-Cast Steel, *Advanced Engineering Materials*, 1-9p.
- Lei, Y., Yu, X., Yu, S. and Liu, Z.**, 2007, Present status and development direction of high performance structural material-oriented ultrafine grained steel, *Journal of China University of Petroleum*, 31(2):155–162p.
- Lesuer, D., Syn, C. and Sherby, O.**, 2010, Nano-scale strengthening from grains, subgrains and particles in Fe-C alloys, *Journal of Materials Science*, 45:4889–4894p.
- Lindstedt, U., Karlsson, B. and Masini, R.**, 1997, Influence of porosity on deformation and fatigue behavior of PM austenitic stainless steels, *Int J Powder Metall*, 33:49–61p.
- Linderov, M., Segel, C., Weidner, A., Biermann, H. and Vinogradov, A.**, 2014, Deformation mechanisms in austenitic TRIP/TWIP steels at room and elevated temperature investigated by acoustic emission and scanning electronmicroscopy, *Materials Science & Engineering A*, 597:183–193p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Li, X., Wei, Y., Lu, W., Lu, K. and Gao, H.,** 2010, Dislocation nucleation governed softening and maximum strength in nano-twinned metals, *Nature*, 464(8):877–880p.
- Lo, K.H., Shek, C.H. and Lai, J.K.,** 2009, Recent developments in stainless steels, *Materials Science and Engineering*, 65:39–104p.
- Luo, J.,** 2012, Developing Interfacial Phase Diagrams for Applications in Activated Sintering and Beyond: Current Status and Future Directions, *J. Am. Ceram. Soc.*, 95(8):2358–2371p.
- Ma, Y., Song, W. and Bleck, W.,** 2017, Investigation of the Microstructure Evolution in a Fe-17Mn-1.5Al-0.3C Steel via In Situ Synchrotron X-ray Diffraction during a Tensile Test, *Materials*, 10(1129):1-16p.
- Malow, T.R. and Koch, C.C.,** 1997, Grain growth in nanocrystalline iron prepared by mechanical attrition, *Acta Materialia*, 45(5):2177–2186p.
- Mann, S.,** 2006, Nanotechnology and Construction. European Nanotechnology Gateway – Nanoforum Report, *Institute of Nanotechnology*, 2–10p.
- Martin, S., Richter, S., Decker, S., Martin, U., Krüger, L. and Rafaja D.,** 2011, Reinforcing Mechanism of Mg-PSZ Particles in Highly-Alloyed TRIP Steel, *Steel Research Int.*, 82(9):1133-1140p.
- Martin, S., Decker, S., Krüger, L., Martin, U. and David, R. D.,** 2013, Microstructure Changes in TRIP Steel/Mg-PSZ Composites Induced by Low Compressive Deformation, *Advanced Engineering Materials*, 15(7):600-607p.
- Martin, S., Richter, S., Poklad, S. A., Berek, H., Decker, S., Martin, U., Krüger, L. and Rafaja, D.,** 2013, Orientation Relationships Between Phases Arising During Compression Testing in ZrO₂-TRIP-Steel Composites, *Journal of Alloys and Compounds*, 577S: 578–582p.
- Martin, S., Wolf, S., Martin, U., Krüger, L. and Rafaja D.,** 2014, Deformation Mechanisms in Austenitic TRIP/TWIP Steel as a Function of Temperature, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 47A:49-58p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Martin, S., Wolf, S., Decker, S., Krüger, L. and Martin, U.,** 2015, Deformation Bands in High-Alloy Austenitic 16Cr6Mn6Ni TRIP Steel: Phase Transformation and Its Consequences on Strain Hardening at Room Temperature, *Steel Research Int.*, 86(10):1187-1196p.
- Martin, S., Ullrich, C. and Rafaja, D.,** 2015, Deformation of austenitic CrMnNi TRIP/TWIP steels: Nature and role of the ϵ -martensite, *Materials Today: Proceedings*, 2S:643–646p.
- Matsui, K., Ohmichi, N., Ohgai, M., Yoshida, H. and Ikuhara, Y.,** 2006, Effect of alumina-doping on grain boundary segregation-induced phase transformation in yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal, *Journal of Materials Research*, 21:2278–2289p.
- Mazen, A. A. and Ahmed, A. Y.,** 2000, Effect of alumina additions on the mechanical behavior of PM MMC with low strength matrix, *Current Advances in Mechanical Design and Production*, VII:397-406p.
- Natarajan, N., Krishnaraj, V. and Davim J.P.,** 2015, Metal Matrix Composites Synthesis, Wear Characteristics, Machinability Study of MMC Brake Drum, Springer, Cham, 85p.
- Nishida, Y.,** 2013, Introduction to Metal Matrix Composites, Fabrication and Recycling, Springer, Japan, 203p.
- Olson, G. B. and Feinberg, Z. D.,** 2012, Kinetics of martensite transformations in steels, Woodhead Publishing Limited. 59-82p
- Pagounis, E. and Lindroos, V. K.,** 1998, Processing and properties of particulate reinforced steel matrix composites, *Materials Science and Engineering*, A246: 221–234p.
- Polasik, S.J., Williams, J.J. and Chawla, N.,** 2002, Fatigue crack initiation and propagation in binder-treated powder metallurgy steels, *Metall Mater Trans*, 33A:73–81p.
- Poklad, A., Motylenko, M., Klemm, V., Schreiber, G., Martin, S., Decker, S., Abendroth, B., Haverkamp, M. and Rafaja, D.,** 2013, Interface

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Stabilised Zirconia as Revealed by TEM, *Advanced Engineering Materials*, 15(7):627-637p.
- Prasad, S.N., Mediratta, S.R. and Sarma, D.S.**, 2003, Influence of austenitisation on the structure and properties of weather resistant steels, *Mat Sci Eng A*, 358:288–297p.
- Prüger, S., Mehlhorn, L., Mühlich, U. and Kuna, M.**, 2013, Study of Reinforcing Mechanisms in TRIP-Matrix Composites under Compressive Loading by Means of Micromechanical Simulations, *Advanced Engineering Materials*, 15(7):542-549p.
- Rabe, K.M., Ahn, C.H. and Triscone, J.**, 2007, Physics of Ferroelectrics: A Modern Perspective, Springer, Berlin, Germany, 388p.
- Razavi, Z. H., Simchi, A. and Reihania S.M.S.**, 2006, Structural evolution during mechanical milling of nanometric and micrometric Al₂O₃ reinforced Al matrix composite, *Materials Science and Engineering: A*, 428(1–2):159-168p.
- Riedel, R. and Chen, I.**, 2012, Ceramics Science and Technology, Wiley-VCH, Germany, 531p.
- Runyan, J., Gerhardt, R. and Ruh, R.**, 2001, Electrical properties of boron nitride matrix composites: I, analysis of McLachlan equation and modeling of the conductivity of boron nitride-boron carbide and boron nitride-silicon carbide composites, *Journal of the American Ceramic Society*, 84(7): 1490-1496p.
- Salak, A.**, 1997, Ferrous Powder Metallurgy, Cambridge International Science Publishing, Cambridge.
- Schärfel, W., Berek H., Aneziris, C. G., Weider, M. And Yanina, A.**, 2011, Phase Composition of Mg-PSZ in Manganese Alloyed TRIP-Steel MMC Processed via Steel Casting and Conductive Sintering, *Advanced Engineering Materials*, 13(6):480-486p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Shen, Y.F., Li, X.X., Sun, X., Wang, Y.D. and Zuo, L.,** 2012, Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel, *Materials Science and Engineering A*, 552:514– 522p.
- Shen, H., Li, Y., Liu, C. and Hao, HE.,** 2013, Effect of Ti on mechanical performance and dimensional stability of MIM HK30 stainless steel, *Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy*, 18:45-52p.
- Shi, X., Iao, Z. X and Wu, J.,** 2013, The use of nanotechnology to improve the bulk and surface properties of steel for structural applications, Woodhead Publishing Limited, 75-106p.
- Silva, F. J. G., Santos, J. and Gouveia, R.,** 2017, Dissolution of Grain Boundary Carbides by the Effect of Solution Annealing Heat Treatment and Aging Treatment on Heat-Resistant Cast Steel HK30, *Metals*, 7(251):1-12p.
- Suryanarayana, C. and Al-Aqeeli, N.,** 2013, Mechanically alloyed nanocomposites, *Progress in Materials Science*, 58:383–502p.
- Suryanarayana, C.,** 2001, Mechanical alloying and milling, *Progress in Materials Science*, 46, 1-184p.
- Tumuluru, M.,** 2012, Resistance spot weld performance and weld failure modes for dual phase and TRIP steels, Woodhead Publishing Limited, USA, 43-64p.
- Vinarcik, E. J.,** 2002, High Integrity Die Casting Processes, John Wiley & Sons Inc, New York, United States, 256 p.
- Viswanathan, V., Laha, T., Balani, K., Agarwal, A. and Seal, S.,** 2006, Challenges and advances in nanocomposite processing techniques, *Materials Science and Engineering R*, 54:121–285p.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

Weidner, A. and Biermann, H., 2015, Combination of Different In Situ Characterization Techniques and Scanning Electron Microscopy Investigations for a Comprehensive Description of the Tensile Deformation Behavior of a CrMnNi TRIP/TWIP Steel, *The Minerals, Metals & Materials Society*, 67(8):1729-1747p.

Zhou, D., Qiu, F., Wang, H. and Qichuan, Jiang Q., 2014, Manufacture of Nano-Sized Particle-Reinforced Metal Matrix Composites: A Review, *Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.)*, 27(5):798–805p.



TEŐEKKÜR

Yoęun ve yorucu alıŐma sÜresince maddi ve manevi desteęini esirgemeyen, deęerli zamanının bÜyÜk bir kısmını konuyla ilgili yÖnlendirmelere ve araŐtırmalara ayıran ve yoęun ilgisiyle alıŐmaya harika yÖn veren, saygıdeęer danıŐman hocam Dr. Öęretim Üyesi Ege Anıl Diler'e teŐekkÜrü bir bor bilirim. Kıymetli gÖrÜŐlerinden yararlandıęım Dr. Öęretim Üyesi Onur Ertuęrul'a; deney aŐamalarında bÜyÜk yardımları olan Őöhret Melda Aydın, Zafer Yenier, İdil Arıtman, Tina Su ve Nihat Bey'e teŐekkÜrlerimi sunarım. Bu sÜrete beni manevi olarak destekleyen ve kıymetli bilgilerini benimle paylaŐan canım arkadaŐım Berna Uslu'ya teŐekkür ederim. Son olarak beni her zaman maddi ve manevi destekleyen, arkamda durduklarına emin olduęum aileme teŐekkür ederim.

1/8 / 2019

İmzası

Özlem SEVİN

ÖZGEÇMİŞ

Özlem Sevinç, 1991 yılında İzmir’de doğdu. Orta öğretimini Teğmen Ali Rıza Akıncı Anadolu Lisesinde tamamladı. 2014 yılında Dokuz Eylül Üniversitesi Kimya Bölümü’nden mezun oldu.

