

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**ALÜMİNYUM MATRİSLİ HİBRİT KOMPOZİTLERİN
MEKANİK ALAŞIMLANDIRMA YOLU İLE ÜRETİMİ VE
YAPISAL KARAKTERİZASYONU**

**Hazırlayan
Mehmet Emin PALAZ**

**Danışman
Dr. Öğr. Üyesi Esen DAĞAŞAN BULUCU**

Yüksek Lisans Tezi

**Ekim 2019
KAYSERİ**

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**ALÜMİNYUM MATRİSLİ HİBRİT KOMPOZİTLERİN
MEKANİK ALAŞIMLANDIRMA YOLU İLE ÜRETİMİ VE
YAPISAL KARAKTERİZASYONU
(Yüksek Lisans Tezi)**

**Hazırlayan
Mehmet Emin PALAZ**

**Danışman
Dr. Öğr. Üyesi Esen DAĞAŞAN BULUCU**

**Ekim 2019
KAYSERİ**

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK

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

Mehmet Emin PALAZ



“Alüminyum Matrisli Hibrit Kompozitlerin Mekanik Alaşımlandırma Yolu ile Üretimi ve Yapısal Karakterizasyonu” adlı Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi’ ne uygun olarak hazırlanmıştır.

Hazırlayan

Mehmet Emin PALAZ

Danışman

Dr. Öğr. Üyesi Esen DAĞAŞAN BULUCU

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği ABD Başkanı

Doç. Dr. Mustafa Serdar ÖNSES

Dr. Öğr. Üyesi Esen DAĞAŞAN BULUCU danışmanlığında **Mehmet Emin PALAZ** tarafından hazırlanan “**Alüminyum Matrisli Hibrit Kompozitlerin Mekanik Alaşımlandırma Yolu ile Üretimi ve Yapısal Karakterizasyonu**” adlı bu çalışma jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Malzeme Bilimi ve Mühendisliği** Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

30 / 10 / 2019

JÜRİ:



Danışman : Dr. Öğr. Üyesi Esen DAĞAŞAN BULUCU

Üye : Doç. Dr. Mustafa Serdar ÖNSES

Üye : Doç. Dr. Cemal ÇARBOĞA

ONAY:

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun 05/11/2019 tarih ve 2019/61-09 sayılı kararı ile onaylanmıştır.

Prof. Dr. Mehmet AKKURT

Enstitü Müdürü

TEŐEKKÜR

Bana alıŐmalarım sűresince her tűrlű yardım ve fedakârlıĐı saĐlayan, baŐta eŐim ve kızım olmak űzere hayatım boyunca desteklerini esirgemeyen anneme ve babama, alıŐma hayatımda kolaylıklar tanıyan sayın Őefim Mustafa ALDAŐ' a, űniversite hayatım boyunca ve űzellikle yűksek lisans dűneminde katkılarını esirgemeyen sayın danıŐmanım Dr. ŐĐr. Ŭyesi Esen DAĐAŐAN BULUCU' ya teŐekkűr etmeyi bir bor bilirim.

Mehmet Emin PALAZ

Ekim 2019, KAYSERİ

ALÜMİNYUM MATRİSLİ HİBRİT KOMPOZİTLERİN MEKANİK ALAŞIMLANDIRMA YOLU İLE ÜRETİMİ VE YAPISAL KARAKTERİZASYONU

Mehmet Emin PALAZ

**Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü
Yüksek Lisans Tezi, Ekim 2019
Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Esen DAĞAŞAN BULUCU**

ÖZET

Bu çalışma, alüminyum matrisli ve seramik parçacık takviyeli mikron altı hibrit kompozit tozların mekanik öğütme yöntemi ile üretimini ve yapısal karakterizasyonunun araştırılmasını kapsamaktadır. Matris malzemesi olarak yüksek saflıkta Al tozu ve takviye elemanı olarak ise Al_2O_3 , SiC, B_4C ve ZrO_2 seramik tozları ağırlıkça değişen oranlarda kullanılmıştır. Öğütme işlemleri için gezegen tipi bilyalı değirmen kullanılmıştır. Yapmış olduğumuz bütün deneysel çalışmalar da 10:1 şarj oranı, 20 mm - 10 mm çapında tungsten karbür bilyalar ve 250 ml WC hazne kullanılmıştır. Hazırlanan toz 200 dakika/devir sabit dönme hızında 100 saat boyunca öğütme ile gerçekleştirilmiştir. Öğütme atmosferi olarak spektrometrik argon gazı ile süreç kontrol etkeni olarak stearik asit ($C_{18}H_{36}O_2$) kullanılmıştır.

Hibrit kompozit tozlardan alınan numunelere FE-SEM ve X-RD analizleri yapılmıştır. FE-SEM görüntüleri üzerinde yapılan tane boyutu analizleri, artan öğütlemeyle tanelerin ufaldığını göstermektedir. Tane boyutu analizleri incelendiğinde en küçük tane boyutu Al-% 5 B_4C -%10 ZrO_2 hibrit kompozitte görülmektedir. X-RD sonuçlarına göre de %85-90 oranlarından fazlalığı oluşturan alüminyuma ait pikler görüntülenirken, öğütme işlemi ilerledikçe takviye elemanlarına ait piklerde ortaya çıkmıştır.

Anahtar Kelimeler: Alüminyum Matrisli Seramik Takviyeli Hibrit Kompozitler, Gezegen Tipi Öğütücü, Mekanik Alaşımlandırma

PRODUCTION AND STRUCTURAL CHARACTERIZATION OF HYBRID COMPOSITES WITH ALUMINUM MATRIX BY MECHANICAL ALLOYS

Mehmet Emin PALAZ

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences

Master Thesis, October 2019

Advisor: Dr. Esen DAĞAŞAN BULUCU

ABSTRACT

This study involves the production and characterization of aluminum matrix and ceramic particle reinforced submicron hybrid composite powders by mechanical milling. High purity Al powder was used as matrix material and Al₂O₃, SiC, B₄C and ZrO₂ ceramic powders were used in varying proportions as reinforcing elements. Planetary ball mill is used for grinding operations. In all our experimental studies, 10: 1 charge ratio, 20 mm - 10 mm diameter tungsten carbide balls and 250 ml WC chamber were used. The prepared powder was milled for 100 hours at a constant rotation speed of 200 minutes / revolution. Spectrometric argon gas was used as the grinding atmosphere and stearic acid (C₁₈H₃₆O₂) was used as process control agent.

FE-SEM and X-RD analyzes were performed on hybrid composite powders. Grain size analyzes on FE-SEM images show that the grains crumble with increasing milling. When grain size analysis is examined, the smallest grain size is seen in SiC added hybrid composites. According to the results of X-RD, while the peaks of aluminum, which constitute more than 85-90%, were displayed, the peaks of the reinforcing elements emerged as the grinding process proceeded.

Keywords: Aluminum Matrix Ceramic Reinforced Hybrid Composites, Planetary Type Grinder, Mechanical Alloying

İÇİNDEKİLER

ALÜMİNYUM MATRİSLİ HİBRİT KOMPOZİTLERİN MEKANİK ALAŞIMLANDIRMA YOLU İLE ÜRETİMİ VE YAPISAL KARAKTERİZASYONU

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK	ii
YÖNERGEYE UYGUNLUK.....	iii
KABUL VE ONAY	iv
ÖNSÖZ	v
ÖZET.....	vi
ABSTRACT.....	vii
İÇİNDEKİLER	viii
KISALTMALAR	x
TABLolar LİSTESİ.....	xi
ŞEKİLLER LİSTESİ	xii

GİRİŞ	1
--------------------	----------

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER ve LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

1. 1. Kompozit Malzemeler	3
1.1.1. Kompozit Malzemelerin Tanımı ve Temel Özellikleri	3
1.2. Metal Tozların Üretimi.....	5
1.2.1 Elektroliz Yolu ile Üretim	5
1.2.2 Kimyasal Yöntemler	6
1.2.3 Atomizasyon Yöntemler	8
1.2.4 Mekanik Alaşımlandırma.....	11
1.4 FE-SEM ve X-RD Yöntemleri.....	18
1.5 Literatür Araştırması	22

2. BÖLÜM

YÖNTEM VE MATERYAL

2.1.Mekanik Alaşımlandırma	30
2.1.1 Kullanılan Malzemeler	30
2.1.2 Mekanik Alaşımlandırma Cihazı	34
2.1.3 Öğütücü Hazne ve Bilyeler	35
2.1.4 Mekanik Alaşımlandırma Parametreleri	36
2.1.5 Mekanik Alaşımlandırma Atmosferi	36
2.1.6 Süreç Kontrol Etkeni (PCA	37
2.2. Üretilen Tozların Yapısal Karakterizasyonu	38
2.2.1 Alan Geçirimli Taramalı Elektron Mikroskobu (FE-SEM) ile Görüntüleme	38
2.2.2 Tane Boyutu Analizleri	38
2.2.3 X-Ray Cihazı (X-RD).....	38

3. BÖLÜM

BULGULAR

3.1 FE-SEM Görüntüleri	39
3.2 Tane Boyutu Analizleri.....	47
3.3 X-RD Analizleri.....	56

4. BÖLÜM

SONUÇ ve ÖNERİLER

4.1.Sonuçlar	80
4.2.Öneriler	82
KAYNAKÇA	84
ÖZGEÇMİŞ.....	87

KISALTMALAR

HV	: Vickers Sertliđi
MA	: Mekanik Alařımlama
MMC	: Metal Matris Kompozit
FE-SEM	: Alan Geçirimli Taramalı Elektron Mikroskobu
TG	: Termogravimetrik Analiz
TM	: Toz Metalurjisi
XRD	: X-Iřınları Difraktometresi
OM	: Optik Mikroskop
AsB	: Geri Saçılmıř Elektron Algılayıcısı
EDS	: X-Ray Dispersif Enerji Dedektörü

TABLÖLAR LİSTESİ

Tablo 2.1.	Kullanılan Tozların Özellikleri.....	31
Tablo 2.2.	Deney Planı.....	34
Tablo 2.3.	Üretimi Yapılacak Hibrit Kompozitlerin Miktarı.....	35
Tablo 3.1.	Al-Al ₂ O ₃ -ZrO ₂ Toz Karışımları İçin Öğütme Süresi - Tane Boyutu Değişimi.....	48
Tablo 3.2.	Al-SiC-ZrO ₂ Toz Karışımları İçin Öğütme Süresi - Tane Boyutu Değişimi.....	51
Tablo 3.3.	Al-B ₄ C-ZrO ₂ Toz Karışımları İçin Öğütme Süresi - Tane Boyutu Grafiği.....	53
Tablo 3.4.	Deney Numuneleri Çizelgesi.....	58

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1.	Kompozit Malzemelerin Farklı Malzeme Gruplarına Göre Sınıflandırılması.....	3
Şekil 1.2.	Elektroliz Yolu İle Toz Üretimi.....	6
Şekil 1.3.	Termal Ayrıştırma Yöntemi İle Toz Üretimi.....	7
Şekil 1.4.	Gaz Fazdan Çökeltme Yöntemiyle Toz Üretimi	8
Şekil 1.5.	Gaz Atomizasyon Ünitesi	9
Şekil 1.6.	Su Atomizasyon Ünitesi	10
Şekil 1.7.	Döner Disk Atomizasyonu.....	11
Şekil 1.8.	Döner Elektrod Atomizasyonu	11
Şekil 1.9.	Fritsch Pulverisette Bilyalı Öğütücü.....	14
Şekil 1.10.	Tozun Bilyalar Arasında Sıkışma Şekli.....	18
Şekil 1.11.	X-RD Spektrumu	21
Şekil 1.12.	Mekanik Aktivasyonun Çeşitli Durumlarının Şematik Gösterimi	25
Şekil 1.13.	Kuhn'dan (1984) Kabul Edilen İki Top Arasında Sıkışan Partiküller	27
Şekil 2.1.	Öğütülmemiş Al Tozunun FE-SEM Görüntüsü	31
Şekil 2.2.	Öğütülmemiş Al_2O_3 Tozunun FE-SEM Görüntüsü.....	32
Şekil 2.3.	Öğütülmemiş SiC Tozunun FE-SEM Görüntüsü	32
Şekil 2.4.	Öğütülmemiş B_4C Tozunun FE-SEM Görüntüsü.....	33
Şekil 2.5.	Öğütülmemiş ZrO_2 Tozunun FE-SEM Görüntüsü	33
Şekil 2.6.	Planetary Öğütücünün Çalışma Prensibi	34

Şekil 2.7.	Glove Box'ın Görünümü	37
Şekil 3.1.	(A) 40 Saat, (B) 60 Saat, (C) 80 Saat Ve (D) 100 Saat Boyunca Öğütülmüş % 90 Al - % 5 Al ₂ O ₃ - % 5 ZrO ₂ Toz Karışımının FE- SEM Görüntüsü	39
Şekil 3.2.	(A) 40 Saat, (B) 60 Saat, (C) 80 Saat Ve (D) 100 Saat Boyunca Öğütülmüş %85 Al - % 5 Al ₂ O ₃ - % 10 ZrO ₂ Toz Karışımının FE-SEM Görüntüsü	40
Şekil 3.3.	(A) 40 Saat, (B) 60 Saat, (C) 80 Saat Ve (D) 100 Saat Boyunca Öğütülmüş % 90 Al - % 5 SiC - % 5 ZrO ₂ Toz Karışımının FE-SEM Görüntüsü	41
Şekil 3.4.	(A) 40 Saat, (B) 60 Saat, (C) 80 Saat Ve (D) 100 Saat Boyunca Öğütülmüş % 85 Al - % 5 SiC - % 10 ZrO ₂ Toz Karışımının FE-SEM Görüntüsü	42
Şekil 3.5.	(A) 40 Saat, (B) 60 Saat, (C) 80 Saat Ve (D) 100 Saat Boyunca Öğütülmüş %90 Al - % 5 B ₄ C - % 5 ZrO ₂ Toz Karışımının FE-SEM Görüntüsü	43
Şekil 3.6.	%90 Al - % 5 B ₄ C - % 5 ZrO ₂ Toz Karışımının 20. Öğütme Saati FE- SEM Görüntüsü	44
Şekil 3.7.	(A) 40 Saat, (B) 60 Saat, (C) 80 Saat Ve (D) 100 Saat Boyunca Öğütülmüş %85 Al - % 5 B ₄ C - % 10 ZrO ₂ Toz Karışımının FE-SEM Görüntüsü	45
Şekil 3.8.	%90 Al - % 5 B ₄ C - % 10 ZrO ₂ Toz Karışımının 20. Öğütme Saati FE- SEM Görüntüsü	46
Şekil 3.9.	100 Saat Öğütülmüş Al - %5 Al ₂ O ₃ - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait Tane Boyutu Analizi	47
Şekil 3.10.	Al-%5 Al ₂ O ₃ -%5 ZrO ₂ Öğütme Süresi – Tane Boyutu Grafiği	48

Şekil 3.11.	100 Saat Öğütülmüş Al-%5 Al ₂ O ₃ -%10 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait Tane Boyutu Analizi	49
Şekil 3.12.	Al-%5 Al ₂ O ₃ -%10 ZrO ₂ Öğütme Süresi – Tane Boyutu Grafiği	49
Şekil 3.13.	100 Saat Öğütülmüş Al-%5 SiC-%5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait Tane Boyutu Analizi	50
Şekil 3.14.	Al-%5 SiC-%5 ZrO ₂ Öğütme Süresi – Tane Boyutu Grafiği	51
Şekil 3.15.	100 Saat Öğütülmüş Al-%5 SiC-%10 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait Tane Boyutu Analizi	52
Şekil 3.16.	Al-%5 SiC-%10 ZrO ₂ Öğütme Süresi – Tane Boyutu Grafiği	52
Şekil 3.17.	100 Saat Öğütülmüş Al-%5 B ₄ C-%5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait Tane Boyutu Analizi	53
Şekil 3.18.	Al-%5 B ₄ C-%5 ZrO ₂ Öğütme Süresi – Tane Boyutu Grafiği	54
Şekil 3.19.	Al-%5 B ₄ C-%10 ZrO ₂ Öğütme Süresi – Tane Boyutu Grafiği	55
Şekil 3.20.	100 Saat Öğütülmüş Toz Karışımlarının Takviye Elemanına Göre Tane Boyutu Değişim Grafiği	55
Şekil 3.21.	Öğütülmemiş Saf Al'a Ait X-RD Grafiği	56
Şekil 3.22.	Öğütülmemiş Saf Al ₂ O ₃ 'e Ait X-RD Grafiği	57
Şekil 3.23.	Öğütülmemiş Saf SiC' e Ait X-RD Grafiği	57
Şekil 3.24.	Öğütülmemiş Saf B ₄ C' e Ait X-RD Grafiği	58
Şekil 3.25.	Öğütülmemiş Saf ZrO ₂ ' e Ait X-RD Grafiği	59
Şekil 3.26.	20 Saat Öğütülmüş Al - %5 Al ₂ O ₃ - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	60
Şekil 3.27.	40 Saat Öğütülmüş Al - %5 Al ₂ O ₃ - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	60

Şekil 3.28.	60 Saat Öğütülmüş Al - %5 Al ₂ O ₃ - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	61
Şekil 3.29.	80 Saat Öğütülmüş Al - %5 Al ₂ O ₃ - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	61
Şekil 3.30.	100 Saat Öğütülmüş Al - %5 Al ₂ O ₃ - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	62
Şekil 3.31.	Al - %5 Al ₂ O ₃ - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.....	62
Şekil 3.32.	20 Saat Öğütülmüş Al - %5 SiC - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.....	63
Şekil 3.33.	40 Saat Öğütülmüş Al - %5 SiC - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.....	63
Şekil 3.34.	60 Saat Öğütülmüş Al - %5 SiC - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.....	64
Şekil 3.35.	80 Saat Öğütülmüş Al - %5 SiC - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	64
Şekil 3.36.	100 Saat Öğütülmüş Al - %5 SiC - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	65
Şekil 3.37.	Al - %5 SiC - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.....	66
Şekil 3.38.	20 Saat Öğütülmüş Al - %5 B ₄ C - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.....	66
Şekil 3.39.	40 Saat Öğütülmüş Al - %5 B ₄ C - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.....	67
Şekil 3.40.	60 Saat Öğütülmüş Al - %5 B ₄ C - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.....	67

Şekil 3.41.	80 Saat Öğütülmüş Al - %5 B ₄ C - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.....	68
Şekil 3.42.	100 Saat Öğütülmüş Al - %5 B ₄ C - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	68
Şekil 3.43.	Al - %5 B ₄ C - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.....	69
Şekil 3.44.	20 Saat Öğütülmüş Al - %5 SiC - %10 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	70
Şekil 3.45.	40 Saat Öğütülmüş Al - %5SiC - %10ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.....	70
Şekil 3.46.	60 Saat Öğütülmüş Al - %5SiC - %10ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.....	71
Şekil 3.47.	80 Saat Öğütülmüş Al - %5SiC - %10ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.....	71
Şekil 3.48.	100 Saat Öğütülmüş Al - %5SiC - %10ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	72
Şekil 3.49.	Al - %5 SiC - %10 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.....	72
Şekil 3.50.	20 Saat Öğütülmüş Al - %5 B ₄ C - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.....	73
Şekil 3.51.	40 Saat Öğütülmüş Al - %5 B ₄ C - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.....	73
Şekil 3.52.	60 Saat Öğütülmüş Al - %5 B ₄ C - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.....	74
Şekil 3.53.	80 Saat Öğütülmüş Al - %5 B ₄ C - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.....	74
Şekil 3.54.	100 Saat Öğütülmüş Al - %5 B ₄ C - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	75

Şekil 3.55.	Al - %5 B ₄ C - %5 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.....	76
Şekil 3.56.	20 Saat Öğütülmüş Al - %5 B ₄ C - %10 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	76
Şekil 3.57.	40 Saat Öğütülmüş Al - %5 B ₄ C - %10 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	77
Şekil 3.58.	60 Saat Öğütülmüş Al - Al - %5 B ₄ C - %10 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	77
Şekil 3.59.	80 Saat Öğütülmüş Al - %5 B ₄ C - %10 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	78
Şekil 3.60.	100 Saat Öğütülmüş Al - %5 B ₄ C - %10 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği	78
Şekil 3.61.	Al - %5 B ₄ C - %10 ZrO ₂ Toz Karışımına Ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği.....	79

GİRİŞ

Dünya tarihi boyunca malzeme alanındaki gelişmeler her zaman için önemli teknolojik atılımlara sebep olmuştur. Taş devri, demir çağı, endüstri devrimi, nükleer çağı, elektronik devrimi ya da günümüzdeki nano teknoloji, yapay zekâ veya uzay çağı gibi gelişmelerin temeli malzeme teknolojisindeki atılımlara dayanmakta veya bu atılım sonucu ortaya çıkmaktadır.

Hızla gelişen teknoloji ile ihtiyaçlar her geçen gün artmaktadır. Malzemelerden beklenen özelliklerin bir malzemede olması isteği kompozit malzemeler üzerinde yapılan çalışmayı artırmaktadır. Yapılan çalışmalarla kompozit malzemelere eşsiz özellikler kazandırılarak birçok alanda kullanılmaya başlanmıştır. Bu alanlara örnek verecek olursak; otomobil aksamları, spor malzemeleri, savunma sanayi, uzay ve uçak alanı, denizcilik alanı ve sağlık sektörü başlıca kullanım alanları olduğu söylenebilir. Kompozit kullanımında meydana gelen bu artışın sebebi, hafif ama rijit malzeme talebi, sıcağa karşı dayanıklıyken çalışma performansını da koruyabilen malzeme talebi, hem dış etkenlere karşı dayanıklı hem hafif hem kolay şekil verilebilir hem de geçirgenliği olmayan malzeme talebi, yani işin özü bir malzemede birden fazla özelliğin bir arada bulunması talebi, bunları karşılayabilen kompozitlerin kullanım sahası oldukça artırmıştır.

Kompozit malzemelerin üretim yöntemleri de oldukça çeşitlilik göstermektedir. Bu yöntemler aslında malzemedен istenilen özelliğin kazanılabilmesi için belirleyici etkenler arasındadır. Örneğin üretim yöntemini farklılaştırarak aynı bileşimde ve miktarda malzemedен farklı karakteristik özellikler elde edilebilir.

Toz metalurjisi metal matris kompozit üretiminde en genel olarak kullanılan üretim yöntemlerinden birisidir. Bu yöntemin bilinen tarihi M.Ö. 1200 yıllarına dayanmaktadır.

Bu dönemde demir tozlarına şekil verme ve bu şekli koruması için sinterleme işlemi yapılmaktaydı.

Metal tozlardan istenilen performansın artmasıyla seramik pekiştiriciler sahaya inmiştir. Metal tozların seramik takviyeler ile öğütülmesi oldukça yaygın hale gelmiştir. Birlikte öğütülmesiyle karışan ya da alaşımlanan tozlar kalıp yardımıyla şekillendirilir ve etkenler göz önünde bulundurularak bir fırında sinterleme işlemi uygulanır. Bu işlemle partiküllerin birbiriyle kenetlenmesi sağlanır.

Toz metalurjisi diğer üretim yöntemlerine göre çok daha ekonomik bir yöntemdir. Ergitme, döküm gibi aşamalar içermediğinden dolayı üretim maliyetleri oldukça düşüktür. Ayrıca tozların karıştırılarak, metal bazlı kompozit üretilmesi de daha kolay bir yöntemdir.

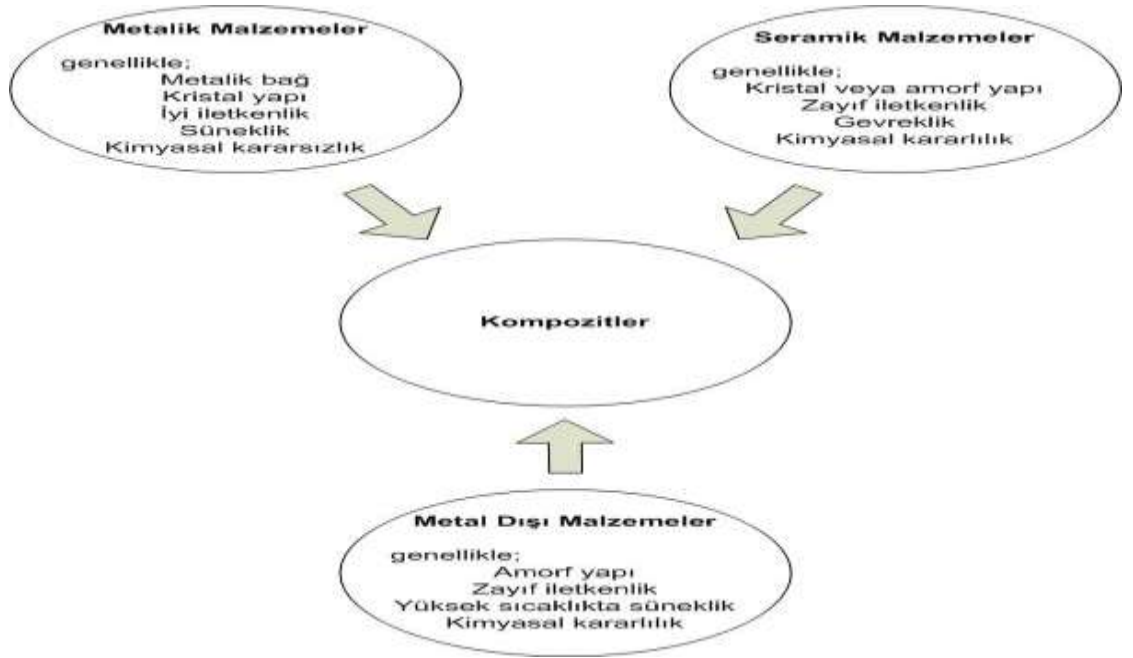
1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER VE LİTERATÜR ÇALIŞMASI

1.1. Kompozit Malzemeler

1.1.1. Kompozit Malzemenin Tanımı ve Temel Özellikleri

En az iki farklı maddenin makro seviyede birbiri içerisinde çözünmeyecek şekilde bir araya getirilmesiyle oluşan malzemelere kompozit malzemeler denir. Böyle bir yapıyı oluşturmaktaki amaç; tek başınayken malzemedeki bulunmayan özelliğin belirlenen üretim yöntemiyle bir araya getirilerek bazı özelliklerin (esneklik, hafiflik, dayanım vb.) kazandırılmasıdır.



Şekil 1.1. Kompozit Malzemelerin Farklı Malzeme Gruplarına Göre Sınıflandırılması

Kompozit malzemeler çoğunlukla düşük dayanıma sahip metalik matris malzemesi veya reçine yapılı ana malzeme ile yapıyı güçlendirecek takviye malzemesinden oluşur. Bu yapıdaki amaç ana bileşen olan matris malzemesinin yapının bütünlüğünü koruması yani takviye malzemesini tutması ve takviye malzemesinin de yapının mukavemetini ve yük taşımasını artırmasıdır. Atomsal ve molekül düzeyde birleşen malzemeler veya alaşımlar mikroskobik olarak homojen oldukları için kompozit malzeme olarak adlandırılmazlar. Örneğin, çelikteki krom ve vanadyum bir karışım oluşturur ve kompozit değildir. Çünkü atom seviyesinde bir karışım söz konusudur ve yapısı mikroskobik olarak homojendir. Bu tür malzemeler kompozit değil alaşım oluştururlar [3]. Kompozit malzemeler, benzerlerine göre birçok yönden avantajlıdır.

Avantajları;

- Birçok malzemeye göre hafif ve dayanıklıdır.
- Kalıplama tekniğiyle üretilen kompozitlerin üretim sırasında kalıbın farklı noktalarına farklı işlemler yaparak dayanım vb. özelliklerini o noktalar için değiştirme avantajı vardır.
- Kalıplara yerleştirmeleri oldukça kolaydır, bu sayede karmaşık yapılı ürün üretmek daha kolaydır.
- Sünek ve kırılmaya dayanıklı özellikleri bir arada bulundurabilmesinden dolayı ani şokları daha kolay karşıladığı gibi çatlak ilerlemesi de az ve yavaştır.
- Kimyasallara karşı dayanıklı olması korozyona da uğramamasını sağlamaktadır.
- Uygun şartlarda uygun maddeler kullanılarak elektrik yalıtım ve iletimi noktasında üstün özellikler sergileyebilmektedir.
- Tabakalı kompozitlerin özellikle tabaka yapılarının istenilen amaca göre dizayn edilebilmesi kompozitlerin önemli avantajlarından.

Dezavantajları;

- Kompozitlerin yapısı gereği 2 veya daha fazla bileşenin kimyasal çözünme olmadan bir araya gelmesiyle yapılar arasında oluşan hava boşlukları gibi küçük boşluklar yapıyı mekanik anlamda olumsuz etkilemektedir.

- Farklı yapıların bir araya gelmesiyle ısıl genişlemede de kompozitler farklı değerler göstermiş, bu nedenle sıcaklık değişimlerinde iç hasarlar meydana gelerek yapı bozulabilmektedir.
- Kompozit yapılar üzerinde delme, kesme gibi işlemler yapılması yapının özelliklerinin bozulmasına neden olabilmektedir.
- Kompozit malzemenin yapısında bulunan maddelerin lif yapılarına kadar özel incelemelerin yapılması önemlidir. Aksi durumda yük altında yapısının bozulması kaçınılmaz hale gelir.

Yukarda bahsedilen avantaj ve dezavantajlara daha birçok şey eklenebileceği gibi yeni kompozit malzemelerle de bunlar her gün artacaktır [3].

1.2. Metal Tozların Üretimi

Toz metalürjisinde başarılı bir son ürün elde edebilmek için başlangıç malzemeleri çok önemli yere sahiptir. Tozların kimyasal bileşimi ve saflığının yanında partikül boyutu, partikül boyut dağılımı, partikül şekli ve tozların yüzey yapısında dikkat edilmesi gereken konulardır [5].

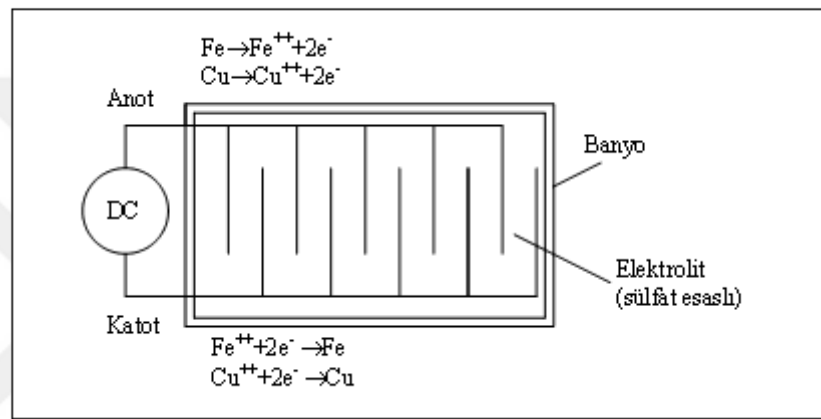
Tüm toz metalürjisi yöntemleri hangi tip parça üretilecek olursa olsun ham madde olarak toz formunda malzemedan başlanmaktadır. Katıların ince olarak parçalanmış hallerine toz denir. Bu parçaların boyutu genel olarak 1 mm'den daha küçük boyuttadır.

Metal tozlarının üretiminde çeşitli yöntemler vardır. Tozların imalinde kullanılan yöntemler, tozlara ait bazı özellikleri de tayin eder. Toz metalürjisini imal yöntemleri olarak elektroliz yolu ile üretim, kimyasal yöntemler, atomizasyon yöntemleri ve mekanik yöntemler olmak üzere dört grupta toplayabiliriz.

1.2.1. Elektroliz Yolu ile Üretim

Elektroliz yolu ile genel olarak bakır tozları üretilir. Bu yöntemle demir tozları elde etmek mümkün olmakla beraber, maliyetin yüksek olması nedeni ile demir tozu üretiminde diğer yöntemler daha avantajlıdır. Bu metot ile tozlar doğrudan elektrolit banyoda çökertilir ya da iyi kırılabilme özelliğinde katot da toplanır. Bu yöntemle

retilen demir ve bakır tozları elektrolitin bulunduđu tekne ierisindeki paslanmaz elik olan katot da ortalama 48 saatte 2,5 mm kalınlıđında toplanır. Katot da biriken Cu ve Fe tozları sıyrılarak alınır, yıkanır, kurutulur ve gerekirse gtme iřlemi yapılarak toz tane ebadı kltlebilir. Bu yntemle elde edilen tozlar indirgeyici gazlar ile tavlansak sıkıřtırılabilme zelliđi artırılır. Bu yntemle sadece saf element tozlar retilabilir, alařım tozları retilemez. retilen tozlar dentritik yapıya sahiptir. Dentritik yapıya sahip tozların retiminde bu yntem yaygın olarak kullanılmaktadır [1].



řekil 1.2. Elektroliz Yolu ile Toz retimi [1]

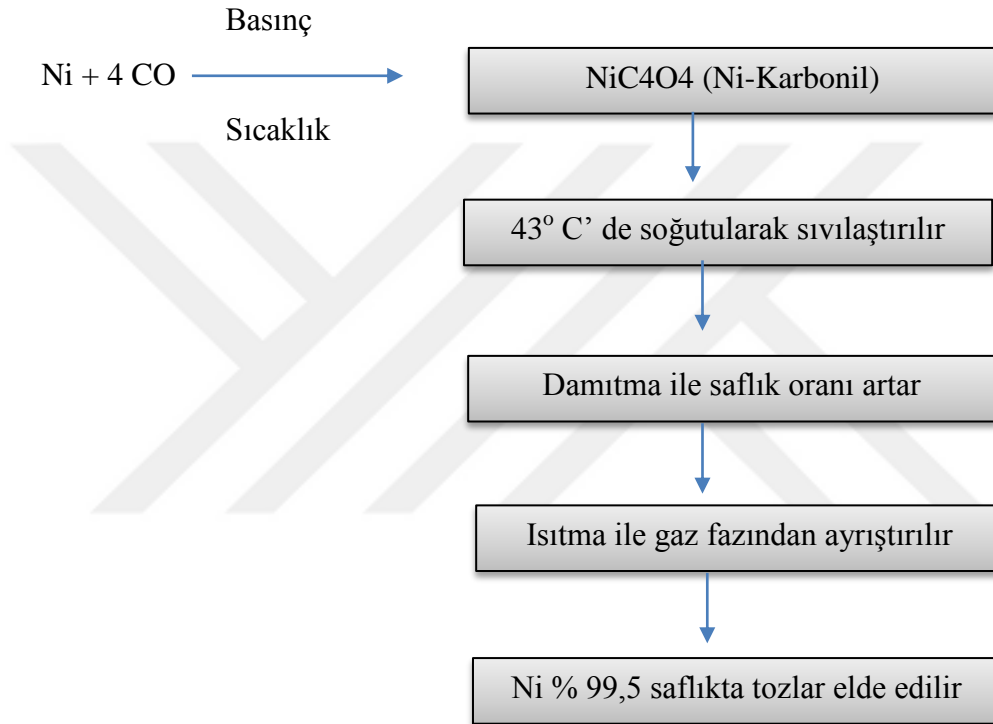
1.2.2. Kimyasal Yntemler

1.2.2.1. Gaz Fazı ile Ayrıřtırma

Bu yntemde (demir, bakır, tungsten, molibden, vb.) malzeme oksitleri, indirgeyici gazlar (hidrojen veya katı karbon eriyiđi) ile indirgenerek metal tozu haline getirilirler. Burada saflık bnyenin kalitesini belirler. Oksit ve karbonun maliyetinin dřk olması, gzenekli toz imal imknı, oksit ve paracık boyutunun kontrol bu yntemin avantajı olarak bilinirken, indirgeyici gazların maliyetinin yksek olması, toz saflıđının oksit saflıđına bađlı olması, alařım tozlarının retim imknsızlıđı bu yntemin dezavantajı olarak bilinir [5].

1.2.2.2. Termal Ayrıştırma

Bu yöntemde demir, nikel ve CO gazı etkisinde karbonillerini veren metallerin tozları yüksek saflıkta, düzdün dağılmış ve küresel olarak elde edilirler (Şekil 1.3.). Fe, Cu, Cr, Pt, Mg, Ni, Co uygun sıcaklıkta CO gazı etkisinde karbonille parçalanır ve tane boyları 2-10 µm olan yeterince ince tane şekilli tozlardır [6, 7].



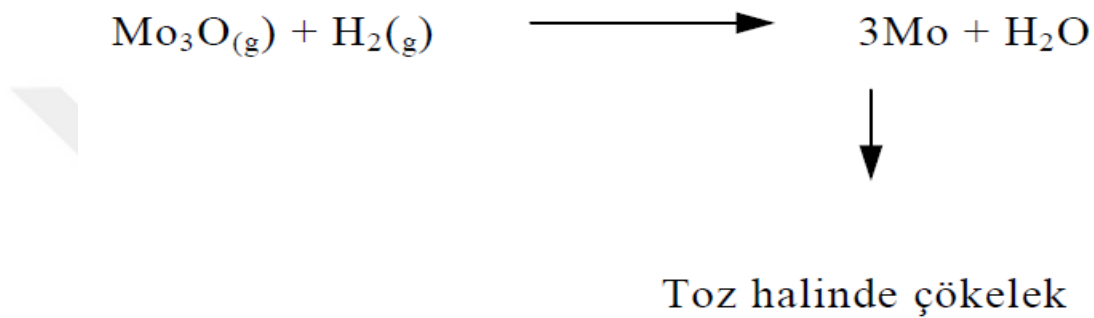
Şekil 1.3. Termal Ayrıştırma Yöntemi ile Toz Üretimi

1.2.2.3. Sıvı Fazdan Çökeltme

Çeşitli sıvılardan faydalanarak kimyasal yollarla metal tozları üretmek mümkündür. Metal iyonları kapsayan, nitratlar, klorürler ve sülfatlar gibi eriyiklerden daha az asal olan başka bir elaman ile kimyasal yer değiştirme suretiyle metal tozları üretilir. Nikel tozları cevherden doğrudan çökeltme ile üretilirler. Cevherlerin saflaştırılması ile elde edilen sülfat eriyiği karıştırılmakta olan indirgeme otoklavına konulur ve ısınmakta olan eriyiğe nikel tozu ilave edilerek, 14 ATM basınçta hidrojen gazı gönderilir. Karıştırmaya son verildiğinde nikel tozu otoklav dibine çöker. Bu yöntemle elde edilen tozlar % 99,8 saflıkta olup yüksek yoğunluk ve akma hızına sahiptir [7].

1.2.2.4. Gaz Fazdan Çökeltme

Çeşitli gazlardan faydalanarak kimyasal yollar ile metal tozları üretmekte mümkündür. Metal ihtiva eden buhar fazlı bir malzeme tozu üzerinden geçirerek esas malzeme buhar fazındaki metalin yerine geçerek metal tozun üzerine çökeler. Demirli malzemeler Cr, Al, B, Ti, Mn ile kaplanabilirken, Mo ise Ti, Zr, Cb ile kaplanabilir [5, 6].



Şekil 1.4. Gaz Fazdan Çökeltme Yöntemiyle Toz Üretimi [6].

1.2.3. Atomizasyon Yöntemi

Bir sıvı demetinin farklı boyutlarda çok sayıda parçacıklara bölünmesi olarak tanımlanan atomizasyon, metal tozlarının üretiminde etkin bir şekilde kullanılmakta olup, her türlü demir, çelik, bakır ve alaşımları, çinko, kurşun ve kalay gibi metal ve alaşımlarında iyi sonuçlar verir. Pratik olarak ergitilebilen her katı maddeyi atomize etmek ve tozunu üretmek mümkündür. Atomizasyon tekniği ile bir tozun ortalama boyutu, tane boyut dağılımı, toz şekli yüzey kompozisyonu da dâhil olmak üzere kimyasal bileşimi ve mikro yapısı kontrol edilebilir. Hem saf element tozları hem de sağladığı homojenizasyondan dolayı alaşım tozlarının üretilebilirliği, toz karakteristikliklerinin kontrolünde sağladığı kolaylık ve yüksek toz üretim hızı bu yöntemin avantajlarındandır. Bu avantajlarından dolayı günümüzde kullanılan tozların %80'inden fazlası atomizasyon yöntemi ile üretilmektedir [7-8-9].

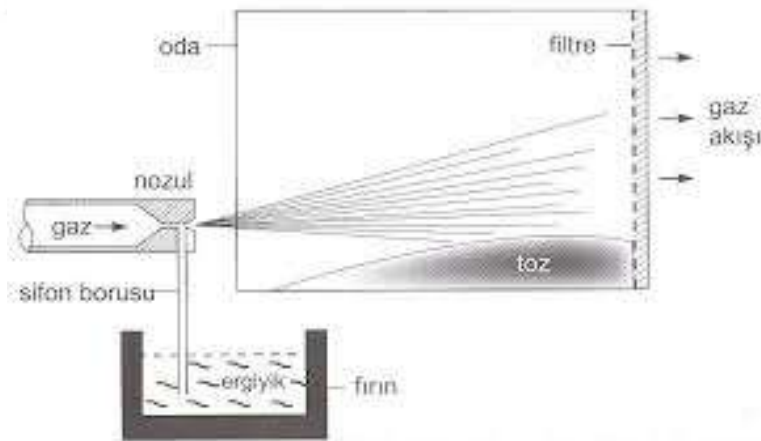
Sıvı metalin gaz jeti ile parçalanması gaz atomizasyonu, su jeti ile parçalanması ise su atomizasyonu olarak bilinir. En yaygın olarak kullanılan bu iki yönteme ilaveten

merkezkaç kuvvetlerinin kullanılması olarak bilinen santrifüj atomizasyon, atomizasyon ile toz üretim tekniklerinden bazılarıdır [7, 8].

1.2.3.1. Gaz Atomizasyonu

Gaz atomizasyonunda genellikle azot gazı kullanılır. Gaz atomizasyonu sıvı metal huzmesine, yüksek basınçlı gazın belli bir açı ile püskürtülerek huzmenin dağılımı ile sıvı metal damlacıkları elde edilmesi işlemidir. İki ya da daha fazla ağızlık sıvı metalin akma eksenini etrafına eşit açıda yerleştirilir ve gaz jetleri ile sıvı metal huzmesi bir noktada kesişirler.

Gaz atomizasyonunda işlem parametreleri, atomizasyon gazının cinsi, basıncı ve akış hızı, atomize edilecek sıvı metalin cinsi, akış hızı ve sıcaklığı, gazın püskürtüldüğü nozul tasarımıdır. Şekil 1.5'te gaz atomizasyon yöntemi ile toz üretim düzeneği görülmektedir [6].

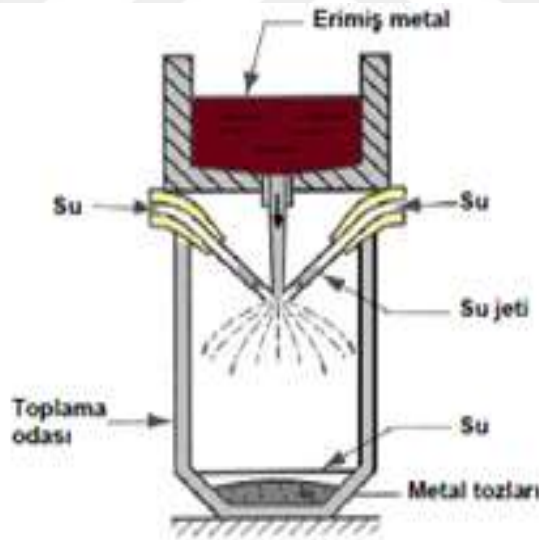


Şekil 1.5. Gaz Atomizasyon Ünitesi[6].

1.2.3.2. Su Atomizasyonu

Sıvı metali pülverize etmek için bu yöntemde basınçlı su kullanılır. Şekil 1.6 'da yöntemin temel prensibi şematik olarak gösterilmektedir. Ergitme ocağından tanka, buradan da bir nozuldan geçerek akan sıvı metal demetine belirli açıda basınçlı su püskürtülerek pülverize olması sağlanır. Kimyasal ve fiziksel özellikleri değiştirebilmek

için suya bazı katkıları yapılabilir. Özel memelerden püskürtülen suyun basıncı 5,5-20 MPa, hızı 70-230m/s, debisi ise 110-380 litre/dakika değerleri arasında değişir. Kullanılan su filtre edilip soğutulduktan sonra tekrar kullanılabilir. Atomize edilen sıvı metal paslanmaz çelikten yapılan bir tankta toplanır. Metal tozunu oksidiyondan korumak için tanka azot gazı doldurulabilir. Sıvı metalin aktığı memenin şekli ve suyu püskürten üfleçlerin tipi elde edilecek metal tozunun boyutlarını, boyut dağılımını ve şeklini etkilemektedir. Atomizasyon yöntemleri içerisinde en çok kullanılanıdır. Sıvı metal, akış eksenine etrafına en az iki tane olmak üzere eşit açıda yerleştirilen su jetleri ile kesilir. Serbest bir düşüşle akmakta olan metalin kesilmesi yassı huzmeli V-jetleri ile sağlanır. Atomizasyonda V-jetleri ikili veya dördü olarak kullanılabilir. İkili V-jetleri çalışma durumunda, sıvı metal dağılıma uğramadan huzme dışına çıkabileceğinden, dördü V-jetlerinde çalışma durumundaki verimi elde edebilmek için daha yüksek basınçlarda çalışmak gerekmektedir [6, 7].

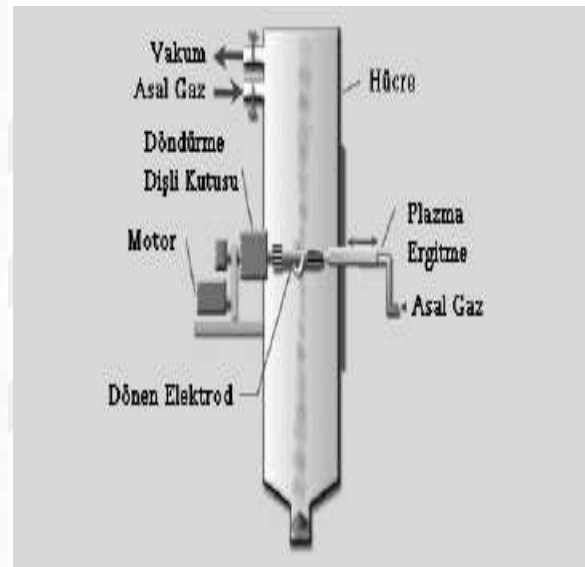
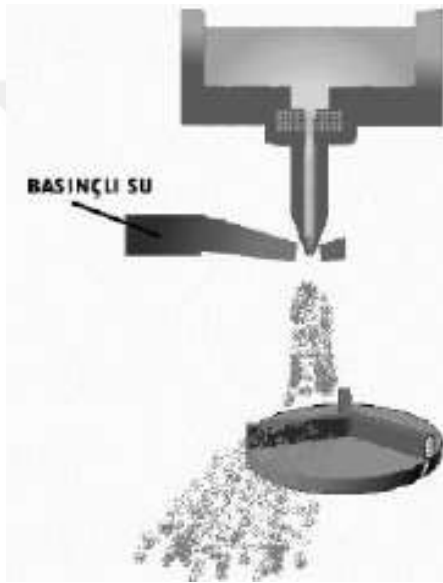


Şekil 1.6. Su Atomizasyon Ünitesi[6, 7]

1.2.3.3. Santrifüj Atomizasyonu

Bu yöntemde sıvı demetinin merkezkaç kuvvetlerinin yardımı ile parçalanması ve katılaşması ile metal tozları elde edilir. Santrifüj atomizasyon döner disk ve döner elektrot metodu olmak üzere iki şekilde yapılabilir [8]. Şekil 1.7. ve 1.8.' de döner disk ve döner elektrot modelleri verilmiştir. Döner disk metodunda sıvı metal, dönmekte

olan disk üzerine akıtılır. Dönmenin etkisi ile sıvı metal etrafa saçılır ve katılaşıp bir toplama kabında biriktirilir. Diskin hızı arttıkça elde edilen toz ebadı küçülür. Disk malzemesi, sıvı metalin ısınıp alıp, katılaşıpı sağlaması bakımından genellikle bakırdan yapılır. Disk şekil olarak düz, çanak ve kanat gibi değişik şekillerde olabilir. Döner elektrot modelinde ise bir ark plazma ile ısıtılan metal çubuğun çok hızlı devirlerde dönmesi ile ergimiş damlacıklar merkezkaç kuvvetleri etkisi ile savrulup katılaşıp ve özel odalarda toplanır [7, 8].



Şekil 1.7. Döner Disk Atomizasyonu[6]. Şekil 1.8. Döner Elektrot Atomizasyonu[6].

1.2.4. Mekanik Alaşımlandırma

Malzemelerin denge koşullarının kullanılmadığı süreçlerle üretimi, geleneksel yöntemlere göre daha gelişmiş mühendislik malzemelerinin üretimine olanak sağlamaktadır. Mekanik alaşımlandırma bu yöntemler arasındadır. Mekanik alaşımlandırma; bilyalı değirmene yüklenen toz tanecikleri üzerinde soğuk işlem, kırma ve yeniden kaynama işlemlerinin uygulandığı toz metalürjisi süreçlerinden biridir. Basit ve ekonomik bir yöntemdir. Tozların mekanik alaşımlandırılması ya da ince plakaların soğuk haddelemeye tabi tutulması gibi işlemlerde uygulanan mekanik deformasyon, termodinamik itici güçlerle kaynaşmayan elementlerin alaşım oluşturmasını sağlar. Bu yöntemlerle, yüksek sıcaklıklarda bileşik oluşturamayan birçok alaşım elde

edilebilmektedir. Elde edilebilen fazlar; dengede ve aşırı doymuş katı çözeltiler, kristalin, kuasikristalin ve nanokristalin yapılar, amorf ya da camsı fazlardır. Ayrıca bu yöntemle oda sıcaklığında ya da daha düşük sıcaklıklarda saf metaller elde edilebilir. Örneğin CuO ve Ca tozları oda sıcaklığında mekanik alaşımlandırma ile tepkimeye sokulup saf Cu metali elde edilir.

Bu yöntemde elementel toz karışımları;

- Önceden alaşımlandırılmış tozlar ve/veya intermetalikler
- İntermetaliklerin karışımı
- İntermetalik ve elementel toz karışımı başlangıç malzemesi olarak kullanılmaktadır.

Mekanik alaşımlandırma tozun kuru halde işleme alındığı bir yöntemdir ve ticari ve bilimsel çalışmalar kapsamında dengede ve yarı kararlı fazların sentezlenmesi için kullanışlıdır.

Oksit dağıtılarak sertleştirilen Ni ve Fe esaslı süper alaşımlar dışında mekanik alaşımlandırma PVD (fiziksel buhar depolama) antikatotlar, hidrojen depolama malzemeleri, yemek ısıtıcılar, gaz soğutucular, kimyasal gübreler, katalizörler, kozmetik malzemeler, boyalar ve lehim alaşımları ve atık yönetimi gibi birçok uygulamada kullanılmaktadır. PVD antikatotlar elektronik endüstrisinde kullanılmaktadır. Kimyasal olarak daha homojen bir malzeme elde edildiği için bu yöntem tercih edilmektedir. Yemek ısıtıcılarında ise Mg ve Fe tozları kullanılmaktadır. Bu tozlar su ile temasa geçtiğinde ısıyayar.

Bütün bu bahsedilen avantajlar ve kolaylıklar yanında mekanik alaşımlandırma tekniği bazı sorunları da beraberinde getirmektedir. Bunlar; toz kirlenmesi, sınırlı bilimsel yaklaşım ve sınırlı endüstriyel uygulama ana başlıkları altında toplanabilir.

Toz kirlenmesi; küçük boyutlu toz partiküllerinin yüzey alanının fazla olması dolayısıyla görülür. Öğütme ortamındaki ve atmosferindeki safsızlıklar kolaylıkla toza bulaşır. Özellikle reaktif tozlar öğütülürken kirlenme oranı oldukça fazladır.

Mekanik alařımlandırma ile ilgili bilimsel aıklamalar henüz tam olarak netlik kazanmamıřtır. Teknięin nasıl ve neden alıřtıęı henüz bilinmemektedir. Sistemde birok deęiřken mevcuttur. Bazı iřlem parametreleri ve oluřacak faz arasındaki iliřki bilinmesine karřın, belirli bir parametre dizisi iin oluřacak yapı tahmin edilememektedir .[6]

1.2.4.1. Mekanik Alařımlandırmada Kullanılan Ekipmanlar

Mekanik alařımlandırmada toz řarj, inert veya kontrollü atmosfer altında uygun öęütücü bilyalarla birlikte öęütme kabı olarak adlandırılan (bowl, vial veya jar) kap ierisine yerleřtirilir. Genel olarak sertleřtirilmiř elik bilyalar, paslanmaz elik bilyalar ve seramik bilyalar kullanılmaktadır. Toz karıřımı ve öęütücü bilyaları ieren kap daha sonra, mekanik alařımlandırma iřlemini bařlatmak iin bilyalı öęütme cihazına yerleřtirilir.

Mekanik alařımlandırmada yaygın olarak kullanılan dört tür öęütme cihazı vardır; atritör öęütücü, geleneksel yatay bilyalı öęütücü, titreřimli bilyalı öęütücü, gezegen bilyalı öęütücü. Bunların dıřında, ubuklu öęütücü, modifiye edilmiř ubuklu öęütücü ve disk öęütücü mekanik alařımlandırmada kullanılan öęütme cihazlarıdır[9].

1.2.4.1.1. Planetary Bilyalı Öęütücü

Bir defada birak yüz gramlık toz öęütebilen bu tip öęütücü Almanya da Fritsch GmbH tarafından üretilmiřtir. Hazneler dönen bir tařıyıcı disk üzerine yerleřtirilmiřtir. Tařıyıcı disk ve haznenin kendi ekseninde dönmesiyle oluřan merkezkaç kuvveti sebebiyle, malzeme ve bilyalarda hareket meydana gelir. Disk ve haznenin dönüş yönleri zıt olduęunda merkezkaç kuvvetler sırasıyla aynı yönde ve zıt yönde hareket ederler. Bu etkiye, öęütücü bilyaların kabın i cidarlarından ařaęı doęru kaymasına sebep olur. Ardından bilyalar haznenin i cidarlarıyla arpıřarak darbe etkisi yaratır.



Şekil 1.9. Fritsch Pulverisette Bilyalı Öğütücü.

Disk ve hazne dönüş hızları ilk modellerde bağımsız olarak kontrol edilemezken, yeni modellerde bu mümkündür. Bir öğütücüde iki (Pulverisette 5 ya da 7) ya da dört (Pulverisette 5) öğütme istasyonu olabilir. Öğütücü hazneler ve bilyalar, agat, silisyum nitrür, krom çeliği, zirkonya, Cr-Ni çeliği, tungsten karbür ve plastik poliamid olarak sekiz farklı malzemedен üretilebilir. Bu tip öğütmede bilyaların lineer hızı Spex' ten yüksek olmasına rağmen Spex öğütmede darbelerin frekansı çok daha yüksektir. Bu yüzden Spex ile karşılaştırıldığında Fritsch Pulverisette daha düşük enerjili öğütme olarak değerlendirilmektedir [9].

1.2.4.2. Tozların Son Bileşimine Etki Eden Faktörler

1.2.4.2.1. Öğütücü Tipi

Mekanik alaşımlandırma prosesinde kullanılan farklı tiplerde öğütme değirmenleri vardır. Bu değirmenler; kapasiteleri, öğütme etkisi, işlem kontrol yetenekleri, işlem hızları ve soğutma-ısıtma için yapılan düzenlemeler gibi farklılıklar içermektedir. Genellikle endüstriyel üretimlerde çok yaygın olarak kullanılan değirmenlerden birisi

silindirik bilyeli değirmenlerdir. Yaklaşık olarak 1.5–2.0 m çapında gövdeye sahip olan bu değirmenle 2-72 saat aralığında 1200 kg'a kadar toz işlenebilmektedir[29].

Yaygın olarak kullanılan diğer bir değirmen çeşidi de Atritör tipi değirmenlerdir. Atritörler büyük miktarlardaki (yaklaşık 0,5-40kg.) tozları bir kerede öğütebilen değirmenlerdir. Dolayısıyla oldukça farklı boyutlarda ve kapasitelerde atritörler kullanılmaktadır. Atritörlerde kullanılan öğütme tankları paslanmaz çelik, silisyum karbür, zirkonya, kauçuk veya poliüretandan yapılabilmektedir. Dikey bir şaftın ve karıştırıcıların sistemde bulunan tankın içinde 250 devir/dakika hızda dönmesi ile öğütme işlemi gerçekleşir[28,29].

SPEX™ tipi mekanik alaşımlama / mekanik öğütme değirmenlerinde öğütme işlemi, diğerlerine göre daha kısa zamanda yapılabilmektedir. Bir SPEX™ tipi değirmendeki 20 dakikalık öğütmenin, BX 920/2 tipi düşük enerjili bir değirmende 20 saatlik öğütmeye eşdeğer olduğu ölçülmüştür. Hızlı çarpmanın bir kuralı olarak, SPEX™ değirmende sadece birkaç dakikada olan bir işlem ticari bir değirmende birkaç gün ya da bir atritörde saatler almaktadır[29].

Bunun dışında kullanılan bir diğer öğütücü cihaz gezegen tipi değirmendir. Bu tip öğütücülerde birkaç yüz gram toz öğütülebilmektedir. Ancak bu tip öğütücüler Spex™ tipi yüksek enerjili bilyalı öğütücülerle karşılaştırıldığında düşük enerjili öğütücü olarak adlandırılmaktadır[28,29].

1.2.4.2.2. Öğütme Kabı

Öğütme kabı (grinding vessel, vial, jar, bowl) olarak kullanılan malzemeler, kabın iç duvarlarına öğütücü kütlenin çarpmalarından dolayı meydana gelen, bazı malzemelerin aşınarak toza karışması açısından önem taşımaktadır. Bu durum, tozun kirlenmesine veya kimyasal olarak bileşiminin değişmesine neden olmaktadır. Eğer öğütme kabı malzemesi tozdan farklı ise toz, öğütme kabı malzemesi ile kirlenmektedir. Diğer yandan, eğer toz ve öğütme kabı malzemeleri aynıysa, toz içine karışan ilave element miktarını karşılayacak uygun önlemler alınmadığı takdirde kimyasal olarak değişim gözlenebilmektedir [9, 28].

1.2.4.2.3. Öğütme Hızı

Öğütme hızının artması ile toza giren enerji miktarı da artar. Ancak, öğütücünün dizaynına bağlı olarak, uygulanabilecek maksimum hızda belirli sınırlamalar vardır. Örneğin, geleneksel bilyalı öğütücüde dönüş hızının artması, bilyaların hareket hızını arttıracaktır. Kritik hızın üzerinde, bilyalar öğütme kabı duvarında hareketsiz kalacak ve herhangi bir darbe enerjisi üretilmeyecektir. Bu nedenle, maksimum çarpışma enerjisinin üretilmesi için, maksimum yükseklikten bilyaların düşüşünü sağlayan kritik hızın altında bir maksimum dönme hızı vardır [9, 10, 28].

1.2.4.2.4. Öğütme Sıcaklığı

Öğütme kabı sıcaklığının ulaşabileceği değer, maksimum hızı belirleyen bir diğer faktördür. Yüksek sıcaklık, bazı durumlarda tozların alaşımlandırılması veya homojenleştirilmesini difüzyon açısından avantaj oluşturmaktadır. Ancak bazı durumlarda, sıcaklık artışı ile dönüşüm işlemlerinin hızlanması ve sonucunda öğütme esnasında oluşan aşırı doymuş katı çözeltilerin veya diğer stabil olmayan fazların bozulması nedeniyle dezavantajdır. Ayrıca, yüksek sıcaklıklar tozların kirliliğinin artmasına neden olmaktadır [10, 28].

1.2.4.2.5. Öğütme Süresi

Öğütme süresi en önemli parametre olup, öğütücü tipine, öğütme şiddetine, bilya/toz oranına ve öğütücü sıcaklığına göre değişir. Öğütme süresinin belirlenmesinde bu parametrelerin yanında alaşım türü de dikkate alınır. Bununla birlikte gereğinden uzun öğütme süresinin uygulanmasıyla toz kirlenmesinin olacağı ve istenmeyen fazların oluşacağı göz önünde bulundurulmalıdır [28].

1.2.4.2.6. Öğütme Elemanı

Öğütme elemanı olarak en yaygın kullanılan malzemeler, sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş kromlu çelik, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, WC-Co ve

yatak çeliğidir. Bilyaların toz üzerinde yeterli darbe gücünü yaratabilmesi için öğütme elemanının yoğunluğu yeterince yüksek olmalıdır. Ayrıca, öğütme kabında olduğu gibi bakır, titanyum, niyobyum, zirkon, yttria-stabilize zirkon, kısmi stabilize zirkon+yttria, safir, hematit, Si_3Ni_4 ve Cu-Be gibi bazı özel malzemelerde kullanılmaktadır. Öğütülen tozun kirlenmesinden kaçınmak için, mümkün olduğunca öğütme kabı ve elemanının aynı malzemeden seçilmesi gerekir.

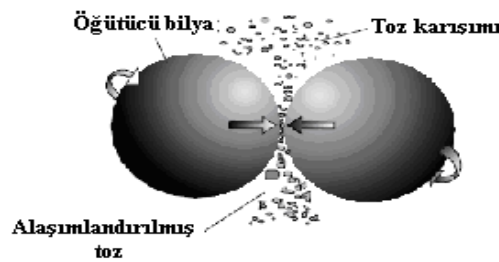
Aynı zamanda, öğütme elemanının boyutları, öğütmenin verimliliğine etki eder. Genel olarak, daha büyük ağırlıktaki bilyaların toz partikülleri üzerine ileteceği darbe enerjisinin daha fazla olmasından ötürü, büyük boyutlu (yüksek yoğunlukta) öğütme elemanlarının kullanılması yararlıdır. Ayrıca, tozun son bileşimi, kullanılan öğütme elemanının boyutuna bağlıdır. Örneğin, Ti-Al toz karışımının öğütülmesinde, 15 mm çaplı bilyalar kullanıldığında, titanyum içinde alüminyum katı çözeltisi oluşmaktadır. Diğer yandan, 20 ve 25 mm çaplı bilyalar kullanıldığında, çok uzun öğütme sürelerinde bile sadece titanyum ve alüminyum fazlarının karışımları ortaya çıkar. Bir diğer belirleme; Ti-Al alaşımında amorf faz üretiminin, 3/16" çaplı çelik bilyalar kullanılarak 3/4" çaplı bilyaların kullanılmasından daha kısa sürede yapılabilmesidir. Bazı durumlarda büyük çelik bilyalar ile öğütme yapıldığında, amorf faz üretilmemiş ve sadece stabil kristalin bileşikler meydana gelmiştir. Ayrıca, Ti-Al toz karışımında, sadece 5 veya 8 mm çaplı bilyalar kullanılarak amorf fazın elde edildiği, 12 mm çaplı bilyalar kullanıldığında amorf fazın meydana gelmediği açıklanmıştır. Benzer şekilde, Pd-Si sisteminde öğütmede daha küçük bilyaların kullanılmasının amorf fazın oluşumuna yararlı etkisinin olduğu açıklanmıştır. Daha küçük çaplı bilyaların daha şiddetli sürtünme hareketleri meydana getirdiği, bunda amorf faz oluşumunu geliştirdiği ileri sürülmektedir. Sonuç olarak, "hafif" öğütme koşullarının (küçük bilya boyutları, düşük enerjiler ve düşük bilya-toz oranı), kararsız faz oluşumu veya amorflaştırma üzerine yararlı etkileri vardır.

Birçok araştırmacının sadece bir boyutta öğütme elemanı kullanmasının yanında bazı çalışmalarda farklı boyutlarda bilyaların kullanılmasına ilişkin örnekler de vardır. Farklı çaplarda bilyalar kullanılarak, çok daha yüksek çarpışma enerjisinin elde edileceği tahmin edilmektedir. Öğütmenin ilk basamağında, öğütülen toz öğütme elemanının yüzeyine kaplanacak ve aynı zamanda soğuk kaynayacaktır. Bu durum, öğütme

elemanının aşırı aşınmasını ve aynı zamanda öğütme elemanının aşınması yüzünden toz kirlenmesi önlediğinden dolayı, bir avantaj sağlamaktadır. Bununla birlikte, heterojen oluşumdan kaçınmak için, bu tabakanın kalınlığının minimum tutulması gerekmektedir. Bu toz kaplamanın dezavantajı, tozun sökülmesinin güç olması ve bundan dolayı toz veriminin düşük olmasıdır. Öğütmede, büyük ve küçük boyutlu bilyaların kombinasyonlarının kullanılmasının soğuk kaynama miktarını ve bilyaların yüzeyine kaplanan toz miktarını azalttığı açıklanmaktadır [10, 28].

1.2.4.2.7. Bilya/Toz Oranı

Bilya/toz oranı 1:1' den 220:1' e kadar değişebilir. Atritör için 50:1 veya 100:1 oranı daha uygundur. Genel olarak bilya/toz oranındaki artış öğütme süresini kısaltacaktır. Bilya/toz oranını öğütme süresini değiştiren bir parametredir. Bu oran arttıkça öğütme süresi kısalmır [9, 28].



Şekil 1.10. Tozun Bilyalar Arasında Sıkışma Şekli [9].

1.4. FE-SEM ve X-RD Yöntemleri

1.4.1. Alan Geçirimli Taramalı Elektron Mikroskobu (FE-SEM)

Alan Geçirimli Taramalı Elektron Mikroskobu (FE-SEM), SEM gibi, numune yüzeyinden çok çeşitli bilgiler sağlayan, ancak daha yüksek çözünürlük ve çok daha büyük bir enerji aralığı sunan bir araçtır. Örnek yüzeyi elektron ışını tararken, bir monitör bizi ilgilendiren bilgileri mevcut dedektörler temelinde görüntüler. FE-SEM ile SEM arasındaki en büyük fark, elektron üretim sisteminde yatmaktadır. Bir elektron kaynağı olarak FE-SEM, uzamsal çözünürlüğü büyük ölçüde geliştiren ve çok düşük potansiyellerde (0,02–5 kV) çalışmayı sağlayan son derece yüksek ve düşük enerjili

elektron ışınları sağlayan bir alan emisyon tabancası kullanır. Bu, iletken olmayan örnekler üzerindeki şarj etkisini en aza indirmeye ve elektron ışınına duyarlı numunelerin zarar görmesini önlemeye yardımcı olur[12].

FE-SEM'in dikkat çekici başka bir özelliği de, lens içi dedektör kullanımınıdır. Yüksek çözünürlükte çalışmak için optimize edilmiş ve çok düşük hızlanma potansiyeline sahip bu dedektörler, ekipmandan maksimum performans elde etmek için kullanılmaktadır. FE-SEM içerisindeki elektron kolonunda bulunan ve düşük enerjili ikincil elektronlarla çalışan, daha yüksek çözünürlükte görüntüler sağlayan bir ikincil elektron lens içi dedektöre sahiptir. Numunenin yüzey özelliklerine karşı çok hassastır, bu onu herhangi bir malzemenin yüzey karakterizasyonu için çok uygun hale getirmektedir. Düşük ivmelenme potansiyellerinde (<5 kV) en iyi performansı gösterir, bu nedenle elektron ışınına duyarlı numunelerle çalışmak ve iletken olmayan numuneler üzerindeki şarj etkisini en aza indirmek için tavsiye edilmektedir. Geri Saçılmış Elektron Algılayıcısı (AsB) elementlerdeki atom sayısının değişmesine duyarlıdır. Bu nedenle, numunenin kimyasal bileşimindeki değişiklikleri gözlemlemek için kullanılır. AsB dedektörü dört kadran içerir ve topografik ve kompozisyon kontrastlı görüntülerin seçimine izin verir. Aynı zamanda hassas numuneler için çok düşük voltajda ikincil lens içi dedektörle çalışabilmektedir. Bağımsız çalışma aracı, ikincil ve geri saçılmış elektronlardan eşzamanlı sinyal yakalamayı kolaylaştırır. Elektron ışınının her yüzeyinden röntgen alan bir X-Ray Dispersif Enerji Dedektörü vardır. X ışınları, saçılan enerji ve ortaya çıkan her kimyasal maddenin bir özelliği olduğu için, seçilen yüzeyler, çizgiler veya numunenin yüzeyindeki alanlar hakkında nitel ve nicel analitik bilgiler sağlar. Bu teknik EDS tarafından Microanalysis olarak bilinir[12].

1.4.2 X-Işınları Kristalografisi Yöntemi

1912'de Max Von Laue, kristalin maddelerin bir kristal kafesdeki düzlemlerin aralığına benzer X-ışını dalga boyları için üç boyutlu kırınım ızgaraları olarak etki ettiğini keşfetti. X ışını kırınımı şimdi kristal yapıların ve atomik aralıkların araştırılması için yaygın bir tekniktir. X-ışını kırınımı, monokromatik X-ışınlarının ve bir kristalin numunenin yapıcı girişimlerine dayanır. Bu X-ışınları bir katod ışını tüpü tarafından üretilir, monokromatik radyasyon üretmek için süzülür, konsantre olmak üzere toplanır

ve numuneye doğru yönlendirilir. Koşulları olduğu zaman numune ile etkileşimle bir kırılmış ışın üretilir (Bragg yasası ($n \lambda = 2 d \sin \theta$)). Bu yasa, elektromanyetik radyasyonun dalga boyunu kırınım açısı ve kristalli bir numunedeki kafes boşluğu ile ilgilidir. Bu kırık X-ışınları daha sonra tespit edilir, işlenir ve sayılır. Numune taranarak kafesin tüm olası kırınım yönleri tespit edilir. Difraksiyon tepe noktalarının d-aralıklarına dönüştürülmesi, mineralin tanımlanmasına izin verir, çünkü her mineral bir benzersiz d-aralığı kümesine sahiptir. Tipik olarak, bu d-aralıklarının standart referans desenleriyle karşılaştırılmasıyla elde edilir[13].

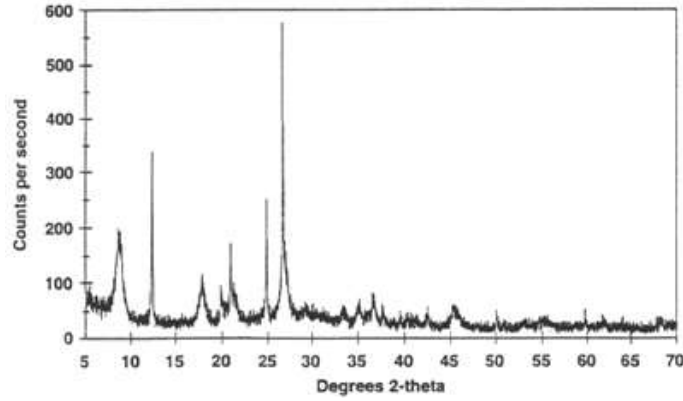
Tüm difraksiyon yöntemleri, bir X-ışını tüpünde X-ışınlarının üretilmesine dayanmaktadır. Bu X ışınları numuneye yönlendirilir ve kırılan ışınlar toplanır. Tüm kırınımın temel bir bileşeni, olay ile kırılmış ışınlar arasındaki açıdır. Toz ve tek kristal kırınımı, bunun ötesinde enstrümantasyonda değişiklik gösterir

X ışını difraktometreleri üç temel unsurdan oluşur;

- X ışını tüpü
- Örnek tutucu
- X ışını detektörü

X-ışınları, elektronları üretmek için bir filament ısıtmak, elektronları bir voltaj uygulayarak bir hedefe doğru hızlandırmak ve hedef malzemeyi elektronlarla bombalamak suretiyle bir katod ışını tüpünde üretilir . Elektronlar, hedef malzemenin iç kabuk elektronlarını yerinden çıkarmak için yeterli enerjiye sahip olduğunda, karakteristik X-ışını spektrumları üretilir. Bu tayflar, çeşitli bileşenleri, en yaygın K oluşur. Spesifik dalga boyları, hedef malzemenin (Cu, Fe, Mo, Cr) karakteristiğidir. Difraksiyon için ihtiyaç duyulan monokromatik X-ışınlarının üretilmesi için folyoların veya kristal monokrometrelerin süzülmesi gerekir. $K_{\alpha 1}$ ve $K_{\alpha 2}$ ikisinin bir ağırlıklı ortalama kullanıldığı şekilde, dalga boyu yeterince yakındır. Bakır, tek kristalli kırınım için en yaygın hedef malzemedir, CuK_{α} radyasyonu = 1.5418 Å. Bu X-ışınları toplanır ve numuneye yönlendirilir. Numune ve dedektör döndürüldüğü zaman, yansıyan X ışınlarının yoğunluğu kaydedilir. Örneğe çarpan X-ışınlarının geometrisi Bragg Denklemi sağladığında, yapıcı girişim meydana gelir ve yoğunlukta bir zirve meydana gelir. Bir

dedektör bu X-ışını sinyalini kaydeder ve işler ve sinyali, daha sonra bir yazıcı veya bilgisayar monitörü gibi bir cihaza gönderilen bir sayma hızına dönüştürür[12].



Şekil 1.11. X-RD Spektrumu [12].

Uygulamalar

- X ışını toz kırınımı, bilinmeyen kristalin malzemelerin (örneğin mineraller, inorganik bileşikler) tanımlanması için en yaygın şekilde kullanılır. Bilinmeyen katıların belirlenmesi, jeoloji, çevre bilimi, malzeme bilimi, mühendislik ve biyoloji alanındaki çalışmalar için kritiktir.
- Kristal malzemelerin karakterizasyonu
- Optik olarak belirlenmesi zor olan killer ve karışık tabaka killer gibi ince taneli minerallerin tanımlanması
- Birim hücre boyutlarının belirlenmesi
- Numune saflığının ölçümü

İnce film örneklerini şu şekilde karakterize eder:

- Film ve substrat arasındaki kafes uyumsuzluğunun belirlenmesi ve gerilme ve gerilme çıkarımı
- Sallanan eğri ölçümleriyle filmin yerinden çıkma yoğunluğunun ve kalitesinin belirlenmesi
- Çok katmanlı epitaksiyel yapılarda üst yapıların ölçülmesi
- Göz kamaştırıcı insidans X-ışını yansıtma ölçümleri kullanarak filmin kalınlık, pürüzlülük ve yoğunluğunun belirlenmesi [13].

1.5. Literatür Araştırması

Mekanik Alaşımlandırma (MA), bilinen bir tekniktir çünkü tesadüfi olarak taşlama sırasında reaksiyonların başlatılabileceği için tarih öncesi zamanlardan bulunmuştur. Mekanik alaşımlandırma sistematik olarak araştırılmasıyla ilgili ilk kayıtlar 19. yüzyılın sonunda Bahar ve Lea tarafından kaydedilmiştir. Bununla birlikte, Ostwald, ilk olarak 1919'da mekanik alaşımlandırma terminolojisini bilimsel literatüre girmesini sağlamıştır[14].

Mekanik alaşımlandırma genellikle eski zamanlardan beri çeşitli değirmenlerde gerçekleştirilmiştir. Değirmenlerin tarihi, taş çağındaki harç ve havaneli ile başlamıştır. Sanayi devrimi zamanında, bilyalı değirmenler veya valsli değirmenler gibi buharla çalışan makinelerin (1850'den sonra) keşfedilmesi nedeniyle güç önemli ölçüde gelişmiştir. Dikey valsli değirmenler 1900 ve 1920 arasında, 20. yüzyılın ortasında ise otojen ve yarı otojen değirmenler ortaya çıkmıştır. Bu arada, ilk yıpratma değirmeni, 1930'larda Szegvari tarafından düşük hızlı dikey karıştırıcılı bir medya değirmeni icat edilmiştir. Yüksek hızlı karıştırılmış ortam değirmeninin 1990'larda piyasaya sürülmesiyle yüksek enerji yoğunluğu değirmen tarihçesinde büyük bir adım olmuştur[14].

Thiessen, 1967'de mekanik alaşımlandırma olayların açıklanması için bir teori önerdi, bu magma-plazma modeliydi. Bu teoriye göre, farklı gevşeme süreleri ile karakterize edilen mekanik enerjiden dolayı birçok uyarma işlemi meydana gelmiştir. Bu saatten sonra, çok sayıda yeni grup ve araştırmacı, örneğin Slovakya'daki Tkáčová ve Baláz, Rusya'da Boldyrev, Almanya'da Gock, Macaristan'da Opoczky ve Juhasz, Japonya'da Senna, Hindistan'da Kumar, ABD'de Takacs ve Suryanarayana bilimsel gelişmelere katkı sağlamıştır[14, 15].

Günümüzde, mekanik aktivasyon ve mekanik alaşımlandırma, katma değeri yüksek parçacıklı ürünler üretmek için yeni ortaya çıkan teknolojiler arasındadır ve son zamanlarda mekanik işlem, solventsiz yeşil kimya ile sentezlerin elde edilmesine yönelik bir yöntem haline gelmiştir[14].

Mekanik alaşımlandırma (MA) ana etkisi, katı bir malzemenin fizikokimyasal özelliklerinde değişikliklerle sonuçlanan parçacıkların ufalanmasıdır. Mekanik

aktivasyon nedeniyle, bir malzemenin yapısı genellikle düzensizleşir ve kusurların oluşumu gözlenebilir. Bununla birlikte, bu tür yapısal değişikliklere ulaşmak için geleneksel enerji tesislerinde düşük enerji yoğunluğu çoğu durumda uygun değildir. Bu nedenle gezegen bilyalı değirmenler, titreşimli değirmenler ve karıştırılmış medya değirmenleri gibi yüksek enerjili değirmenlerin yukarıdaki değişikliklere izin verecek şekilde uygulanması gerektiğini Boldyrev ve arkadaşları söylemiştir[16, 18].

Katı hal reaksiyonlarının büyük bir avantajı, solventsiz bir işlemin gerçekleştirilmesidir. Bununla birlikte, bu durumda reaksiyon kinetik açıdan ortaya çıkan sorun, değirmenlerde mekanik gerilmelerin kullanılmasıyla aşılabilecek katı maddelerin düşük reaktivitesidir. Bu prosedür mekanik aktivasyon olarak adlandırılmıştır[17].

Genel mekanik aktivasyondaki faz değişikliklerinin yanı sıra, partikül büyüklüğü dağılımı (PSD) ve spesifik yüzey alanı (SSA) gibi malzemelerin dağılım özellikleri, partikül şekli ve morfolojisini etkilemiştir. Bu özellikler birlikte ürünün reaktivitesini tanımlayacaktır. Boyut küçültme işleminde, spesifik yüzey alanı artar ve böylece partikül sistemindeki Gibbs serbest enerjisi azalmıştır. Boyut küçülmesine paralel spesifik yüzey alanını artıran MA işlemi sırasında, mekanik aktivasyon kristal yapının özelliklerini değiştirir. Bu değişikliklerin akışı aşağı reaksiyon oranı ile korelasyonu yaklaşık olarak denktir. Burada k_0 ilk hız sabitidir.

$$k_0 = a + b \left(\frac{S_{BET}}{C_{XRD}} \right)$$

S_{BET} (spesifik yüzey alanı) ve C_{XRD} (mekanik aktivasyondan sonra kristallik derecesi), a ve b ise katsayılarıdır. Tkáčová ve arkadaşları enerji, mekanik aktivasyon sırasında dengede olmayan ve düzensiz kristal örgüde depolanır ve materyalin herhangi bir reaksiyonunun aktivasyon enerjisi azalır demiştir[19].

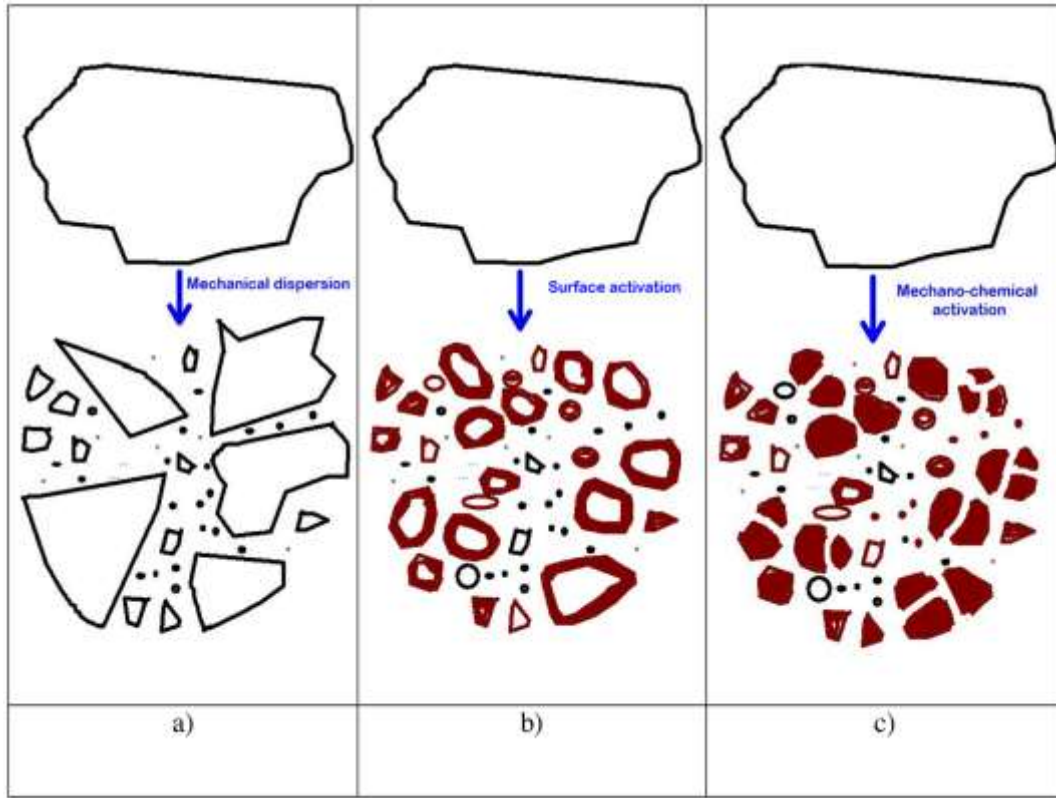
Aktif katı maddenin (ΔH_T) makro enerji durumunu karakterize etmek için olası bir açıklama aşağıdaki denkleme göre hesaplanan mikro statların enerjisinin toplamına eşittir:

$$\Delta H_T = \Delta H_d + \Delta H_S + \Delta H_A + \Delta H_P$$

ΔH_d , göreceli kafes bozulmasının (çıkma yoğunluğu) olduğu, ΔH_S , spesifik yüzey alanı (tane sınırı) ve ΔH_A amorf malzemenin oluşumu, ΔH_P yeni fazların oluşumudur demiştir[19, 20].

Smekal, 1952'de “mekanik aktivasyon” terimini “kimyasal bileşimi değiştirmeden sistemin kimyasal reaktivitesini artıran mekanik enerjiden etkilenen işlemler” olarak tanımlayan öncülerden biriydi. Yorumuna göre, çeşitli mekanik aktivasyon durumları (MA) vardır ve Juhász ve Opoczky tarafından tarif edilen aşağıdaki durumlar ayırt edilebilir:

- a) Malzemenin daha yüksek reaktivitesine özel yüzey alanı (Şekil 1.12.a) arttırıldığında mekanik dağılım (boyut küçültme),
- b) Mekanik kimyasal reaksiyonlar partikül yüzeyinde gerçekleştiğinde yüzey aktivasyonu (Şekil 1.12.b), ve
- c) Partikülün tüm hacmi aynı zamanda başka bir yapıya aktarıldığında mekanik-kimyasal aktivasyon (Şekil 1.12.c).



Şekil 1.12. Mekanik Aktivasyonun Çeşitli Durumlarının Şematik Gösterimi: (a) Mekanik Dispersiyon, (b) Yüzey Aktivasyonu, (c) Mekanik Kimyasal Aktivasyonu [20].

Mekanik dağılma (Şekil 1.12.a) ufalamaya eşittir. Yüzey aktivasyonu için iyi bir örnek (Şekil 1.12.b) Kato ve diğ. (2019) uçucu külün yüzey modifikasyonunun, alkali çözeltilerde Si ve Al iyonlarının çözünürlüğünü geliştiren mekanik aktivasyon ile gerçekleştirilebileceğini ispatladı. Uçucu kül yüzey morfolojisi ve kristal yapısındaki değişime bağlanabilir. Mekanik kimyasal aktivasyon (Şekil 1.12.c), partikül fazının iç kısmının yapı içinde de değiştirildiği durumdur[20].

Mekanik aktivasyon durumlarının yanı sıra, öğütme kinetiğinin üç ana aşaması ayırt edilebilir;

- I. Önemli SSA artışının ortaya çıktığı yarışçı aşaması, çok sayıda malzeme kusuru (çıkık, gözenek, kapanım, kafes kusuru) nedeniyle parçalanma

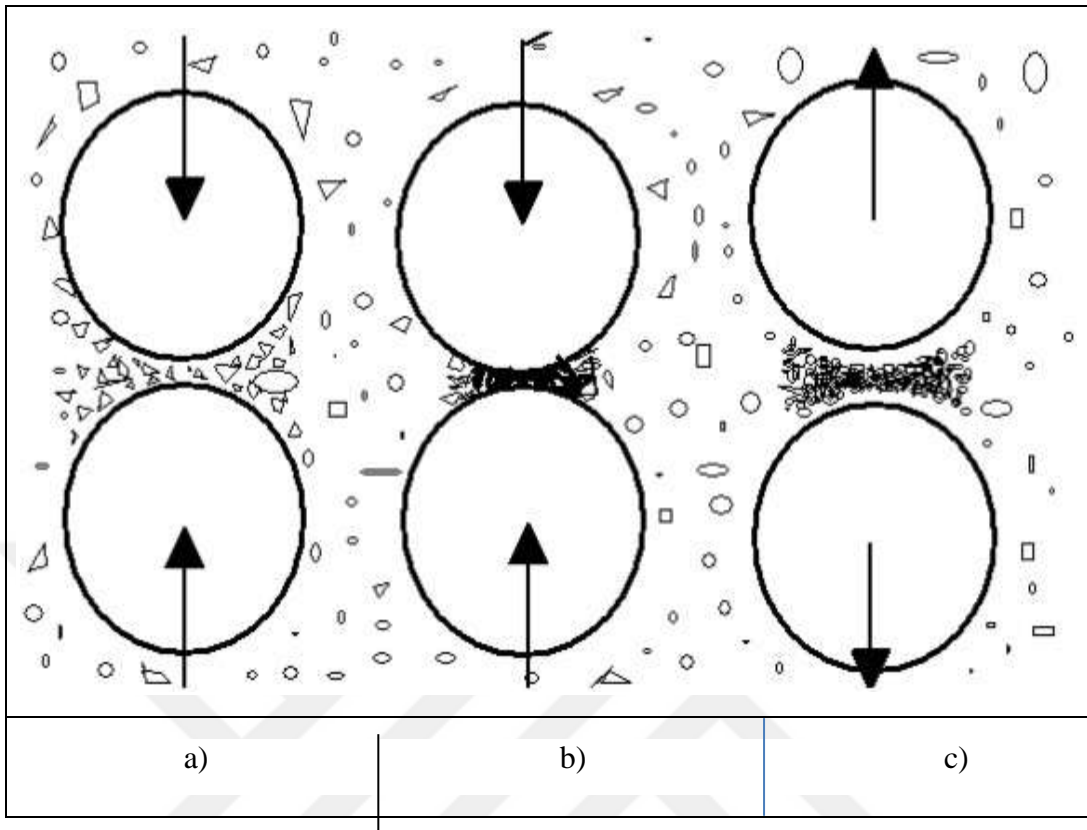
nispeten hızlı gerçekleşir, bu durumda taşlama enerjisi üretilen SSA ile orantılıdır.

- II. Boyut küçültme yoğunluğunun ılımlı olduğu bir toplanma aşaması, parçacıkların öğütme ortamının yüzeyine, astara birbirlerine yapışması başlar. Bu bölümde eğrinin düzleşmesi enerji verimliliğinin azaldığını göstermektedir. Enerji, parçacıkların yapışma tabakasının deformasyonu için kullanılır.
- III. Aglomerasyon aşaması, belli bir azami inceliğin ardından malzemenin belirgin bir şekilde kalınması anlamına gelir. Bu aşamada, eğer uygun enerji verilirse, kristal yapısının yeniden düzenlenmesi ve mekanik-kimyasal değişiklikler yapılabilir [18, 20].

Bazen, MA işleminin üç aşaması (Rittinger, agregasyon ve aglomerasyon) ve üç durumu (mekanik dispersiyon, yüzey aktivasyonu ve mekanik-kimyasal aktivasyonu) birbirleriyle örtüşen aşamalardır. Bununla birlikte, bazı durumlarda, mekanik alaşımlandırma reaksiyonları, örneğin zeolit gibi nispeten yumuşak materyallerin işlendiği ilk aşamada bile başlar. Bir başka örnek ise, öğütülmesi zor kuvars parçacıklarının kaolinit mineral parçacıklarının amorflaşmasını kolaylaştırdığı kuvarslı kaolinit MA' dır [21].

Metal tozların yanı sıra, mineral malzemelerin çoğu, toplanma ve topaklaşmaya karşı hassastır. Bu nedenle, çoğu durumda çeşitli yüzey aktif malzemelerle gerçekleştirilebilecek parçacıklar arasındaki yapışma kuvvetlerini ortadan kaldırmak çok önemlidir. Bu öğütme yardımcıları yüzey enerjisini azaltarak parçacık-top, parçacık-parçacık etkileşimlerini etkiler. Bu açıdan Kuhn, öğütme haznesindeki iki bilya arasında sıkışmış üç ana partikül aşaması tanımlamıştır[22]:

1. Parçacıkların yakalanması ve sıkışması: parçacıkların yeniden düzenlenmesi ve yeniden istiflenmesi. Bu aşamada parçacıklar birbirlerini hafif deformasyon ve kırılma ile kaydırır ve ince, düzensiz şekilli parçacıklar üretir (Şek. 1.13.a).



Şekil 1.13. Kuhn'dan (1984) Kabul Edilen İki Top Arasında Sıkışan Partiküller [21,22].

2. Aglomerasyon: parçacıkların elastik ve plastik deformasyonu. Bu durumda metal parçacıklar içindeki parçacıklar arasında soğuk kaynak oluşabilir (Şekil 1.13.b).
3. Aglomeratın elastik enerji ile salınması: parçacık kırılması parçacığın daha fazla deformasyona ve / veya parçalanmasına neden olur (Şekil 1.13.c) [22].

Mekanik aktivasyon sürecinde partikül yatağı ufalanması, enerjinin partikül akışına, sıkıştırmalarına ve kırılmalarına eşlik eden birkaç mikro işlem tarafından dağıldığı yerde gerçekleştirilir. Bu nedenle, her bir mikro işlemle ne kadar enerji ilişkilendirildiğini ve farklı mikro işlemler arasındaki oranın ne olduğunu anlamak önemlidir. Bu nedenle Mütze, akış kayıpları ile harcanan enerjiyi hesaplamak için bir model geliştirmiştir[23].

Mekanik alaşımlandırma, Benjamin ve meslektaşları tarafından 1966'da Uluslararası Nikel Şirketi'nin Paul D. Merica Araştırma Laboratuvarı'ndaki (INCO) geliştirilen

bir toz işleme tekniğidir. Bu yöntem, harmanlanmış temel toz karışımlarından başlayarak homojen malzemelerin üretimine izin verir, nikel bazlı bir süper alaşım üretir. Mekanik alaşımlandırma (MA), toz parçacıklarının yüksek enerjili bir bilyalı değirmende tekrar tekrar soğuk kaynaklama, kırılma ve yeniden işlenmesini içeren katı hal toz işleme tekniğidir. Bu işlemde, az miktarda harmanlanmış temel toz karışımının öğütme ortamı ile birlikte, tipik olarak paslanmaz çelik bilyalar ile birlikte bir kaba yüklenir ve tüm kütle yüksek bir hızda çalkalanır. Bu işlem, süper doymuş katı çözeltiler, amorf malzemeler, metalik bileşikler ve metal-matris kompozitler gibi malzemeler ve alaşımlar üretmek için uygulanır[24].

Mekanik alaşımlandırmanın temel prensibi aşağıdaki gibidir:

1. Sünek metal tozlarının parçacıkları deformasyona uğrar ve morfolojileri düzleştirilmiş şekle dönüşür.
2. Eş eksenli parçacıklar kaynak mekanizması tarafından üretilir (yönlendirilmiş kaynak hatları gözlenir).
3. Kaynak ve kırılma mekanizmalarında dengeye ulaşılacak ve rasgele yönlendirilmiş kaynak hatlarına sahip parçacıklar oluşacaktır.
4. Mikroyapısal iyileştirme devam ediyor, ancak parçacık büyüklüğü dağılımı kararlı durum süreci neredeyse sabit kalıyor.

Bazı mekanik alaşım işlem proses kontrol vakalarında (PCA), yüzey aktif cisimleri olarak görev yapan normal organik bileşikler olan toplam toz yükünün ağırlıkça % 0.3 ila 4'ü arasında kullanılır. Ana amaç, işlenmiş parçacıklar arasındaki teması en aza indirerek topaklaşmayı önlemektir. Tipik PCA'lar stearik asit, oksalik asit, metanol, etanol, aseton, izopropil alkol, heptan vb. malzemelerdir[25].

Birkaç araştırmacı mekanik alaşım mekanizmasını tanımlamıştır. Termal yaklaşıma göre kimyasal işlemlerin aktivasyonu, parçacıkların birbirleriyle ve öğütme ortamı ile çarpışmasından ve sürtünmesinden kaynaklanan ısı ile sağlanır. Bir başka açıklama, bir katı maddenin dağılması esnek enerjiden çıkma ve kısa ömürlü aktif merkezlerin oluşumu üzerine kuruludur. Son olarak, iki reaksiyon teorisine göre aktivasyon parçacıklarının plastik deformasyonu, parçacık yüzeylerindeki iki reaksiyon enerjisi pahasına gerçekleşir[25, 26].

Mekanik alaşımlandırma;

1. Saf metal tozları A ve B, bir alaşım sentezlemek için birlikte öğütülür.
2. Saf metaller, intermetalikler veya önceden şekillendirilmiş tozlar gibi homojen bir bileşimin tozları, yüksek enerjili bir bilyalı değirmende öğütüldüğünde ve homojenizasyon için malzeme transferi gerekmediğinde, işlem Mekanik Freze (MM) olarak adlandırılmıştır.
3. Katı çözeltiler veya amorf bir faz üretildiğinde, Mekanik Bozukluk (MD) olarak adlandırılmıştır. Weeber ve ark. (1986) mekanik frezelemede, aynı etkiyi elde etmek için mekanik alaşımlandırma için gereken sürenin yarısı gerekir demiştir[27].

Mekanik alaşımlandırmanın neden olduğu yüksek kusur yoğunlukları difüzyon işlemlerini hızlandırır. Alternatif olarak, partikül inceltme ve bunun sonucunda difüzyon mesafelerinde azalma (mikro yapı inceltme nedeniyle) reaksiyon sıcaklığını düşürebilir. Schaffer ve M.Cormick temel olarak iki farklı reaksiyon kinetiği açığa çıkar demiştir[27].

1. Reaksiyon her çarpışma sırasında çok küçük bir hacme uzanıp, bu da aşamalı bir dönüşüme neden olabilmektedir.
2. Reaksiyon entalpi yeterince yüksek ise, kendiliğinden yayılan bir yanma reaksiyonu başlatılabilir. 1990'lı yıllarda süper doymuş katı çözeltiler, kristalimsi ve yarı kristalimsi ara fazlar ve amorf alaşımlar dâhil olmak üzere kararlı ve meta-kararlı fazları sentezlemek için birçok araştırma yapılmıştır.

Suryanarayana ve Al Aqeeli' in incelemesinde, çalışmaların sadece % 15'inin mekanik alaşımlama için karıştırılmış medya değirmeni kullandığı ve % 80'inin çoğunlukla planet bilyalı değirmen veya çalkalayıcı değirmen ve % 5 diğeri değirmen türlerini kullandığı bildirilmektedir[27].

2. BÖLÜM

YÖNTEM VE MATERYAL

2.1. Mekanik Alaşımlandırma

Tez çalışmasında alüminyum matrisli birden fazla seramik takviye içeren bir hibrit kompozitin mekanik alaşımlandırma yöntemiyle toz üretilmesi hedeflenmiştir. Üretim için yüksek saflıkta ve farklı kütle oranlarında Al, Al₂O₃, SiC, B₄C ve ZrO₂ tozları gezegen tipi öğütücüde alaşımlandırılmıştır. Öğütülen tozlardan alınan numunelerin yapısal karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir.

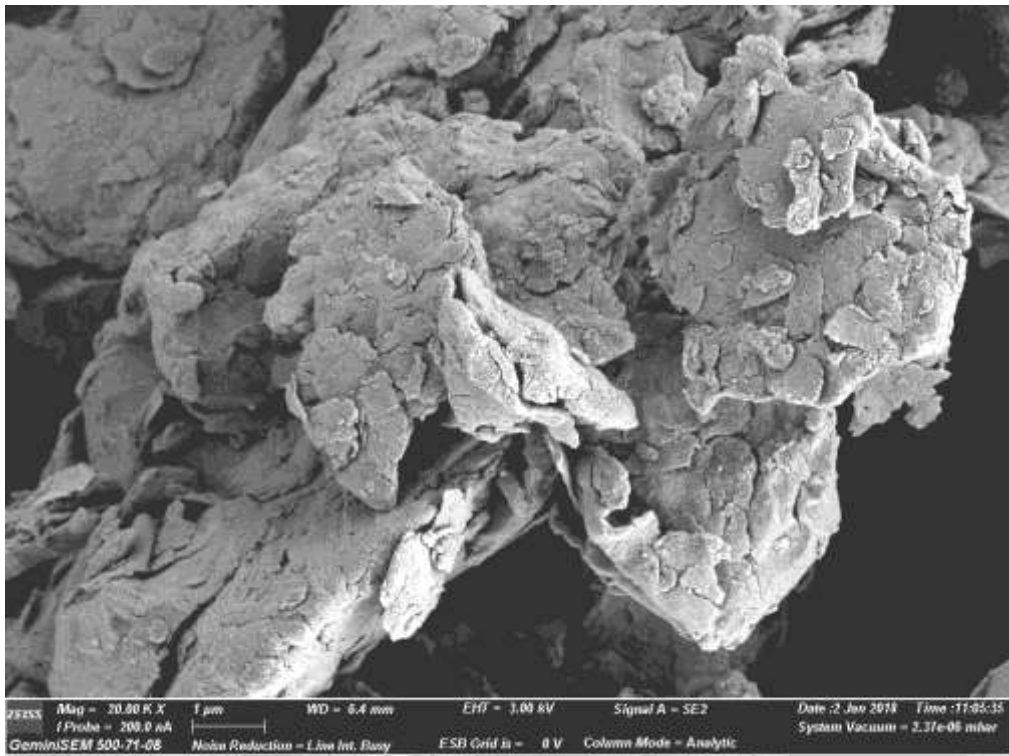
2.1.1 Kullanılan Malzemeler

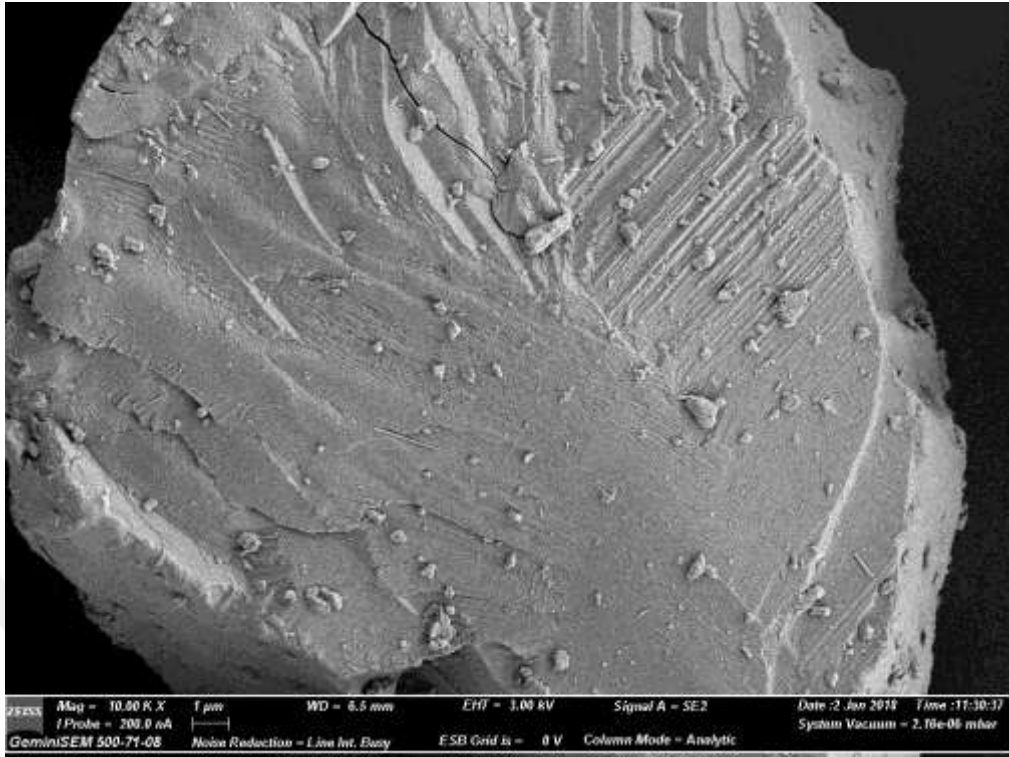
Çalışmamda matris malzemesi olarak %99,8 saflıkta, 44-420 mikrometre tane boyutunda alüminyum tozları kullanılmıştır. Takviye malzemesi olarak ise Al₂O₃, SiC, B₄C ve ZrO₂ tozları kullanılmıştır.

Tablo 2.1. Kullanılan Tozların Özellikleri

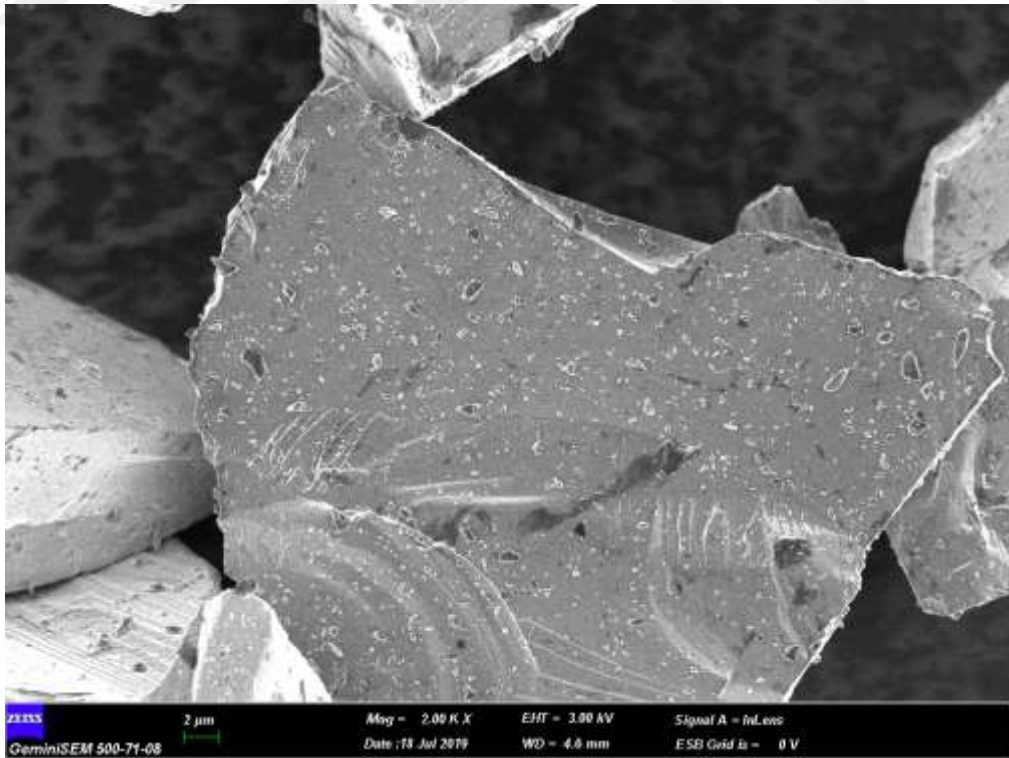
Toz	Ürün Kodu	Tane Boyutu (μm)	Safılık (%)	Yoğunluk (g/ml)	Sertlik (HV)
Al	GK.29905.1000	0-50	99,9	26,98	12-20
Al_2O_3	Al 602	44	99,9	3,95	2100
SiC	357391	37	$\geq 97,5$	3,22	2600
B_4C	10922	22-59	99+	2,52	4000
ZrO_2	5393	10-50	94,5	$\geq 5,90$	≥ 1200

Yukarıdaki tabloda belirttiğimiz deney tozlarımızın mekanik alaşımlandırma işlemi yapılmadan önce alınan FE-SEM görüntüleri aşağıdaki gibidir.

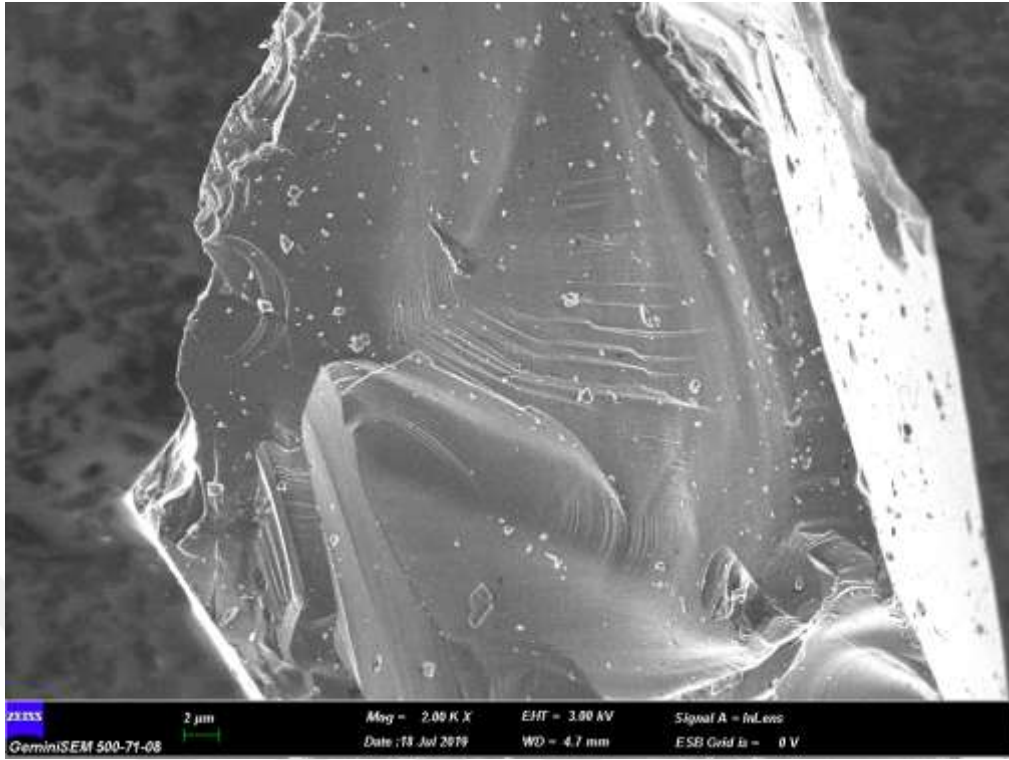
**Şekil 2.1.** Öğütülmemiş Al Tozunun FE-SEM Görüntüsü



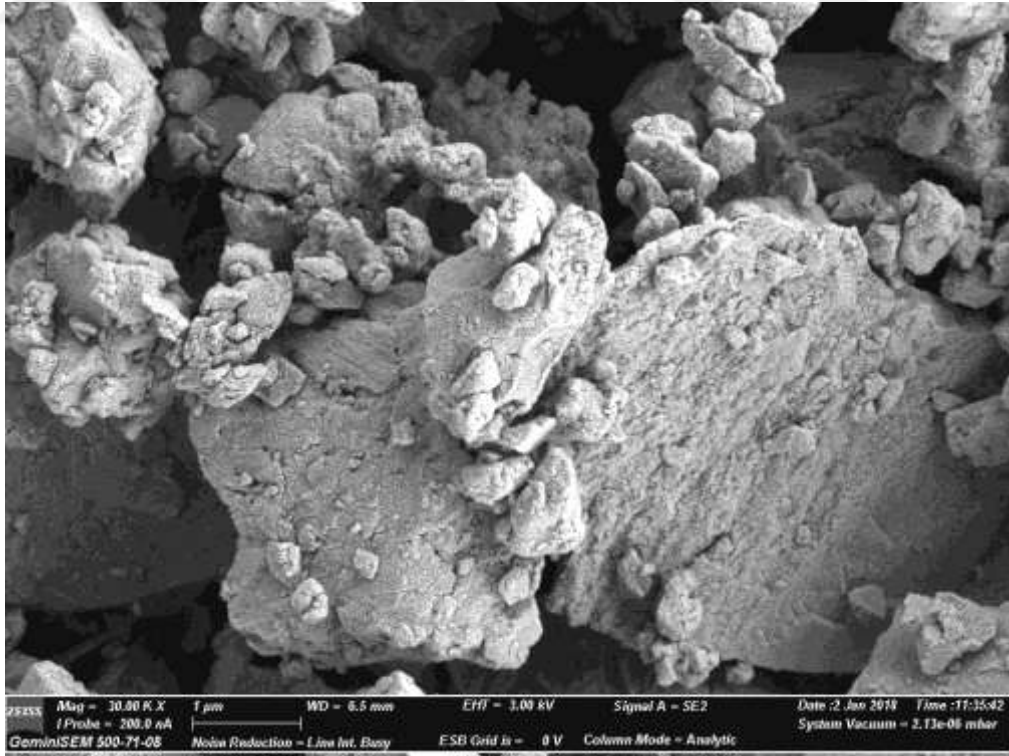
Şekil 2.2. Öğütülmemiş Al_2O_3 Tozunun FE-SEM Görüntüsü



Şekil 2.3. Öğütülmemiş SiC Tozunun FE-SEM Görüntüsü



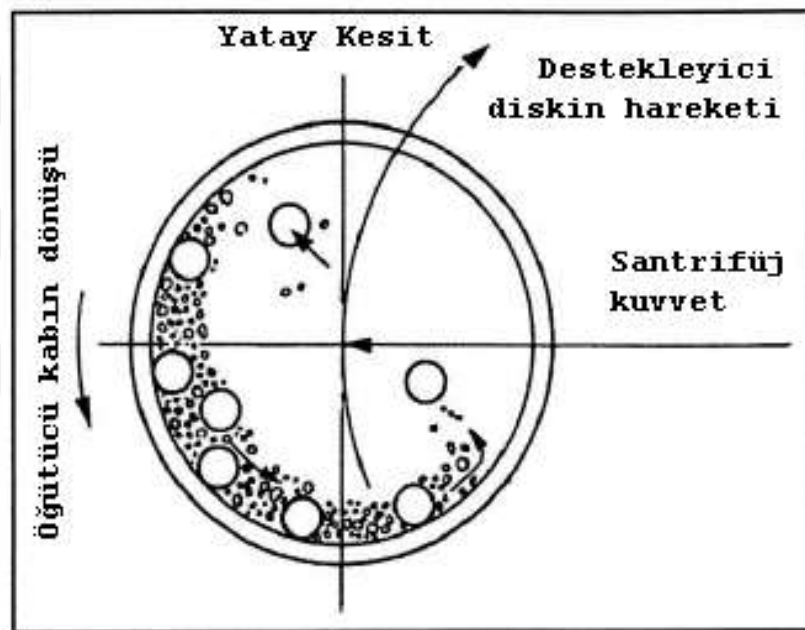
Şekil 2.4. Öğütülmemiş B₄C Tozunun FE-SEM Görüntüsü



Şekil 2.5. Öğütülmemiş ZrO₂ Tozunun FE-SEM Görüntüsü

2.1.2 Mekanik Alaşımlandırma Cihazı

Mekanik alaşımlandırma işlemleri FRITSCH marka Pulverisette 6 model planetary tip öğütücü ile yapılmıştır. Cihazın maksimum devir sayısı 650 d/d'dir. Cihazın dijital kontrol ünitesi ile ayarlanabilen süreler sayesinde cihaz, öğütme ve duraklatma şeklinde programlanabilmektedir. Duraklatma periyodu esnasında tozların soğuması için gereken süre sağlanmaktadır.



Şekil 2.6. Planetary Öğütücünün Çalışma Prensibi

Tablo 2.2. Deney Planı

S.N.	Deney Malzemeleri		
1	% 90 Alüminyum (Al)	% 5 Alüminyum Oksit (Al_2O_3)	% 5 Zirkonyum Oksit (Zr_2O)
2	% 85 Alüminyum (Al)	% 5 Alüminyum Oksit (Al_2O_3)	% 10 Zirkonyum Oksit (Zr_2O)
3	% 90 Alüminyum (Al)	% 5 Silisyum Karbür (SiC)	% 5 Zirkonyum Oksit (Zr_2O)
4	% 85 Alüminyum (Al)	% 5 Silisyum Karbür (SiC)	% 10 Zirkonyum Oksit (Zr_2O)
5	% 90 Alüminyum (Al)	% 5 Bor Karbür (B_4C)	% 5 Zirkonyum Oksit (Zr_2O)
6	% 85 Alüminyum (Al)	% 5 Bor Karbür (B_4C)	% 10 Zirkonyum Oksit (Zr_2O)

2.1.3 Öğütücü Hazne ve Bilyalar

Öğütülmesi planlanan tozların sertlik değerleri düşünülerek seçilen hazne ve bilyelerin malzemesi WC (tungsten karbür)'dür. WC haznenin kapasitesi 250 ml olup geometrik yapısı öğütmeye elverişli olan silindir yapılı, yuvarlak tabanlıdır.

Alaşımlandırma işleminde kullanılan WC bilyeler 2 farklı boyutta kullanılmıştır. 10 mm çapındaki bilyalar sık istiflenerek tozların daha iyi öğütülmesini sağlarken 20 mm çapındaki bilyalar ağırlık avantajıyla daha çok tane ufalanmasına etki eder. 2 adet kullanılan 20 mm çapındaki WC bilyanın birim ağırlığı 62,8129 gr, 26 adet kullanılan 10 mm çapındaki WC bilyanın birim ağırlığı 8,0915 gr'dır. Sistem içerisinde toplam bilya ağırlığı 336,0048 gr olarak sabit tutulmuştur. Hazne hacmi göz önüne alınarak şarj oranı 10:1 şeklinde ayarlanmıştır. Bu değerler göz önüne alınarak hazne içerisinde bir defada öğütülen toz miktarı yaklaşık olarak toplam 33,6 g'dır. Toplam toz ağırlığı üretilen hibrit kompozitin % kütle oranı ile hesaplanarak aşağıdaki Tablo 2.3'de verilmiştir.

Tablo 2.3. Üretimi Yapılacak Hibrit Kompozitlerin Miktarı

Deney Numuneleri (%)	Bilye Ağırlığı	Şarj Oranı	Toplam Toz Ağırlığı	Al	Al ₂ O ₃	SiC	B ₄ C	ZrO ₂	Toplam Takviye Elemanı
%90 Al %5 Al ₂ O ₃ %5 ZrO ₂	336,005	10:01	33,6	30,2	1,68	-	-	1,68	3,36
%90 Al %5 Al ₂ O ₃ %10 ZrO ₂	336,005	10:01	33,6	28,6	1,68	-	-	3,36	5,04
%90 Al %5 SiC %5 ZrO ₂	336,005	10:01	33,6	30,2	-	1,7	-	1,68	3,36
%90 Al %5 SiC %10 ZrO ₂	336,005	10:01	33,6	28,6	-	1,7	-	3,36	5,04
%90 Al %5 B ₄ C %5 ZrO ₂	336,005	10:01	33,6	30,2	-	-	1,7	1,68	3,36
%90 Al %5 B ₄ C %10 ZrO ₂	336,005	10:01	33,6	28,6	-	-	1,7	3,36	5,04

Yukarıdaki tabloya göre hassas terazide tartılarak hazırlanan toz karışımları öğütücü hazne içerisine bilyalar altta, karışım üstte kalacak şekilde yerleştirilir. Buradaki amaç, tozların merkezkaç kuvvetiyle tabana sıkışmasının önüne geçmektir. Her bir karışımın öğütme işlemi tamamen bittikten sonra hazne ve bilyeler saf su ve fırça yardımıyla temizlenerek yeni numuneye hazır hale getirilmiştir.

2.1.4 Mekanik Alaşımlandırma Parametreleri

Öğütmeye etki eden üç ana etken üzerinde durulmuştur. Yapılan deneyler ve araştırmalar sonucunda[28];

- Öğütme Hızı: 200 devir / dakika
- Öğütme Süresi: 100 Saat
- Öğütme Sıcaklığı: Alaşımlandırma işlemleri esnasında cihaza herhangi bir ısıtma veya soğutma işlemi uygulanmamıştır. Çalışmalar oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Cihazın bekleme süresi esnasında toz karışımlarının doğal soğuması gerçekleşmiştir.

Alaşımlandırma parametreleri yukarıda açıklandığı gibi bütün deneylere uygulanmıştır.

2.1.5 Mekanik Alaşımlandırma Atmosferi

Tozların hassas terazide oranlarına göre hazırlanmasından, numune alma, numune koyma ve iki saatte bir öğütme haznesinin içeri alınması işlemi gibi bütün süreçte tozların oksidasyona uğramamaları için yapılan çalışmalar MBRAUN marka GB-2202-P-VAC kontrollü atmosfer kutusunda (Glove Box) yapılmıştır. Cihaz iki kısımdan oluşmaktadır; ana gövde ve arındırma odası (anti-chamber) olan bu yapının ana yapısı akrilikten imal edilmiştir. Sistem şekil 2.7 'de gösterilmiştir.



Şekil 2.7. Glove Box'ın Görünümü

Yapılan çalışmalarda Kontrollü Atmosfer Kutusu'nda koruyucu gaz olarak yüksek saflıkta (spektrometrik) argon gazı kullanılmıştır. Argon gaz tüpü hem ana gövdeye hem de arındırma odasına bağlıdır. Ana gövde tamamen argon gazı ile doluyken, arındırma odası içeri alınacak materyaller için atmosfere açılan vakumlu kapağı bulunmaktadır. Arındırma odasına alınan materyallerin ana gövdeye alınma işleminden önce atmosferin argona dönüştürülmesi gerekmektedir. Bu işlem vakum pompası sayesinde önce ortamın havası boşaltılıp sonra ortama argon gazı basılmasıyla yapılmaktadır. Bu işlem 3-4 defa yapıldıktan sonra ara bölmede bulunan vakumlu kapak açılarak materyaller içeri alınmaktadır.

2.1.6 Süreç Kontrol Etkeni (PCA)

Öğütme işlemleri sırasında açığa çıkan ısı nedeniyle tozların birbirine, öğütücü hazne çeperine ve bilyelerin yüzeyine yapışmasını önlemek için toplam toz ağırlığının % 1,5' u kadar stearik asit ($C_{18}H_{36}O_2$) hazne içerisine süreç kontrol etkeni olarak atılır.

2.2. Üretilen Tozların Yapısal Karakterizasyonu

2.2.1 Alan Geçirimli Taramalı Elektron Mikroskobu (FE-SEM) ile Görüntüleme

Mekanik öğütme işleminin başından itibaren tane boyutu analizi yapabilmek için belirli aralıklarda numuneler alınmıştır. Alınan numuneler 20 – 40 – 60 – 80 ve 100. Öğütme saatinde alınmıştır.

Alınan numunelerin görüntüleri Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde (TAUM) bulunan Zeiss Gemini 500 alan geçirimli taramalı elektron mikroskobu ile alınmıştır. Alınan numune görüntüleme işlemi için soğuk preslenerek hazırlanarak numune öğütme süresine bağlı olarak 100, 200, 5.000, 10.000 ve 20.000 gibi farklı büyütme oranlarında görüntüleri alınmıştır.

2.2.2 Tane Boyutu Analizleri

Belirlenen öğütme işlemi saatlerinden sonra alınan FE-SEM görüntüleri üzerinde Image ProPlus 10 programı ile görüntü analizi yapılmıştır. Çıkan değerlerle tane boyutu değişim grafikleri hazırlanmıştır. Tane boyutu analizi, numunelerin farklı büyütmelerdeki FE-SEM görüntülerinden faydalanılarak yapılmıştır. Her görüntüden elde edilen değerlerin ortalaması alınmıştır. Daha sonra bu değerlerinde kendi içerisinde ortalamaları alınarak belirli öğütme saatlerindeki tane boyutunun yaklaşık değeri elde edilmiştir.

2.2.3 X-RD Analizleri

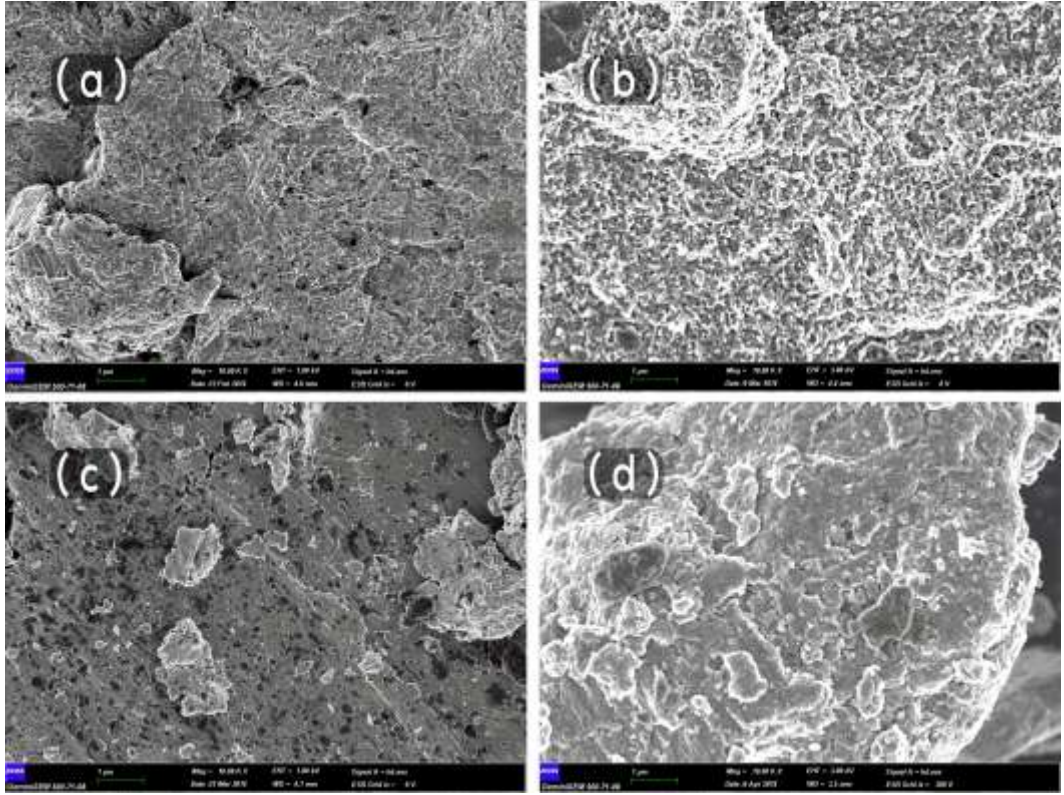
Mekanik öğütme işleminin başından itibaren tane boyutu analizi yapabilmek için belirli aralıklarda numuneler alınmıştır. Alınan numuneler 20 – 40 – 60 – 80 ve 100. Öğütme saatinde alınmıştır. Alınan numunelerin görüntüleri Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde (TAUM) bulunan Pananalytical Empyrean model cihaz ile X-RD analizi yapılmıştır. Ölçümler, Cu K α radyasyon kaynağı ($\lambda=0,15406$ nm) kullanılarak 40 mA ve 40 kV altında yapılmıştır. Kırınım açısı (2θ) değeri 10-90° aralığındadır.

3. BÖLÜM

BULGULAR

3.1 FE-SEM Görüntüleri

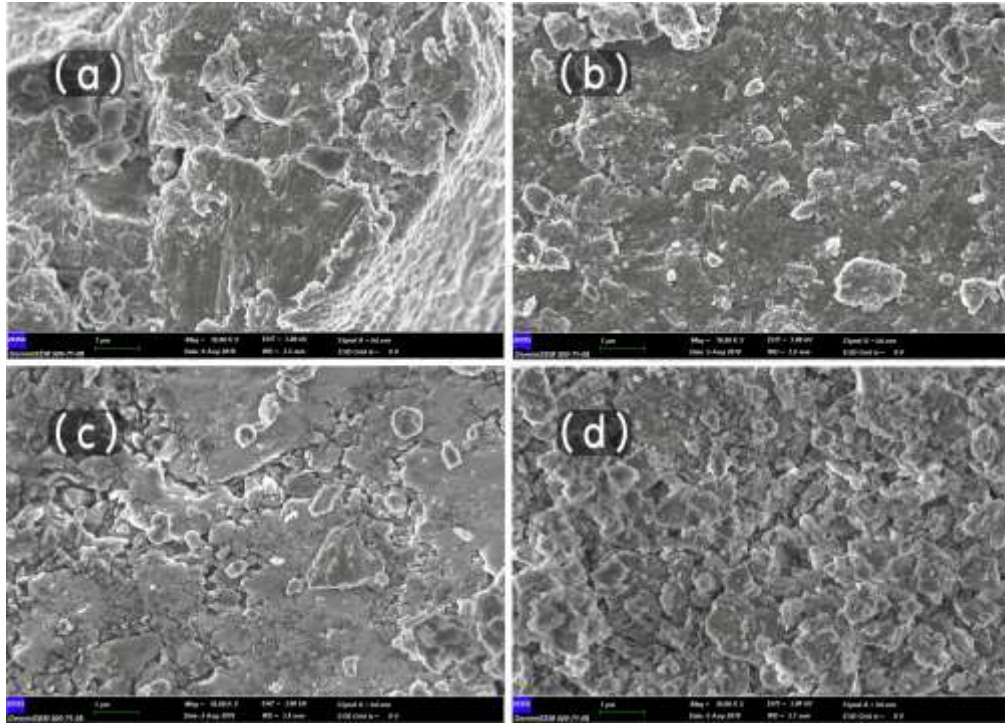
%90 Al - %5 Al₂O₃ - %5 ZrO₂ hibrit kompozit olan toz karışımının 40, 60, 80 ve 100 saat boyunca öğütülmesi sonucu alınan numunelerden elde edilen FE-SEM görüntüleri Şekil 3.1’ de verilmiştir.



Şekil 3.1. (a) 40 Saat, (b) 60 Saat, (c) 80 Saat ve (d) 100 Saat Boyunca Öğütülmüş % 90 Al - % 5 Al₂O₃ - % 5 ZrO₂ Toz Karışımının FE-SEM Görüntüsü

Öğütme süreleri dikkat edilerek görüntüler incelendiğinde ilk alınan numunelerde (Şekil 3.1. (a) ve Şekil 3.1. (b) sünek yapıdaki matris malzemesi olan alüminyumun yüzeyi levha halinde kapladığı görülmektedir. Öğütülen malzeme miktarında alüminyumun fazla olması ve sünek yapılı olması levha halini alma eğilimini artırmıştır. Gevrek malzeme olan Al_2O_3 öğütmede kırılıp ufalanması ve öğütülen malzeme miktarının da az olması görüntüde net bir yapı sergileyememesine sebep olmuştur. Diğer taraftan da gevrek malzemeler ilk kırılma aşamalarında köşeli yapı sergilerken ilerleyen öğütmelerde küresel yapılı bir hal almaktadır. Aynı zamanda artan öğütme süresiyle ufalanan seramik takviye malzemesinin matris malzemesi içerisindeki homojen dağılımı artmaktadır. FE-SEM görüntüleri sırasına göre incelendiğinde, yoğun şekilde gözlenen alüminyum tanelerinin ilerleyen mekanik alaşımlandırmayla homojen şekilde dağılmış olduğu gözlenmektedir.

Şekil 3. 2 ' de %85 Al - %5 Al_2O_3 - %10 ZrO_2 hibrit kompozit olan toz karışımının 40, 60, 80 ve 100 saat boyunca öğütülmesi sonucu alınan numunelerden elde edilen FE-SEM görüntüleri verilmiştir.

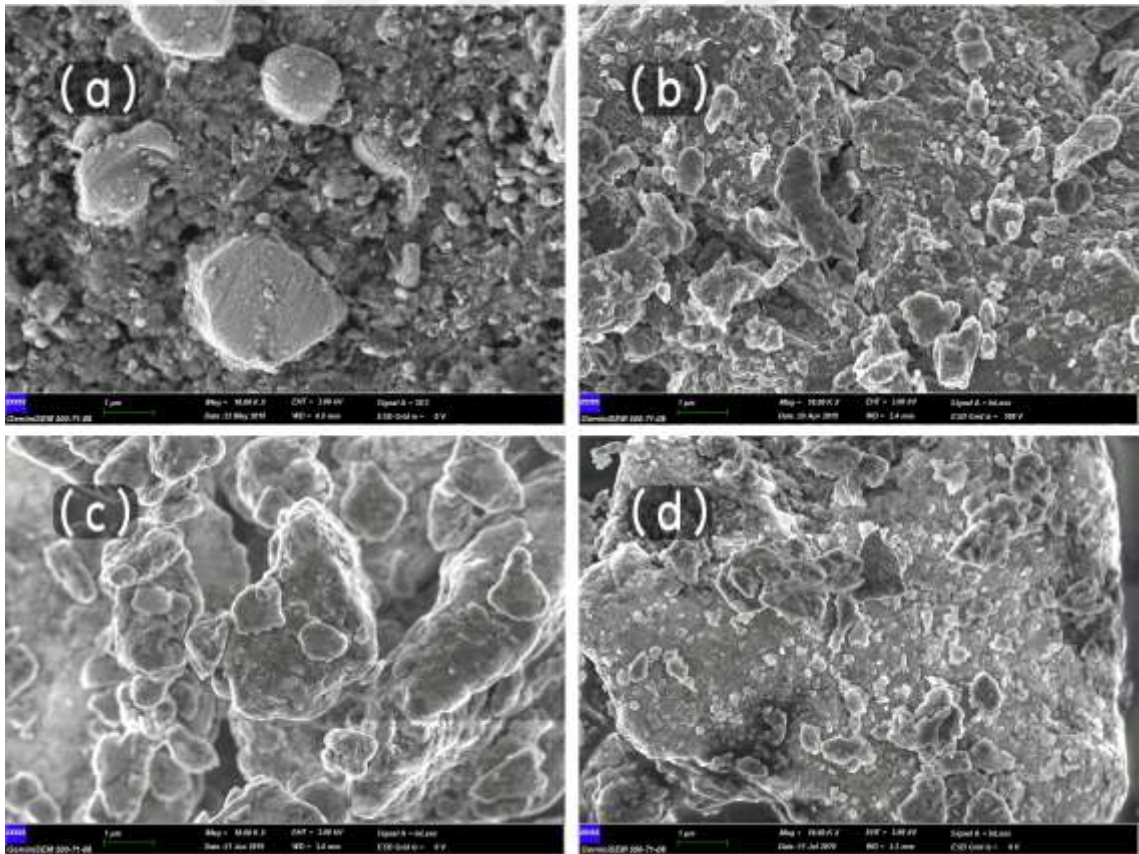


Şekil 3.2. (a) 40 Saat, (b) 60 Saat, (c) 80 Saat ve (d) 100 Saat Boyunca Öğütülmüş %85 Al - % 5 Al_2O_3 - % 10 ZrO_2 Toz Karışımının FE-SEM Görüntüsü

Şekil 3.2' de öğütme sırasına göre bakıldığında levha haline gelen alüminyum malzemesinde artan öğütlemeyle tane küçülmesi meydana gelip levha yapısı değişmiştir.

Şekil 3.1. ve Şekil 3.2. artırılan seramik takviye oranı göz önüne alınarak incelendiğinde; Şekil 3.2.'deki levhalı yapının Şekil 3.1.'e göre daha az olduğu görülmektedir. Takviye malzemesindeki artış ufalanma ve daha küçük boyutlu parçacıkların oluşumunu artırmıştır.

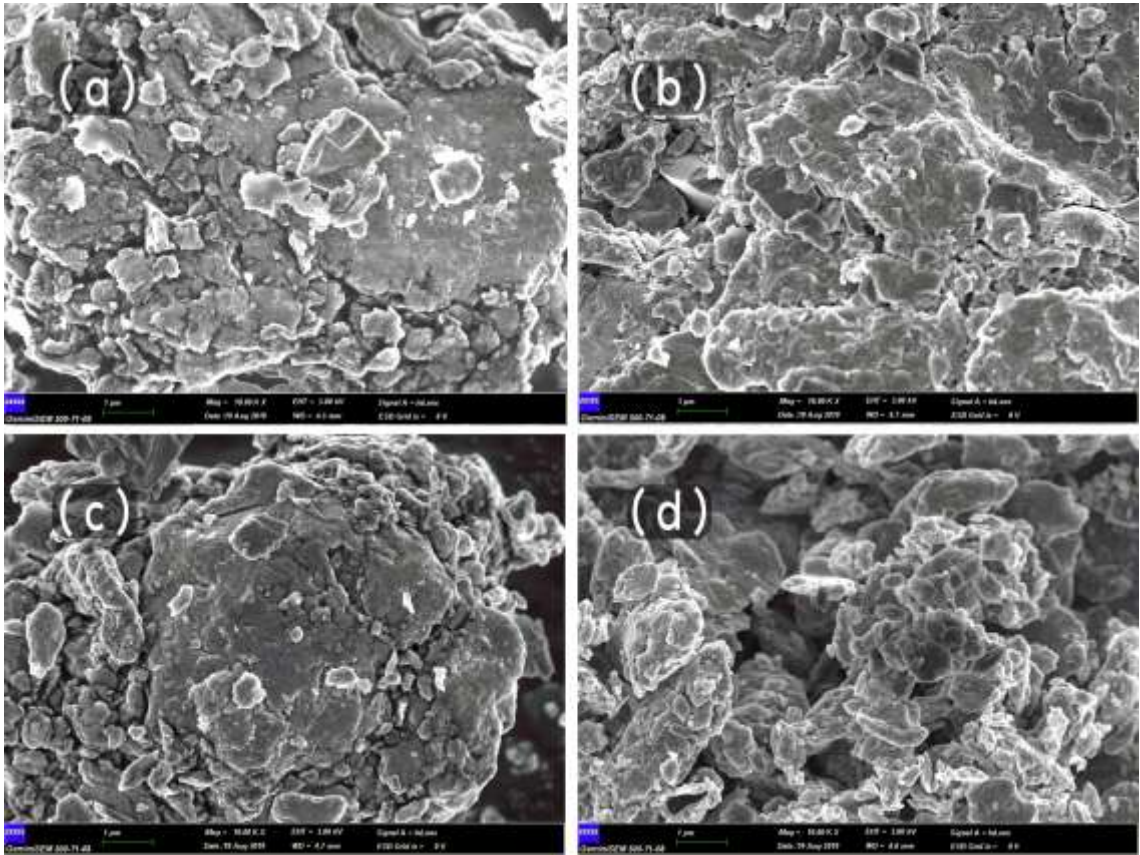
Şekil 3.3. ve Şekil 3.4.' te de % 90 Al - % 5 SiC - % 5 ZrO₂ toz karışımının seramik takviye elemanı olan ZrO₂' in artışıyla yapılan öğütme numunelerinin görüntüleri verilmiştir.



Şekil 3.3. (a) 40 Saat, (b) 60 Saat, (c) 80 Saat ve (d) 100 Saat Boyunca Öğütülmüş % 90 Al - % 5 SiC - % 5 ZrO₂ Toz Karışımının FE-SEM Görüntüsü

Şekil 3.3. (a)' da görülen levhalı yapının seramik takviye elemanı olan SiC' ün daha çok küçülerek matris malzemesine daha hızlı dağıldığının bir göstergesi olabilir. Diğer

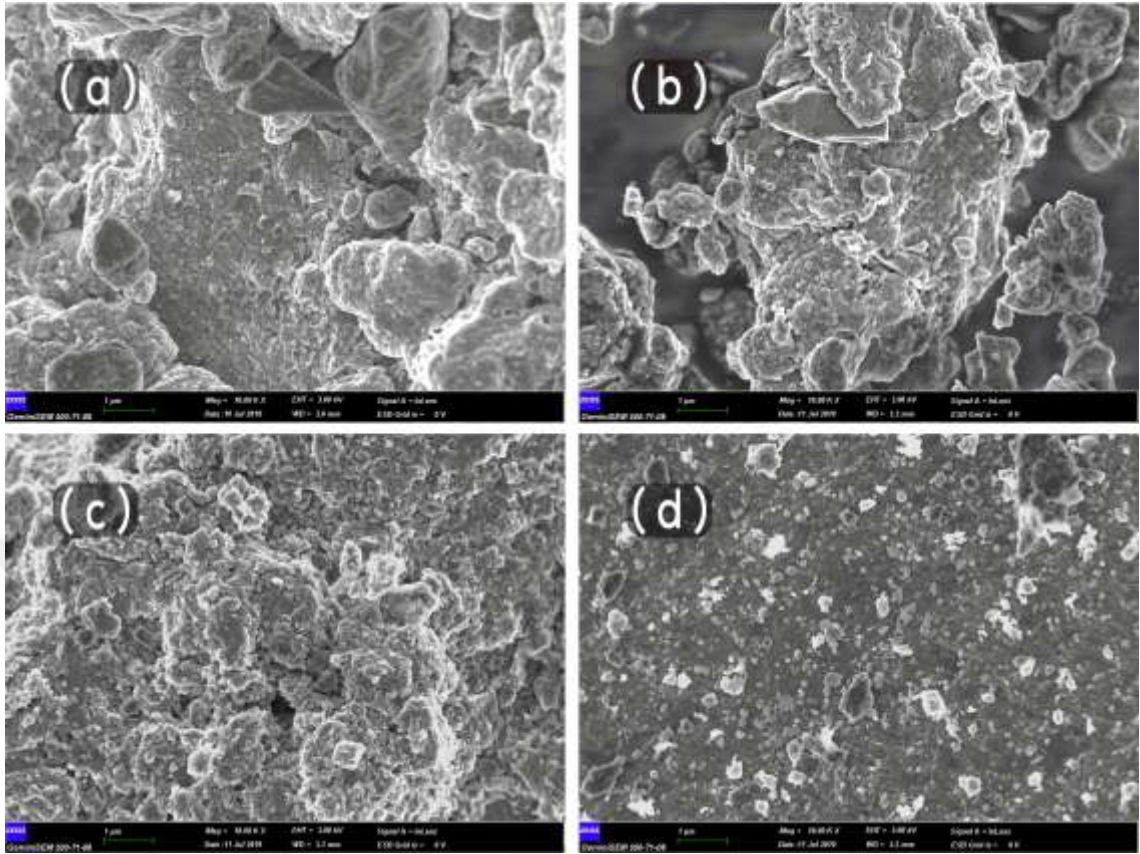
seramik takviye elemanları ile yapılan öğütmelerden alınan FE-SEM görüntüleri ile SiC katkılı numunelerden alınan FE-SEM görüntüleri karşılaştırılıp incelendiğinde SiC katkılı numunelerde, ilk öğütme numunelerinden itibaren kırılğan, gevrek yapılı parçacıkların sayısında artış görülmektedir. Bu artışla da levha şeklindeki parçacıklar diğer seramik katkılı numunelere göre oldukça az ve uzun süreli varlığını sürdürememiştir.



Şekil 3.4. (a) 40 Saat, (b) 60 Saat, (c) 80 Saat ve (d) 100 Saat Boyunca Öğütülmüş % 85 Al - % 5 SiC - % 10 ZrO₂ Toz Karışımının FE-SEM Görüntüsü

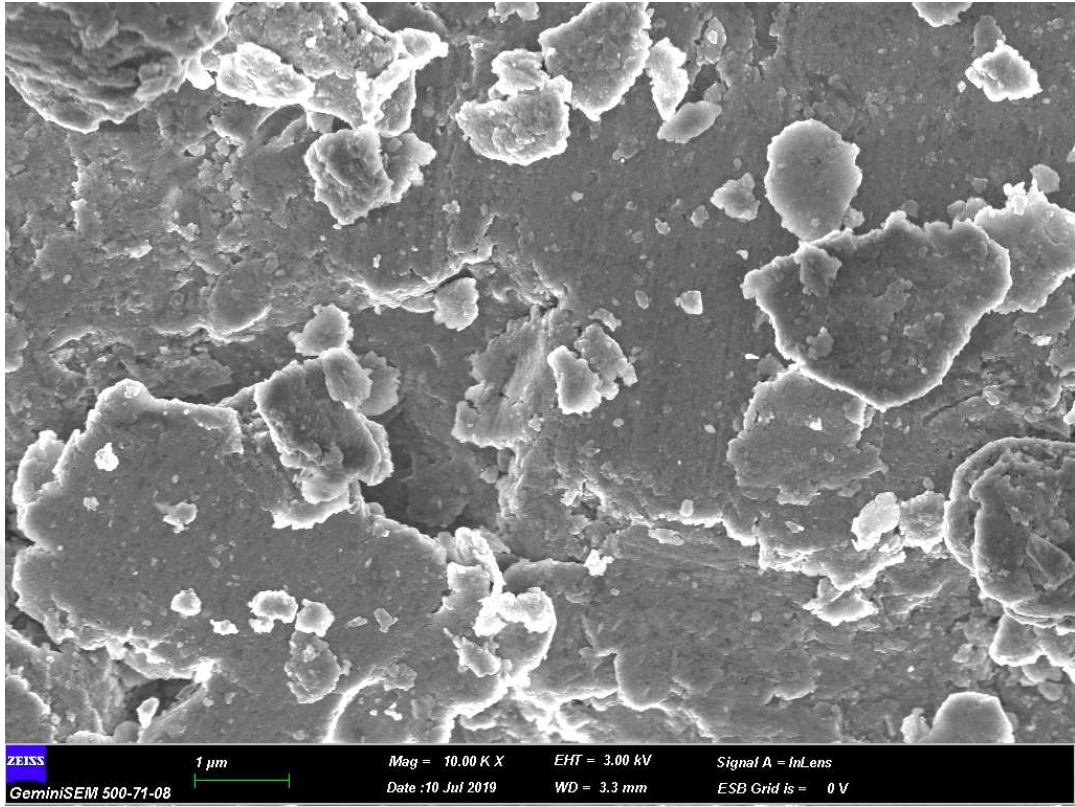
Şekil 3.4'te de öğütme süresine göre sırasıyla bakıldığında takviye elemanı 60. Saatten itibaren matris malzemesi içerisine dağılımını artırdığı görülmektedir. Seramik takviyesinin ufalanarak artmasıyla levhalı yapıda olan matris malzemesi parçacıklar halini almaya başlamıştır.

Şekil 3.3. ile Şekil 3.4. artan ZrO₂ katkısı göz önüne alınarak incelendiğinde; öğütme sürelerine göre alınan FE-SEM görüntülerinde gözle görülen yapısal bir değişim gözlenmemiştir.



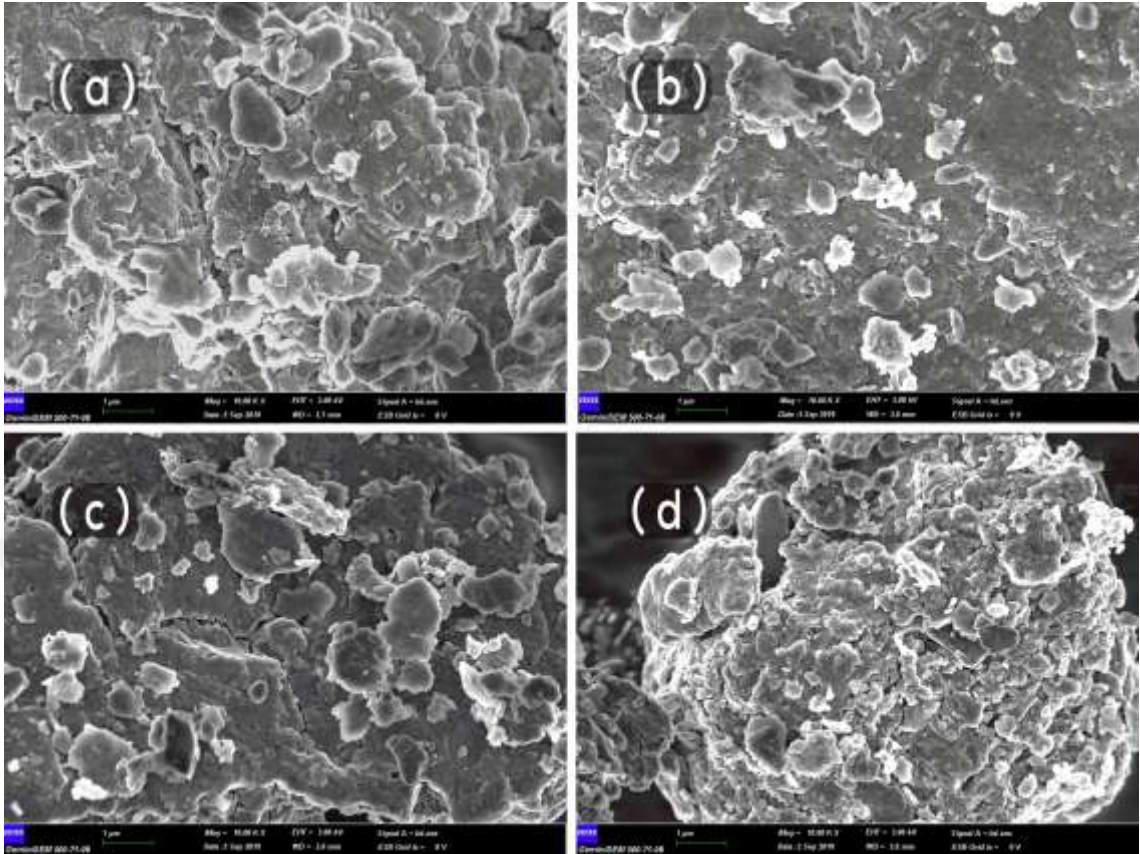
Şekil 3.5. (a) 40 Saat, (b) 60 Saat, (c) 80 Saat ve (d) 100 Saat Boyunca Öğütülmüş %90 Al - % 5 B₄C - % 5 ZrO₂ Toz Karışımının FE-SEM Görüntüsü

Şekil 3.5’ te gösterilen %90 Al - % 5 B₄C - % 5 ZrO₂ öğütme numunesinin FE-SEM görüntüleri incelendiğinde diğer numunelere göre en önemli fark başlangıçtan itibaren kırılğan ve gevrek olan B₄C’ ün ufalanan parçacık sayısındaki artış olmuştur. Diğer numunelerde 20. saat öğütme görüntüleri ile 40. saat öğütme görüntüleri arasında değişim gözlenmemesine rağmen; B₄C’ de parçacık sayısı artışının daha iyi gözlenmiştir. Şekil 3.6.’ da %90 Al - % 5 B₄C - % 5 ZrO₂ toz karışımının 20 saat öğütülmesi sonrasında alınan FE-SEM görüntüsü gösterilmektedir.



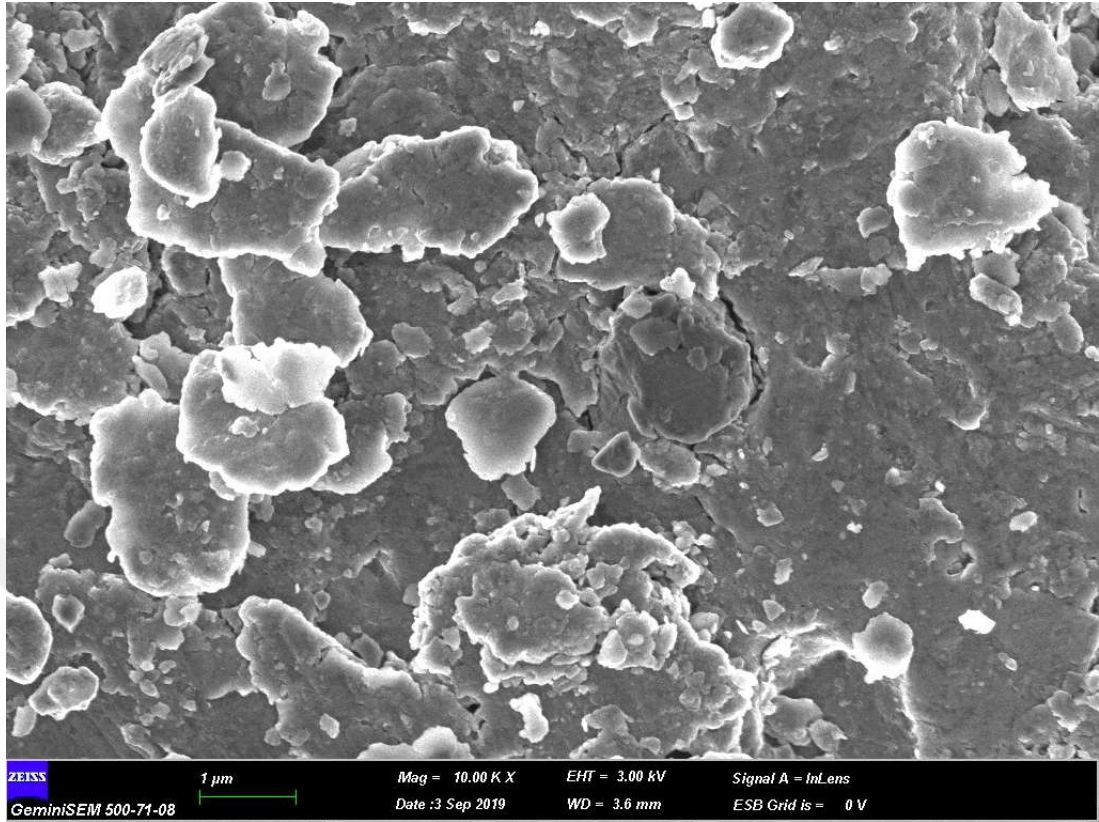
Şekil 3.6. %90 Al - % 5 B₄C - % 5 ZrO₂ Toz Karışımının 20. Öğütme Saati FE-SEM Görüntüsü.

Şekil 3.6’ da da görüldüğü gibi ufalanan B₄C’ün kırılğan ve gevrek parçacıklarının sayısı diğer numunelere kıyasla ilk saatten itibaren artış göstermiştir. Şekil 3.5. dikkatle incelendiğinde öğütme süresinin ilerlemesiyle parçacık sayısı artışı diğer numunelerde olduğu gibi bir anda artmaktan ziyade başlangıçtan itibaren orantılı bir şekilde artmıştır. 100 saat öğütme süresi sonunda alınan numune incelendiğinde homojen dağılım diğer takviye elemanlarına göre azdır. Toz karışım diğer numunelerde olduğu gibi topaklanma eğilimindedir.



Şekil 3.7. (a) 40 Saat, (b) 60 Saat, (c) 80 Saat ve (d) 100 Saat Boyunca Öğütülmüş %85 Al - % 5 B₄C - % 10 ZrO₂ Toz Karışımının SEM Görüntüsü

Şekil 3.5. ile Şekil 3.7. kıyaslandığında ZrO₂ katkısının artışıyla ufalanan köşeli parçacıkların köşeli yapısının azaldığı daha yuvarlak yapıya dönüşmüş gözlenmiştir. Şekil 3.8.' de de görüldüğü gibi 20 saat öğütme süresinden itibaren de ufalanan parçacık sayısının az miktarda artışı gözlenmiştir.

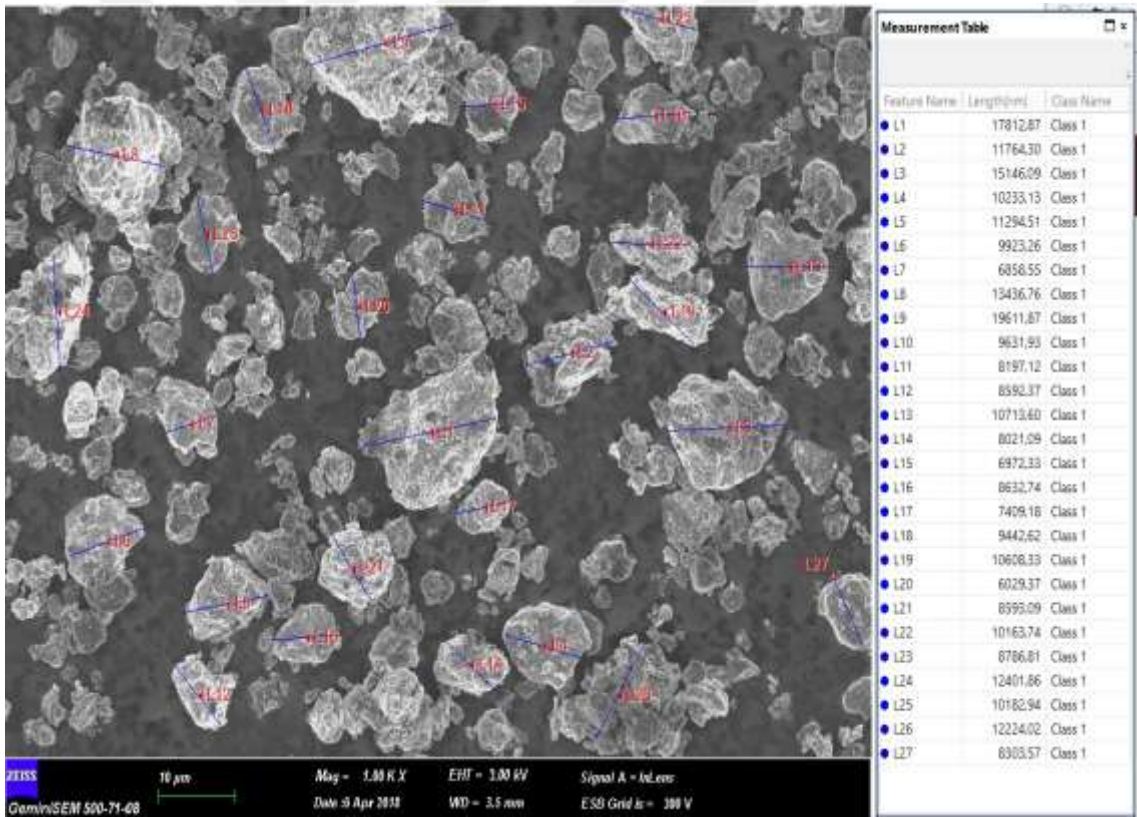


Şekil 3.8. %85 Al - % 5 B₄C - % 10 ZrO₂ Toz Karışımınının 20. Öğütme Saati FE-SEM Görüntüsü

Şekil 3.7’de görüldüğü gibi 100 saat öğütme numunesindeki kırılmalı ve gevrek olan ufalanmış parçacıklar Şekil 3.5.’deki numuneden daha homojen dağıldığı gözlenmiştir. Seramik takviye malzemesindeki % 5 oranında artışı matris malzemesinin öğütmenin devam etmesiyle birlikte levha yapıları parçacıkların yuvarlak şekilli parçacıklara dönüşme eğilimini artırmıştır. Bu sayede seramik takviye elemanları daha hızlı bir şekilde parçalanmış ve seramik parçacıkların boyutundaki azalmayla parçacık sayısını artırarak parçacıkların küresel hale gelme eğilimini artırmıştır. Seramik parçacıkların daha küçük boyutlara daha erken öğütmelerde inmesiyle homojen dağılım da artmıştır.

3.2. Tane Boyutu Analizi

Mekanik alaşımlama işlemi yapılmış numunelerden alınan FE-SEM görüntüleri Image ProPlus 10 görüntü analizi programı vasıtasıyla incelenmiştir. Toz karışımlarından 20, 40, 60, 80 ve 100 saat sonunda alınan numuneler FE-SEM ile 100, 500, 1000, 2000, 5000, 10000 ve 20000 gibi farklı büyütme oranlarında alınan görüntüler programla değerlendirilip ortalama boyut analizi yapılmıştır. FE-SEM görüntüleri üzerinden alınan tane boyutları alınan tane çapları adedine bölünerek ortalama tane boyutu hesaplanmıştır. Şekil 3.9'da 100 saat öğütülmüş Al- %5 Al₂O₃- %5 ZrO₂ numunesi üzerinde yapılan görüntü analizi verilmiştir. Tablo 3.1'de ise Al-Al₂O₃-ZrO₂ toz karışımına ait öğütme saatine bağlı olarak tane boyut değişimi toplu olarak verilmiştir.

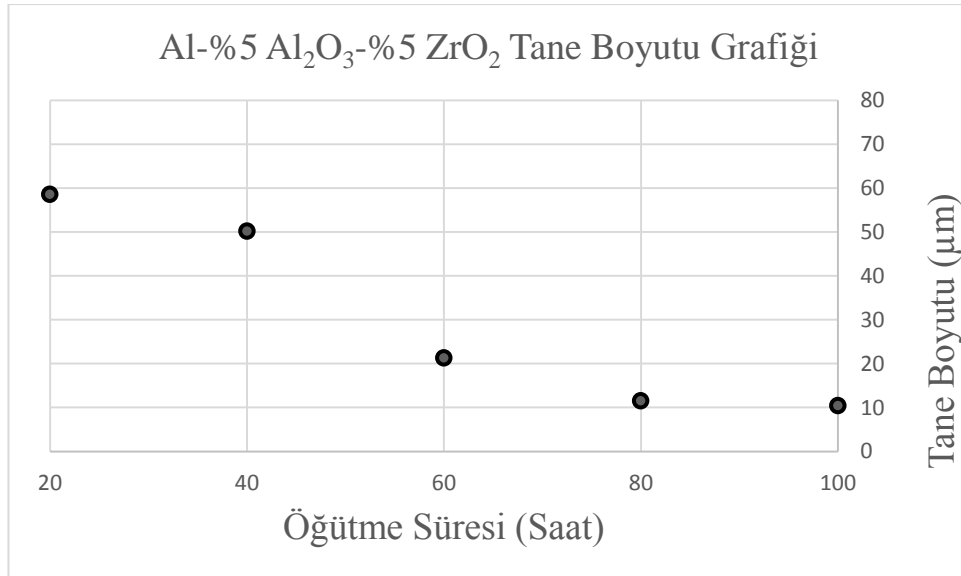


Şekil 3.9. 100 Saat Öğütülmüş Al - %5 Al₂O₃ - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait Tane Boyutu Analizi

Tablo 3.1. Al -Al₂O₃ -ZrO₂ Toz Karışımları İçin Öğütme Süresi - Tane Boyutu Değişimi

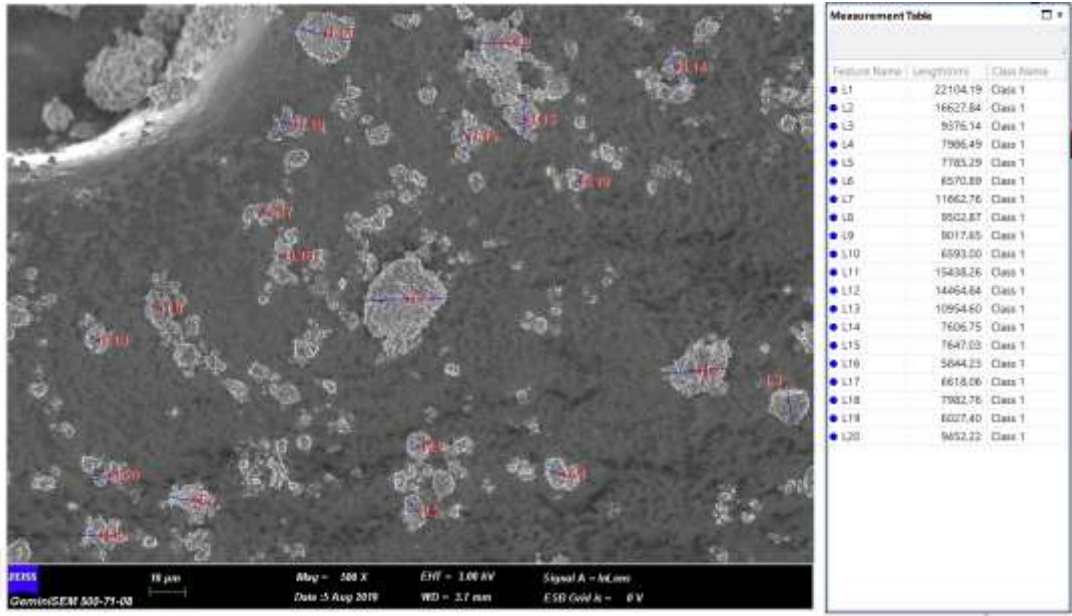
Öğütme Süresi (Saat)	Al-Al ₂ O ₃ -ZrO ₂ Toz Karışımlarının Öğütme Sonrası Tane Boyutu (µm)	
	Al-%5 Al ₂ O ₃ -%5 ZrO ₂	Al-%5 Al ₂ O ₃ -%10 ZrO ₂
20	58,563	53,013
40	50,181	20,171
60	21,317	20,099
80	11,521	13,391
100	10,407	9,963

Şekil 3.10’da Al-%5 Al₂O₃-%5 ZrO₂ toz karışımının Öğütme Süresi – Tane Boyutu değişimi grafiksel olarak verilmiştir. Grafik incelendiğinde tahmin edildiği gibi artan öğütme süresine bağlı olarak tane boyutu küçülmüştür. Öğütülmemiş Al parçacıkları 44-420 µm, Al₂O₃ parçacıkları 44 µm ve ZrO₂ parçacıkları 1.5-150 µm tane boyutundadır. Mekanik alaşımlandırma işleminde alınan ilk numunenin ortalaması 58 µm, alınan son numunenin ortalaması 10 µm olduğu gözlenmiştir.



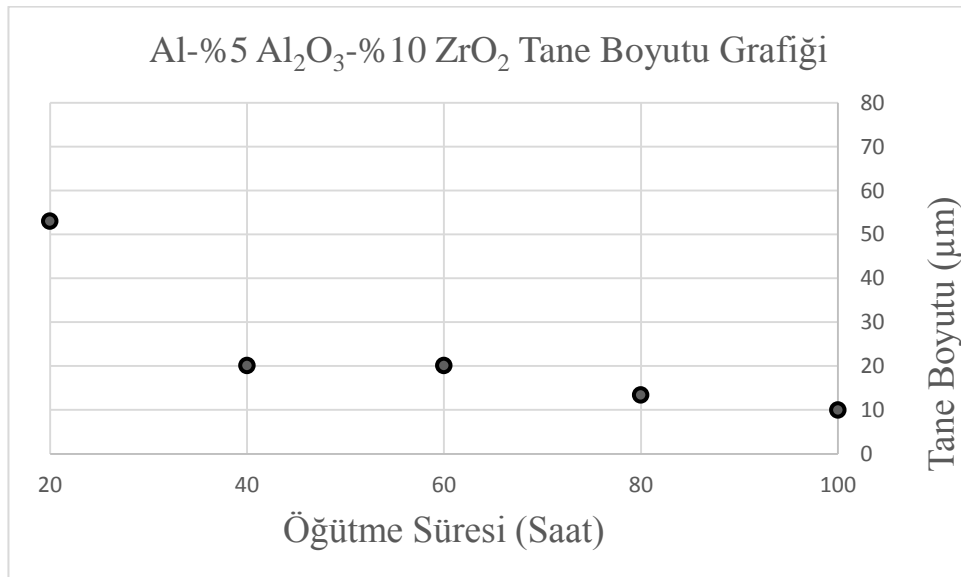
Şekil 3.10. Al-%5 Al₂O₃-%5 ZrO₂ Öğütme Süresi – Tane Boyutu Grafiği

Şekil 3.11’ de ise 100 saat öğütülmüş Al-%5 Al₂O₃-%10 ZrO₂ numunesinin FE-SEM görüntüsü üzerinde yapılmış olan görüntü analizi verilmiştir.



Şekil 3.11. 100 Saat Öğütülmüş Al-%5 Al₂O₃-%10 ZrO₂ Toz Karışımına Ait Tane Boyutu Analizi

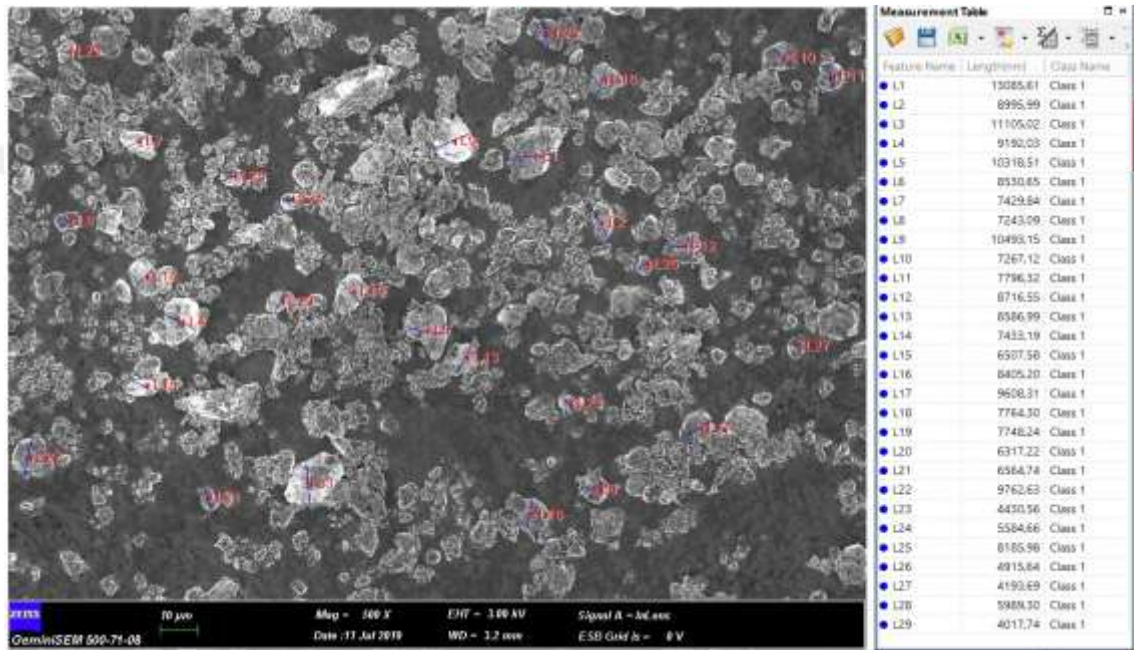
Şekil 3.12' den de görüldüğü gibi tane boyutu artan öğütme ile azalma eğilimindedir. ZrO₂ toz katkısındaki %5'lik artış ile Al toz katkısındaki %5'lik azalış sonucu tane boyutundaki değişim grafikler karşılaştırıldığı zaman 20. saatten 40. saatte kadar olan öğütme sonucu tane boyutundaki küçülme yaklaşık %50 daha fazla olmuştur. Bu durumun nedeni takviye elemanındaki oranın artmasıyla soğuk kaynak – kırılma işleminin daha sert bir yapıyla gerçekleşmiş olmasıdır.



Şekil 3.12. Al-%5 Al₂O₃-%10 ZrO₂ Öğütme Süresi – Tane Boyutu Grafiği

Ancak grafikler öğütme saatlerince incelendiğinde 80. Saatten sonraki tane boyutu iki numunede de yaklaşık olarak aynıdır.

Şekil 3.13' te Al-%5 SiC -%5 ZrO₂ toz karışımına ait 100. Saat FE-SEM görüntü analizi verilmiştir. Ortalama tane boyutu, Al-%5 SiC -%5 ZrO₂ toz karışımı için de diğer toz karışımlarındaki gibi artan öğütme süresiyle tane boyutunda küçülme gözlenmiştir.



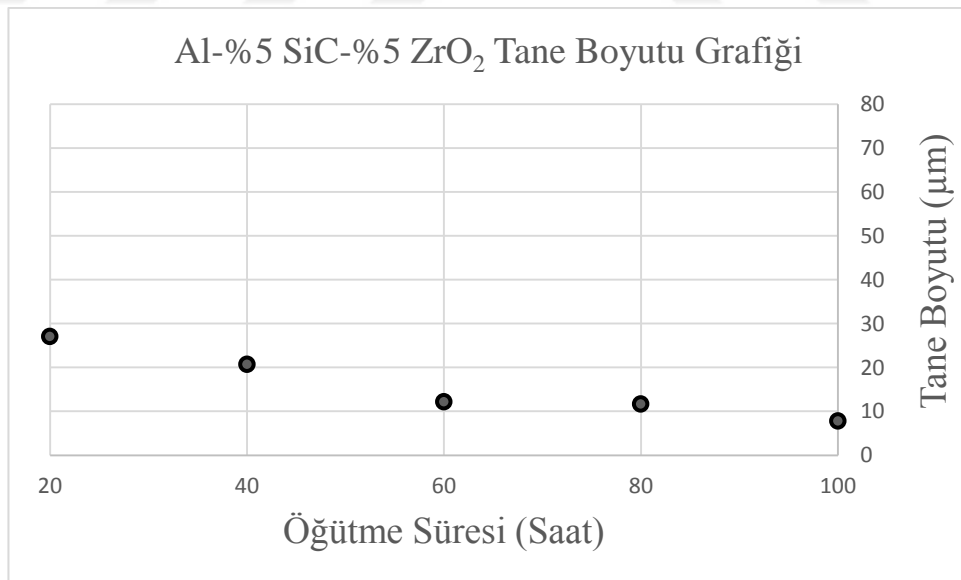
Şekil 3.13. 100 Saat Öğütülmüş Al-%5 SiC-%5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait Tane Boyutu Analizi

Tablo 3.2' de ise Al-SiC-ZrO₂ toz karışımına ait öğütme süresine bağlı olarak tane boyut değişimi toplu olarak verilmiştir. Tablodaki öğütülen iki malzeme incelendiğinde en büyük değişim 40. saatteki öğütmede gözlenmektedir. Diğer saatlerdeki tane boyutu değişimi yaklaşık olarak aynı mikron seviyesindedir.

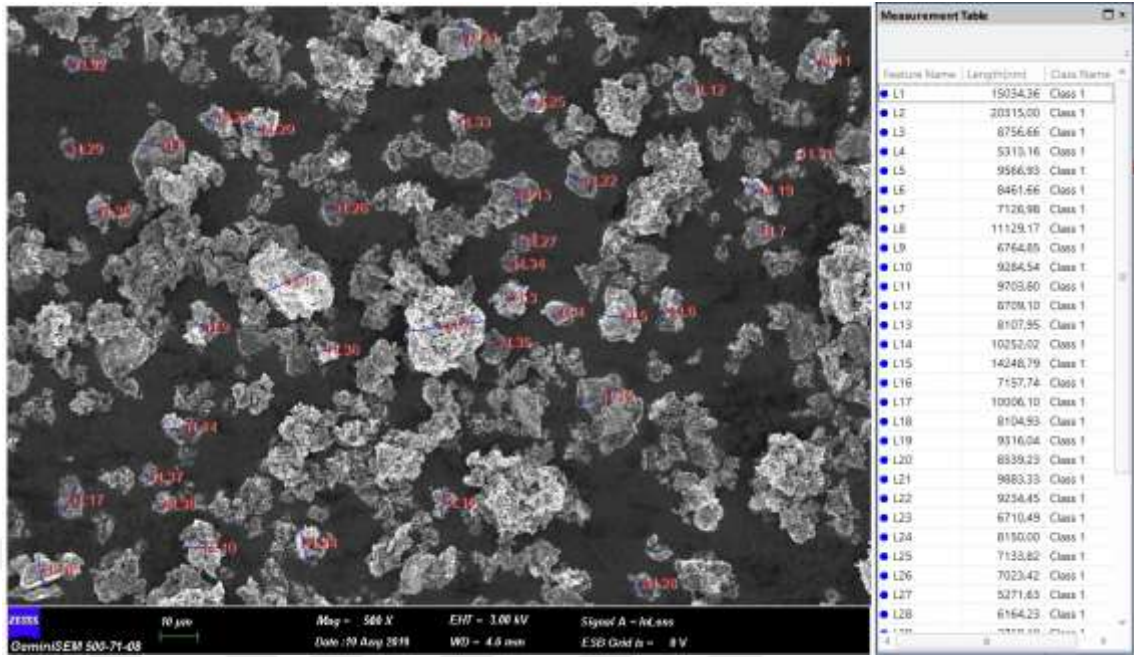
Tablo 3.2. Al -SiC -ZrO₂ Toz Karışımları İçin Öğütme Süresi - Tane Boyutu Değişimi

Öğütme Süresi (Saat)	Al-SiC-ZrO ₂ Toz Karışımlarının Öğütme Sonrası Tane Boyutu (µm)	
	Al-%5 SiC-%5 ZrO ₂	Al-%5 SiC-%10 ZrO ₂
20	27,048	26,666
40	20,697	14,349
60	12,179	11,669
80	11,708	11,076
100	7,800	7,938

Şekil 3.14'deki Al-%5 SiC-%5 ZrO₂ Öğütme Süresi – Tane Boyutu Değişim Grafiği incelendiğinde 20. saat ile 60. saat öğütme arası tane boyutundaki küçülme, 60. saat ile 100. saat öğütme arası tane boyutundaki küçülmeden fazladır. 60. saatten sonra 80. saate kadar tane boyutu değişimi 0,471 µm seviyesindedir. Yapı 80. saatten sonra tekrardan aşağı eğilim göstererek 3,908 µm daha küçülerek 7,8 µm seviyesine ulaşmıştır.

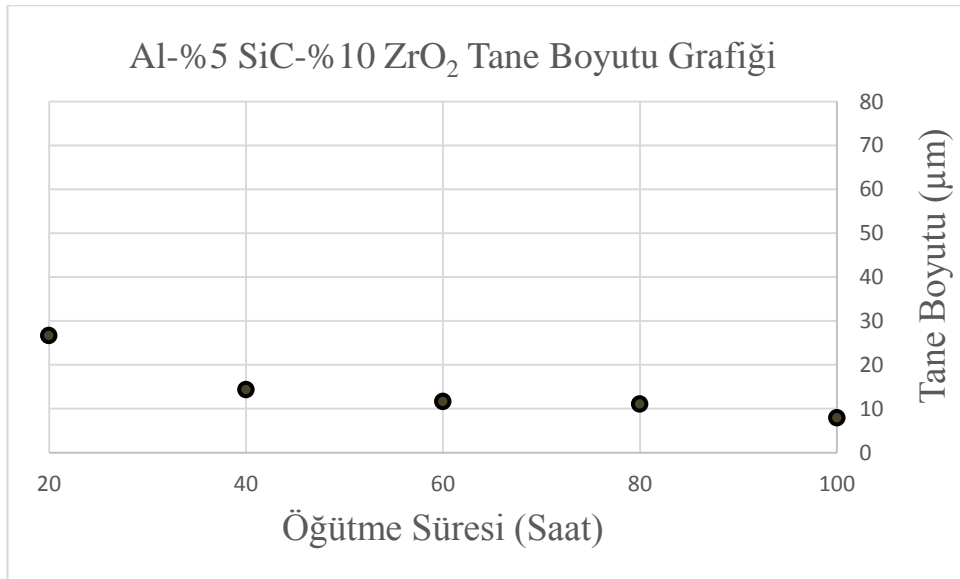
**Şekil 3.14.** Al-%5 SiC-%5 ZrO₂ Öğütme Süresi – Tane Boyutu Grafiği

Şekil 3.15' te 100 saat öğütülmüş Al-%5 SiC-%10 ZrO₂ toz karışımına ait tane boyutu analizi verilmiştir. 38. noktadan alınan tane boyutları yaklaşık olarak 7,938 µm seviyesine kadar küçülmüştür.



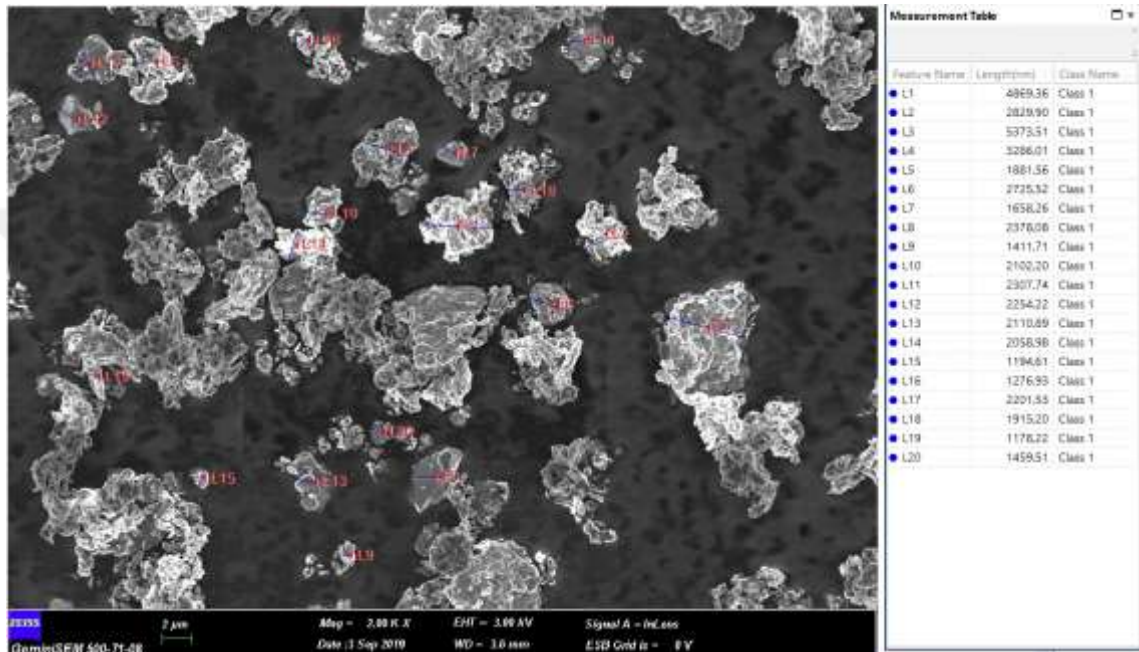
Şekil 3.15. 100 Saat Öğütülmüş Al-%5 SiC-%10 ZrO₂ Toz Karışımına Ait Tane Boyutu Analizi

Şekil 3.16'da Al-%5 SiC-%10 ZrO₂ tozunun tane boyutu grafiği verilmiştir. Grafik incelendiğinde 20. saat ile 40. saat öğütme arası tane boyutundaki küçülme 12,317 μm kadar olup öğütme saatleri içindeki en yüksek parçalanmayı göstermiştir. 60 ve 80. saatlerde toz karışım kararlı bir yapı sergileyerek 0,593 μm' lik tane boyutu küçülmesi göstermiştir. 100. saatle birlikte ortalama tane boyutu 7,938 μm seviyesinde kalmıştır.



Şekil 3.16. Al-%5 SiC-%10 ZrO₂ Öğütme Süresi – Tane Boyutu Grafiği

Şekil 3.17’de 100 saat öğütülmüş Al- %5 B₄C- %5 ZrO₂ numunesi üzerinde yapılan görüntü analizi verilmiştir. 20 adet ölçüm alınarak ortalama tane boyutu 8,089 µm olarak tespit edilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi bazı taneler topaklanma eğilimindedir. Bu yapılar devam eden öğütmelerde birbirine kaynamış yapısını koruyamayarak kırılıp daha küçük parçacıklar halini almaktadır.



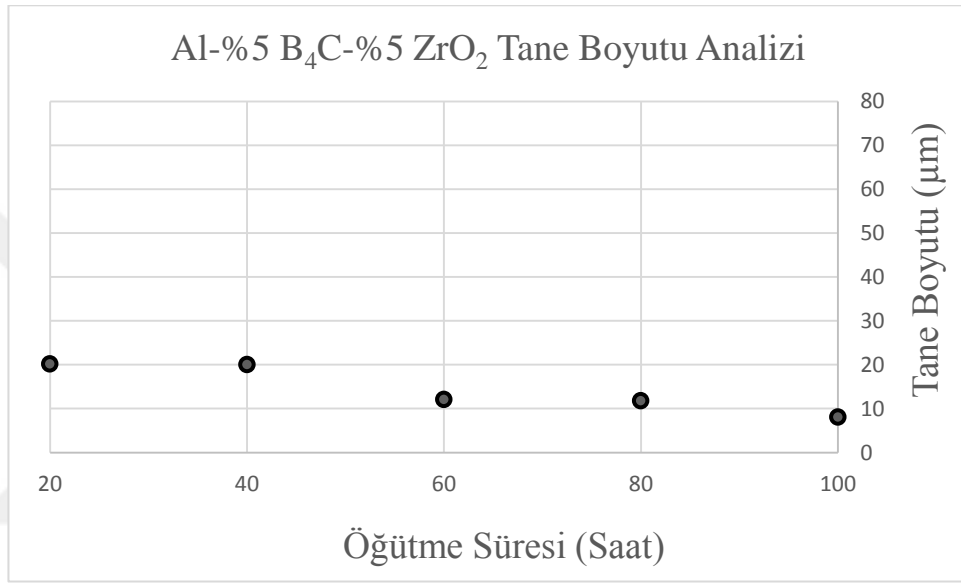
Şekil 3.17. 100 Saat Öğütülmüş Al-%5 B₄C-%5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait Tane Boyutu Analizi

Al-%5 B₄C-%10 ZrO₂ toz karışımı ile Al-%5 B₄C-%10 ZrO₂ toz karışımının belirlenen öğütme saatlerinde alınan FE-SEM görüntüleri analiz edilerek Tablo 3.3’te tane değişimi verilmiştir.

Tablo 3.3. Al -B₄C -ZrO₂ Toz Karışımları İçin Öğütme Süresi - Tane Boyutu Grafiği

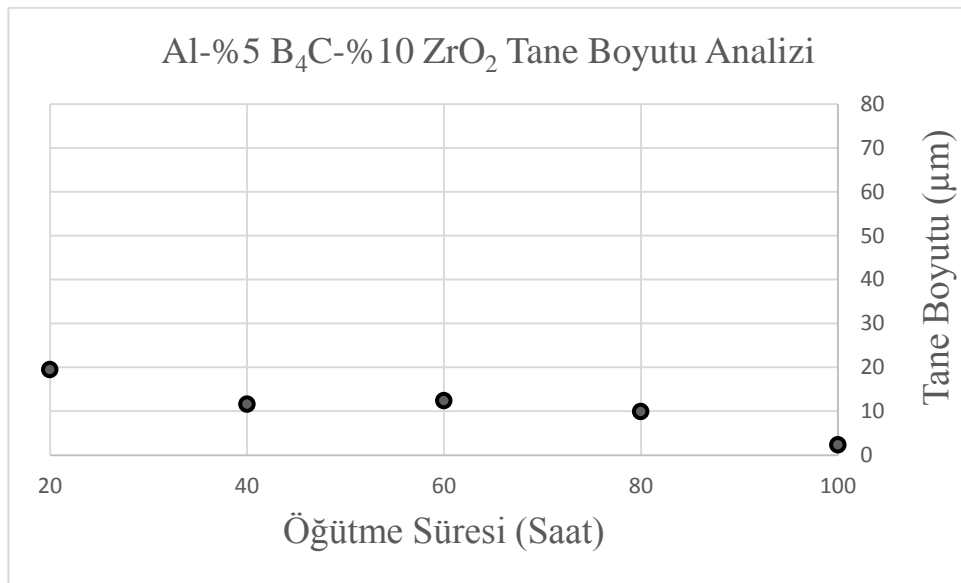
Öğütme Süresi (Saat)	Al-B ₄ C-ZrO ₂ Toz Karışımlarının Öğütme Sonrası Tane Boyutu (µm)	
	Al-%5 B ₄ C-%5 ZrO ₂	Al-%5 B ₄ C-%10 ZrO ₂
20	20,177	19,489
40	20,062	11,615
60	12,100	12,372
80	11,850	9,916
100	8,089	2,324

Şekil 3.18’de Al-%5 B₄C-%5 ZrO₂ toz karışımına ait tane boyutu analiz grafiği vardır. Grafik incelendiğinde 20 ve 40. saatteki tane boyutlarının hemen hemen aynı olduğu gözlenmektedir. Başlangıçta öğütülmemiş tozların ortalama tane büyüklüğü ile 20. saatteki tane büyüklüğü incelendiğinde tozların kırılma eğiliminde olduğu tahmin edilmektedir. 40. saatte ise tozlar topaklanarak soğuk kaynak eğiliminde olduğu yorumu yapılabilir.



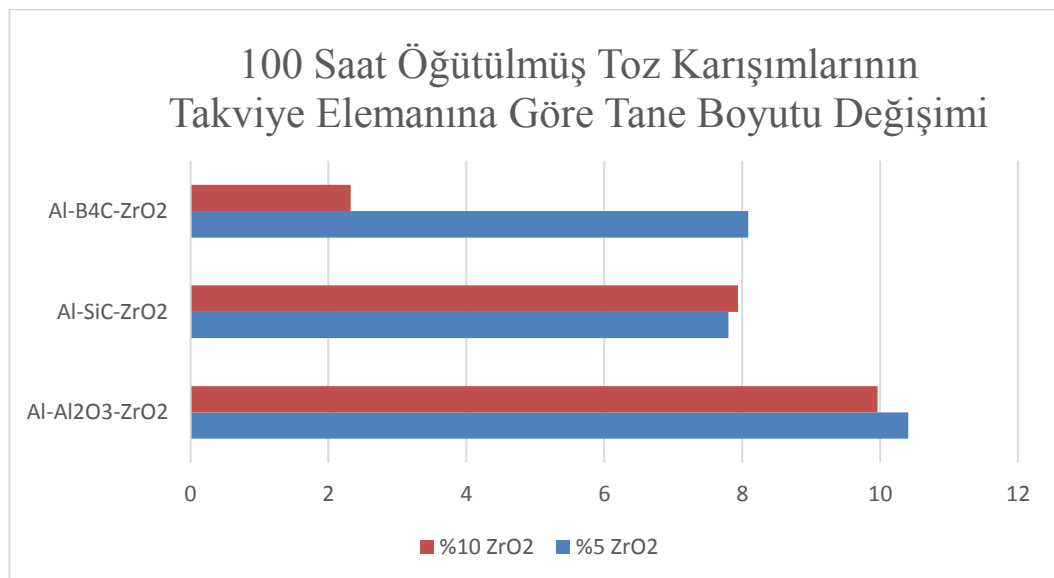
Şekil 3.18. Al-%5 B₄C-%5 ZrO₂ Öğütme Süresi – Tane Boyutu Grafiği

Şekil 3.19’da Al-%5 B₄C-%10 ZrO₂ toz karışımına ait tane boyutu analiz grafiği vardır. Grafik incelendiğinde 40. saat ile 60. saat arasındaki tane boyutu artışı, bu aradaki öğütmede tozların soğuk kaynak yapısını oluşturduğunu göstermektedir. Öğütme işleminde en fazla tane boyutu küçülmesi 20-40 ile 80-100. saatler arasında olduğu gözlenmektedir. Diğer tozlarla kıyaslandığında 80. saatten sonra 9,916 µm boyutundan 2,324 µm boyutuna inerek en küçük toz boyutunu oluşturmaktadır.



Şekil 3.19. Al-%5 B₄C-%10 ZrO₂ Öğütme Süresi – Tane Boyutu Grafiği

Şekil 3.20’de kullanılan tozlar ve tozların takviye elemanına göre 100. saat öğütme sonrası boyutlarının karşılaştırması verilmiştir. Grafik incelendiğinde Al-SiC-ZrO₂ toz karışımında artan takviye elemanı ile malzemede çok az da olsa tane boyutunda artış gözlenirken, Al-Al₂O₃-ZrO₂ toz karışımında çok az da olsa tane küçülmesi gözlenmiştir. Al-B₄C-ZrO₂ toz karışımında ise artan takviye elemanı sonucu tane boyutunda yaklaşık %28,7’ lik bir küçülme gözlenmiştir.

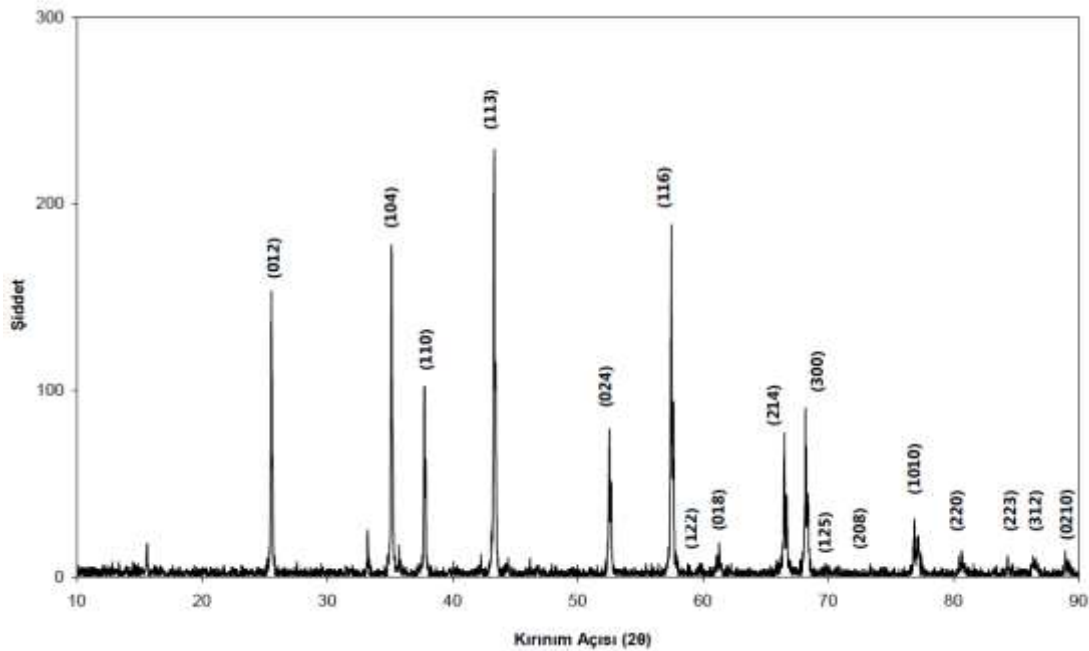


Şekil 3.20. 100 Saat Öğütülmüş Toz Karışımlarının Takviye Elemanına Göre Tane Boyutu Değişim Grafiği

3.3 X-RD Analizleri

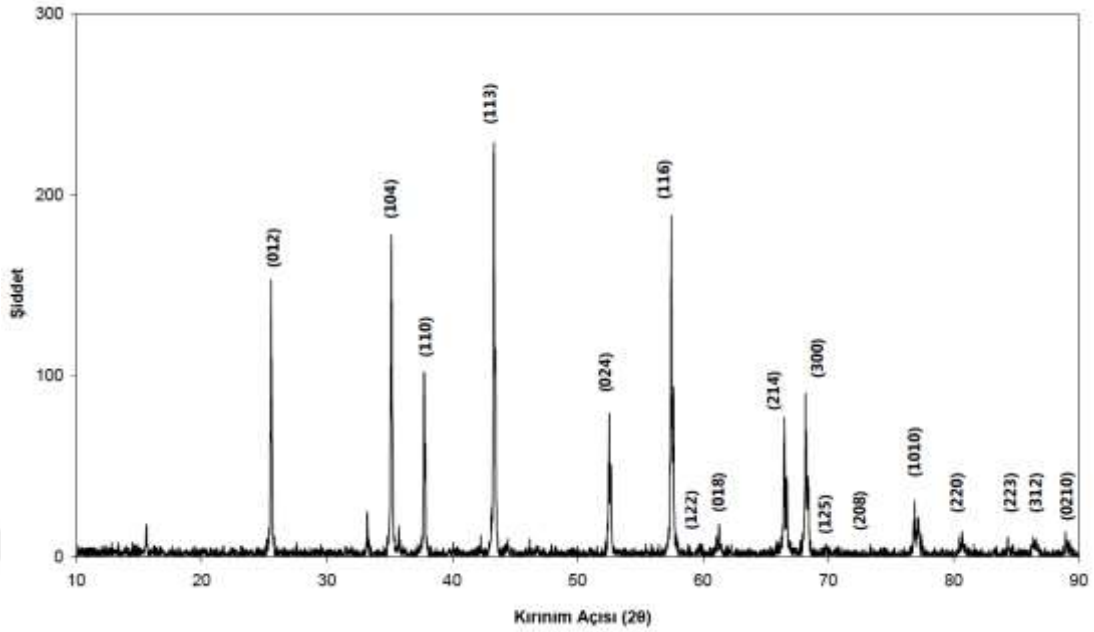
Deney numunelerine FE-SEM görüntüleme işlemlerinin yanı sıra X-RD analizleri de yapılmıştır. X-RD analizleri, öğütme sırasında numuneye dışardan, hazne ve bilya aşınmasıyla içerden veya süreç kontrol etkeni olarak kullandığımız stearik asitten kaynaklı olabilen kirlenmenin kontrolüne sonuç verebilir. Hibrit kompozit numuneler üzerinde yorumlar yapabilmek adına bu yapıyı oluşturan tozların öğütülmemiş hallerinin de X-RD analizleri yapılmıştır.

Şekil 3.21. saf alüminyum tozuna ait X-RD grafiğini vermektedir. Şekilden de görüldüğü gibi saf alüminyuma ait 4 tane dikkat çekici pik mevcuttur. Bunlardan en yüksek şiddette olanı $44,6^\circ 2\theta$ değerindedir. Daha sonra 53° , 38° ve $27^\circ 2\theta$ değerlerinde 4 farklı dikkat çekici pik mevcuttur. Bu pikler sırasıyla saf alüminyumun (113), (116), (104) ve (012) düzlemlerine aittir.



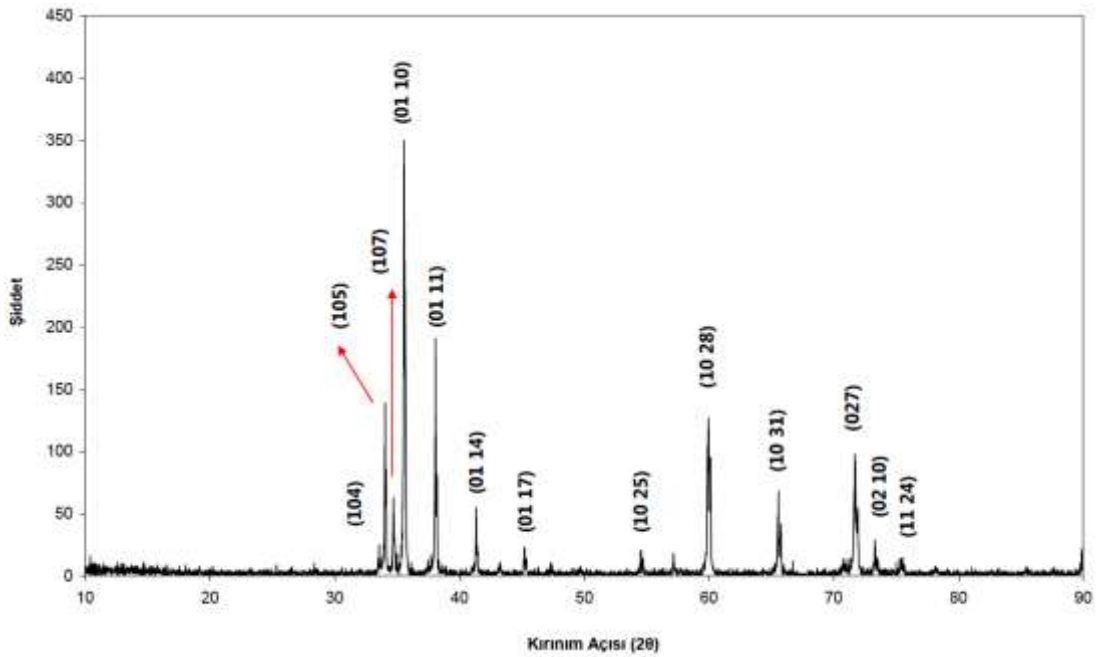
Şekil 3.21. Öğütülmemiş Saf Al'a Ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.22. ve Şekil 3.23' te sırasıyla saf Al_2O_3 ve SiC' e ait X-RD grafikleri verilmiştir.



Şekil 3.22. Öğütülmemiş Saf Al_2O_3 'e Ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.22' ye göre Al_2O_3 için 4 adet dikkat çekici pikler vardır. Bunlardan en şiddetli pik 43° 'de 230 değerinde olup (113) atom düzlemine aittir. Daha sonra sırasıyla 58° ' de 198 değerinde (116) atom düzleminde, 36° ' de 195 değerinde (104) atom düzleminde ve $26,5^\circ$ 'de 155 değerinde (012) atom düzleminde dikkat çeken pikler mevcuttur.



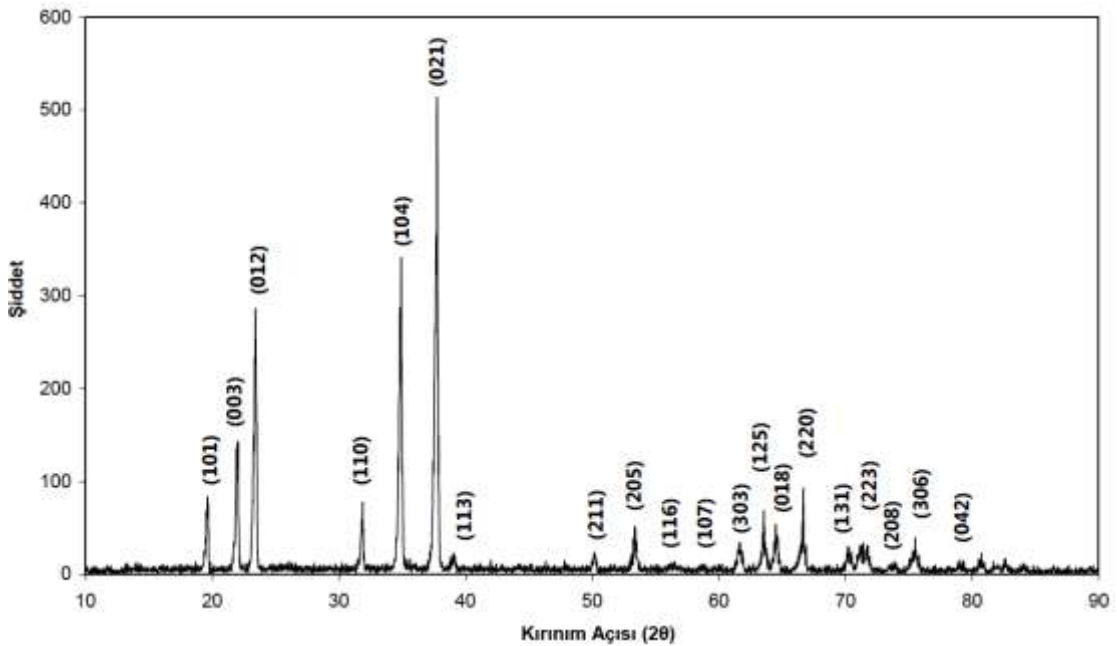
Şekil 3.23. Öğütülmemiş Saf SiC'e Ait X-RD Grafiği.

SiC seramik takviyesi içinse en şiddetli 2 adet pik görülmektedir. Bunlardan en belirgin olanı 36° 'de 350 değerinde gözlenmiş olup (00 10) atom düzlemine ait olan piktir. Diğeri ise $38,8^\circ$ 'de 200 değerinde (01 11) atom düzlemine ait olan piktir.

Tablo 3.4. Deney Numuneleri Çizelgesi

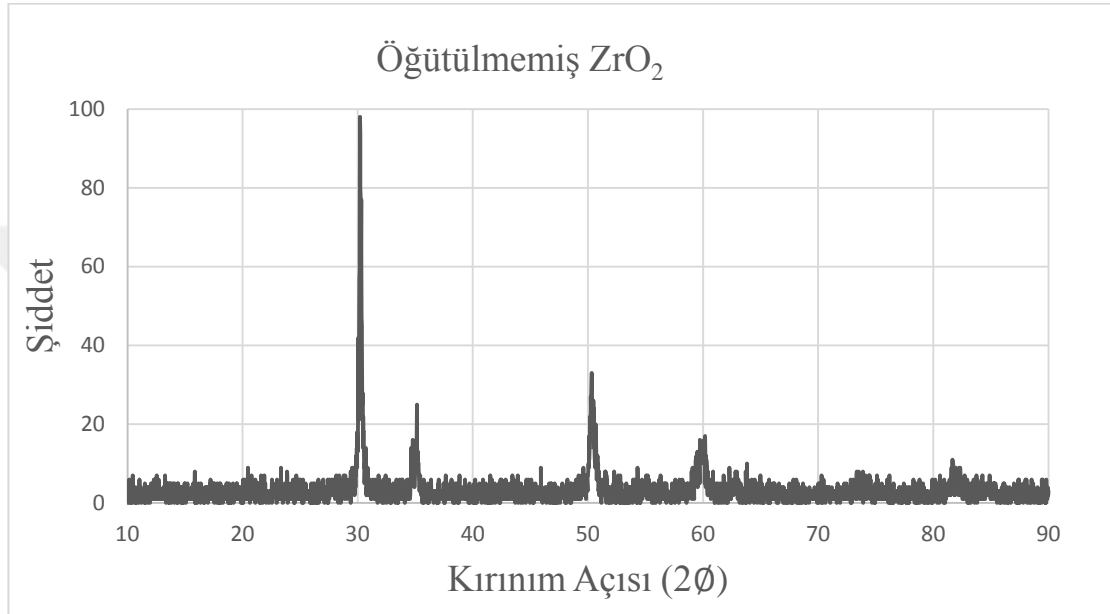
S.N.	Deney Malzemeleri		
1	% 90 Alüminyum (Al)	% 5 Alüminyum Oksit (Al ₂ O ₃)	% 5 Zirkonyum Oksit (Zr ₂ O)
2	% 85 Alüminyum (Al)	% 5 Alüminyum Oksit (Al ₂ O ₃)	% 10 Zirkonyum Oksit (Zr ₂ O)
3	% 90 Alüminyum (Al)	% 5 Silisyum Karbür (SiC)	% 5 Zirkonyum Oksit (Zr ₂ O)
4	% 85 Alüminyum (Al)	% 5 Silisyum Karbür (SiC)	% 10 Zirkonyum Oksit (Zr ₂ O)
5	% 90 Alüminyum (Al)	% 5 Bor Karbür (B ₄ C)	% 5 Zirkonyum Oksit (Zr ₂ O)
6	% 85 Alüminyum (Al)	% 5 Bor Karbür (B ₄ C)	% 10 Zirkonyum Oksit (Zr ₂ O)

Yukarıdaki Tablo 3.4' te belirtilen deney numunelerinin numune alınan öğütme süresine göre X-RD analizleri içinde aynı çizelgede numuneler alınmıştır.



Şekil 3.24. Öğütülmemiş Saf B₄C' e Ait X-RD Grafiği.

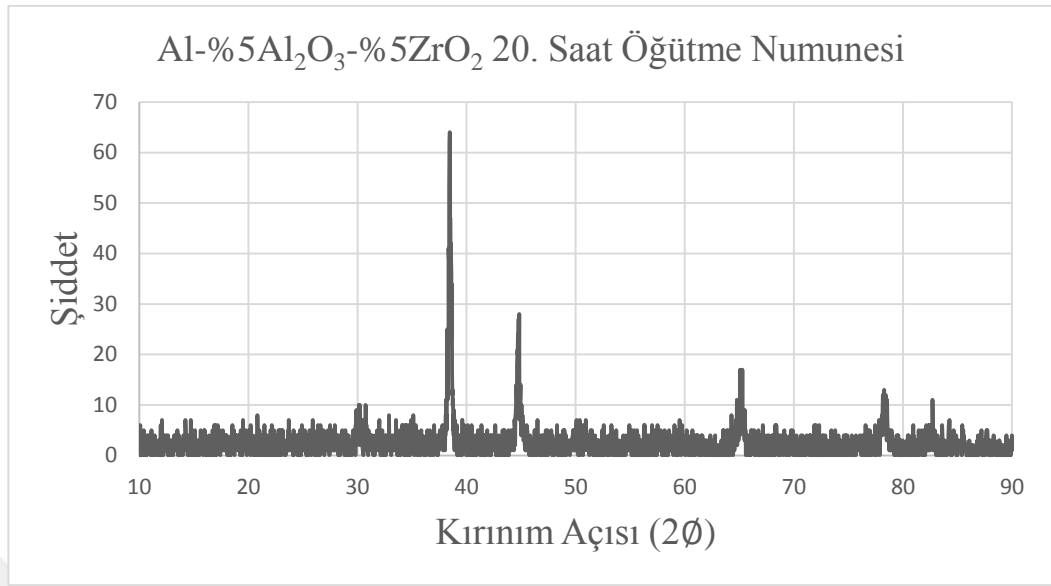
Öğütülmemiş saf B_4C için elde edilen X-RD toz deseni Şekil 3.12’de verilmiştir. B_4C ’e ait 3 adet şiddetli pikler gözlenmiştir. Bunlardan en yüksek olanı $37,8^\circ$ de 515 değerinde (021) atom düzleminde olan piktir. Diğerleri ise sırasıyla 35° de 341 değerinde (104) atom düzleminde, $23,5^\circ$ de 296 değerinde (012) atom düzleminde bulunan piklerdir.



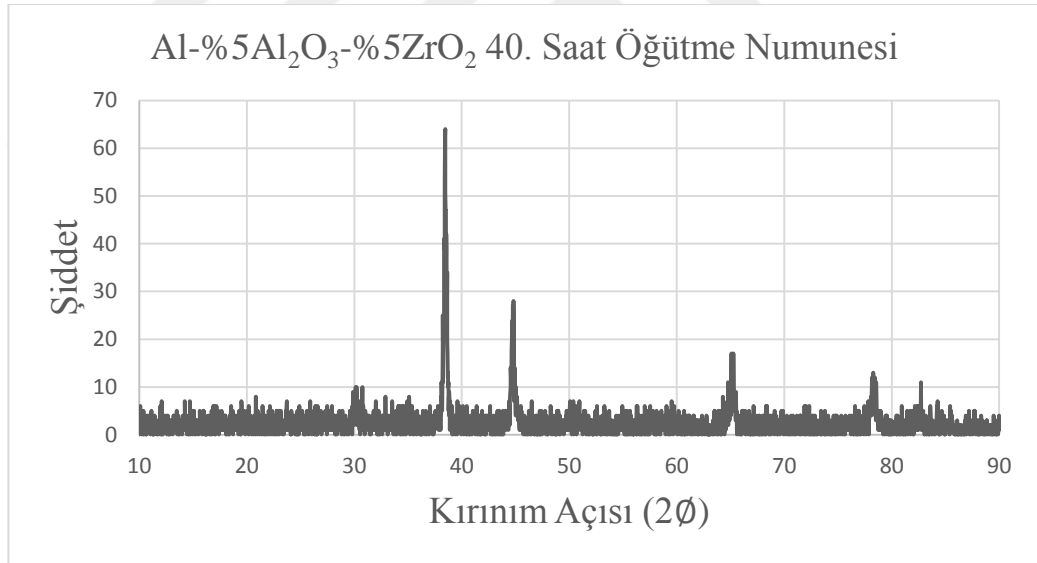
Şekil 3.25. Öğütülmemiş Saf ZrO_2 ’e Ait X-RD Grafiği.

Öğütülmemiş saf ZrO_2 ’e ait X-RD deseni şekil 3.13’te verilmiştir. ZrO_2 ’e ait bir adet şiddetli pik gözlenmiştir. Bu pik 30° ’de 98,6 değerindedir. Gözlenen diğer üç pik ise sırasıyla 35° , 50° ve 60° açılara denk gelirken değerleri 40’ı geçmemiştir.

Şekil 3.26 20 saat alaşımlandırılmış Al - %5 Al_2O_3 - %5 ZrO_2 toz karışımına ait X-RD grafiğini gösterirken Şekil 3.15 aynı numunenin 40 saat öğütülmesi sonucunda elde edilen X-RD grafiğini vermektedir. Grafikler incelendiğinde değerlerin birbirine çok yakın olduğu gözlenmekte, öğütme işlemindeki farklılıklar Şekil 3.16 ve Şekil 3.17 de daha net görülmektedir. Artan öğütme süresi ile piklerin şiddetinde azalma gözlenmektedir. Bu gözlem, malzemedeki alüminyumun seramik tozlarla karışarak homojen bir yapıya doğru ufalandıklarına bir işarettir. Toz karışımların saf hallerindeki pik değerleri göz önüne alındığında artan öğütme ile bu değerlerin oldukça aşağı doğru indiği gözlenmektedir.

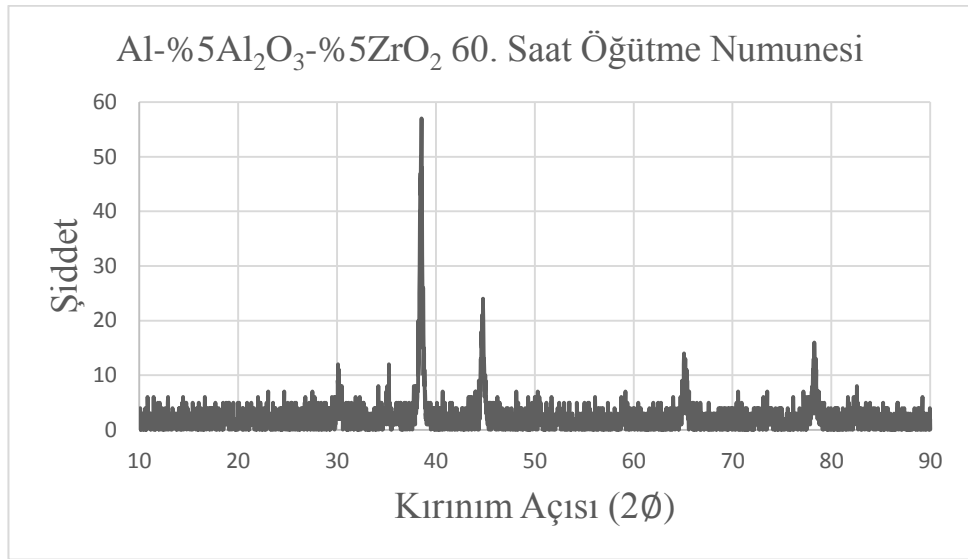


Şekil 3.26. 20 Saat Öğütülmüş Al - %5 Al₂O₃ - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.

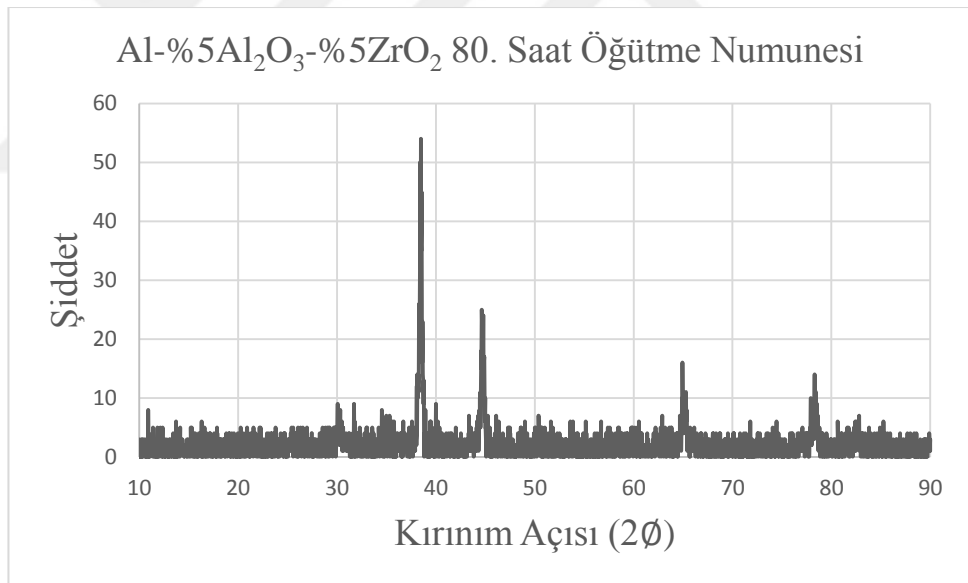


Şekil 3.27. 40 Saat Öğütülmüş Al - %5 Al₂O₃ - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği.

Şekil 3.28 ve Şekil 3.29 grafikleri incelenip pik değerleri Şekil 3.27 ve Şekil 3.26'daki değerler ile kıyaslandığında pik şiddetinin yaklaşık 65 değerlerinden artan öğütme ile yaklaşık 58 değerlerine gerilediği gözlenmektedir. Saf Al ile Al₂O₃ 'e ait piklerin 100-200 değerlerinde olduğu gözlenirken, saf ZrO₂ 'in değeri 100'den aşağıdadır. Bu tozların karışımından elde edilen hibrit kompozit yapısının artan öğütlemeyle 100. saat sonunda 40-50 arası pik değerlerine indiği gözlenmektedir.

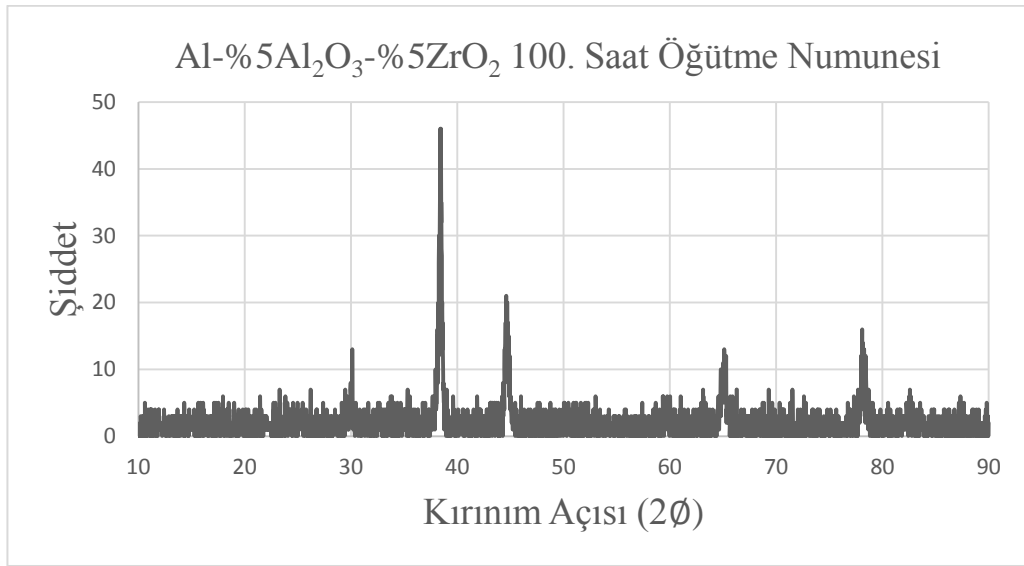


Şekil 3.28. 60 Saat Öğütülmüş Al - %5 Al₂O₃ - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği



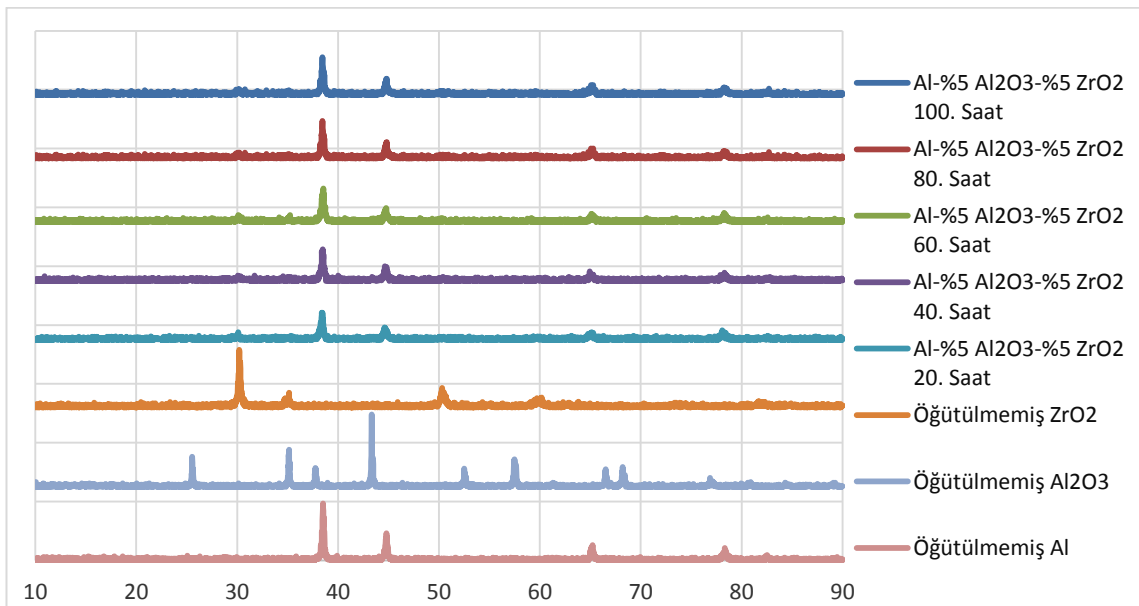
Şekil 3.29. 80 Saat Öğütülmüş Al - %5 Al₂O₃ - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.30'da görüldüğü gibi 100 saat öğütülmüş Al - %5 Al₂O₃ - %5 ZrO₂ toz karışımına ait X-RD grafiği saf veya aynı malzemenin önceki öğütme saatlerine ait X-RD grafiğine göre piklerde azalma meydana geldiği görülmektedir. Artan seramik katkıye katkısıyla da bu piklerin azaldığını görmek mümkündür.



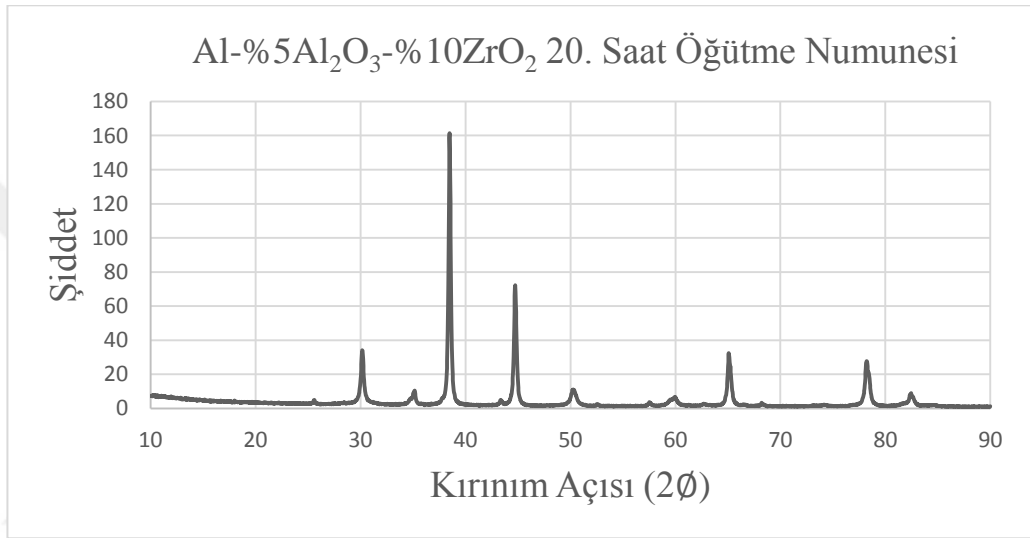
Şekil 3.30. 100 Saat Öğütülmüş Al - %5 Al₂O₃ - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.31’de görülen Al - %5 Al₂O₃ - %5 ZrO₂ toz karışımına ait karşılaştırmalı X-RD grafiğinde artan öğütme saatleriyle piklerde meydana gelen düşme azalan tane boyutuna işaretler. Mekanik alaşımlandırmada matris malzemelerine katılan kırılğan ve gevrek takviye malzemeleri ile pik değerleri düşerken; artan öğütme ile de daha aşağı değerlere düşmektedir.

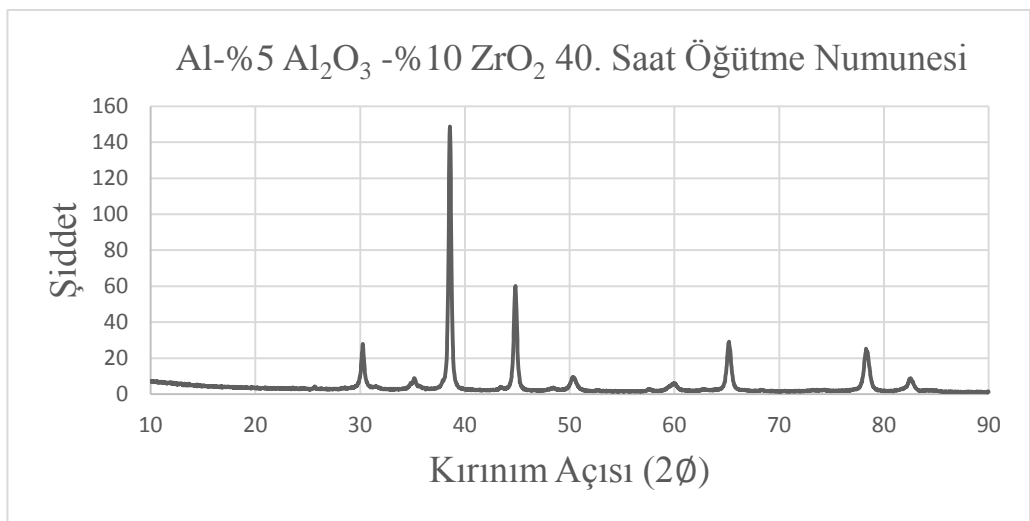


Şekil 3.31. Al - %5 Al₂O₃ - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği

Şekil 3.32 ile Şekil 3.33'teki Al - %5 Al₂O₃ - %10 ZrO₂ toz karışımına ait 20 ile 40. saatlerde alınan numunelerden elde edilen X-RD grafikleri gözlenmektedir. Grafikler incelediğinde aynı açılarda artan öğütme ile biraz daha küçük pikler gözlenmektedir. Bu gözlem de Bragg kanunu işaret etmektedir. Bragg kanunu, artan öğütme süresiyle atom düzlemleri arasındaki mesafenin azaldığını söylemektedir. Bu sayede toz karışımının herhangi bir kirlenmeye maruz kalmadığı söylenebilmektedir.

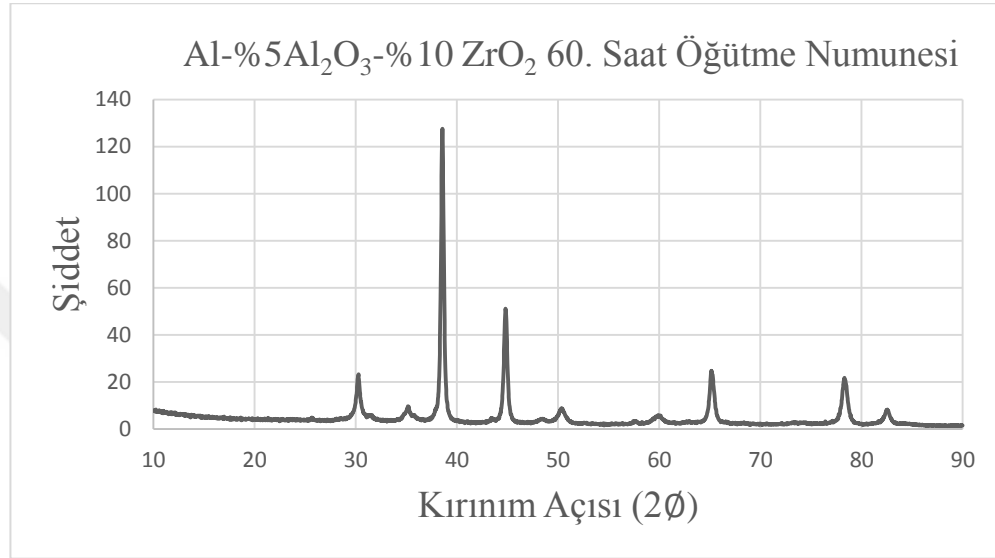


Şekil 3.32. 20 Saat Öğütülmüş Al-%5Al₂O₃-%10ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

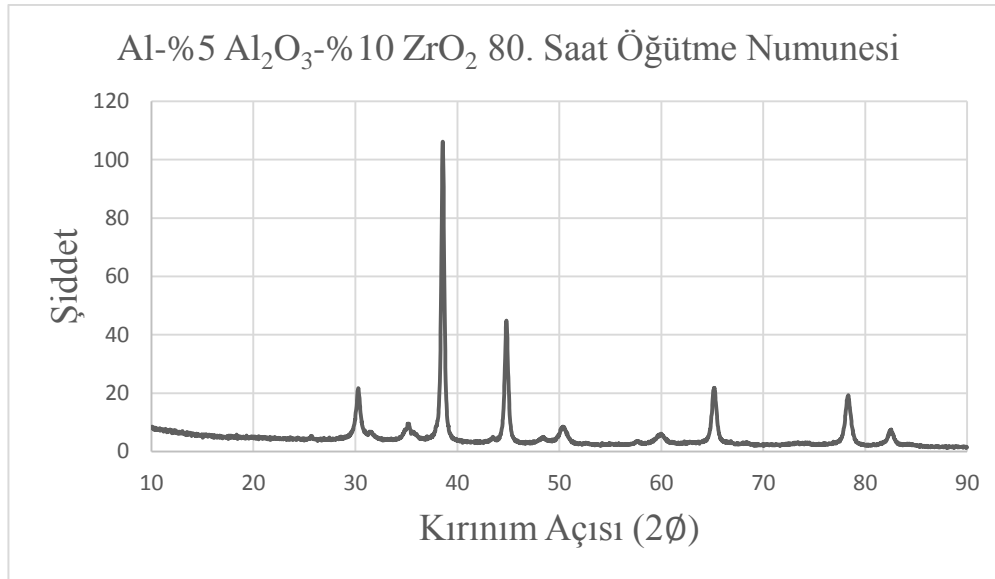


Şekil 3.33. 40 Saat Öğütülmüş Al-%5 Al₂O₃-%10 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.34 ile Şekil 3.35'teki Al-%5 Al₂O₃-%10 ZrO₂ toz karışımına ait 60 ile 80. saatlerde alınan numunelerden elde edilen X-RD grafikleri gözlenmektedir. Grafikler incelendiğinde en şiddetli pik 38,571° kırınım açısındadır. Bu açı incelendiğinde 60. saatte şiddet 127,55'i gösterirken; 80. saatte 106,11 pik şiddetini göstermektedir.

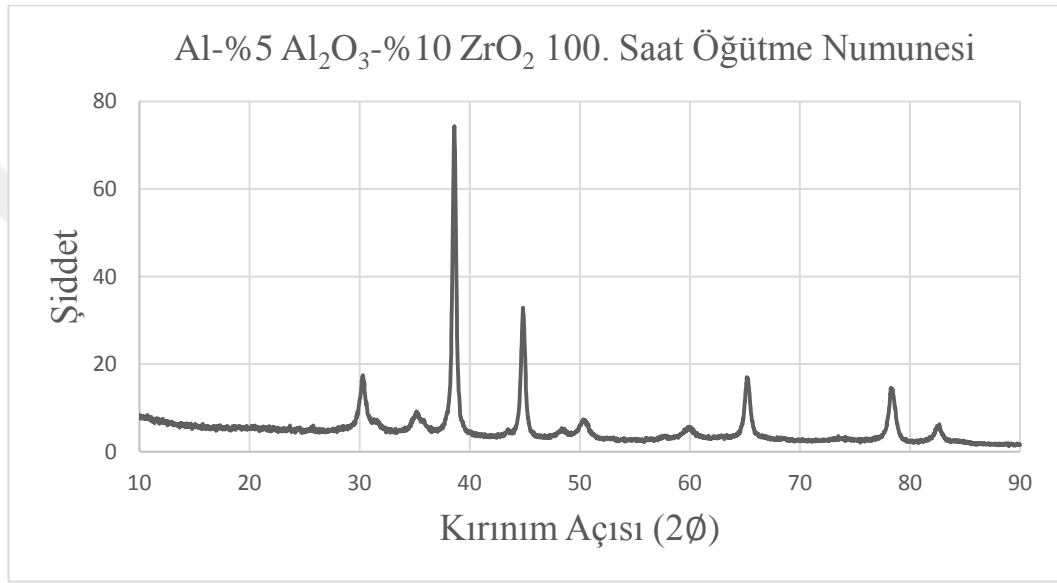


Şekil 3.34. 60 Saat Öğütülmüş Al-%5 Al₂O₃-%10 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği



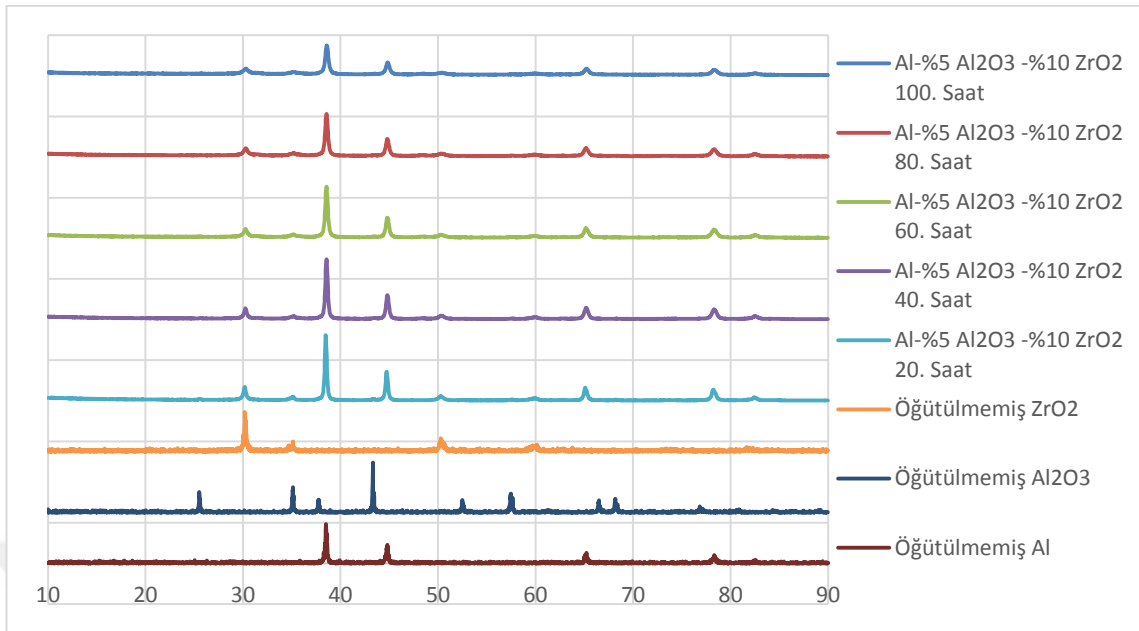
Şekil 3.35. 80 Saat Öğütülmüş Al-%5 Al₂O₃-%10 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.36' daki 100 saat öğütülmüş Al-%5 Al₂O₃-%5 ZrO₂ toz karışımına ait X-RD grafiği verilmektedir. En şiddetli pik olan 38,571° kırınım açısındaki değişim 20. saatten 100. saate kadar sırasıyla 161,35, 144,76, 127,55, 106,11 ve 73,62 şiddetlerinde görülmektedir. Bragg kanununa göre bu değişim normal olarak gelişmiştir. Gerek süreç kontrol etkeni olan stearik asitin gerekse dış etkilerin kirlenmeye sebep olduğu söylenemez.



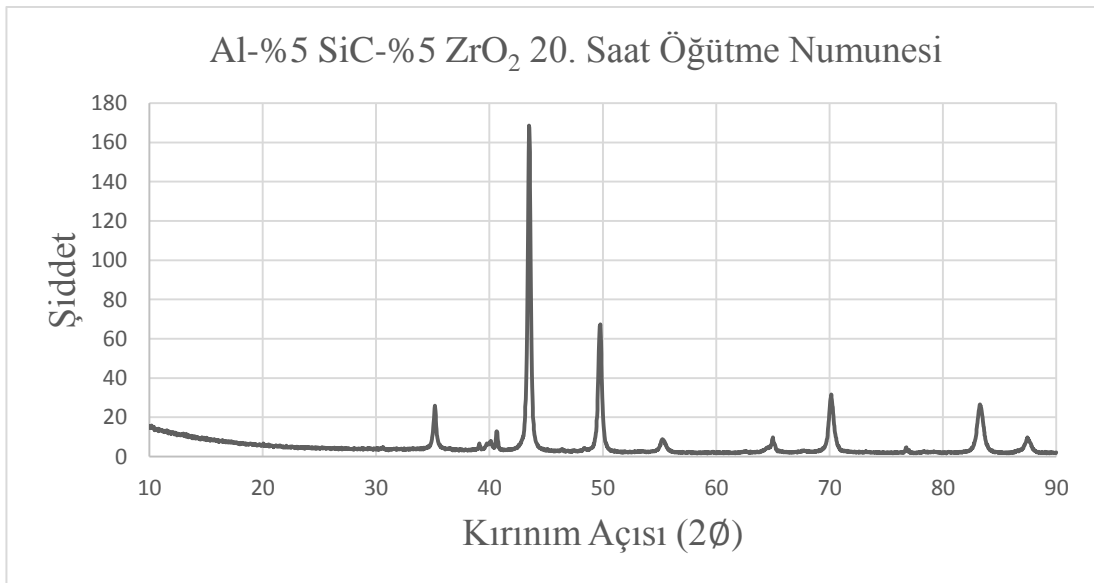
Şekil 3.36. 100 Saat Öğütülmüş Al-%5 Al₂O₃-%10 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.37'de Al-%5 Al₂O₃-%10 ZrO₂ toz karışımına ait yapılan mekanik alaşımlandırma ile öğütme işlemi sırasında belirlenen saatlerde alınan numunelerin X-RD grafikleri toplu olarak verilmiştir. Piklerdeki şiddetler yaklaşık aynı açılarda ve artan öğütme ile azalma eğiliminde olması ve grafikte beklenen piklerin dışında farklı bir pik gözlenmemesi malzemenin homojen bir şekilde, kirlenme olmadan öğütme işleminin sonlandığının bir göstergesi olarak alınabilir. Piklerin saf alüminyuma ait piklerle eşdeğer olduğu, toz karışımında en fazla oranın alüminyuma ait olduğunun bir göstergesi olarak alınabilir.

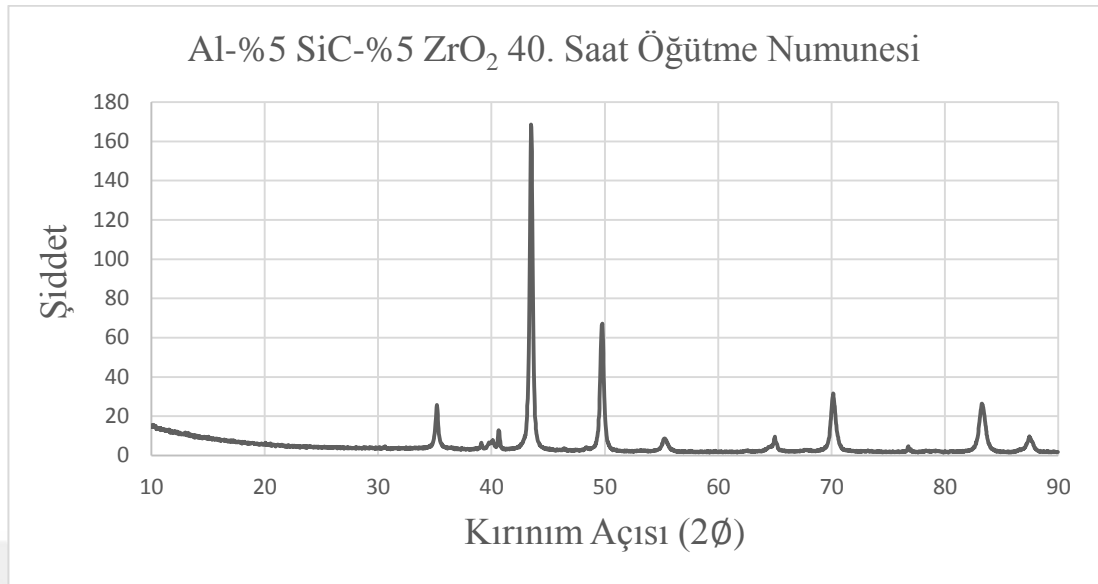


Şekil 3.37. Al - %5 Al₂O₃ - %10 ZrO₂ Toz Karışımına Ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği

Şekil 3.38 ile Şekil 3.39’da Al - %5 SiC - %5 ZrO₂ toz karışımına ait 20 ila 40. öğütme sürelerinde alınan numunelerin X-RD grafiği incelendiğinde alüminyuma ait piklerin değerlerini koruduğu seramik tozlara ait piklerin de sabit kaldığı gözlenmiştir. Yapılan öğütmelerde ilk 20 ila 40. saatlerde değişimin çok fazla yaşanmadığı gözlenmiştir.

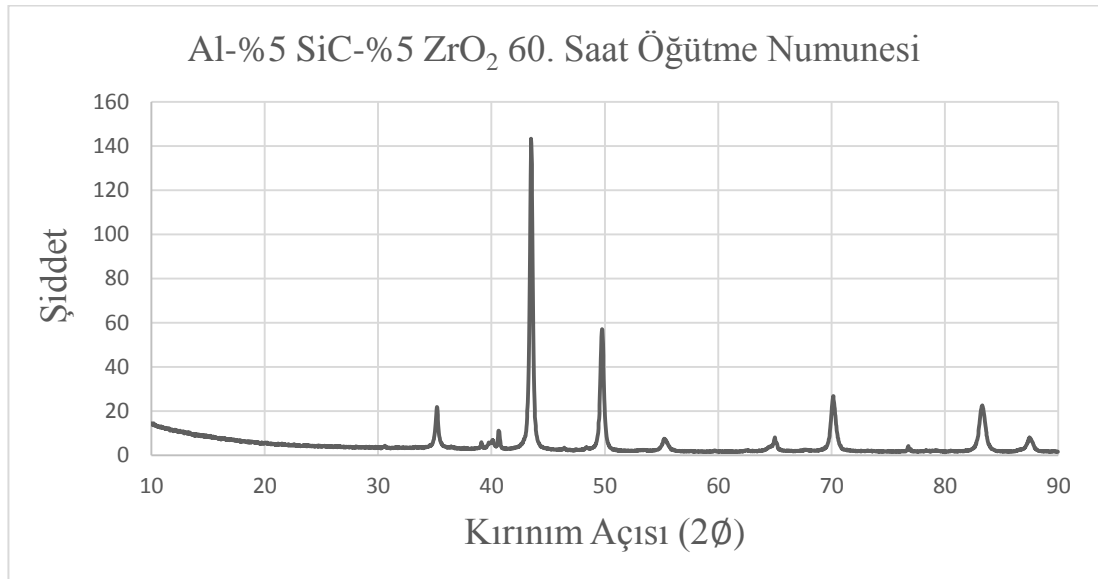


Şekil 3.38. 20 Saat Öğütülmüş Al - %5 SiC - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

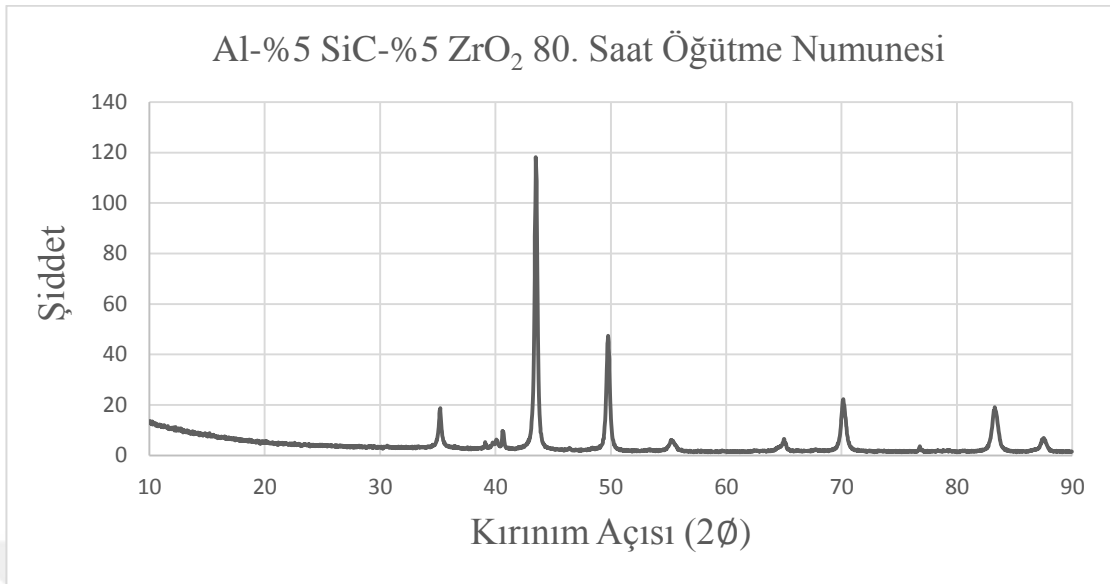


Şekil 3.39. 40 Saat Öğütülmüş Al- %5 SiC- %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.40 ila şekil 3.41 incelendiğinde alüminyuma ait piklerin 162 değerlerinden 60. saat öğütmede 142 değerlerine indiği ve 80. saat öğütmede alüminyuma ait piklerin 120 değerinin altına indiği gözlenmiştir.

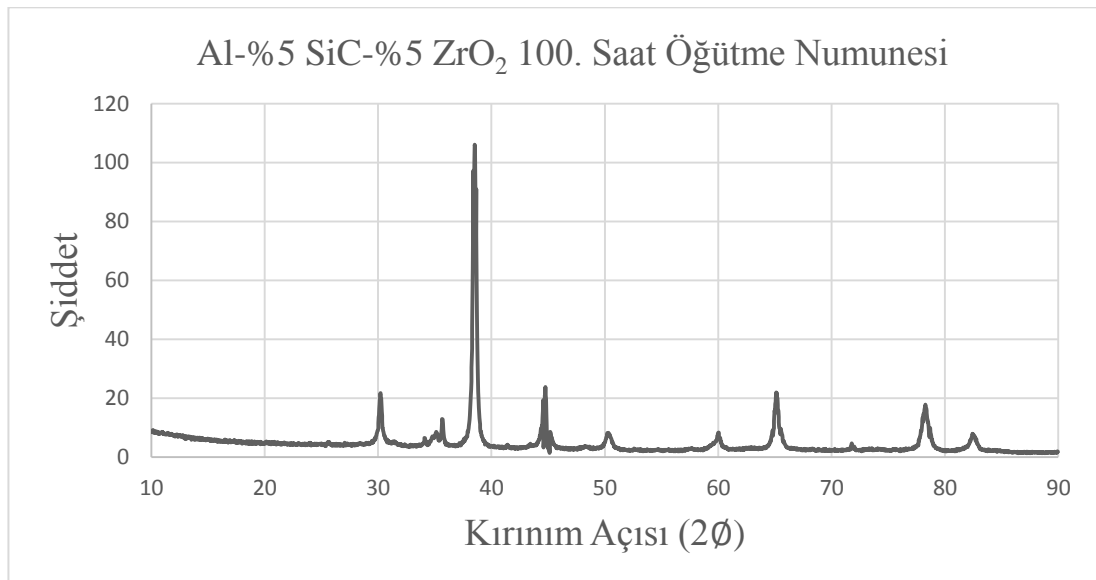


Şekil 3.40. 60 Saat Öğütülmüş Al - %5 SiC - %5 ZrO₂ Toz karışımına Ait X-RD Grafiği



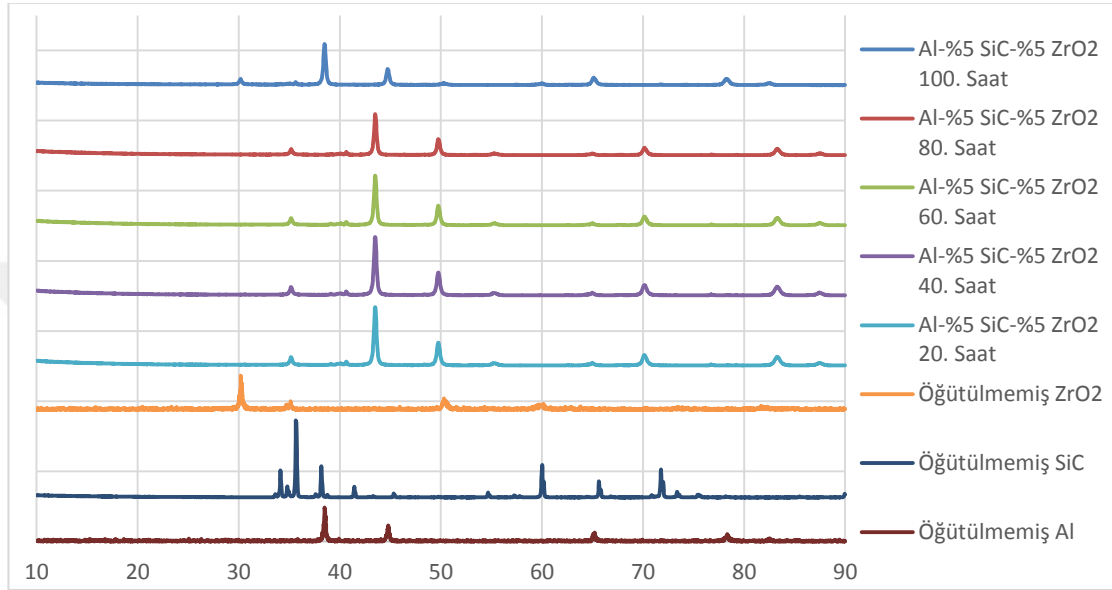
Şekil 3.41. 80 Saat Öğütülmüş Al - %5 SiC - %5 ZrO₂ Toz karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.42' de 100 saat öğütülmüş Al - %5 SiC - %5 ZrO₂ toz karışımına ait X-RD grafiği incelendiğinde pik değerlerinde, artan öğütlemeyle beraber azalma gözlenmiştir. En şiddetli pik 38,51°'de 106,12 değerindedir.



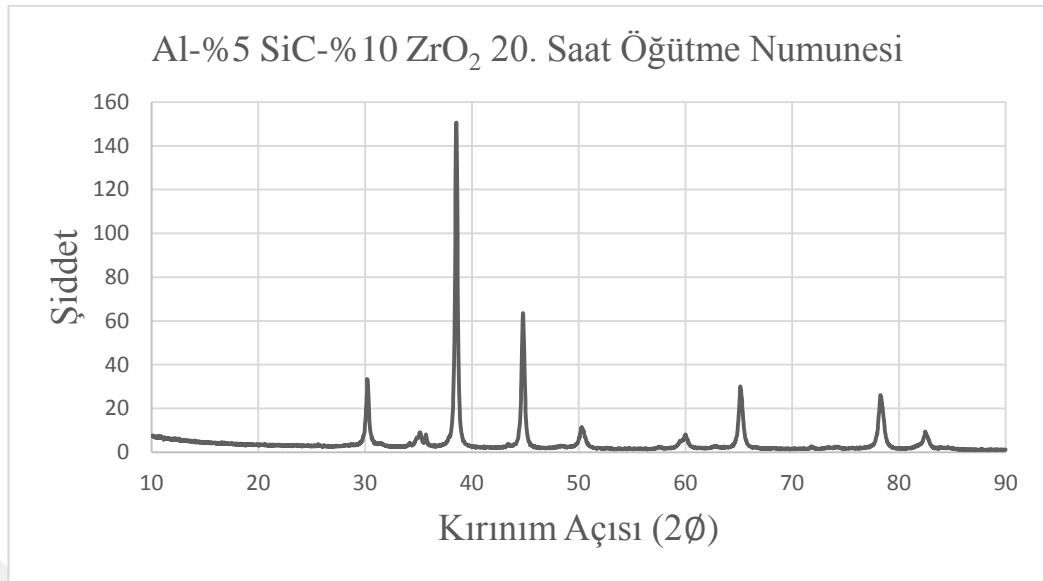
Şekil 3.42. 100 Saat Öğütülmüş Al - %5 SiC - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.43' te Al - %5 SiC - %5 ZrO₂ toz karışımına ait öğütme süreleri baz alınarak yapılan karşılaştırmalı grafiği incelediğimizde kırınım açıları yaklaşık aynı olan pikler artan öğütme süreleriyle küçüldüğü daha net gözlenmektedir. Tane boyutundaki küçülme öğütmeye doğru orantılı bir şekilde hareket etmektedir.

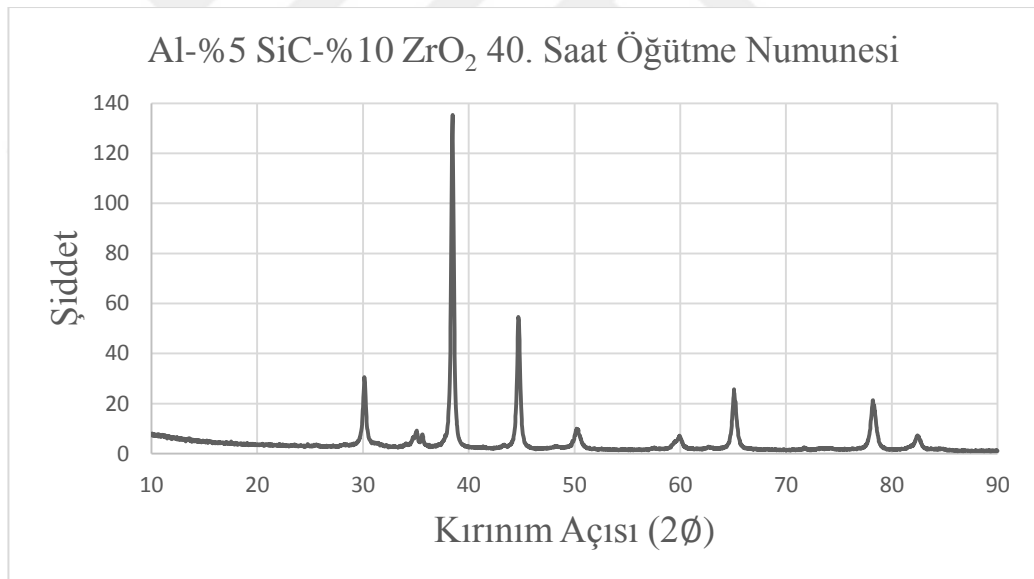


Şekil 3.43. Al - %5 SiC - %5 ZrO₂ Toz karışımına Ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği

Şekil 3.44 ile Şekil 3.45'te Al - %5 SiC - %10 ZrO₂ toz karışımına ait 20 ve 40. Öğütme sürelerinin XR-D grafiği verilmiştir. Bu grafikler Al - %5 SiC - %5 ZrO₂ toz karışımında olduğu gibi benzer pikler Al - %5 SiC - %10 ZrO₂ toz karışımı için de gözlenmektedir. Artan takviye elemanı oranı ile alüminyuma ait piklerin şiddetinde azalma gözlenmiştir. 20. saat öğütme numunesi incelendiğinde dikkat çeken 5 adet 2θ değerinde pikler gözlenmektedir. Bunlar 30,27°, 38,54°, 44,82°, 65,15° ve 78,43° olarak tespit edilmiştir. Bu kırınım açılarındaki piklerin belirlenen son öğütmeye kadar şiddetinde azalma olmuştur.

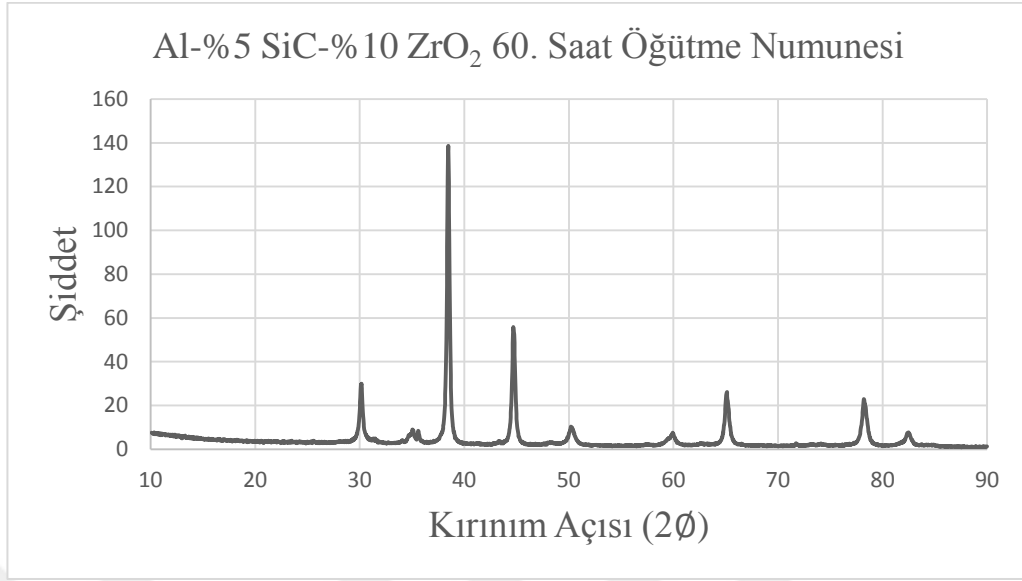


Şekil 3.44. 20 Saat Öğütülmüş Al - %5 SiC - %10 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

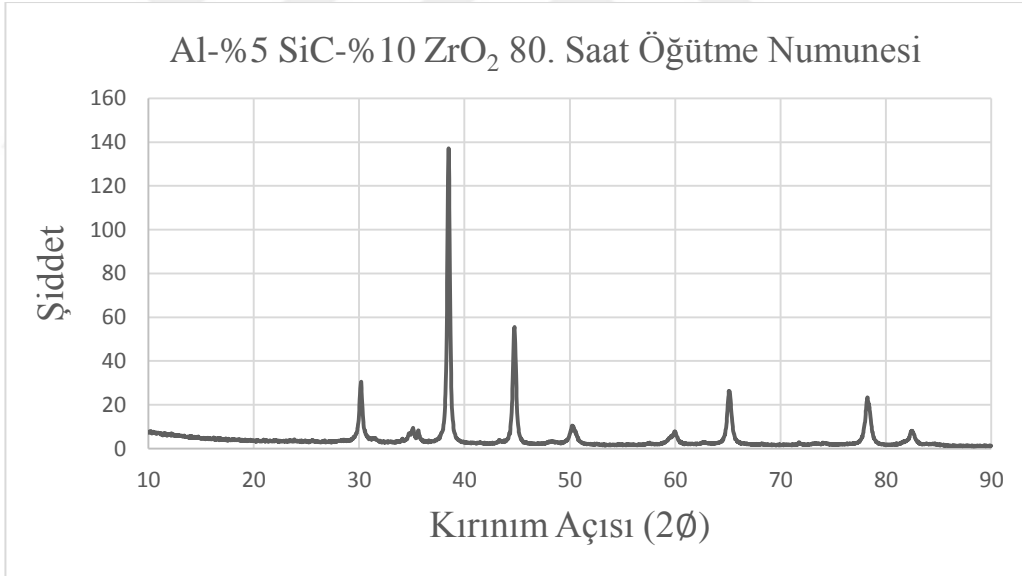


Şekil 3.45. 40 Saat Öğütülmüş Al - %5SiC - %10ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.46 ve şekil 3.47'deki 60 ve 80. saat öğütme XR-D grafikleri incelendiği zaman, piklerin şiddetinde fazla bir değişim olmadığı gözlenmiştir. En şiddetli pik 2θ değerinde olan 38,4°'nin 60. saat öğütmede şiddeti 138,69 iken 80. saat öğütmede 137,12 şiddetindedir.

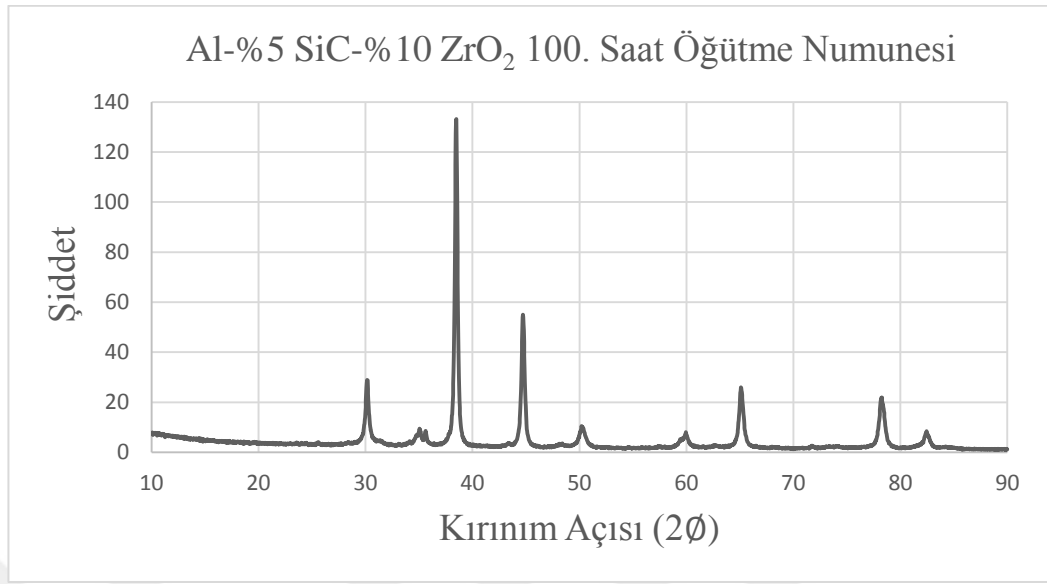


Şekil 3.46. 60 Saat Öğütülmüş Al - %5SiC - %10ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

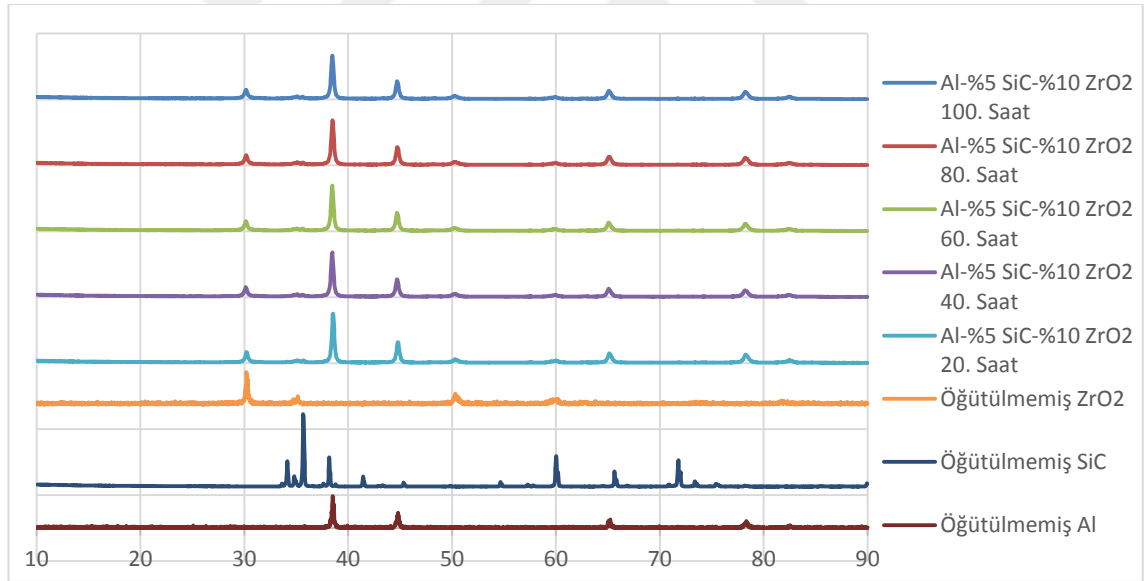


Şekil 3.47. 80 Saat Öğütülmüş Al - %5SiC - %10ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.48' de Al - %5SiC - %10ZrO₂ toz karışımına uygulanan son öğütmenin X-RD grafiği verilmektedir. Grafik incelendiğinde aktif 5 pik gözlenmektedir. Bunlardan en şiddetli olan kırınım açısı 38,4°'nin şiddeti 133,23 değerindedir. Şekil 3.49' da Al - %5SiC - %10ZrO₂ toz karışımı belirlenen öğütme zamanlarında alınan numune sonuçlarınca oluşan X-RD grafikleri toplu olarak karşılaştırmalı şekilde verilmiştir.

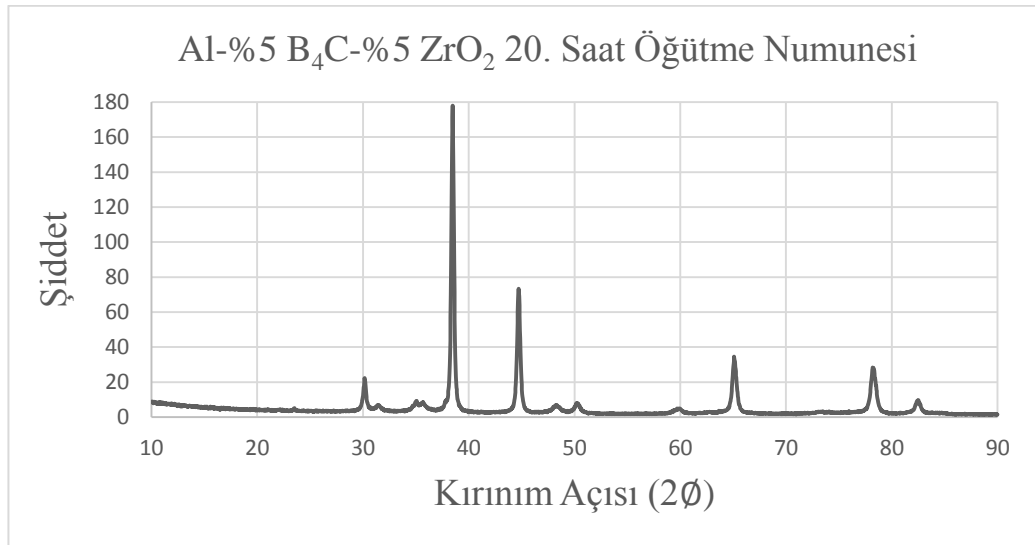


Şekil 3.48. 100 Saat Öğütülmüş Al - %5SiC - %10ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

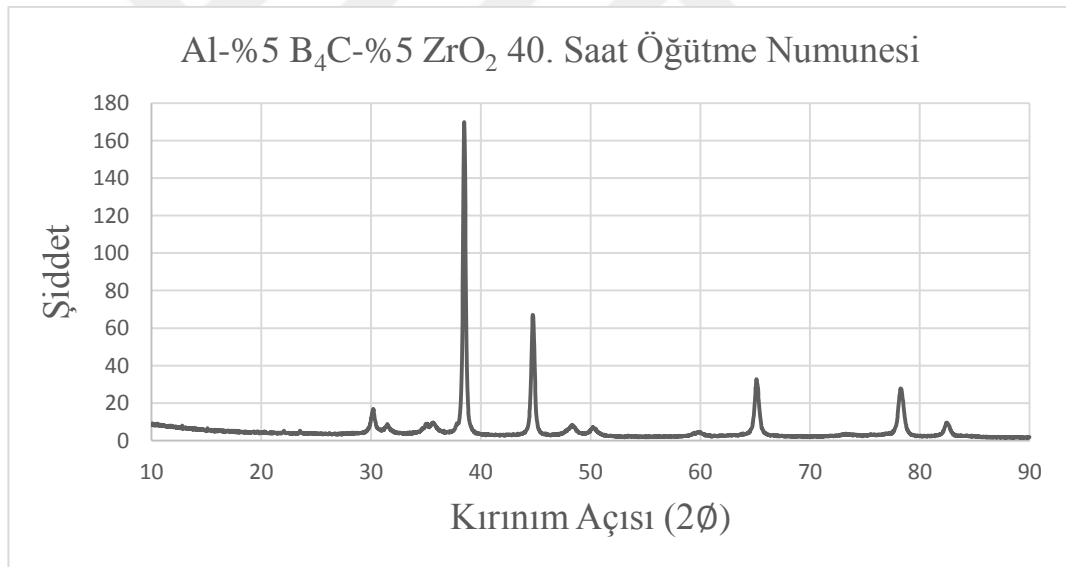


Şekil 3.49. Al - %5 SiC - %10 ZrO₂ Toz karışımına Ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği

Şekil 3.50' de Al - %5 B₄C - %5 ZrO₂ toz karışımının 20. saat öğütme numunelerinin X-RD grafikleri incelendiğinde en şiddetli pik 38,46° de 177,99 değerindeyken 44,74° de 70,95 değerindedir. Şekil 3.51' de 40. saat öğütme numunelerinin X-RD grafikleri incelendiğinde en şiddetli pik 38,46° de 161,3 değerindeyken 44,74° de 67,02 değerine düştüğü gözlenmiştir. 20 saatlik öğütme ile meydana gelen tane küçülmesinin sayısal olarak pik ölçüleri bu şekildedir.

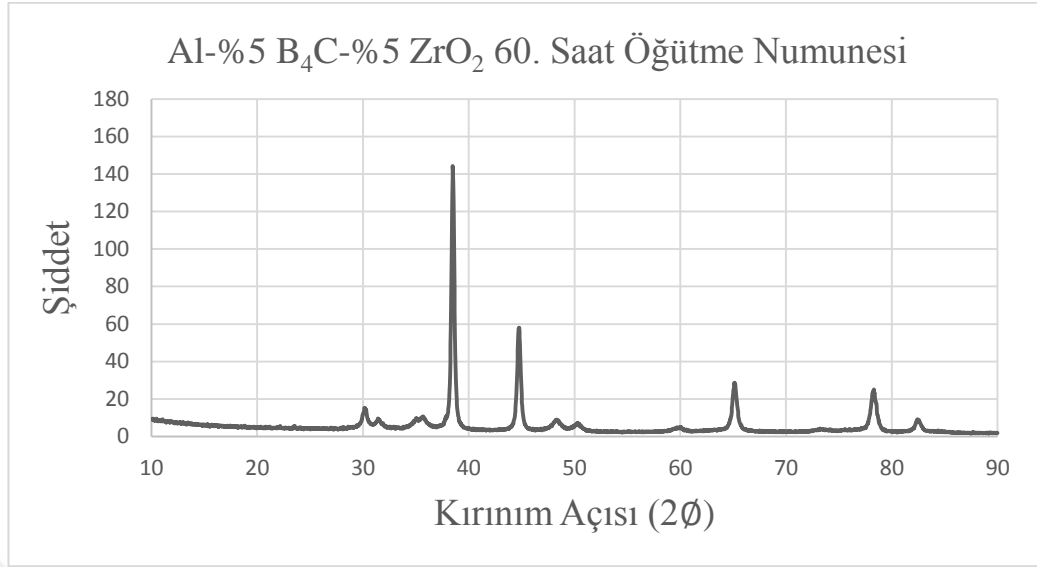


Şekil 3.50. 20 Saat Öğütülmüş Al - %5 B₄C - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

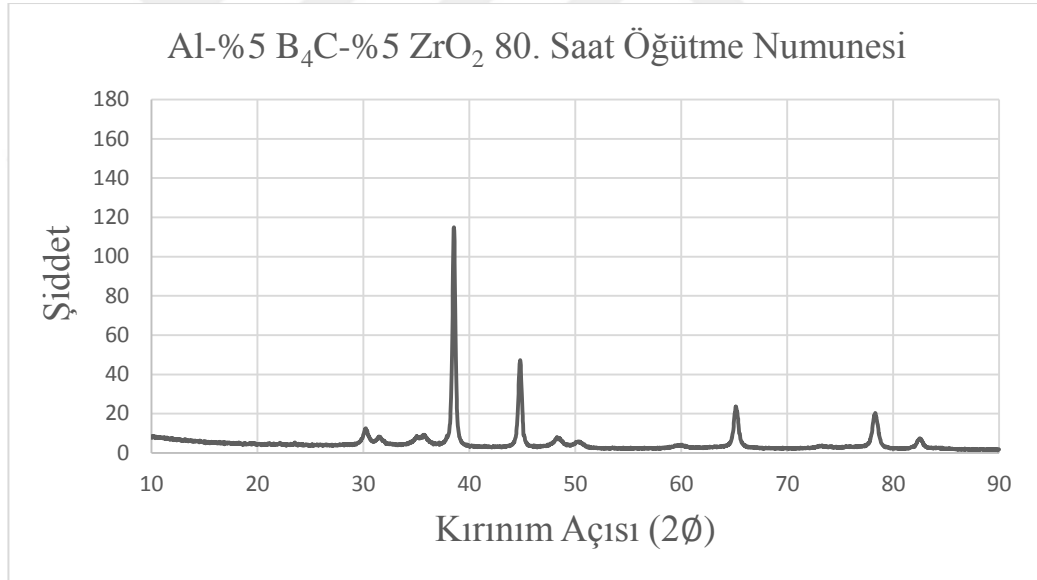


Şekil 3.51. 40 Saat Öğütülmüş Al - %5 B₄C - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.52’de 60 saatlik mekanik alaşımlandırma sonrası en şiddetli pik 38,46°’de 137,92 değerindeyken 20 saat daha öğütme yapılıncaya aynı kırınım açısında değer 95,07’e düşmüştür. Artan öğütme süresi ile diğer pik 44,74°’de 57,98 değerindeyken 20 saat öğütme sonucu 45,3 değerine düştüğü görülmüştür. Şekil 3.53 80. saat öğütmede de benzer değişimler görülmektedir. Bu düşüşler öğütmenin artmasıyla tane boyutunun azalarak toz karışımının homojen bir karışımına doğru ilerlediğinin bir göstergesidir.

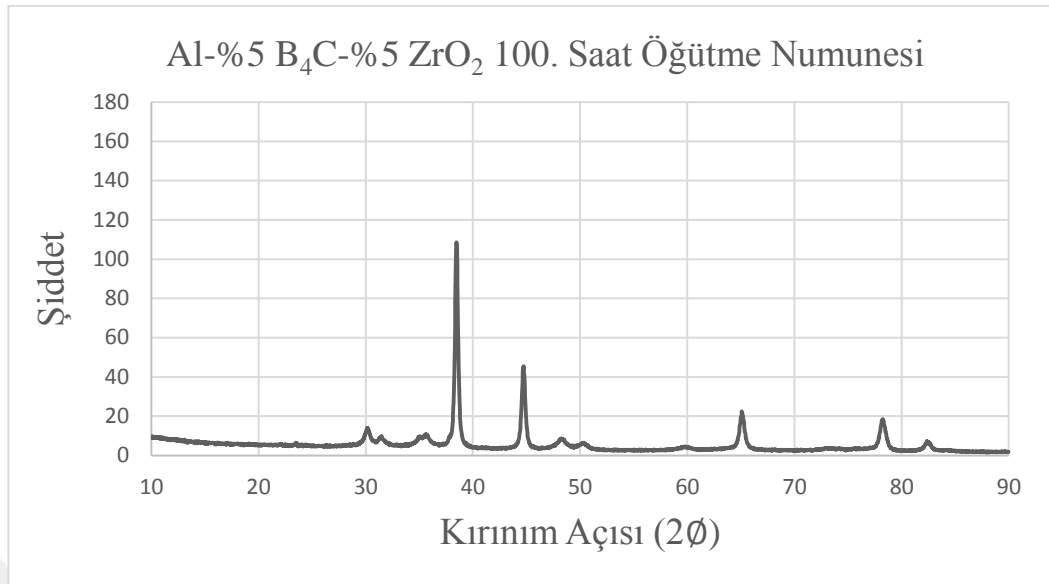


Şekil 3.52. 60 Saat Öğütülmüş Al - %5 B₄C - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği



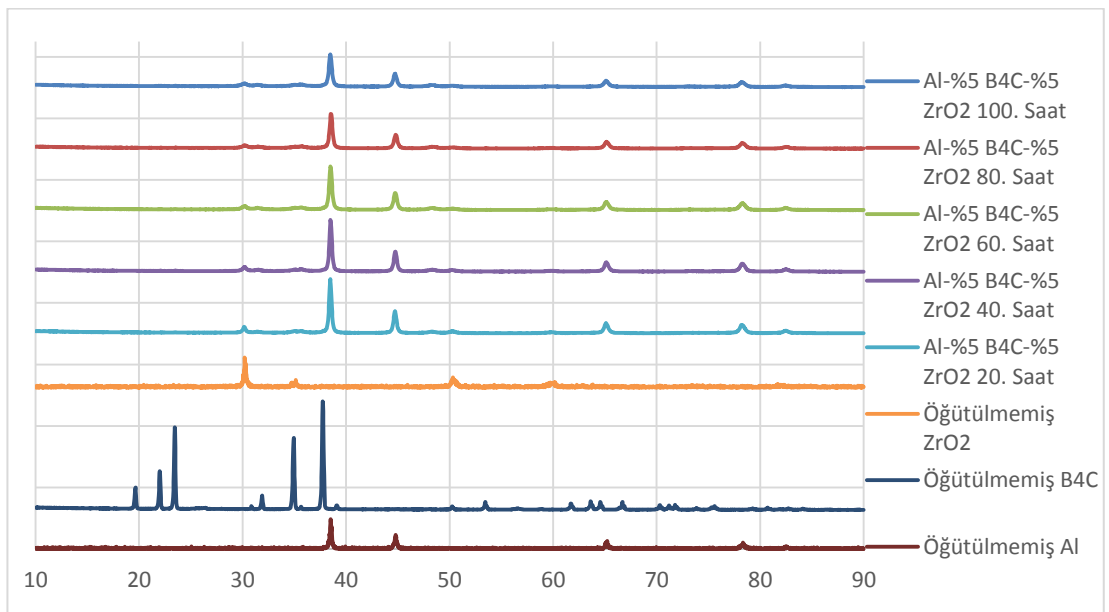
Şekil 3.53. 80 Saat Öğütülmüş Al - %5 B₄C - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.54'te 100 saat öğütme sonundaki X-RD grafiği verilmiştir. Öğütme işleminin ilk numunesi olan 20. saat öğütme değerleri en şiddetli pik olan 38,46° de 177,99 değerindeyken 100. saatin sonunda aynı açının değerinin 108,57'ye düştüğü gözlenmiştir. Diğer bir pik olan 44,74°deki kırınım açısına denk gelen değer 70,95 iken 100. saatin sonunda aynı açının değeri 40,69' a gerilediği gözlenmiştir.



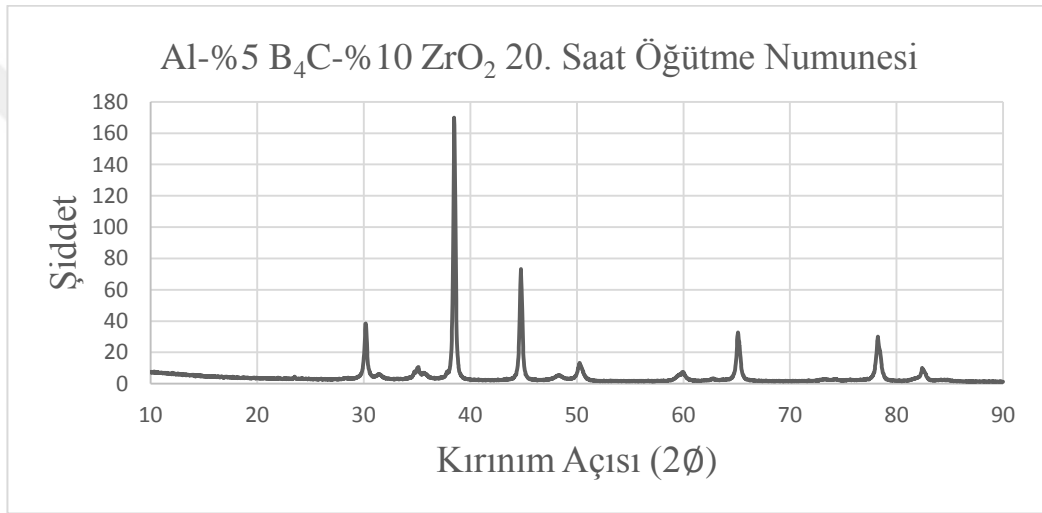
Şekil 3.54. 100 Saat Öğütülmüş Al - %5 B₄C - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.55'te Al - %5 B₄C - %5 ZrO₂ toz karışımına ait karşılaştırmalı X-RD grafiği verilmiştir. Grafiğin sağladığı avantaj belirlenen aralıklarda alınan numunelerden elde edilen X-RD grafiklerinin tek bir çizelgede birleştirilmesi öğütme işleminin daha iyi yorumlanmasını sağlamıştır. Buna göre aynı kırınım açılarında meydana gelen pik değerlerinin artan öğütme ile azaldığı görülmektedir. Şiddetli piklerin azaldığı görülürken düşük piklerin kaybolduğu gözlenmiştir.

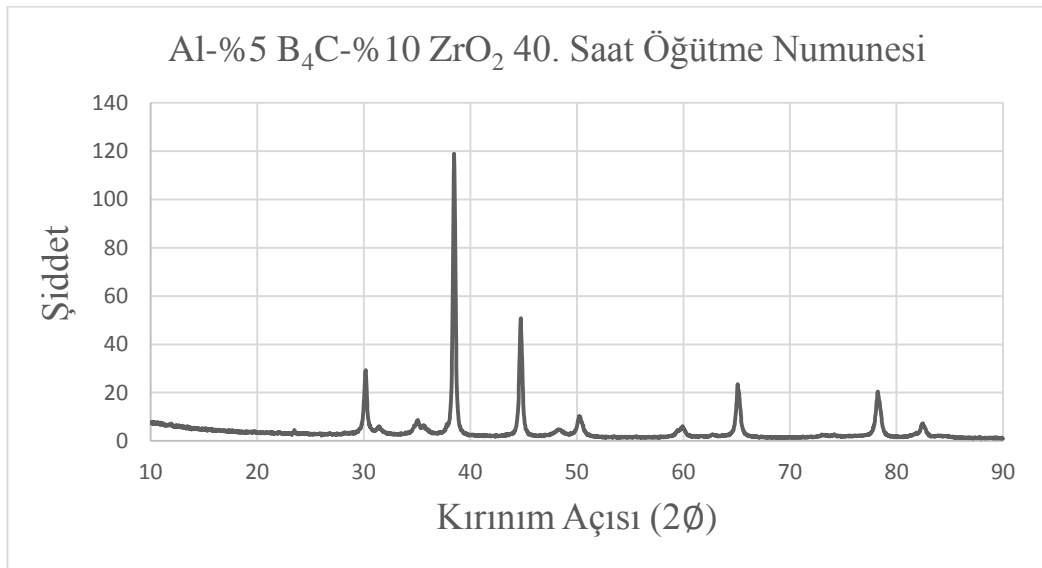


Şekil 3.55. Al - %5 B₄C - %5 ZrO₂ Toz Karışımına Ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği

Şekil 3.56 ve Şekil 3.57'deki takviye elemanı artırılmış olan Al - %5 B₄C - %10 ZrO₂'in 20 ve 40. saat öğütme numunelerinden elde edilen XR-D grafikleri verilmiştir. Grafikler incelendiğinde 5 noktada şiddetli pikler görülmektedir. Bunlar 2θ değerinde olup sırasıyla 30,24°, 38,49°, 44,77°, 65,12° ve 78,30° 'dir. Bu kırınım açılarında piklerin şiddeti 20. saat öğütme için sırasıyla 33,76, 170,03, 71,53, 32,77, 25,91 değerlerindedir. Artan öğütme işlemiyle bu pik değerlerinin azaldığı görülmektedir. Bu azalma tane küçülmesi yani atom düzlemleri arası mesafenin azalması anlamına gelmektedir.

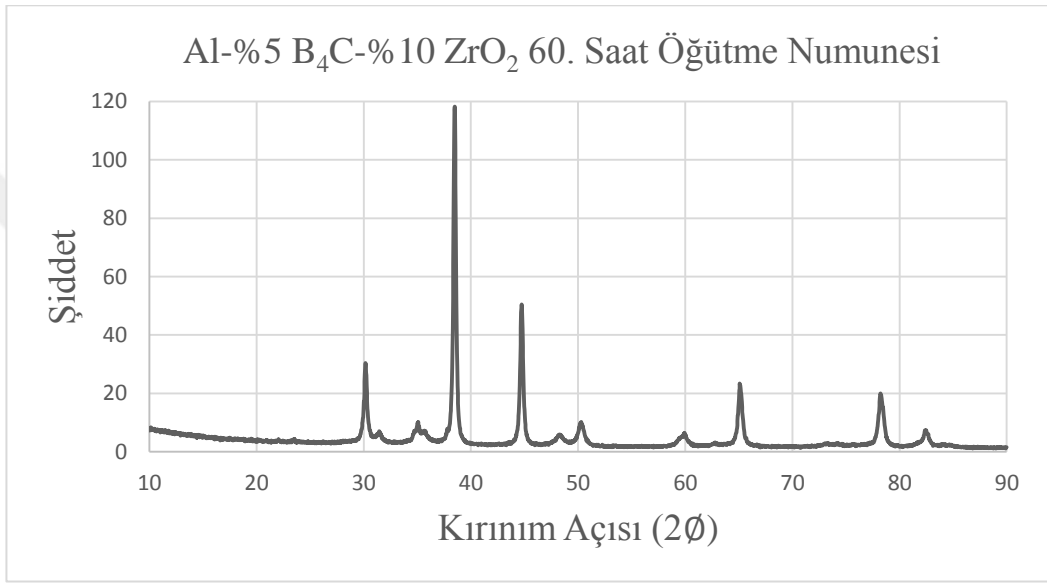


Şekil 3.56. 20 Saat Öğütülmüş Al - %5 B₄C - %10 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

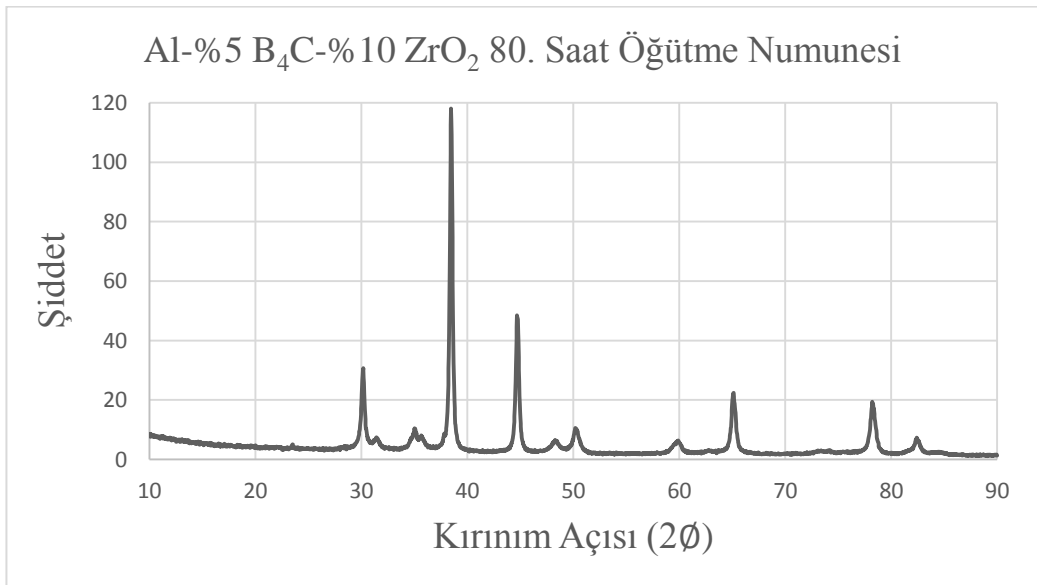


Şekil 3.57. 40 Saat Öğütülmüş Al - %5 B₄C - %10 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.58 ve Şekil 3.59'da aynı malzemeye ait 60 ve 80. öğütme sürelerinin X-RD grafikleri vardır. Grafikler incelendiğinde piklerde gözle görülür derece bir değişim oluşmamıştır. 60 saatlik öğütme sonrası en şiddetli pik $38,49^\circ$ de 118,27 şiddetindeyken, 80 saatlik öğütmede aynı kırılma açısında 118,07 şiddetindedir. Bu durum 60. Öğütme süresinden sonra soğuk kaynaklanma başlayıp tozların kırılma safhasındayken numune alındığının bir göstergesi olabilir.

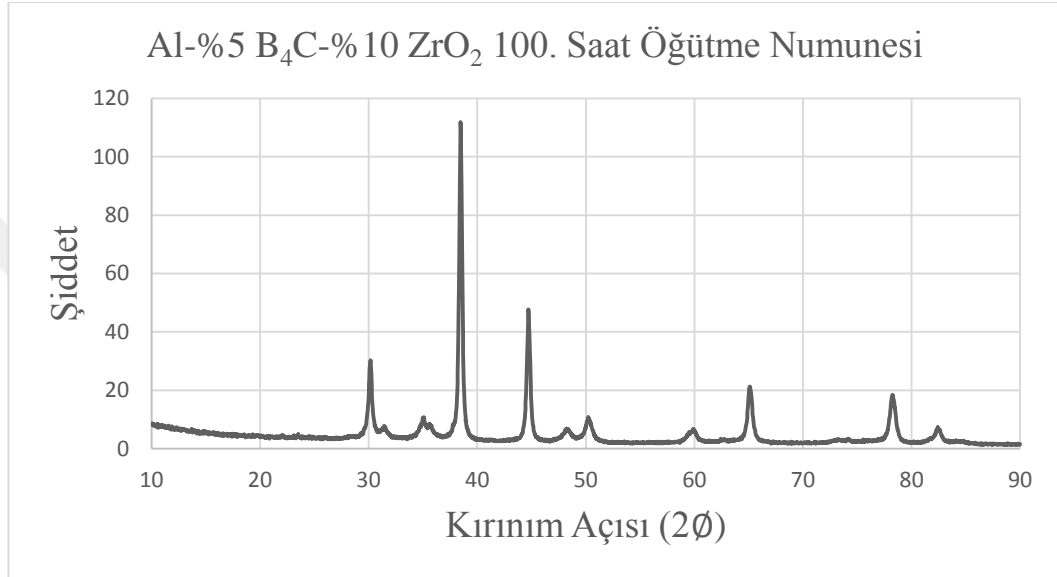


Şekil 3.58. 60 Saat Öğütülmüş Al - %5 B₄C - %10 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği



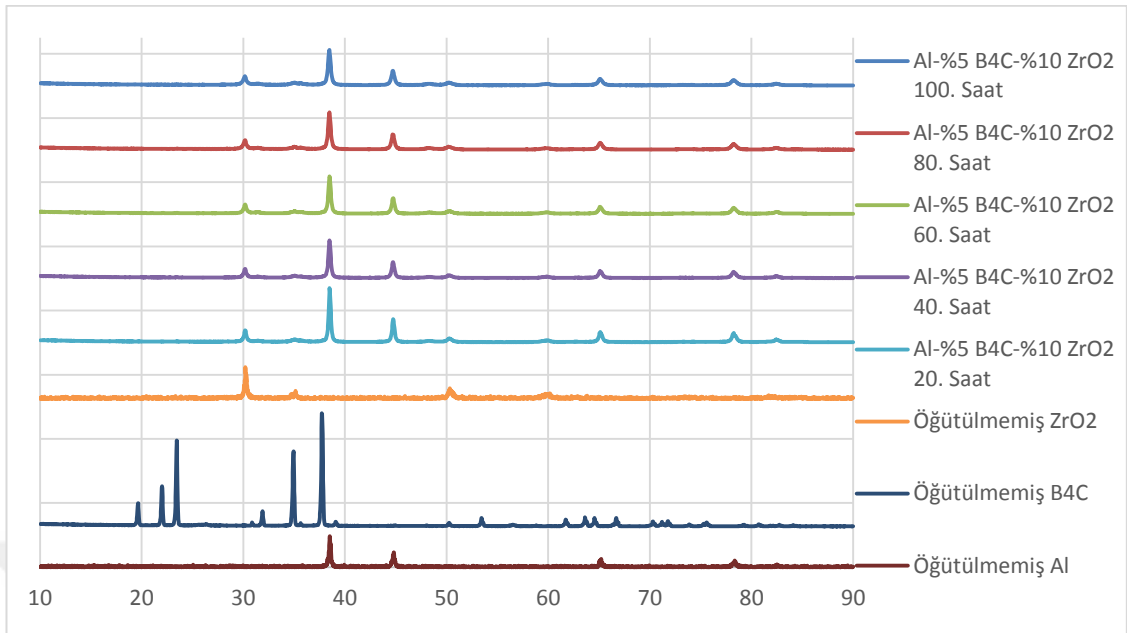
Şekil 3.59. 80 Saat Öğütülmüş Al - %5 B₄C - %10 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.60'da Al - %5 B₄C - %10 ZrO₂ toz karışımına uygulanan 100 saatlik öğütme sonrası alınan numuneden elde edilmiş XR-D grafiği verilmiştir. Grafik 20 saatlik öğütme numunesiyle kıyaslandığında en şiddetli pik 170,03 değerindeyken, 100 saat öğütme sonrası 111,87 değerine inmiştir. Bragg kanunu gereğince atom düzlemleri birbirine yaklaşmıştır.



Şekil 3.60. 100 Saat Öğütülmüş Al - %5 B₄C - %10 ZrO₂ Toz Karışımına Ait X-RD Grafiği

Şekil 3.61'de Al-%5 B₄C-%10 ZrO₂ toz karışımına ait karşılaştırmalı X-RD grafiği verilmiştir. Grafik öğütme süreleri baz alınarak incelendiğinde piklerin ortaya çıktığı 2θ değeri artmış, atom düzlemleri arasındaki mesafede azalmıştır. Pikler orantılı şekilde azalması kirlenme olmayıp homojen bir şekilde malzemenin öğütüldüğünü göstermektedir. Küçük piklerin artan öğütmeyle kaybolduğu da karşılaştırmalı X-RD grafiğinde net bir şekilde görülmektedir.



Şekil 3.61. Al - %5 B₄C - %10 ZrO₂ Toz Karışımına Ait Karşılaştırmalı X-RD Grafiği

4. BÖLÜM

SONUÇ ve ÖNERİLER

4.1. Sonuçlar

Gerçekleştirilen çalışmalar sonucunda almış olduğum analizler ve gözlemler sonucunda kazanımlarım şu şekildedir.

1. Alüminyum matrisli seramik takviyeli hibrit kompozitlerin toz karışımları mekanik alaşımlandırma ile mekanik öğütme sonucu yapılarına uygun değişimler sergilemişlerdir. Sünek olan alüminyum levha halini alma eğilimi gösterirken kırılğan ve gevrek olan seramik takviye malzemeleri ufalanarak parçacık sayısını artırma eğilimi göstermiştir.
2. Öğütme işleminde kullanılan tozlardan miktar olarak % 85 - % 90 civarında olan alüminyum öğütme işleminin başlamasıyla levha şeklini almaya başlamıştır. İçerisinde bulunan seramik takviye malzemeleri sert ve gevrek olmalarından kırılarak matris malzemesine batma şeklinde yapıya katılmaya başlamışlardır. Gevrek olan malzemeler genellikle köşeli şekilde kırılma gösterirler.
3. Belirlenen öğütme saatlerinde alınan numuneler, öğütme işleminin devam etmesiyle sünek yapıya kırılıp batarak parçalanarak seramik takviyelerinin yapıyı levha halinden küçük parçacıklara ayırmaya doğru ilerlettiği görülmektedir. Bu sayede seramik tozlar yapıya daha homojen dağılmış ve daha homojen boyutlar sergilenmiştir.
4. Öğütme numunelerine uygulanan FE-SEM görüntüleme ve tane boyut analizleri incelendiğinde; ilk başta soğuk kaynak oluşmasından tane boyutu armış olsa da öğütme işleminin ilerlemesiyle tane boyutu azalma eğiliminde devam etmiştir.

Öğütme saatlerine göre 40-60. saatlik öğütmeden sonra tane boyutu hızla azalmaya başlamıştır.

5. % 85 Al - % 5 B₄C - % 10 ZrO₂ toz karışımının son (100. saat) öğütmesinden alınan numuneler incelendiğinde diğer numunelerden farklı olarak en küçük tane boyutunun elde edildiği tespit edilmiştir.
6. X-RD grafikleri incelendiğinde en şiddetli pikler alüminyuma ait olduğu izlenmektedir. Artan öğütme ve takviye elemanındaki artışlar alüminyuma ait piklerin düşmesine ve takviye elemanına ait piklerin arttığı gözlenmiştir.
7. Seramik tozlar öğütmenin ilerlemesiyle daha çok ufalanarak yapı içerisine homojen dağılma gösterirler. Bu ilerleme sonucu alüminyumun süneklik etkisi düşer ve sürekli mekanik alaşımlandırma ve ardından tekrar ufalıp parçalara ayrılma işlemi görülür. Bu alüminyumun piklerinin azalması ve tane boyutu analizi sonuçlarından çıkarılır. Yapı son öğütmelere doğru kararsız bir katı hal sergiler yani pikler kaybolmaya başlar yapı amorf yapıya geçtiği gözlenmektedir.
8. X-RD analizleri incelenme sebeplerinden biride kirlenmenin olup olmadığının takibi yapılabilmektedir. Sonuçlara göre ne WC (tungsten karbür) bilya ve haznedenden nede süreç kontrol etkeni olan stearik asitten kaynaklı yapıda kirlenme oluşmamıştır.
9. Spektrumlar incelendiğinde kırınım açısının artan öğütmeyle sağ tarafa kaydığı gözlenmiştir. Bu durum Bragg kanunu göz önüne alınarak yorumlanırsa; atomsal düzlemler arası mesafenin azalmasının bir sonucu olduğu söylenebilir.
10. Kırınım açısındaki değişimin diğer bir etkeni de artan takviye elemanı olduğu yorumunu spektrumların incelenmesiyle yapabiliyoruz. Artan takviye elemanı ile pikler sağa doğru kayma eğilimi göstermektedir.
11. Deney numunelerinde artırılan ZrO₂ seramik katkısıyla FE-SEM ve X-RD sonuçları incelendiğinde; % 10 ZrO₂'in % 5 ZrO₂ katkısına göre numunede levha halindeki alüminyumun daha hızlı bir şekilde parçalanıp yuvarlak yapılı

parçacıklara dönüştüğü, tane boyutunun daha hızlı ufalandığı ve toz dağılımının daha homojen halde olduğu bulguları elde edilmiştir.

4.2. Öneriler

1. Hazne, tozlar ve bilyaların öğütme işleminde sürtünmesi sonucu açığa çıkan sıcaklık ile levha halini alan alüminyumun çepelere yapışmasına neden olmaktadır. Bunun olmaması için verilen durma süreleriyle haznenin soğuması sağlanmaktadır. Bu durumda işlemin uzamasına neden olmaktadır. Bu tür sıkıntıların giderilmesi için haznenin öğütme işlemi süresince soğumasını sağlayacak sistemlerin tasarlanması hem yapışmaların hem de öğütme hızının ve süresinin uzamasıyla kısa sürede farklı çalışmalar yapılabilmesine olanak sağlayacağı düşünülmektedir.
2. Alaşımlandırma işlemi açık atmosferde bulunan öğütücüde ve sızdırmazlığı olmayan öğütücü haznede gerçekleştirilmiştir. Öğütülen metal tozların oksitlenebilmesinden dolayı belirli aralıklarda hazne glove box içerisine alınarak argon gazıyla dış atmosferin etkilerinden arındırılmaya çalışılmıştır. Bu işlemler zamanı uzattığı gibi tamamen de atmosfer etkenlerinden arındıramamıştır. Öğütme işlemlerinin tamamı glove box içerisinde gerçekleşmesi veya sızdırmaz bir hazne kullanılması işlemlerin sağlıklı bir şekilde sistem durdurulmadan çalışmanın devam etmesini sağlayacağı düşünülmektedir.
3. Yaptığımız çalışmada 6 adet numuneyi ayrı ayrı üretmek zorunda kaldık. Bunun sebepleri; öğütücü haznenin tek numune alması ve öğütücünün tek hazne almasıdır. Bu etkenlerin ortadan kalkmasıyla daha fazla ve/veya daha çeşitli numune elde edilerek bilimsel kazanımların artması sağlanacaktır. Öğütücü değirmenin daha fazla hazne taşınması veya haznenin daha geniş ve çok bölmeli olmasıyla sorunların çözülmesini sağlayacağı düşünülmektedir.
4. Öğütücü hazne hacminin az olması kullanılan bilyaların sayısının azalmasına ve öğütülen tozun miktarının azalmasına sebep olmaktadır. Öğütülen tozun az olması yapılacak deney sayısını da kısıtlamaktadır. Bilya, tozlar ve hacim dengesine göre bilya adedinin de artırılabilmesi daha verimli ve hızlı bir

ufalanmayı sağlayacaktır. Öğütücü değirmenin taşıma kapasitesinin artırılarak hazneler üzerinde yapılacak değişiklikler bu tür çalışmaların önünü açacak ve daha kısa zamanda daha çok veriye ulaşmamızı sağlayacağı düşünülmektedir.



KAYNAKÇA

1. Abhik, R., Umasankar, V., Xaivior, M.A. 2014. Evaluation of Properties for Al-SiC Reinforced Metal Matrix Composite for Brake Pads, **Procedia Engineering**, **97**, 941 – 950.
2. Abramovich H. 1992.“Shear deformation and rotary inertia effects of vibrating composite beams”, **Composite Structures**, **20**,165 -173.
3. Aktaş, M., 2007. Hibrit Kompozit Plakaların Darbe Davranışına Sıcaklığın Etkisi. Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 136s, İzmir.
4. Demirkesen, E. 2003. Kompozit malzemeler, İstanbul Teknik Üniversitesi.
5. Hosur, M.V. Abdullah, M., Jeelani, S., 2004. Manufacturing and Low-Velocity Impact Characterization of Hollow Integrated Core Sandwich Composites with Hybrid Face Sheets. **Composite Structures**, **65**, 103–115.
6. Yamaoğlu, R. toz metalürjisi. (Web sayfası: <https://docplayer.biz.tr/32188483-Toz-uretim-yontemleri-yrd-doc-dr-ridvan-yamanoglu.html>), Erişim tarihi: Temmuz 2019.
7. Suryanarayana, C. Ivanov, E. and Boldyrev, V.V. 2001. The science and technology of mechanical alloying, **Materials Science and Engineering**, **A304–306**, 151–158 p.
8. Suryanarayana, C., 2001. Mechanical alloying and milling, **Progress in Materials Science**, **46**, 1-184.
9. Orimo S. and Fuji H.,1998. Intermetallics, 6, 185s.
10. Yuan, H., Li, Q., Song, H., Wang, Y., Liu, J., 2003. Electrochemical characteristics of Mg₂Ni-type alloys prepared by mechanical alloying. **J Alloys Compd**, **353**(1–2), 322–326.
11. Zhao, X. and Ma, L., 2009. Recent progress in hydrogen for nickel/metal hydride secondary batteries, *Int. J. of Hydrogen Energy*, 34(11), 4788-4796.
12. (Wep Sayfası: <https://photometrics.net/field-emission-scanning-electron-microscopy-fesem/>), Erişim tarihi: Temmuz 2019.
13. Brady, J.B., Newton, R.M and Boardman, S.J., 1995. New uses for powder x-ray diffraction experiements in the undergraduate curricullum *Jour. Geol. Education*.

14. Acar, I., Acisli, O., 2018. Mechano-chemical surface modification of calcite by wet-stirred ball milling. **Appl. Surf. Sci.** **457**, 208–213. Al-Azzawi, A., Kristály, F., Rácz, Á., Baumli, P., Bohács, K., Mucsi.
15. Altun, O., Benzer, H., Enderle, U., 2013. Effects of operating parameters on the efficiency of dry stirred milling. **Miner. Eng.** **43–44**, 58–66. Altun, O., Benzer, H., Enderle, U., 2014. The effects of chamber diameter and stirrer design on dry horizontal stirred mill performance. **Miner. Eng.** **69**, 24–28.
16. Bor, A., Jargalsaikhan, B., Lee, J., Choi, H., 2018. Surface coating copper powder with carbon nanotubes using traditional and stirred ball mills under various experimental conditions. **Particuology** **40**, 177–182.
17. Burns, F., Peng, Y., Seaman, D., Bradshaw, D., 2014. Importance of oxidation during regrinding of rougher flotation concentrates with a high content of sulfides, **Elsevier**, **66–68**, 165-172.
18. Development of regrind–flotation pre-treatment of the CIL feed in copper–gold plants. *Powder Technol.* 258, 60–65. Chen, G.H., Suryanarayana, C., Froes, F.H., 1995. Structure of mechanically alloyed Ti-Al-Nb powders. **Metall. Mater. Trans. A** **26**, 1379–1387.
19. J.H., Ahn, Y.C., 2010. Effect of grinding aids on the grinding energy consumed during grinding of calcite in a stirred ball mill. **Miner. Eng.** **23**, 54–57.
20. Clemens, B.M., 1986. Solid-state reaction and structure in compositionally modulated zirconium-nickel and titanium-nickel films. **Phys Rev B** **33**, 7615–7626.
21. Jankovic, A., 2003. Variables affecting the fine grinding of minerals using stirred mills. **Miner. Eng.** **16**, 337–345.
22. Delogu, F., 2010. Molecular dynamics of collisions between rough surfaces. **Phys. Rev. B** **82**, 205415.
23. Gao, M., Young, M., Allum, P., 2002. IsaMill fine grinding technology and its industrial applications at Mt. Isa Mines. Proceedings of the 34th Annual Meeting of the Canadian Mineral Processors, 171–188.
24. Knieke, C., Sommer, M., Peukert, W., 2009. Identifying the apparent and true grinding limit. **Powder Technol.** **195**, 25–30.

25. Krishnaraj, L., Ravichandran, P.T., 2019. Impact of chloride grinding aid with modified fly ash using topdown nanotechnology on grinding performance. *Constr. Build. Mater.* **199**, 225–233.
26. Li, J., Hitch, M., 2017. Structural and chemical changes in mine waste mechanically-activated in various milling environments. *Powder Technol.* **308**, 13–19.
27. Zinkoné, T.R., Gifuni, I., Lavenant, L., Pruvost, J., Marchal, L., 2018. Bead milling disruption kinetics of microalgae: process modeling, optimization and application to biomolecules recovery from *Chlorella sorokiniana*. *Bioresour. Technol.* **267**, 458–465.
28. Dağışan, E., 2014. Alüminyum Matrisli Seramik Takviyeli Mikron Altı Kompozitlerin Mekanik Alaşım Yolu ile Üretimi ve Karakterizasyonu. Erciyes üniversitesi, Doktora Tezi, Kayseri, 150.
29. Kaya, H., 2009. “Spex™ Tipi Mekanik Alaşım Cihazının Tasarımı, İmalatı ve Öğütme Kabiliyetinin İncelenmesi”, 5. Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu, 13-15 Mayıs, Karabük, Türkiye.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı: Mehmet Emin PALAZ
Uyruğu: Türkiye (T.C)
Doğum Tarihi ve Yeri: 15.01.1991 - Kayseri
Medeni Durum: Evli
e-mail: mehmeteminpalaz@hotmail.com
Yazışma Adresi: Yeniköy Mahallesi Şehit Cengiz İnce Türkmen Sokak Demet
 6. Blok No:13/13

EĞİTİM

Derece	Kurum	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	Erciyes Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği	2019
Lisans	Erciyes Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği	2016
Lise	Ali İhsan Kalmaz Çok Programlı Lisesi, Kayseri	2009

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görev
2017-Halen	İloğlu Yapı İnşaat Taahhüt Petrol Hayvancılık Gıda San. ve Tic. Ltd. Şti	2017

YABANCI DİL

İngilizce