



**YÜKSEK ENERJİLİ BİLYELİ ÖĞÜTME TEKNİĞİ
İLE ÜRETİLEN ÖTEKTİK ÜSTÜ AL-Sİ-FE
ALAŞIMLARININ YAPI VE MEKANİK
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Sibel GÜL

**Yükseklisans Tezi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı
Danışman: Prof. Dr. Orhan UZUN
2015
Her hakkı saklıdır**

T.C.
GAZIOSMANPAŐA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI

YÜKSEKLİSANS TEZİ

**YÜKSEK ENERJİLİ BİLYELİ ÖĞÜTME TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEN ÖTEKTİK ÜSTÜ
AL-Sİ-FE ALAŐIMLARININ YAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN
İNCELENMESİ**

Sibel GÜL

TOKAT

2015

Her hakkı saklıdır.

TEZ ONAY SAYFASI

Prof. Dr. Orhan UZUN danışmanlığında, Sibel GÜL tarafından hazırlanan bu çalışma 28/07/2015 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği/oy çokluğu ile Fizik Anabilim Dalı'nda Yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan: Prof. Dr. Orhan UZUN

İmza:

Üye : Prof. Dr. Uğur KÖLEMEN

İmza:

Üye : Yrd. Doç. Dr. Şükrü YILDIZ

İmza:

Yukarıdaki sonuç onaylarım

Prof. Dr. M. Ali SAKIN

Enstitü Müdürü

11.08/2015

TEZ BEYANI

Tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu tezin yazılmasında bilimsel ahlak kurallarına uyulduğunu, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezin içerdığı yenilik ve sonuçların başka bir yerden alınmadığını, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, tezin herhangi bir kısmının bu üniversite veya başka bir üniversitedeki başka bir tez çalışması olarak sunulmadığını beyan ederim.

Sibel GÜL

Bu alıřma, TBİTAK (Proje No: 110M517) tarafından kısmi olarak desteklenmiřtir.

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

YÜKSEK ENERJİLİ BİLYELİ ÖĞÜTME TEKNİĞİ İLE ÜRETİLEN ÖTEKTİK ÜSTÜ Al-Si-Fe ALAŞIMLARININ YAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Sibel GÜL

Gaziosmanpaşa Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Orhan UZUN

Bu çalışmada yüksek enerjili bilyeli öğütme yöntemi ile üretilen Al-xSi-5Fe (x= 20, 25, 30) tozlarının mikroyapı ve mekanik özellikleri incelenmiştir. X-ışınları kırınımı analizlerinde, tozların Al, Si ve Fe fazları dışında herhangi bir intertermetalik faza rastlanmıştır. X-ışını kırınım desenleri Ritveld metoduyla analiz edilerek, numunelerin içerdiği Al, Si ve Fe oranları tespit edilmiştir. Taramalı elektron mikroskobu analizlerinden, Si miktarı arttıkça tozların tane boyutunda belirgin bir azalma olduğu görülmüştür. Oda sıcaklığında gerçekleştirilen çentik testlerinde, numunelerin sertlik ve elastik modülü değerlerinin Si miktarına bağlı olarak arttığı görülmüştür. Ayrıca, en düşük Si miktarına sahip olan Al-20Si-5Fe numunesinin en yüksek sönümleme kabiliyetine sahip olduğu saptanmıştır. Yüksek sıcaklık çentik testlerinde, tozların 200 °C'den itibaren pekleşmeye başladığı ve 400 °C'de pekleşme işleminin tamamlandığı görülmüştür. Söz konusu yöntemin, tozların pekleşme sıcaklığının tespitinde alternatif bir yöntem olarak kullanılabileceği görülmüştür.

2015, 90 sayfa

Anahtar Kelimeler: Al-Si-Fe, Yüksek Enerjili Bilyeli Öğütme, Mekanik özellikler, Yüksek sıcaklık çentme

ABSTRACT

INVESTIGATION OF STRUCTURAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF HYPEREUTECTIC AL-SI-FE ALLOYS PRODUCED BY HIGH ENERGY BALL MILLING TECHNIQUE

Sibel GÜL

Gaziosmanpasa University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

Supervisor: Prof. Dr. Orhan UZUN

In this research , microstructure and mechanical properties of Al-xSi-5Fe (x = 20, 25, 30) powders produced by high energy ball milling technique were investigated. From XRD analysis, no intermetallic phase excluding Al, Si and Fe phases were detected. The amount of Al, Si and Fe in the powders were determined from XRD patterns utilizing Ritveld method. Scanning electron microscopy observation revealed that the particle size of powders decreased with increasing Si content. From room temperature indentation experiments, it was found that hardness and elastic modulus of the samples increased depending on Si content. Moreover, it was found that Al-20Si-5Fe sample, which possessed the lowest Si content, exhibited the highest damping ability. From high temperature indentation test, it was confirmed that consolidation of the powders first started at 200 °C and was completed at 400 °C. Accordingly, we proposed that this method could be an alternative to determine the consolidation temperature of any powder.

2015, 90 pages

Keywords: Al-Si-Fe, High energy ball milling, mechanical properties, high temperature indentation.

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Öncelikle, yüksek lisans eğitimi boyunca ilminden faydalandığım, insani ve ahlaki değerleri ile de örnek edindiğim, yanında çalışmaktan onur duyduğum çok değerli danışman hocam Prof. Dr. Orhan UZUN'a sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Ölçümlerin alınmasında ve analizlerin yapılmasında yardımlarını esirgemeyen Arş. Gör. Dr.Fikret YILMAZ'a ve bana destek olan bütün bölüm hocalarıma teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca, benden maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen sevgili eşim Atilla GÜL'e, kıymetli annem Havva CANBİLEK 'e ve biricik oğlum İbrahim Esad GÜL'e özellikle teşekkür ederim.

Sibel GÜL

Temmuz, 2015

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	i
ABSTRACT	ii
ÖNSÖZ	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vi
Kısaltmalar Açıklamalar	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER	8
2.1 Alaşım Üretim Teknikleri	8
2.2. Geleneksel Katılaştırma Teknikleri	8
2.2.1. Kum Kalıba Döküm Tekniği	8
2.2.2. Metal Kalıba Döküm Tekniği	9
2.4. Mekanik Alaşımlama /Bilyeli Öğütme Teknikleri	9
2.4.1. Gezegenel bilyeli öğütme (Planetary ball mills)	10
2.4.2. Öğütme Parametreleri	12
2.4.2.1. Öğütme Tipi	13
2.4.2.2. Öğütme Haznesi	14
2.4.2.3. Öğütme Hızı	15
2.4.2.4. Öğütme Süresi	16
2.4.2.5. Öğütme Ortamı	16
2.4.2.6. Bilye - Toz Ağırlık Oranı	18
2.4.2.7. Kabın Doluluk Oranı	19
2.4.2.8. Öğütme Atmosferi	19
2.4.2.9. İşlem Kontrol Kimyasalları	20
2.5. Mekanik Alaşımlama Mekanizması	25
2.5.1 Sünek - sünek bileşenler	28
2.5.2 Sünek ve kırılğan bileşenler	30

2.5.3. Kırılğan-kırılğan bileşenler	33
2.6. Alüminyum temelli alaşımlar	34
3. MATERYAL VE YÖNTEM	36
3.1 Numunelerin Üretimi	36
3.2 Numunelerin Analizi.....	39
3.3 Mikro sertlik Deneylerinin Analizinde Kullanılan Teorik Yaklaşımlar.....	44
4. BULGULAR ve TARTIŞMA	49
4.1 X- ışını Kırınım Analizleri.....	47
4.2 Mikroyapı Analizleri.....	51
5. SONUÇLAR	67
KAYNAKLAR	69
ÖZGEÇMİŞ	75

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simge	Açıklama
Al	Alüminyum
Ar	Argon
C	Santigrat
Ca	Kalsiyum
Co	Kobalt
Cr	Krom
Cu	Bakır
Fe	Demir
HV	Vickers sertliği
K	Kelvin
L	Sıvı
Mn	Mangan
N	Azot
Na	Sodyum
Ni	Nikel
nm	Nanometre
s	Saniye
Si	Silisyum
SiC	Silisyum karbür
µm	Mikrometre

Kısaltmalar	Açıklama
BSE	Geriyansıyan elektron
BTO	Bilye-Toz oranı
DSI	Derinlik duyarlı çentik
EDS	Enerji dağılım spektroskopisi
GD	Geleneksel döküm Al-20Si-5Fe
HCl	Hidroklorik asit
HCPEB	Yüksek akımla fırlatılmış elektron demeti
HEBM	Yüksek enerjili bilyeli öğütme (high energy ball milling)
HFl	Hidroflorik asit
HNO ₃	Nitrik asit
IIT	Safsızlık kökenli ikizlenme (Impurity Induce Twinning)
ISE	Çentik boyutu etkisi (Indentation size effect)
MA	Mekanik alaşımlama
MPing	Haritalama
PCA	İşlem kontrol kimyasalı (Process Control Agents)
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
XRD	X-ışınları kırınımı

ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Şekil 2.1. Kum kalıba döküm tekniğiyle üretilen parçalar.....	8
Şekil 2.2. Parça üretiminde kullanılan kalıcı metal kalıp örneği.....	9
Şekil 2.3. a) Fritsch Pulverisette P-5 dört istasyonlu (hazne) öğütme mili b) Bilyeli Öğütme sırasında bilyelerin hareketinin şematik olarak resmi. Courtesy of Gilson Company, Inc., Worthington, OH. (Suryanarayana 1998).....	12
Şekil 2.4. Mekanik alaşımlama süresince bilye-toz-bilye çarpışması (Wojciechowski 2000).....	26
Şekil 2.5. Öğütme şartlarında küçük parçacıkların kaynaklanma eğilimleri nedeniyle birlikte büyük parçacıklar oluşturması ve sonra kırılarak küçük parçacık oluşumu (Özyürek 2002; Benjamin 1976).....	27
Şekil 2.6. Öğütme zamanı ile parçacık ve tane boyutunun incelmeye. Tane boyutundaki azalma, daha yüksek öğütme enerjisi, yüksek bilye-toz ağırlık oranı ve daha düşük sıcaklık vb. etkenlere bağlı olarak artar (Suryanarayana 2001).....	28
Şekil 2.7. Taramalı elektron mikroskopta, bir sünek –sünek bileşim (Ag-Cu) Sisteminin öğütülme süresince oluşmuş kıvrık katmanlı yapı resmi gösterilmiştir (Suryanarayana 2001)	30
Şekil 2.8. MA kullanılan element başlangıç tozlarının ve deformasyon Karakteristiklerinin şematik gösterimi (Suryanarayana 2001)	32
Şekil 2.9. Sünek –kırılgan tozların bir bileşimini öğütme süresince meydana gelen Mikro yapısal değişiklikler. Bu pekiştirilmiş tipik bir oksittir (Suryanarayana 2001).....	32
Şekil 2.10. Mekanik olarak öğütülmüş a2-titanyum aliminide matrisde ,Er2O3'ün dağılımı TEM fotoğrafında gösterilmiştir(Suryanarayana 2001).....	33
Şekil 2.11. SEM fotoğrafında, 12 saat süresince Si-Ge toz karışımının mekanik olarak alaşımlanmasından sonra sert olan silisyum (Si) parçacıklarının daha yumuşak olan Gematrisinde gömüldüğü gösterilmiştir (Suryanarayana 2001).....	34
Şekil 3.1. (a) Yüksek enerjili bilyeli öğütme (HEBM) cihazı, (b) Öğütülen toz numunenin fotoğrafı.....	36
Şekil 3.2. Öğütme işleminde kullanılan paslanmaz çelik hazne (kavanoz), bilyeler, Metalik tozlar (Al, Si, Fe) ve üretim esnasında yapışmayı önleme amacıyla katılan stearik asit.....	37
Şekil 3.3. Bilyeli öğütme işleminden önce çelik haznelerin asal ortamda Kapatıldığı eldivenli kutunun fotoğrafı	37
Şekil 3.4. Üretilen örneklerin hacimsel forma getirilmesinde kullanılan sıcak Press Cihazı	38
Şekil 3.5. Hacimsel forma getirilmiş numune fotoğraf	39
Şekil 3.6. Numunelerin parlatma işlemlerinde kullanılan otomatik kafalı Parlatma cihazı	40
Şekil 3.7. SEM analizlerinde kullanılan cihazın fotoğrafı.....	41
Şekil 3.8. X-ışını kırınımı analizlerinde kullanılan cihazın fotoğrafı	42
Şekil 3.9. Mekanik karakterizasyonda kullanılan dinamik mikro sertlik cihazının	

Fotoğrafi.....	43
Şekil 3.10. Yüksek sıcaklık çentme cihazı.....	44
Şekil 3.11. (a) Ucun numune yüzeyinde oluşturduğu deformasyon (b) Deformasyona bağlı olarak yükleme-boşaltma testinden elde edilen Tipik Bir P-h eğrisi şeması. Burada h_{maks} ; maksimum derinliği, h_{min} ; minimum derinliği, h_c ; kontak derinliğini, S; kontak Katılığını ve ε ; geometrik faktörü göstermektedir.....	44
Şekil 3.12. Çevrim testinde yükün-zamana bağlı değişimin şematik gösterimi.....	48
Şekil 4.1. Farklı silisyum miktarları içeren Al—xSi-5Fe (x=20,25 ve 30) alaşımının X-ışın kırınım desenleri.....	50
Şekil 4.2. Al-20Si-5Fe alaşımının Ritveld analizi.....	50
Şekil 4.3. Al-20Si-5Fe alaşımının Ritveld analizi.....	51
Şekil 4.4. Al-20Si-5Fe alaşımının Ritveld analizi.....	51
Şekil 4.5. HEBM yöntemiyle üretilen Al-(20, 25, 30)Si-5Fe alaşımlarında silisyum miktarının tane boyutu ve morfolojisi üzerine etkisi. Her kompozisyon için iki farklı büyütmede (500x ve 1000x) görüntü alınmıştır. (a) ve (b) Al-20Si-5Fe (c) ve (d) Al-25Si-5Fe (e) ve (f) Al-30Si-5Fe.....	54
Şekil 4.6. HEBM yöntemiyle üretilen Al-(20, 25, 30)Si-5Fe alaşımlarının kesit morfolojileri. Her kompozisyon için iki farklı büyütmede (1000x ve 10000x)görüntü alınmıştır.(a) ve (b) Al-20Si-5Fe (c) ve (d) Al-25Si- (e) ve (f) Al-30Si-5Fe. (Dönme hızı: 800 rpm, Top/numune oranı:30/1).....	55
Şekil 4.7.HEBM yöntemiyle üretilen Al-(20, 25, 30)Si-5Fe alaşımlarının kesit Mortofojilerinin renkli haritalama fotoğrafları. (a) Al-20Si-5Fe (b) Al-25Si-5Fe (c) Al-30Si -5Fe. (Büyütme oranı:1000x).....	56
Şekil 4.8.Hacimsel forma getirilmiştir Al-(20, 25, 30)Si-Fe numunelerinin BSE modunda alınan SEM görüntüleri (a) 20Si, (b) 25Si ve (c) 30 Si.....	57
Şekil 4.9. Farklı silisyum miktarları içeren Al-xSi-5Fe (x=20, 25 ve 30) alaşımının X- ışını kırınım desenleri.....	59
Şekil 4.10. Numunelere ait dinamik mikro sertlik analizleri, (a) 20Sİ, (b) 25Sİ ve (c) 30Sİ. Her bir numune için 5 farklı yükte (300, 600, 900, 1200 ve 1500 mN) P-h eğrileri elde edilmiştir.....	61
Şekil 4.11. Çevrim testinden elde edilen yük-yer değiştirme eğrileri (a) 20Sİ, (b) 25Si, (c) 30Sİ.....	62
Şekil 4.12. 20Sİ numunesinin çevrim testinden elde edilen 1. , 15. ve 30. Çevrimleri.....	63
Şekil 4.13. 20Si, 25Si ve 30Sİ numunelerinin 30 çevrim için elde edilen iç sürtünme katsayısı değerleri.....	64
Şekil 4.14. Al-20Si-5Fe alaşımının sıcaklıkla birlikte yapılan çentik testinden elde edilen izlerin SEM fotoğrafları (a) 24 °C, (b) 100 °C, (c) 200 °C, (d) 300 °C, (e) 400 °C.....	66
Şekil 4.15 Pelet haline getirilen tozların sıcaklıkla birlikte çentik testinden elde edilen mekanik özellikleri (a) Sertlik (b) Elastik Modülü.....	67

ÇİZELGELER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 2.1. Mekanik alaşımlamanın özellikleri.....	10
Çizelge 2.2. Farklı öğütme tiplerinin tipik kapasiteleri (Kerr 1993).....	13
Çizelge 2.3. Farklı arařtırmalarda farklı miktarlarda kullanılmıř iřlem kontrol kimyasalları (PCAs).....	24
Çizelge 2.4. Mekanik olarak alařımlanmıř dađılım mukavemetli Al-temelli alařımların nominal kompozisyonu (ađ.%).....	35
Çizelge 3.1. Yaygın olarak kullanılan çenticiler için geometrik sabit (s).....	47
Çizelge 4.1 Ritveld analizlerinde arıtılan parametreler ve elde edilen Sonuçlar.....	52
Çizelge 4.2. P-h eđrilerinin analizinden elde edilen sertlik ve elastik modülü deđerleri.....	60

1. GİRİŞ

Al-Si alaşımları sahip oldukları, yüksek dayanım / ağırlık oranı, düşük termal genleşme katsayısı, yüksek aşınma ve korozyon direnci gibi üstün özelliklerden dolayı otomotiv endüstrisi, savunma ve havacılık sanayi gibi ileri teknoloji gerektiren alanlarda yoğun olarak kullanılmaktadır (Yamagata 2005; Rao ve ark. 2009). Al-Si alaşımlarını içerdikleri silisyum miktarı bakımından ötektik altı, ötektik ve ötektik üstü kompozisyona sahip olanlar şeklinde gruplandırmak mümkündür. Silisyum içeriği yaklaşık % 11-13 arasında olanlar ötektik, %11 den daha az oranda Si içerenler ötektik altı ve % 13 den daha fazla oranda Si içeren alüminyum alaşımları ise ötektik üstü mikro yapıya sahiptirler. Standart hale gelmiş alüminyum silisyum alaşımlarının içerdiği silisyum oranı % 5 -23 arasında değişmektedir Hegde ve ark. 2008).

Ticari olarak kullanılan Al-Si alaşımlarının çoğu ötektik altı veya ötektik alaşımlardır. Ötektik üstü alaşımlar ise çok daha az oranda ticari alaşım olarak kullanılmaktadır (Chang ve ark. 1998). Çünkü geleneksel döküm teknikleri ile üretilen ötektik üstü Al-Si alaşımlarında yavaş soğumadan dolayı, ana yapı içerisinde büyük taneli ve kırılğan birincil Si kristalleri bloklar şeklinde oluşur. Uçları ve kenarları keskin bu bloklar iğnemsî, katmanlı, yıldız-şekilli veya plaka şekilli yapılarda olabilirler. Bu yapılardan dolayı ana alaşım içindeki gerilimli bölgelerde mikro çatlaklar ve kırıklar oluşabilmektedir. (Chang ve ark. 1998; Hoggve ark. 2004.) Bu yüzden geleneksel döküm ötektik üstü Al-Si alaşımları zayıf mekanik özelliklere sahiptirler (Wang ve ark. 2009; Chang ve ark. 1998; Lu ve ark. 2007). Ayrıca sert ve büyük Si kristalleri, işlenebilirliği de olumsuz yönde etkilemektedir (Seok ve ark. 2005). İşlenebilirliğin zorlaşması ve mekanik özelliklerde meydana gelen zayıflama dolayısıyla, ötektik üstü Al-Si alaşımlarının potansiyel kullanım alanlarındaki uygulamaları da sınırlı hale gelir (Changve ark. 1998; Hogg ve ark. 2004.) Ayrıca literatürde, silisyum oranının ağırlıkça %27 den fazla olduğu takdirde, alaşım içinde üç boyutlu sürekli bir silisyum ağının meydana geldiği ve bu durumun akışkanlığı azalttığı, tortulaşmaya, gözenekliliğe, homojensizliğe ve benzer başkaca olumsuz etkilere neden olduğu bildirilmektedir (Hogg ve ark. 2004; Wardve ark. 1992) Yine literatürde, Si

içeriği % 30'dan fazla olduğunda, sert ve deforme edilemeyen Si parçacıklarının dislokasyon hareketlerini sınırlandırarak, katı halde plastik deformasyonu zorlaştırdığı da ifade edilmektedir (Chiang ve ark. 2005; Zhang ve ark.2009). Bu sebeplerden ötürü ticari uygulamalarda, geleneksel döküm Al-Si alaşımlarındaki Si miktarı genellikle %20 civarında sınırlandırılır (Tomida ve ark. 1998).

Öte yandan son zamanlarda, yüksek kaliteli otomotiv motorları yapımında, geleneksel ötektik civarı Al-Si alaşımlarının yerine ötektik üstü Al-Si alaşımlarının kullanılmasına yönelik giderek artan bir ilgi mevcuttur (Zhang ve ark. 2009). Bunun sebebi, silisyum miktarının bu alaşımların özellikleri ile yakından ilgili olmasıdır. Yani, Si içeriği ne kadar artırılırsa yüksek sıcaklık dayanımı, elastiklik modülü, aşınma direnci v.b. özellikler o derece geliştirilmiş olur. Termal genleşme katsayısı azalır, termal iletkenlik, sertlik ve katılık (stifness) artar (Yamagata 2005; Chiang ve ark. 2005; Rao ve ark. 2009; Tomida ve ark. 1998; Cho ve ark. 1998; Chiang ve ark. 2006). Ötektiküstü Al-Si alaşımlarının mikro yapısı genel olarak, birincil silisyum parçacıklarından ve ötektik α -Al ve ötektik Si yapılarından oluşmaktadır. Bu alaşımların fiziksel ve mekanik özellikleri yapılarındaki birincil silisyum parçacıklarının boyutuna ve morfolojisine bağlıdır. (Chiang ve ark. 1998; Luve ark. 2007; Dai ve ark. 2008). Bu alaşımların sahip oldukları düşük termal genleşme katsayısı, yüksek dayanım/ağırlık oranı ve aşınma direnci gibi gelişmiş fiziksel ve mekanik özelliklerin alüminyum matrisi içinde yüksek miktarda bulunan hem ötektik hem de birincil silisyum fazlarından kaynaklandığı düşünülmektedir (Yamagata 2005; Lu ve ark. 2007; Anand ve ark. 1997; Hong ve ark. 2005).

Genel olarak, Al-Si alaşımlarının özellikleri, tane boyutunun küçültülmesi, ötektik modifikasyon ve birincil silisyum fazlarının inceltilmesi işlemlerinden biri veya daha fazlasının uygulanmasıyla geliştirilebilir (Dwivedi ve ark. 2005). Bu bakımdan, üstün fiziksel ve mekanik özellikler elde etmek amacıyla alüminyum alaşımlarına yapılan yüksek Si katkısının işe yarayabilmesi için, yapı içerisinde oluşan bu büyük Si tanelerinin küçültülmesi ve şekillerinin modifiye edilmesi büyük bir önem arz etmektedir (Rao ve ark. 2009; Zhang ve ark. 2006). İşte bu noktada mikro yapının inceltilmesi ve homojenliği açısından mekanik alaşımlama teknikleri hayati önemdedirler. Mekanik alaşımlama yöntemleri mikro yapıyı inceltmek ve modifiye

etmek için kullanılan çok etkin yöntemlerdir. Sürtünmeli karıştırma (Friction stir) (Rao ve ark. 2009; Zhang ve ark. 2006), elektromanyetik karıştırma (electromagnetic string) (Luvé ark. 2007) yöntemleri de yüksek silisyum ihtiva eden, ince mikro yapılı alüminyum alaşımları üretmek için kullanılan yöntemlerdendir.

Mekanik alaşımlama yöntemi, herhangi bir ısı veya kimyasal işleme ihtiyaç duyulmadan yapılan bir alaşımlama sürecidir. Bu süreç çoğunlukla bir katı hal reaksiyonu şeklinde cereyan eder. Mekanik alaşımlama esnasında gerçekleşen yoğun bir öğütme işlemi dolayısıyla, alaşımlanan malzeme sürekli olarak plastik deformasyona, kırılmaya, soğuk kaynağa ve yeniden kırılma ve kaynaklanmaya maruz kalır. Böylelikle son derece homojen mikro yapılar elde edilebilir (Fındık 2002; Kılınç 1999). Elementlerin mikro yapı içerisinde düzgün bir şekilde dağılması, çok sayıda yapısal kusura ve kafes içerisinde gerilmelere neden olur. Sonuç olarak kristal daha küçük parçalara ayrılır (Ruggeri ve ark. 2002). Mekanik alaşımlama yöntemi, tüm ikili, üçlü ve çoklu sistemlere, hem deneysel çalışmalarda hem de üretim süreçlerinde uygulanabilmektedir (Bostan 2003). Mekanik alaşımlamanın malzeme üretiminde sağladığı avantajları kısaca şöyle sıralayabiliriz.

- Katı çözünürlük sınırlarını genişletir,
- Birbirlerinden oldukça farklı erime sıcaklığına sahip olan malzemelerden metallar-arası bileşiklerin üretilmesine olanak sağlar,
- Nano kristal malzemelerin üretilmesini mümkün kılar,
- Amorf malzemelerin üretilmesini sağlar,
- MA sonucu matris içerisinde partiküllerin homojen bir şekilde dağılması sağlanır ve böylece dislokasyon hareketleri için engeller oluşturulur,
- MA sonucu homojen dağılan partiküller, toparlanmayı ve yeniden kristalleşmeyi engeller veya yavaşlatır böylelikle malzeme yüksek sıcaklık kararlılığı kazanır,
- Böylece aşınma ve korozyon direnci yüksek termal kararlılığı gelişmiş malzemelerin üretilmesi mümkün olmaktadır (Bostan 2003; Suryanarayana 2001).

Alüminyum demirden daha zayıftır, ancak alüminyum alaşımları mekanik alaşımlama yöntemleri ile üretilirse dökme demir kadar güçlü olabilirler. Bu da ağırlık bakımından % 40 kadar verim sağlayabilir. Ayrıca Ti'nin sertliğine eş değer sertlikte alüminyum alaşımları tasarlanabilir (Yamagata 2005; Shenve ark. 2001). Genelde bir malzeme, sert olduğu zaman kırılğan yani sünekliği (ductilite) düşük, sünekliği yüksek olduğu zamanda düşük sertliğe sahiptir. Ancak mekanik alaşımlama teknikleri sayesinde, mikro yapıda meydana gelen incelmeden dolayı hem çok sert hem de sünekliği yüksek malzemeleri üretmenin mümkün olduğu literatürden bilinmektedir (Chiangve ark. 2009; Shen ve ark.2001).

Geçiş metali ihtiva eden ötektik üstü Al-Si alaşımları sahip oldukları üstün mekanik özelliklerden dolayı ilgi çekmektedir (Srivastava ve ark. 2002). Ötektik üstü Al-Si alaşımlarına demir gibi geçiş metallerinin eklenmesi, yüksek sıcaklıklarda, hem aşınma direncini hem de gerilme dayanımını artırmaktadır. Bu gibi özelliklerinden dolayı Fe katkılı alüminyum alaşımlarının ticari kullanımı günümüzde mevcuttur (Srivastava ve ark. 2002). Ekonomik açıdan da alüminyum alaşımlarında demirin kullanılması tercih edilen bir durumdur (Ma ve ark. 2010). Demir ilavesi, yukarda sayılan olumlu katkılarının yanısıra, Al-Si alaşımlarının özelliklerini olumsuz yönde etkileyebilmektedir. Örneğin, demir, katılaşıma esnasında Al ve Si ile çeşitli metaller arası bileşikler oluşturabilmektedir. Kırılğan bir doğaya sahip bu metaller arası bileşiklerin çoğu, son ürünün mekanik özellikleri açısından olumsuz sonuçlar doğurabilmektedir.

Demirin alüminyum içerisinde çözünürlüğünün çok düşük olması yapı içerisinde demir içerikli metaller-arası bileşiklerin oluşmasına neden olur (Srivastava ve ark. 2002). Yapı içerisinde oluşan sert Al-Si-Fe metaller-arası bileşiği aşınma direncini artırırken bu bileşik tanelerinin incilmesi ve alüminyum matrisi içinde homojen bir şekilde dağılması ise yüksek sıcaklık dayanımının artmasına neden olur (Cho ve ark. 1998). Ancak, demir içerikli metaller arası bileşikler büyük bloklar halinde ve iğnemi yapılar şeklinde oluşma eğilimindedirler. Bu da malzemenin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir (Huang ve ark. 2009). Bu durumda, metaller-arası bileşiklerin, birincil Si tanelerindekine benzer bir şekilde, morfojilerini değiştirmek ve boyutlarını küçültmek büyük önem taşımaktadır (Rajabi ve ark. 2008b;). Özellikle

büyük Si blokları ile iğnemi yapıdaki Fe içerikli fazların inceltilmesi ve şekil bakımından modifiye edilmesine yönelik mikro yapı optimizasyonu önemli bir çalışma alanı haline gelmiştir. Yüksek dayanım ve iyi bir süneklik elde edebilmek için birkaç strateji önerilmektedir. Bu stratejilerin ilki, alaşıma heterojen çekirdeklenmeyi artırmak ve birincil Si bloklarının oluşumunu azaltmak amacıyla Na, Sr, Nd, Ca, P, Sb gibi modifiye edici elementlerin katılmasıdır. İkincisi, Fe içerikli fazların olumsuz etkilerini nötrlemek amacıyla “nötrleyiciler” diye isimlendirilen Mn, Cr, Be, Sr, Ca, Co, K v.b elementlerin alaşıma az miktarda katılmasıdır, Üçüncüsü ise, katılma esnasında soğuma hızının artırılmasıdır (Hou ve ark. 2009). Yukarıda da bahsedildiği gibi soğuma hızının mikro yapı oluşumu üzerinde önemli etkileri mevcuttur. Bazı araştırmalardan elde edilen sonuçlara göre, yerel soğuma hızına bağlı olarak Al_3Fe , Al_6Fe , Al_mFe , $\alpha-AlFeSi$ ve $\beta-AlFeSi$ v.b farklı kararlı veya yarı kararlı metallere arası bileşikler oluşabilmektedir (Zhang ve ark. 2009; Allen ve ark. 1998). Bunların dışında, ötektik üstü Al-Si-Fe alaşımlarında, mikroyapı homojenliği artırmak ve söz konusu kaba Si ve Fe içerikli metallere arası bileşiklerin boyutlarını küçültme de oldukça etkili olan metotlardan birisi de mekanik alaşımlama yöntemidir. Kim ve ark. (2000), mekanik alaşımlama yöntemi ile Fe-at.%33Si toz alaşımının başarılı bir şekilde ürettiği 10 saatlik öğütme sonrasında tozların parçacık boyutunun 15 μm 'den 2 μm 'ye düştüğünü gözlemlemişlerdir. Ayrıca, X-ışını kırınımı analizlerinde, öğütme süresi arttıkça Fe_3Si ve Fe_5Si_3 fazlarına ait karakteristik piklerin genişlediğini ve şiddetlerinin azaldığını saptamışlardır. Bu durum, söz konusu fazların, kristal boyutlarının küçülmesi ve iç gerilimin artması olarak yorumlanmıştır. Kang ve ark. (2011), yüksek enerjili bilyeli öğütme yöntemiyle ötektik üstü Al-20Si tozlarını üreterek, öğütme süresinin tozların tane boyutu üzerine etkilerini incelemişlerdir. Buna göre, Al ve Si tozlarının 10 dk. öğütme sonrasında tane boyutunda artış gözlenirken, öğütme süresinin artmasıyla (20 ve 30 dk.) parçacık boyutunun hızlı bir şekilde azaldığı görülmüştür. Bununla birlikte öğütme süresinin daha da artırılmasının parçacık boyutunda belirgin bir değişmeye sebep olmadığı belirlenmiştir. Ancak toz alaşımların homojenliğin büyük oranda arttığı görülmüştür. Buna bağlı olarak, parçacık boyutunun düşük ve homojen mikroyapıya sahip toz alaşımlarda sertlik değerinin de yükseldiği bulunmuştur. Zuo ve ark.(2003). yüksek enerjili gezegensel bilyeli öğütme yöntemi ile Fe-Si ve Fe-Si-Al tozlarını üretip

tavlama yaparak, tavlama süresinin tozların tane boyutu üzerine etkilerini ve incelemişlerdir. Buna göre öğütülmüş tozlar 573-973K de 30 dk yapılan tavlama sonucu tane boyutunda belirli sıcaklığa ulaşınca artma gözlemlenmiştir. Ayrıca örgü gerinimlerinin artan öğütme zamanı ile birlikte arttığını saptanmıştır. Lianga ve ark. (2013). yüksek enerjili bilyeli öğütme yöntemi ile Al-7ağ.%Si-0.3ağ.%Mg tozlarını üreterek toz parçacıkların mikrosertlik ve mikroyapısal değişimlerini araştırmışlardır. Farklı miktarda Si eklenerek öğütülen tozların Si miktarının değiştirilmesinin tane boyutu üzerine etkileri incelenmiştir. Buna bağlı olarak öğütülen tozlardaki Si içeriğinin artması Al(Si,Mg) matrisinin değişimine neden olduğu ve ortalama tane boyutunun azaldığı saptanmıştır. Öğütülen toz parçacıklarında Si parçacıklarındaki istif hatalarının oluşumu öğütme sırasında meydana gelen plastik deformasyonu göstermektedir.

Öte yandan bilyeli öğütme ile üretilen tozların endüstride kullanılabilmesi için çoğunlukla hacimsel ürün haline getirilmeleri gereklidir. Bu konuda yapılan çalışmalar soğuk ve sıcak pekleştirme işlemleri olmak üzere iki ana başlık altında toplanabilir. Sıcak pekleştirme işlemleri geleneksel soğuk işlemlerine göre, sinterleme özellikleri iyi olmayan malzemelerin pekiştirilmesinde, tam yoğunluklu ürün elde edilmesinde, yüksek dayanım ve sertlik elde edilmesinde daha avantajlı konumdadırlar. Sıcak pekleştirme işlemleri arasında sıcak presleme, sıcak izostatik presleme, sıcak ekstrüzyon, v.b sayılabilir. Sıcak presleme yöntemi, hem metalik hem de metalik olmayan tozların pekleştirilmesinde sıklıkla kullanılan bir yöntemdir. Eriyik eğirme ve püskürtme (spray) yöntemleri ile üretilmiş ürünler de sıcak presleme yöntemi ile hacimsel hale getirilmeye müsaittirler (Beeley 2001). Tozların preslenmesi ve sinterlenmesi işlemleri aynı anda yapıldığından üretim süreci geleneksel soğuk presleme işlemlerine göre daha kısadır. Ayrıca sıcaklığın ve basıncın aynı anda uygulanması sebebiyle söz konusu teknik işlenmesi zor malzemelerin birçoğunda teorik yoğunluğa yakın yoğunluk değerlerinin elde edilmesi için elverişlidir. Metal parçalarının plastik deformasyona karşı dirençlerinin artan sıcaklıkla hızlı bir şekilde düşmesinden dolayı, sıcak presleme yöntemlerinde çok daha az basınçlar yeterli olabilmektedir. Bunun yanı sıra, sıcak presleme yoluyla yapılan yoğunlaştırma işlemlerinin toz karakteristiklerine (şekil, boyut, boyut dağılımı vb.) duyarlılığı daha azdır (Upadhyaya 2002).

Literatürde yapılan çalışmalar, metalik toz veya küçük parçaların hacimsel malzeme haline getirilmesi sürecini etkileyen pek çok parametrenin (sıcaklık, basınç, zaman, çalışma atmosferi vb.) varlığını, farklı malzeme grupları için çok farklı tekniklerin geliştirildiğini, bu bağlamda konunun başlı başına bir araştırma alanı olduğunu ortaya koymaktadır. Büyük yatırım maliyetleri gerektiren sıcak izostatik presleme teknikleri bir yana bırakılacak olursa, çok daha ucuz olması ve kolay uygulanabilirliği dikkate alındığında sıcak hidrolik presleme yöntemi, tez kapsamında üretilen toz formundaki alaşımların hacimsel malzeme haline getirilmesi amacıyla yönelik olarak tercih edilebilecek yöntemler arasında öne çıkmaktadır.

Buraya kadar özetle, ötektik üstü Al-Si alaşımlarının teknolojiye kullanımından, bilyeli öğütme yönteminden, Al-Si alaşımı içerisindeki kaba Si fazlarının modifikasyon yöntemlerinden ve Fe elementinin Al-Si alaşımlarının mekanik özelliklerine katkılarından bahsedilmiştir. Ayrıca toz olarak üretilen Al-Si alaşımlarının hacimsel forma getiriliş süreçlerinden bahsedilmiştir.

Tez kapsamında, yüksek Si içerikli Al-xSi-5Fe (x=20, 25, 30) alaşımların yüksek enerjili bilyeli öğütme yöntemiyle üretimi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra, üretilen tozlar, sıcak presleme yöntemiyle 400 °C'de hacimsel forma getirilmiştir. Elde edilen alaşımlarda Si miktarının mikro yapı, kristal yapı ve mekanik özellikler açısından Al-xSi-5Fe alaşımına etkileri SEM, XRD ve Derinlik Duyarlık Mikrosertlik yöntemleri ile analiz edilmiştir. Ayrıca, tozların sinterlenmesi esnasından eş zamanlı olarak mikrosertlik deneylerinin yapılması literatürde ilk kez gerçekleştirilmiştir.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1 Alařım Üretim Teknikleri

Günümüzde hâli hazırda kullanılan pek çok alařım üretim tekniđi mevcuttur. Bu tekniklerin tercihi, üretilecek alařımın endüstrideki kullanım amacına göre belirlenir.

2.2. Geleneksel Katılařtırma Teknikleri

2.2.1.Kum Kalıba Döküm Tekniđi

En basit ve popüler döküm tekniđi olup yüzyıllardır kullanılmaktadır(Şekil 2.1). Ayrıca, alüminyum alařımlarının döküm yöntemleri içinde de en yaygın olarak kullanılanıdır. Kum kalıba döküm, genellikle az sayıdaki döküm parçalarının, karmaşık maçalara sahip parçaların, büyük boyuttaki parçaların ve yapı elemanlarının dökümünde kullanılır (Kınıkođlu 2001). Bu teknikle üretilen ürünlerin kalitesi, metal ile kalıp malzemesi arasında meydana gelebilecek reaksiyonları önlemeye bađlıdır. Bunun için kum karıřımına olası kimyasal reaksiyonları önleyen çeşitli elementler katılır.



Şekil 2.1. Kum kalıba döküm tekniđiyle üretilen parçalar

2.2.2. Metal Kalıba Döküm Tekniđi

Bu teknikte, erimiř metal/alařım, metal bir kalıba yerçekimi, düşük basınç veya merkez kaç kuvvet etkisiyle doldurulur (Őekil 2.2). Aynı alařımın metal kalıba dökümünde, kum kalıba göre daha hızlı sođumanın etkisiyle daha ince bir tane yapısı ve daha yüksek dayanım elde edilir. Metal kalıba dökülen parçalarda, kum kalıba dökülenlere göre büzölme ve gaz gözenekleri daha azdır. Buna karřılık metal kalıplarda boyut sınırlaması vardır ve karmařık parçaların bu yöntemle dökülmesi güç, hatta bazen imkansızdır.



Őekil 2.2. Parça üretiminde kullanılan kalıcı metal kalıp örneđi

2.4. Mekanik Alařımlama (Bilyeli Öđütme) Teknikleri

Mekanik alařımlama (MA) veya diđer bir deyiřle bilyeli öđütme, toz karıřımı halinde bulunan malzemelerden, homojen yeni bir malzeme üretimine olanak sađlayan bir toz iřleme tekniđidir. John Benjamin ve meslektařı Paul D. Merica, 1966 yılında International Nickel Company (INCO) arařtırma laboratuvarında bu tekniđi geliřtirmişlerdir. Bu teknik, gaz türbini uygulamalarında kullanılan nikel esaslı oksitli süper alařım üretmek için yapılan uzun bir arařtırmanın sonucunda ortaya çıkmıřtır. Bu alanda yapılan çalıřmalar, günümüze kadar önemli ařamalar kaydederek, gerek bilimsel gerekse endüstriyel alanda hatırı sayılır bir yer edinmiřtir. Günümüzde artık, mekanik alařımla tekniđi, metal, seramik, polimer ve kompozit gibi pek çok malzeme grubunun

üretiminde etkin olarak kullanılmaktadır. Çizelge 2.1’de mekanik alaşımlama tekniğinin çeşitli üstün yanları özetlenmiştir.

Çizelge 2.1. Mekanik alaşımlamanın özellikleri

İkincil fazların (genellikle oksit) ince dağılımlı olarak üretilmesi
Katı çözünürlük sınırlarının aşılması
Tanelerin nanometre boyutlarına kadar inceltilmesi
Yeni kristal ve quazikristal fazların sentezi
Amorf fazların elde edilmesi
Alaşımlanması zor olan elementlerin alaşımlanma olanağı
Düşük sıcaklıklarda kimyasal reaksiyonlar oluşturabilme
Kararlı yapıdaki intermetalliklerin kararsız hale getirilmesi

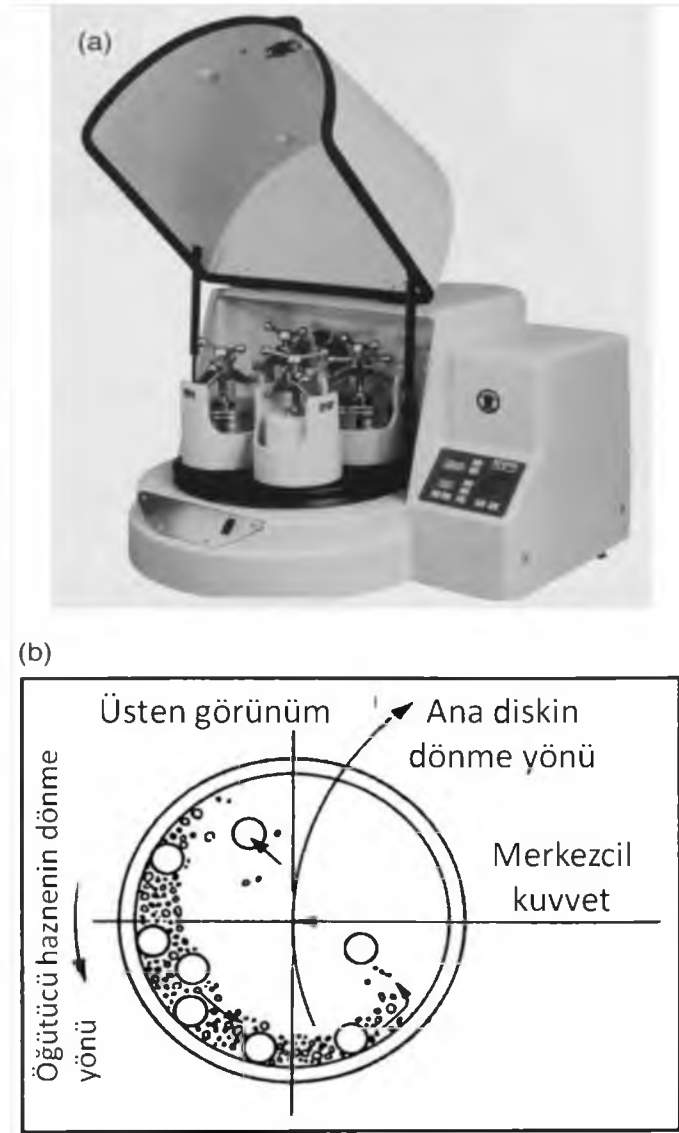
Tozların, mekanik olarak alaşımlanmasında kullanılan öğütme cihazlarının farklı tipleri vardır. Bu cihazlar daha çok öğütme enerjilerine, kapasitelerine veya ilave ekipmanlarına göre farklılaşır (Suryanarayana 2008). Günümüzde endüstride ve laboratuvar çalışmalarında kullanılan en yaygın mekanik alaşımlama sistemleri, SPEX çalkalamalı öğütme, gezegensel bilyeli öğütme, atritör öğütme, ticari öğütme ve yeni dizayn öğütme sistemleridir. Bunlar arasında gezegensel bilyeli öğütme en yaygın olarak kullanılan sistemdir ve tez kapsamındaki toz alaşımların üretiminde kullanılmıştır.

2.4.1. Gezegensel bilyeli öğütme (Planetary ball mills)

MA deneylerinin yapıldığı en popüler öğütme yöntemlerinden biridir. gezegensel bilyeli öğütmede aynı anda birkaç yüz gram toz öğütülebilir (Şekil.2.3a). Gezegensel bilyeli öğütme sistemi ismini, haznelerin (kavanoz veya kap) gezegensel hareketlerinden almaktadır. Yani hazneler bir merkez etrafında dönerken, aynı anda kendi eksenleri etrafında da döner. Bu dönmeler esnasında, iki türlü merkezkaç kuvveti oluşur. Ancak, oluşan merkez kaç kuvvetleri birbirine ters yöndedir. Hazne kendi eksenini etrafında dönerken, bilye ve tozlar, merkez kaç kuvveti etkisiyle hazne duvarlarına

yapıştır. Haznelerin ters yönde bir eksen etrafında dönmesiyle de oluşan ters yönlü merkezkaç kuvveti, bilyelerin hazne içerisinde aşağı düşerek diğer bilyelerle çarpışmasına sebep olur. Bu çarpışmaların etkisiyle, bilyeler arasında kalan toz numunelerin öğütülmesi/alaşımlanması gerçekleştirilmiş olur (Şekil.2.3b).

Yeni nesil gezegensel bilyeli öğütme cihazlarında, haznenin kendi ve bir eksen etrafındaki dönme hızları birbirinden bağımsız olarak kontrol edilebilmektedir. Öğütme hazneleri ve bilyeler, akik, silisyum nitrit, sinterlenmiş korindon, zirkonyum dioksit, krom çelik, Cr-Ni çelik, tungsten karpit ve plastik poliamit gibi farklı materyalden yapılmaktadır. Bu tip öğütme sistemlerinde, bilyelerin çizgisel hızı SPEX salınımlı öğütmeden daha hızlı olsa bile, SPEX salınımlı öğütmede bilyelerin çarpışma sıklığı çok daha fazladır. Bu yüzden SPEX salınımlı öğütme ile kıyaslandığında, Fritsch Pulverisette'in daha düşük enerjili öğütme olduğu düşünülebilir.



Şekil 2.3.(a) Fritsch Pulverisette P-5 dört istasyonlu (hazne) öğütme mili **(b)** Bilyeli öğütme sırasında bilyelerin hareketinin şematik olarak resmi. Courtesy of GilsonCompany, Inc., Worthington, OH. (Suryanarayana 1998).

2.4.2. Öğütme Parametreleri

MA kompleks bir üretim yöntemi olduğundan, istenilen faz ve/veya mikro yapı elde edebilmek için pek çok değişkenin optimizasyonunu zorunlu kılar. Üretilen tozlara etki eden bazı önemli parametreler aşağıda verilmektedir (Suryanarayana 2001).

- *Öğütme tipi
- *Öğütme haznesi
- *Öğütme(işleme) hızı
- *Öğütme zamanı
- *Öğütme haznesinin tipi ve boyutu
- *Toz-bilye ağırlık oranı
- *Kabın doluluk oranı
- *Öğütme atmosferi
- *İşlem kontrol kimyasalları ve
- *Öğütme sıcaklığıdır

Bu işlem değişkenlerinin hepsi tamamen bağımsız değildir. Örneğin, en uygun öğütme zamanı optimize etmek için, öğütme tipi, öğütme haznesinin boyutu, öğütmenin sıcaklığı ve bilye - toz oranı gibi pek çok parametrenin birlikte kontrol edilmesi gerekir. Bundan sonraki bölümde, söz konusu parametreler ayrıntılı olarak irdelenecektir.

2.4.2.1. Öğütme Tipi

Bölüm 2.4.2’de de bahsedildiği üzere, farklı öğütme tipleri mevcuttur. Bu öğütme tipleri, öğütme hızlarına, sıcaklık değişimini kontrol etme kabiliyetine veya üretilen tozdaki kontaminasyon oranını en aza indirebilme kabiliyetlerine göre farklılaşır. Üretilen tozun tipine, miktarına veya oluşturulmak istenen yapıya göre, en uygun öğütme tipi seçilebilir. Örneğin, SPEX salınımlı öğütme karıştırıcıları çoğunlukla alaşımı ayırma amaçlı kullanılırken, Fritsch Pulverisette gezegensel veya atritör bilyeli öğütme sistemleri, büyük miktarlarda toz üretmede kullanılır. Diğer bir ifadeyle, öğütme sistemleri özel uygulamalara göre dizayn edilirler. Çizelge 2.2’de, ürün miktarına göre kullanılan öğütme tipleri verilmektedir.

Çizelge 2.2. Farklı öğütme tiplerinin tipik kapasiteleri (Kerr 1993).

Öğütme tipi	Örnek ağırlık
Karıştırıcı öğütme (Mixer mills)	2 - 20 g
Gezegensel öğütme	4 - 250 g

Atritör öğütme	0.5 - 100 kg
Tek-Bilyeli öğütme (Uni-ball mill)	4 - 2000 g

2.4.2.2. Öğütme Haznesi

Öğütme esnasında, bilyeler, haznenin iç çeperlerine çarparak hazneyi aşındırır. Aşınmadan dolayı çeperlerden kopan parçalar ise, tozun kimyasal kompozisyonunun değişmesine sebep olur. Bu nedenle, öğütme haznesi yapımında kullanılacak malzeme seçimine dikkat edilmesi gerekir. Eğer öğütme kabının yapımında kullanılan malzeme, toz malzemesinden farklı ise, kabın iç çeperlerinden kopan parçacıklar tozu kirletir. Öğütme kabı yapımında kullanılan malzemeler çoğunlukla; sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş krom çeliği, tavlanmış çelik, paslanmaz çelik, tungsten karbür (WC)-kobalt (Co), WC kaplı çelik ve yatak çeliği gibi aşınmaya karşı dayanıklı malzemelerdir (Di ve ark. 1991). Belirli amaçlar için bakır (Cu) (Suryanarayana ve ark. 1999), titanyum (Ti) (Chu ve ark. 1992), sinterlenmiş korondum, itriya ile stabilize edilmiş zirkonya (YSZ) (Tokimitsu 1997), kısmi olarak kuvvetlendirilmiş zirkonya-itriya (Yen ve ark. 1996; Yen ve ark. 1997), safir (El-Eskandarany ve ark. 1994a; El-Eskandarany ve ark. 1994b), akik taşı (Ohtani 1997; El-Eskandarany 1996), sert porselen, silisyum nitrit (Si_3N_4) (Abe ve ark. 1996), ve bakır (Cu)-berilyum (Be) (Fukunaga ve ark. 1990; Sakurai ve ark. 1994) gibi malzemeler de öğütme kabı yapımında kullanılmaktadır. Öğütme kabının yapımında kullanılan malzeme kadar kabın şekli ve özellikle kabın iç dizaynı da önemlidir. Hem düz kenarlı hem de yuvarlak kenarlı öğütme kapları mevcuttur. Alaşımlama işleminde, düz tabanlı kaplar oval tabanlı kaplara göre daha fazla tercih edilmektedir (Harringave ark. 1992). Mekanik alaşımlanmış Si-Ge karışımında, istenen şiddet ve yoğunlukta (111) XRD piki elde edebilmek için, düz tabanlı kaplarda 9 saat öğütmek gerekirken, bu süre oval tabanlı kaplarda 15 saate kadar çıkabilmektedir.

2.4.2.3. Öğütme Hızı

Daha hızlı ve daha yüksek enerjili öğütme sistemlerinde tozların alaşımlanması daha kolaydır. Fakat maksimum hıza ulaşabilmeyi, öğütme sisteminin dizaynına bağlı olarak belli sınırlamalar engel olur. Örneğin, geleneksel bir bilyeli öğütmede, döndürme hızının artması bilyelerin hareket hızını da arttıracaktır. Kritik bir hızın üzerinde, bilyeler haznenin iç duvarlarına çivilenir ve aşağıya düşmediklerinden herhangi bir çarpma kuvveti oluşturmaz. Bu yüzden bilyelerin hızının, maksimum yükseklikten düşerek maksimum çarpışma enerjisi üretebilmesi için bu kritik hız değerinin altında olması gerekir.

Maksimum hız için bir diğer sınırlama ise kabın sıcaklığının yüksek hızlara (veya öğütme şiddeti) çıkıldıkça artmasıdır. Bu sıcaklık artışı, tozların alaşımlanması veya homojenleştirilmesine katkıda bulunmak için difüzyonun gerekli olduğu durumlarda avantajlı olabilir. Fakat bazı durumlarda sıcaklıktaki bu artış, çökelmeyi veya kristallenmeyi tetiklediği için dezavantajlı olmaktadır. Bu durumda, öğütme esnasında oluşmuş olan aşırı doymuş katı çözeltiler veya yarı-kararlı fazlar sıcaklığın etkisiyle bozunabilir. (Kaloshkin ve ark. 1997). Ek olarak, yüksek sıcaklıklarda tozlardaki kontaminasyon oranı artabilir. Yüksek öğütme hızlarında, oluşan nanokristal yapıların kristal boyutunda artış ve kristal yapılarındaki iç zorlanmalarında azalma gözlenmiştir (Kuhrt ve ark. 1993).

Calka ve ark. (1993) farklı enerji seviyelerinde öğütülen (Uni-Ball öğütmedeki mıknatısın pozisyonunu ayarlayarak) vanadyum ve karbon tozlarının son bileşiminin farklı olduğunu bildirmişlerdir. Bu çalışmada, çok düşük öğütme enerjisinde (hızında) öğütülen amorf karbon ve nano boyutlu vanadyum taneciklerinden oluşan tozlar, tavlama sonucunda ya V_2C ya da $V+VC$ karışımı formuna dönüşmüştür. Orta enerji seviyesinde, öğütülen nanoyapılı tozların tavllanmasıyla VC yapısı elde edilmiştir. Yüksek enerji seviyesinde ise, VC yapısı direkt olarak öğütmeyle oluşmuştur. Benzer şekilde, Ni-Zr tozu, yüksek enerjili öğütmelerde tamamıyla amorf yapıya dönüşürken,

orta ve düşük enerjili öğütmelerde amorf ve kristal fazlarının bir karışımı olarak elde edilmiştir (Calka ve ark. 1993).

2.4.2.4. Öğütme Süresi

Öğütmenin zamanı en önemli parametredir. Genellikle, en uygun öğütme zamanı, tanelerin kırılma ve soğuk kaynaklanması arasındaki dengenin sağlanması için gerekli olan süredir. İhtiyaç duyulan optimum öğütme süresi, öğütme tipine, öğütme hızına, toz-bilye oranına ve öğütmenin sıcaklığına bağlıdır. Bu nedenle optimum öğütme süresini belirlemek için, yukarıda bahsedilen parametrelerin uygun kombinasyonunun seçilmesi gereklidir. Her ne kadar öğütme süresinin artması tane boyutunun azalmasına yardımcı olurken, toz gerekenden daha uzun zaman öğütülür ise, bazı arzu edilmeyen fazların veya kontaminasyonların oluşması da muhtemeldir (Suryanarayana 1995). Bu yüzden, tozları uzun süre öğütmek yerine, istenilen özelliğin elde edilebileceği en uygun sürede öğütmek gerekir.

2.4.2.5. Öğütme Ortamı

Sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş krom çelik, tavlanmış çelik, paslanmaz çelik, WC-Co ve yatak çelik öğütme ortamı için kullanılan materyallerin en yaygın tipleridir. Öğütülen tozda yeterli çarpışma kuvveti oluşturabilmek için bilyelerin yeterli yoğunluğa sahip olması gereklidir. Ancak, öğütme kabında olduğu gibi, bilyeler için de bazı özel materyaller kullanılabilir. Örneğin, bakır (Cu) (Suryanarayana ve ark. 1999), titanyum (Ti) (Chu ve ark. 1992), niyobyum (Nb) (Larson ve ark. 1977), zirkonyum (ZrO_2), (Biswas ve ark. 1996; Katamura ve ark. 1996), akik (Ohtani ve ark. 1997; El-Eskandarany 1996), itriya ile stabilize edilmiş zirkonya, (YSZ) (Tokimitsu 1997), kısmi kuvvetlendirilmiş zirkonya + itriya (Yen ve ark. 1996; Yen ve ark. 1997), safir (El-Eskandarany ve ark. 1994a; El-Eskandarany ve ark. 1994b), silisyum nitrit (Si_3Ni_4) (Abeve ark. 1996), ve Cu-Be (Sakuraive ark. 1994) gibi özel malzemeler kullanılabilir. Mümkün olduğunca kontaminasyonu önlemek için öğütme kabının ve bilyelerin aynı malzemedeki yapılmış olması arzu edilir.

Bilyelerin boyutu aynı zamanda, öğütme verimini de etkilemektedir. Genel anlamda, ağır bilyeler daha fazla çarpışma enerjisini tozlara transfer edeceğinden, öğütmede büyük boyutlu (ve yüksek yoğunluklu) bilyelerin kullanılması daha uygundur. Ayrıca, tozun son bileşiminin, kullanılan bilyelerin boyutuna bağlı olduğu da bilinmektedir. Örneğin, toz Ti-Al karışımında öğütme için 15 mm çaplı bilyeler kullanıldığı zaman titanyumda alüminyumun katı bir çözültisi oluşmuştur. Öte yandan, 20 ve 25 mm çaplı bilyeler kullanıldığında, uzun öğütme sürelerinden sonra bile sadece titanyum ve alüminyum fazların bir karışımı gözlenmiştir (Lai ve ark. 1998). Yapılan diğer çalışmalarda, 3/4 inç çaplı bilyeler kullanılarak üretilen Ti-Al alaşımındaki amorf faz oluşumunun, 3/16 inç çaplı çelik bilyeler kullanılarak üretilenden daha hızlı olduğu gözlemlenmiştir. (Watanabe ve ark. 1991; Park ve ark. 1992). Aslında, öğütmenin büyük çelik toplar ile yapıldığı bazı durumlarda, amorf fazdan ziyade sadece kararlı kristal bileşikler oluşmuştur (Watanabeve ark. 1991). Bir diğer araştırmada, Ti-Al toz karışımı 5 ya da 8 mm çaplı bilyeler kullanılarak öğütüldüğünde bir amorf fazın oluştuğu, 12 mm çaplı toplar kullanıldığında ise amorf faz oluşmadığı bildirilmiştir (Park ve ark. 1992; Guo ve ark. 1992). Daha küçük bilyelerin tercih edildiği Pd-Si sisteminde de amorf faz oluşumunda benzer durumla karşılaşmıştır (Padella ve ark. 1991). Literatürde, daha küçük bilyelerin, sürtünme hareketi ürettiği için amorf faz oluşumunu artırdığı gösterilmiştir. Buradan özetle, ‘yumuşak’ (soft) öğütme şartlarının (bir başka ifadeyle, küçük bilye boyutlu, daha düşük enerjili ve daha düşük bilye – toz oranlı öğütmelerde) amorfizasyon veya yarı kararlı faz oluşumunu artırdığı sonucuna varılmıştır (Suryanarayana ve ark. 1999; Atzmon 1990; Gerasimov ve ark. 1991; Liu ve ark. 1997).

Çoğu araştırmacı genellikle öğütmede kullanılan bilyelerin aynı çapta olmasını tercih etsede, farklı çaplara sahip bilyelerin kullanıldığı çalışmalar da vardır (Atzmon 1990). Farklı çaplarda bilyeler kullanıldığında en yüksek çarpışma enerjisinin elde edileceği öngörülmüştür. Öğütmenin ilk safhalarında öğütülmüş toz, bilyenin yüzeyini soğuk kaynaklama şeklinde kaplar (Gavrilov ve ark. 1995). Bu durum, bilyelerin daha fazla aşınmasını önleyerek, üretilen tozun kontaminasyon oranını düşürmesinden dolayı avantajlıdır. Ancak bu tabakanın kalınlığı heterojen bir ürün oluşumunu önlemek için minimum tutulmalıdır (Gilman ve ark. 1995). Öte yandan, bilyeden ayrıştırılması

oldukça zor olan söz konusu toz tabakası, ürün verimini düşürmesi açısından bir dezavantaj da oluşturmaktadır. Farklı çaptaki bilyelerin birlikte kullanıldığı öğütmeelerde ise, soğuk kaynaklanma ve bilyelerin üzerine toz yapışması durumunun minimum düzeye indirildiği rapor edilmiştir (Takacs ve ark. 1994). Bu durum, literatürde tam olarak açıklanamasa da, farklı büyüklükteki topların ürettiği makaslama kuvvetlerinin, bilyelerin yüzeyindeki tozu ayırmaya yardımcı olmasıyla açıklanabilir.

Aynı büyüklükteki öğütme bilyelerinin, oval ya da düz tabanlı haznelerin her ikisinde de iz oluşumuna neden olduğu gözlenmiştir. Sonuç olarak, bilyeler, yüzeylere rastgele çarpmak yerine, iyi tanımlanmış bir yörüngede dönerler. Bu yüzden, bilyelerin rastgele hareketini sağlamak için, farklı çaptaki bilyelerin birlikte kullanılması gerekir (Takacs ve ark. 1996).

2.4.2.6. Bilye - Toz Ağırlık Oranı

Çoğu zaman yükleme oranı olarak adlandırılan, Bilye-Toz ağırlık oranı (BTO) öğütme işlemini etkileyen önemli bir değişkendir. Bu oran, farklı araştırmacılar tarafından 1:1 (Watanabe ve ark. 1991) ile 220:1 aralığında çeşitlilik gösterebilir (Kis-Varga ve ark. 1996). Genel anlamda, SPEX salınımlı öğütmedeki gibi küçük kapasiteli bir öğütmede, çoğunlukla 10:1 BTO oranı tercih edilir. Fakat atritör gibi büyük kapasiteli sistemlerde, 50:1 ile 100:1 aralığında değişen yüksek bir BTO kullanılır.

Bilye-toz oranı, öğütülen tozlarda özel bir faza ulaşmak için gerekli olan zamanı önemli ölçüde etkiler. En yüksek BTO, en kısa zamanı gerektirir. Örneğin, bir SPEX salınımlı öğütme sisteminde, öğütülen Ti- ağırlık %33 Al toz karışımında amorf fazın oluşumu, 10:1 BTO' da 7 saatte, 50:1 BTO'da 2 saatte elde edilirken, 100:1 BTO'da 1 saatte elde edilebilmektedir. Bilye-toz ağırlık oranındaki artıştan dolayı, birim zamanda çarpışma sayısı artar ve böylece toz parçacıklarına daha çok enerji geçişi olur. Bu yüzden alaşımlama çok hızlı meydana gelir. Birçok araştırmacı benzer sonuçları elde etmiştir. Ayrıca, yüksek enerjiden dolayı üretilen ısı, tozun yapısını da değiştirebilir. Hatta, oluşan sıcaklık yeterince yüksek olduğu durumlarda, oluşan amorf fazlar kristalleşebilir.

Yukarda bahsedildiği üzere, yumuşak öğütme şartları yarı-kararlı fazları oluştururken (düşük BTO, düşük dönme hızı gibi), ağır (hard) öğütme şartları kararlı fazların oluşmasına sebep olur. Örneğin, Zr-Co karışımında ağır öğütme şartları altında kararlı kristal fazlar elde edilirken, yumuşak öğütme şartları altında amorf fazların elde edildiği bildirilmiştir (Gerasimov ve ark. 1991). Benzer sonuçlar diğer metal alaşım sistemleri için de rapor edilmiştir (Suryanarayana ve ark. 1999; Guo ve ark. 1994; Liu ve ark. 1997). Örneğin, Cu-In-Ga-Se toz sisteminde, yarı-kararlı kübik faz düşük BTO'da, kararlı tetragonal faz ise daha yüksek BTO'da oluşmaktadır.

2.4.2.7. Kabın Doluluk Oranı

Tozların etkin bir şekilde alaşımlanması, çarpışma kuvvetiyle doğrudan ilgili olduğundan, öğütme kabının, bilyelerin ve tozların serbest olarak hareket edebilmesine olanak sağlayacak bir boşluğa sahip olması gerekir. Bu yüzden kap doluluk oranı önemlidir. Eğer toz ve bilyelerin miktarı çok küçükse, üretim oranı düşer. Öte yandan, eğer toz ve bilye miktarı gerekenden fazla olursa, bilyeler için yeterli hareket alanı kalmayacağından, çarpışma enerjisi düşecektir. Bu sebepten, kabın doluluk oranının yaklaşık olarak %50 olmasına dikkat edilmesi gerekir.

2.4.2.8. Öğütme Atmosferi

Öğütme atmosferinin en belirgin etkisi tozun kontaminasyonu üzerinedir. Bu yüzden tozlar, ya havası boşaltılmış kaplarda ya da Helyum (He), Argon (Ar) gibi inört gazlar ile doldurulmuş kaplarda öğütülür. Yüksek saflıktaki Argon (Ar) tozun kontaminasyonu ve/veya oksidasyonunu önlemek için kullanılan en yaygın gazdır. Nitrojen de oksidasyonu önlemek veya en aza indirmek için kullanılan bir diğer gazdır. Fakat nitrojenin titanyum veya titanyum alaşımları gibi reaktif tozlar ile kullanılması doğru değildir. Oksijen atmosferinde 20 saat boyunca öğütülen Ti-48Al-2W (at.%) tozlarının ağ. %1,5 oranında oksijen topladığı rapor edilmiştir. Aynı tozun, nitrojen atmosferinde aynı sürede öğütülmesinde toplanan oksijen miktarının ağ.% 4,7 olarak gözlenmesi açıklanması zor bir durumdur (Goodwin ve ark. 1996).

Normal olarak tozların, öğütme kabı içerisine doldurma ve boşaltma işlemi atmosfer kontrolü eldivenli kutu (glove box) içinde yapılır. Bazı araştırmacılar ise, öğütme işlemini eldivenli kutu içerisine yerleştirilmiş cihazlar ile yapmaktadır.

Öğütme işlemlerinde özel amaçlar için farklı atmosferler tercih edilebilir. Örneğin, nitrür üretiminde nitrojen ve amonyak atmosferleri kullanılırken (Miki ve ark. 1992; Calka ve ark. 1992), hidrür üretiminde hidrojen atmosferi kullanılmaktadır (Chen ve ark. 1996). Özellikle doğada reaktif olan tozlar için öğütme kabındaki hava varlığı tozda nitrür ve oksit oluşumuna sebebiyet verir. Bu tür tozlar için öğütme süresince tepkimesiz bir atmosfer kullanılmasına dikkat edilmelidir.

Kullanılan atmosfer ortamının, üretilen fazın doğasına etki ettiği saptanmıştır. Örneğin, Cr-Fe toz karışımları farklı atmosfer ortamlarında öğütüldüğünde, tozun son bileşiminin farklı olduğu görülmüştür (Oginove ark. 1990). Argon atmosferinde öğütülen tozun X-ışını kırınım deseninde, herhangi bir amorf faz oluşumu gözlenmeyip sadece Cr pikleri görülmüştür. Diğer taraftan, söz konusu tozun argon ya da nitrojen atmosferinde öğütüldüğünde tamamen amorf olduğu tespit edilmiştir. Benzer şekilde, oksijenin Ni-Nb sistemindeki amorflaşma kinetiğini arttırdığı görülmüştür.

2.4.2.9. İşlem Kontrol Kimyasalları

Öğütme esnasında, özellikle sünek toz malzemeler, şiddetli plastik deformasyonun etkisiyle birbirlerine soğuk kaynak yaparlar. Fakat toz parçacıkları arasındaki doğru alaşımlamanın, sadece parçacıkların kırılması ve soğuk kaynaklanması arasındaki denge korunduğu zaman meydana geldiği iyi bilinmektedir. Bu yüzden, öğütme esnasında oluşabilecek soğuk kaynaklanmayı azaltmak için belli bir işlem kontrol kimyasalının (Process Control Agents, PCA) toz karışımına eklenmesi gerekir. Katılar, sıvılar veya gazlar PCA olarak kullanılabilir. Bunlar çoğunlukla, yüzey aktif kimyasallar gibi davranan organik bileşiklerden seçilir. PCA, parçacıkların yüzeylerinde soğurularak, parçacıkların soğuk kaynaklanmasını engeller ve böylece tozların topaklanmasının önüne geçilmiş olunur. Parçacık yüzeyinde absorblanan yüzey-aktif kimyasalları soğuk kaynaklamayı engelleyerek malzemenin yüzey gerilimini azaltır. Tane boyutunun azaltılması için gerekli enerji, E,

$E = \gamma \cdot \Delta S$ (1) olduğundan yüzey enerjisindeki azalma, daha kısa öğütme süresiyle ve/veya daha ince tozların üretilmesiyle sonuçlanır. Eşitlik (1)'de γ gama özel yüzey enerjisi ve ΔS yüzey alanındaki artışı ifade eder.

Pratikte, toplam toz ağırlığının %1-5'i oranında PCA toza ilave edilir. En iyi bilinen PCA'lar, stearik asit, hekzan, metanol ve etanoldür. Farklı çalışmalarda kullanılan bazı PCA'ların listesi ve kullanım miktarları Çizelge 2.3'de sunulmuştur. Bunlara ek olarak, nadiren kullanılan diğer PCA'lar; sodyum 1,2-bis-(dodesil karbonil) etan-1-sülfanat, lityum-1,2-bis-dodesil oksid karbonil sulfasiyanat, dodesil dimetil amonyum asetat (DDAA), didosildimetil amonyum bromür (DDAB), triklorürfloraetan şeklinde sıralanır. Ayrıca, polietilen glikol, dodekan, etil asetat, oksalik asit, borik asit, boraks, alümina, and alüminyum nitrat gibi PCA'lar da farklı uygulamalarda tercih edilmektedir. PCA'lar öğütme esnasında ayrışarak, tozlar ile bileşikler oluşturur veya bileşik oluşturmadan tozların arasında dağılır. Bu yüzden hidrokarbonlar ve karbonhidratlar gibi PCA'lar, toz içerisine karbon ve/veya oksijen vererek, matris içerisinde düzenli olarak dağılmış karbit ve oksitlerin oluşumuna sebep olur. Gerçekte, oluşan bu bileşikler malzeme için zararlı olmayıp, dağılım sertleşmesine sebep olduğundan malzemenin sertlik ve dayanımını arttırıcı yönde rol oynar (Fraizer ve ark. 1987). Hidrojen gazı sinterleme esnasında metal kafes içinde absorbe edilebilir. Her ne kadar hidrojen gazının alaşımlama sürecine katkısının olmadığı bilinse de, bazı sonuçlar hidrojenin (Chen ve ark. 1993), titanyumca zengin alaşımlarda amorf faz oluşumuna katkı sunduğunu göstermiştir (Iverson ve ark. 1991; Iverson ve ark. 1992). Bugüne kadar yapılan çalışmalarda, PCA'ların, tozlardaki faz oluşumunu etkilediği, katı çözünürlük sınırlarını değiştirdiği (Gaffet ve ark. 1993), camsı form oluşumunu modifiye ettiği ve kontaminasyon seviyelerini değiştirdiği gözlenmiştir (Enayati ve ark. 1997; Gaffet ve ark. 1993; Iverson ve ark. 1992).

Çok düşük sıcaklıklarda yapılan öğütme işlemlerinde (cryomilling), toz parçacıklarının kırılabilirliklerinin artması sebebiyle, kaynaklanmanın azaldığı görülmüştür (Hwang ve ark. 1992; Huang ve ark. 1996). Hidrojen atmosferinde öğütülmüş metal tozların (ymk yapılı) kırılabilir ve birbirine yapışmayan doğası, hidrit faz oluşumlarıyla açıklanmıştır (Eckert ve ark. 1992).

Kullanılan PCA miktarı ve toz karışımının özelliği, öğütme işlemi sonunda tozun boyutunu, şeklini ve kontaminasyon düzeyini etkileyecektir. Genellikle, PCA'ların büyük miktarlarda kullanılması, parçacık boyutunun 2-3 kat daha fazla azalmasına sebep olur. Örneğin, Lu ve Lai (1998), alüminyum tozlarına ağırlık %1 oranında stearik asit ekleyip 5 saat boyunca öğüttüklerinde, ortalama tane boyutunun 500 µm olduğunu gözlemlemişlerdir. Ancak, stearik asit miktarı ağırlık %3'e çıkarıldığında parçacık boyutunun 10 µm 'ye kadar düştüğünü gözlemlemişlerdir. Diğer PCA'lar içinde benzer sonuçlar elde edilmiştir. Ayrıca, belirli bir öğütme süresi için, PCA miktarındaki artışla birlikte tane boyutunun eksponansiyel şekilde azaldığı görülmüştür. Örneğin, yapılan bir çalışmada toz parçacık boyutu, PCA kullanılmadığı durumda yaklaşık 1000 µm iken, ağırlık % 2.3 PCA kullanıldığında 18 µm'ye kadar azalmıştır (Lebrun ve ark. 1990). Öte yandan kırılğan malzemelerin öğütüldüğü durumlarda, az miktarda PCA kullanıldığı durumlarda dahi, tane boyutu oldukça düşük olabilmektedir. Gerçekte, kırılğan malzemelerin öğütülme işlemlerinde çoğu zaman PCA'nın kullanımına gereksinim duyulmaz. Niu (1990) yaptığı çalışmada, homojen dağılımlı bir tane boyutu elde edebilmek için sıvı haldeki PCA'nın (etil asetat gibi) katı haldeki PCA'ya (stearik asit gibi) nazaran daha etkili olduğunu göstermiştir. PCA'ların, öğütülen tozlar üzerine etkileri konusunda daha detaylı bilgi Lai ve ark. (1998)'nin yapmış olduğu çalışmada verilmiştir.

Lee ve Kwun (1996), kullanılan PCA'nın türü ve miktarının, mekanik olarak alaşımlanmış Ti-at. %48Al tozlarının bileşimine etkileri konusunda detaylı bir çalışma yürütmüşlerdir. Yapılan bu çalışmada, PCA'sız 300 saatlik öğütme sonrasında amorf faz elde edilirken, 500 saatlik öğütme sonrasında yarı kararlı ymk (yüzey merkezli kübik) yapılar elde edilmiştir. Fakat PCA olarak ağırlık %0,3 metanol kullanıldığında, 300 saatlik öğütmeden sonra yarı kararlı Ti₃Al fazı oluşurken, 1000 saatlik öğütmeden sonra amorf fazın oluşumu gözlemlenmiştir. Diğer taraftan, PCA olarak 3 ml benzen kullanıldığında 1000 saat öğütme sonrasında yarı kararlı ymk fazı elde edilmiştir. Bu çalışma sonucunda, yarı kararlı bir ymk fazın, kafes içerisindeki ara yer bölgelerine giren atomlardan dolayı olduğu sonucuna varılmıştır. Ayrıca aynı çalışmada, PCA içinde oksijen gibi safsızlık atomlarının miktarı arttıkça, amorf fazın kristallenmesi için

gerekli aktivasyon enerjisinin arttığı sonucuna varılmıştır (PCA'sız 281 kJ/mol'den, ağırlık %3 metanol kullanıldığında 411 kJ/mol'e çıkmıştır).

PCA'nın seçimi, öğütülen tozun doğasına ve son üründe arzu edilen saflık miktarına bağlı olarak çeşitlilik gösterir. Öğütülmüş tozun tanecik boyutu ve ürün verimliliği, kullanılan PCA'nın miktarı ve türüyle yakından alakalıdır. MA sonrası toz verimliliğine bakarak, kullanılan PCA'nın etkili olup olmadığı anlaşılabilir. Eğer toz verimliliği yüksekse PCA etkilidir. Eğer toz verimliliği düşük değilse ya PCA'nın miktarı yeterli değildir ya da büyük olasılıkla doğru PCA kullanılmamıştır. Yapılan bir çalışmada, stearik asidin kullanıldığı durumda tozun başlangıç miktarının yaklaşık olarak % 100'ü geri alınırken, polietilen glikolün kullanıldığı durumda sadece % 50'si geri kazanılabilmektedir (Lai ve Lu 1998).

Özetle, genel amaçlı bir PCA'nın var olmadığını önemle vurgulamak gerekir. Kullanılan PCA'nın miktarını ve türünü, (a) toz parçacıklarının soğuk kaynaklanma karakteristikleri (b) PCA'nın kimyasal ve termal dengesi ve (c) tozun miktarı ve kullanılan öğütme ortamı gibi pek çok parametre etkilemektedir. Eğer PCA'nın ağırlıkça oranı tozunkinden düşükse, tozun tane boyutu artma eğilimindedir. Bu oran, kritik değerin üzerinde ise parçacık boyutu azalma eğilimindedir. PCA'nın seçiminde, öğütülecek malzeme ile arasındaki olası etkileşimlerine bakarak karar verilmelidir. Weber ve ark. (1990), PCA'nın, Al-Cu toz karışımındaki kritik rolünü ayrıntılı olarak incelemişlerdir.

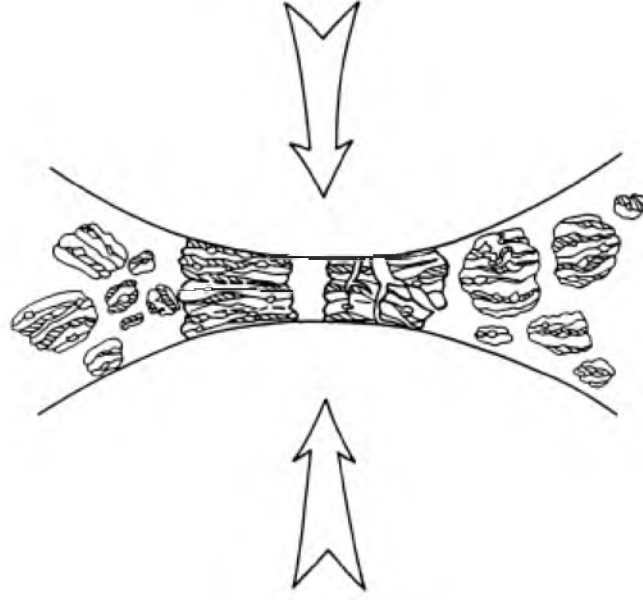
Çizelge 2.3. Farklı arařtırmalarda farklı miktarlarda kullanılmıř iřlem kontrol kimyasalları (PCAs)

PCA	Kimyasal formül	Miktar
Benzen	C_6H_6	-
C wax	$H_{35}C_{17}CONHC_2H_4NHCOC_{17}$	1.5 wt%
Dihegzadesil dimetil amonyumasetat (DHDAA)	H_{35}	-
Dodekan	$C_{36}H_{75}NO_2$	-
Dodekan	$CH_3(CH_2)_{10}CH_3$	4 wt%
Etanol	C_2H_5OH	-
Etil asetat	$CH_3CO_2C_2H_5$	2 wt%
Etilen Bis Stearamit Nopcowax-22 DSP	C_2H_2 2-($C_{18}H_{36}ON$)	0.5 wt%
Grafit	C	0.5 wt%
Heptan	$CH_3(CH_2)_5CH_3$	-
Hekzan	$CH_3(CH_2)_4CH_3$	5 wt%
		-
Lityum-1,2-bis-dodesil oksi karbonilsulfosiyanat	-	-
Metanol	CH_3OH	1 wt%
		3 wt%
		4 wt%
		1 wt%
	$CH_3(CH_2)_6CH_3$	-
Oktan	-	-
Parafin	$H(OCH_2CH_2)_nOH$	-
Polietilen glikol	-	2 wt%
Silikon gres	NaCl	-
Sodyum klorür	-	1 wt%
Sodyum-1,2-bis(dodesil karbonil)etan-1-sülfonat	$CH_3(CH_2)_{16}COOH$	-
	-	5 ml
Stearik asit	$C_6H_5CH_3$	
Tetrahidrofuran		
Tolüen		

C. Suryanarayana / Progress in Materials Science 46 (2001) 1-184 2

2.5.Mekanik Alaşımın Mekanizması

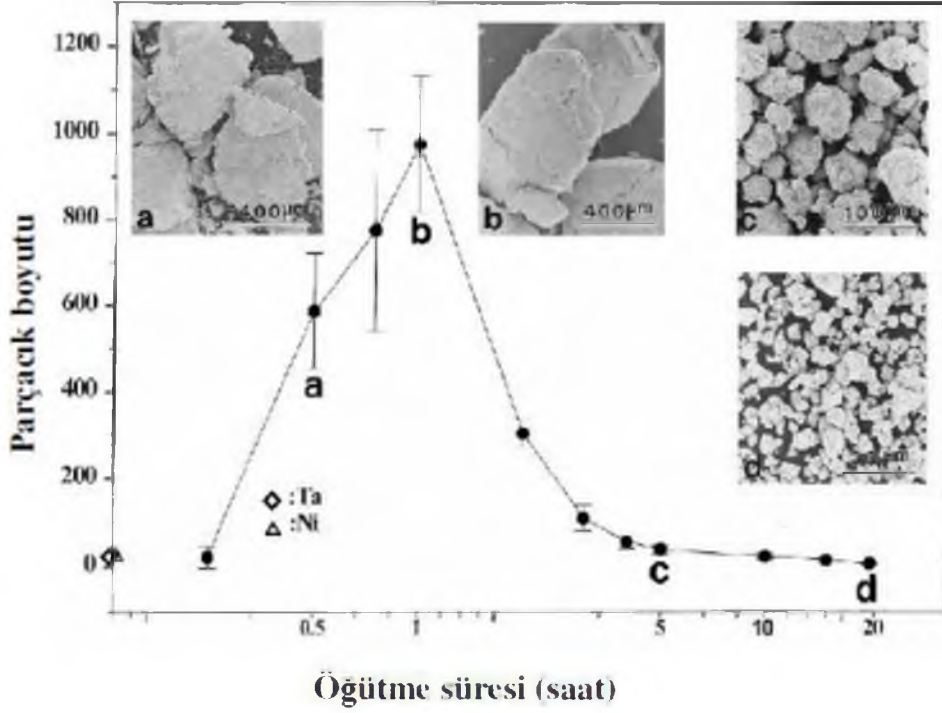
Yüksek enerjili öğütme esnasında, toz parçacıkları sürekli yassılaşıp, kaynaklanır, kırılır ve tekrar kaynaklanır. İki çelik bilyenin çarpıştığı her durumda, bir miktar toz bilyeler arasında tuzaklanır. Tipik olarak, her bir çarpışmada yaklaşık olarak 1000 toz parçacığı bilyeler arasında sıkışır (Şekil 2.4). Çarpışma kuvveti toz parçacıklarını plastik olarak deforme ederek, parçacıklarda işlem sertleşmesine ve çatlamalara yol açar. Kırımlar ile birlikte açılan yeni yüzeyler tekrar birbirine kaynaklanarak tanecik boyutunun artmasına sebep olur. Öğütmenin ilk safhasında, sünek parçacıkların kaynaklanma eğilimi fazla olduğundan (yumuşak–yumuşak veya yumuşak–kırılgan malzeme birleşimi kullanıldığı durumlarda) büyük boyutlu parçacıkların oluşma ihtimali yüksektir ve oluşan parçacıkların boyutları, başlangıç boyutunun üç katı veya daha fazla bir büyüklüğe çıkabilir. Bu safhada, kompozit parçacıklar katmanlı (tabakalı) bir yapı sergilerler. Deformasyon devam etmesiyle, taneler işlem sertleşmesine maruz kalır ve yorulma yenilmesi (fatigue failure) mekanizmasıyla parçalanır. Bu mekanizmayla oluşan parçaların boyutları, topaklanma kuvvetlerinin yokluğunda, daha da azalmaya devam edebilir. Bu safhada, tanelerin kırılma eğilimi, soğuk kaynaklanma eğiliminden baskındır. Bilyelerin devam eden çarpışmalarından dolayı, tanelerin mikro yapıları sürekli incelirken, boyutları aynı kalmaya devam eder. Sonuç olarak, tabakalar arası boşluklar azalırken buna bağlı olarak tane içerisindeki tabakaların sayısı da artar.



Şekil 2.4. Mekanik alaşımlama süresince bilye-toz-bilye çarpışması (Wojciechowski 2000).

Ancak, geleneksel öğütme işleminde, tane boyutundaki azalma verimliliğinin yaklaşık % 0.1 civarında olup oldukça düşüktür. Yüksek enerjili bilyeli öğütme bu verimlilik bir miktar fazla olmakla birlikte yine % 1'in altındadır. Bilyeli öğütme işlemlerinde, çok az miktardaki enerji tozun plastik ve elastik olarak deformasyonunda harcanır. Geriye kalan enerjinin büyük bölümü ise ısı formunda kaybolur.

Belli bir öğütme süresi sonunda, kaynaklanma (ortalama tane boyutunu artıran) ve kırılma (ort. tane boyutunu azaltan) arasındaki denge kurulduktan sonra ortalama tane boyutu karar-hal durumuna ulaşılır. Daha küçük parçalar, kırılmaksızın deformasyona dayanabilir ve birleşerek daha büyük parçaları oluştururlar. Böylece, çok küçük ve çok büyük parçalar, ortalama boyutlu parçalara dönüşme eğilimine doğru sevk edilir. (Benjamin 1976). Öğütmenin bu son safhasında, artık başlangıç karışımının tüm bileşenleri her bir tanede aynı oranda mevcuttur ve taneler zorlanma enerjisi birikiminden dolayı doyum sertliğini ulaşmıştır. Son safhada, parçacık boyut dağılım eğrisi dardır. Çünkü boyutu, ortalamadan büyük olan taneler küçülürken, küçük olan taneler topaklanarak aynı hızda büyürler (Şekil. 2.5.) (Koch ve ark. 1993).



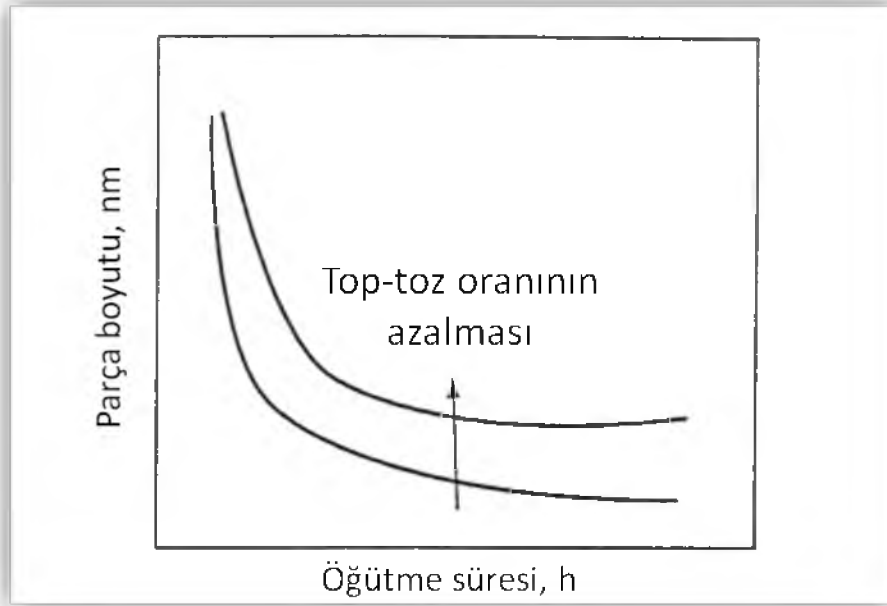
Şekil 2.5. Öğütme şartlarında küçük parçacıkların kaynaklanma eğilimlerinden dolayı birlikte büyük parçacıklar oluşması ve sonra kırılarak küçük parçacık oluşumu (Özyürek 2002; Benjamin 1976).

Yukarıda yapılan açıklamalardan, MA esnasında, parçacıkların oldukça yoğun bir deformasyona maruz kaldığı anlaşılmaktadır. Bu deformasyonlar, dislokasyonlar, boşluklar, istif hataları ve tane sınırlarının artışı gibi çeşitli kristal kusurlarının oluşmasına sebep olurlar. Kusurlu yapılar ise, matris içerisinde çözünen atomların difüzyon olma kabiliyetini geliştirir. Dahası, inceltmiş mikro yapıya sahip parçacıklar, difüzyon mesafesinin kısalmasına sebep olur. Öğütme esnasında oluşan hafif sıcaklık artışı da difüzyonu olumlu yönde destekleyerek, elementler arasında doğru alaşımlamanın gerçekleşmesini sağlar. MA'da tozların alaşımlanması genellikle oda sıcaklığında meydana gelirken, bazı durumlarda arzu edilen alaşımı elde edebilmek için öğütülen tozların tavlama yapılması gereklidir. İntermetallik yapıların istendiği alaşımlarda, tavlama özellikle gereklidir.

İstenen bir yapı elde etmek için gerekli öğütme zamanının belirlenmesi, bileşenlerin başlangıç boyutlarına bağlı olduğu kadar, kullanılan öğütme sisteminin çalışma parametrelerine de bağlıdır. Fakat çoğu zaman, malzemenin mikro yapısının (tane boyutu, kristal boyutu, tabakalar arası mesafe gibi) inceltme hızı, öğütme

zamanı ile logaritmik olarak deęiřir. Bu yzden, bařlangıç tozlarının boyutları ętme iřleminde nispeten nemsizdir. Genellikle, birkaç dakika ile bir saat arasında, lameller arası mesafe ve kristal boyutu nanometre mertebesine kolaylıkla inceltilir (řekil 2.6). Bu nemli avantaj, MA'nın nanoyapılı malzeme retiminde yoęun olarak tercih edilmesinin sebeplerinden birisidir (Koch 1993; Suryanarayana 1995).

Yukarıda bahsedildięi zere, MA ç farklı metal ve alařım kombinasyonlarının retiminde kullanılabilir. Bunlar; (i) yumuřak –yumuřak, (ii) yumuřak – kırılğan, (iii) kırılğan - kırılğan sistemlerdir. Bundan sonraki blmlerde, MA mekanizması sz konusu kategorilerde ayrıntılı olarak incelenmiřtir.



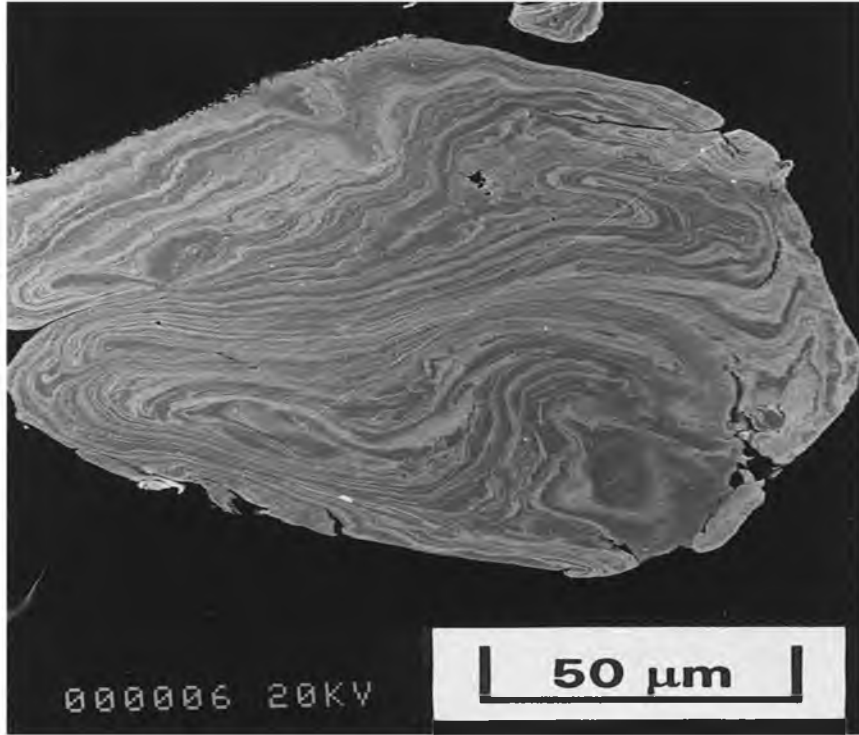
řekil 2.6. ętme zamanı ile parçacık ve tane boyutunun incelmeye. Tane boyutundaki azalma, daha yksek ętme enerjisi, yksek bilye–toz aęırlık oranı ve daha dřk sıcaklık vb. etkenlere baęlı olarak artar (Suryanarayana 2001).

2.5.1 Snek - snek bileřenler (Ductile-ductile components)

Snek-snek bileřenler MA iin en ideal karıřımlardır. Benjamin,bařarılı bir alařımlama elde etmek iin kullanılan bileřenlerin en azından % 15'nin snek olması gerektięini bildirmiřtir (Benjamin 1976). nk alařımlama toz paracıklarının tekrarlı olarak kırılması ve soęuk kaynaklanmasının sonucunda oluřur. Eęer paracıklar snek deęilse soęuk kaynaklanma da meydana gelmez.

İlk olarak Benjamin ve Volin (1974), iki farklı yumuşak bileşen içeren bir sistemdeki alaşımlama mekanizmasını incelemişlerdir. MA ilk safhasında, sünek bileşenler mikro dövme işlemleri neticesinde yassı formda düzleşir. Tozun küçük bir miktarı (genellikle bir veya iki parçacık kalınlığında olan toz) bilyenin üzerine kaynaklanır. Öğütme ortamının toz malzeme ile kaplanması avantajdır, çünkü söz konusu tabaka öğütme ortamının aşırı yıpranmasını önleyerek tozdaki kontaminasyon miktarını azaltır. Öte yandan, heterojen bir ürünün oluşmaması öğütme ortamındaki toz tabakasının kalınlığı için minimum tutulmalıdır (Gilman ve ark. 1983). Bir sonraki safhada, yassılaştan parçacıklar birbirleri arasında soğuk kaynaklama yaparak katmanlı yapılar oluşur. Bu safhada parçacık boyutunda artış gözlenir. Öğütme süresinin artmasıyla parçacıklar sertleşir ve kırılabilirlikleri artar. Sonuç olarak eş eksenli boyutlara parçalanmış parçacıklar daha fazla meydana gelir.

Daha fazla öğütmeyle birlikte, kaynaklanmış tabakalı taneler ile diğer tozlar, düz bir yapıdan daha çok kıvrımlı bir yapı oluştururlar (Şekil 2.7). Bu durum eş eksenli toz parçacıklarının rastgele bir araya gelmesinden kaynaklanmaktadır. Kafes kusurlarının arttığı, difüzyon mesafesinin azaldığı (katmanlar arası mesafe) ve öğütmeden kaynaklanan ısının arttığı bu safhada alaşımlama başlar. Parçacıkların sertlik ve boyutu, kararlı hal işlem safhası diye adlandırılan bu safhada doyma değerine ulaşma eğilimindedir. Daha fazla öğütmeyle birlikte, atomik seviyede katı çözünürlüğün, intermetaliklerin ve hatta amorf fazların oluşmasıyla doğru alaşımlama başlar. Bu safhada, taneler ve tabakalar arası mesafe o kadar küçüktür ki, artık bu yapıları optik mikroskopla görüntülemek mümkün değildir.



Şekil 2.7. Taramalı elektron mikroskopta, bir sünek – sünek bileşim (Ag-Cu) sisteminin öğütülme süresince oluşmuş kıvrık katmanlı yapı resmi gösterilmiştir (Suryanarayana 2001).

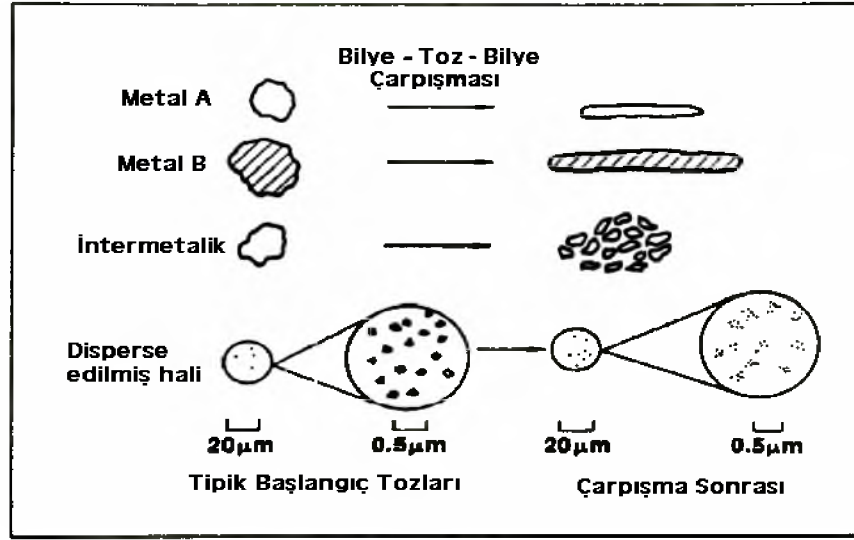
MA işleminin başarılı olup olmadığı, öğütme ortamından çıkarılan toza uygulanan belli analizler neticesinde kolaylıkla anlaşılabilir. Benjamin (1976), mekanik alaşımlanmış Ni-Cr tozunun manyetik özelliklerinin, eritme yöntemiyle üretilen Ni-Cr alaşımına benzer olduğunu ispatlayarak, mekanik alaşımlamanın istenen manyetik özelliklere sahip Ni-Cr tozlarının üretiminde etkin olarak kullanılabileceğini göstermiştir.

Özellikle öğütmenin başlangıç safhalarında, çok çeşitli yapıların oluşması, yapısal inceltmenin istatistiksel bir süreç olduğunu gösterir. Öte yandan, yapısal inceltme hızının, öğütülen malzemenin işlem sertleşmesi hızına ve öğütme işlemine aktırılan mekanik enerjiye doğrudan bağlı olduğu da iyi bilinmektedir (Benjamin 1974).

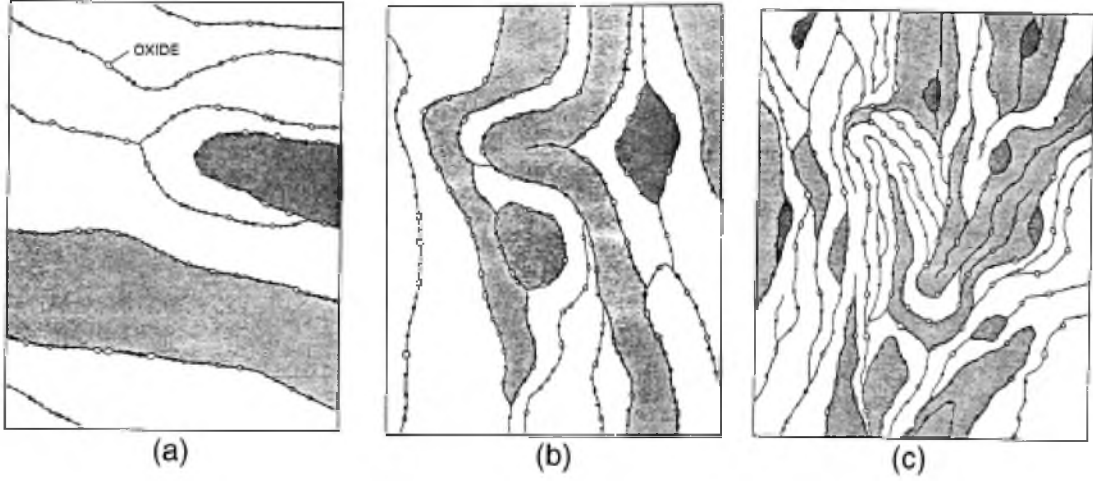
2.5.2 Sünek ve kırılğan bileşenler (Ductile - brittle components)

Geleneksel oksit-dağılımı ile sertleştirilmiş (oxide dispersion strengthened, ODS) alaşımlar, kırılğan parçaların sünek matris içinde dağılmasından dolayı bu kategori içerisine girer. Benjamin (1990) ve diğer araştırmacılar, öğütme esnasında bu

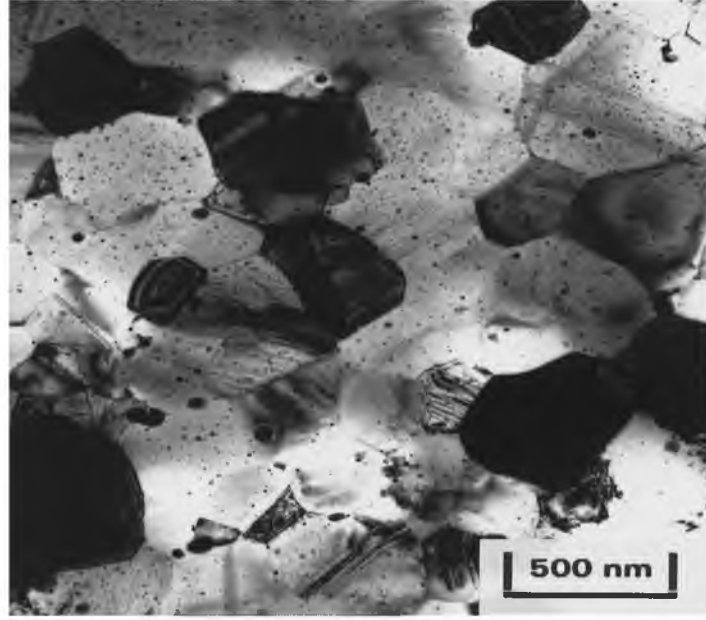
sistemlerde meydana gelen mikro yapı gelişimini ayrıntılı olarak açıklamışlardır (Gilman ve ark. 1983). Öğütmenin ilk safhasında, kırılğan oksit veya intermetalik parçacıklar parçalanırken/ufalanırken yumuşak metal toz parçacıkları bilye-toz-bilye çarpışmalarıyla yassılaşıır (Şekil 2.8). Parçalanmış kırılğan taneler, sünek parçalar arasına hapsolunarak, bu bileşenler tarafından absorbe edilme eğiliminde olurlar. Kırılğan bileşenler, katmanlar arası boşluklar boyunca birbirine yakın olarak yerleşirler (Şekil 2.9 a). Daha fazla öğütlemeyle, sünek toz parçacıkları işlem sertleşmesine maruz kalır, katmanlar kıvrılır ve bunun neticesinde mikro yapı inceler (Şekil 2.9 b). Bu safhada toz içerisindeki her bir parçacığın bileşimi, başlangıçta karıştırılan tozun bileşimine doğru yaklaşır. Öğütmeye devam edildiğinde, eğer kırılğan tozlar, sünek bileşen içerisinde çözünmüyorsa (ODS alaşımlarında olduğu gibi) katmanlar daha fazla inceler, katmanlar arası boşluklar azalır ve kırılğan parçacıklar sünek matris içerisinde homojen olarak dağılır (Şekil 2.9c). Örnek olarak, mekanik olarak öğütölmüş α_2 -titanyum aliminide matrisi içerisinde homojen olarak dağılılan Er_2O_3 parçalarının TEM fotoğrafı Şekil. 2.10'de verilmiştir. Diğer bir taraftan, kırılğan fazlar sünek bileşen içerisinde çözölürse, alaşımlama meydana gelir ve kimyasal bir homojenlik elde edilir. İntermetalik $NiZr_2$ (kırılğan) ile saf Zr (sünek) toz karışımının öğütölmesiyle meydana gelen amorf faz oluşumu bu tip bir sisteme örnektir (Lee ve ark. 1988). Sünek-kırılğan bir sistemde alaşımlamanın meydana gelip gelmediğı, aynı zamanda kırılğan bileşenin sünek matris içerisindeki katı çözölürlük oranına da bağılıdır. Bir bileşim ihmal edilebilir bir katı çözölürlüğüne sahipse, demir-bor sisteminde olduğu gibi, alaşımlamanın meydana gelmesi imkânsızdır. Bu yüzden, sünek-kırılğan bileşimlerin alaşımlanması, sadece kırılğan parçaların kısa-mesafe difüzyonunun kolaylaştırılan ufalanmasına bağılı olmayıp aynı zamanda bu parçaların sünek matris içerisinde çözölünebilme kapasitesine de bağılıdır.



Şekil 2.8. MA kullanılan element başlangıç tozlarının ve deformasyon karakteristiklerinin şematik gösterimi (Suryanarayana 2001).



Şekil 2.9. Sünek -kırılgan tozların bir bileşimini öğütme süresince meydana gelen mikro yapısal değişiklikler. Bu pekiştirilmiş tipik bir oksittir (Suryanarayana 2001).



Şekil 2.10. Mekanik olarak öğütülmüş α_2 titanyum aliminude matrisde, Er_2O_3 'ün dağılımı TEM fotoğrafında gösterilmiştir (Suryanarayana 2001).

2.5.3. Kırılğan-kırılğan bileşenler

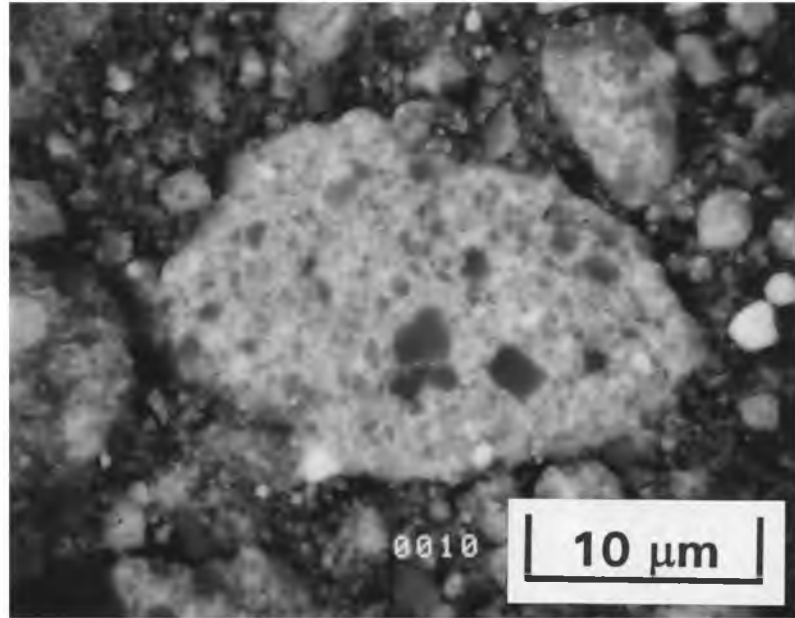
Mantıksal olarak bakıldığında, iki veya daha fazla kırılğan bileşiğin bir araya gelerek bir alaşım meydana getirmesi imkânsızdır. Çünkü sünek bir bileşenin yokluğunda, herhangi bir kaynaklanmanın olması ve dolayısıyla alaşımlamanın oluşması beklenemez. Bununla birlikte, Si-Ge ve Mn-Bi gibi bazı kırılğan-kırılğan sistemlerde alaşımlamanın gerçekleştiği bildirilmiştir (Davis ve ark. 1987; Davis ve ark. 1988). Dahası kırılğan intermetalik karışımlarının öğütülmesiyle amorf faz oluştuğu da gözlemlenmiştir.

Yukarıda belirtildiği gibi, öğütme boyunca kırılğan bileşenler parçalanır ve parçacık boyutu sürekli olarak küçülür. Ancak, tozların boyutu belli bir kritik değere ulaştığında yumuşak bir bileşen gibi davranır. Ufalanma limiti olarak adlandırılan bu durumda, tozları daha küçük boyutlara indirmek artık imkânsız hale gelir (Harris 1967).

Kırılğan-kırılğan bileşen sistemlerinin öğütülmesi süresince, sertliği daha fazla olan bileşen (fazla kırılğan) ufalanır ve daha yumuşak (az kırılğan) olan bileşenlerin içerisine gömülür. Şekil. 2.11'de görüldüğü üzere, daha sert olan silisyum (Si) parçacıkları daha yumuşak olan Ge matrisine gömülmüştür. Her ne kadar, bütün toz

sistemlerinde alaşımlamanın oluşması için difüzyon mekanizmasına ihtiyaç duyulsa da, sıvı nitrojen sıcaklığında Si-Ge gibi kırılğan-kırılğan sistemlerde alaşımlama oluşmazken, diğer kırılğan-sünek ve sünek-sünek sistemlerde çok düşük sıcaklıklarda dahi alaşımlamanın olduğu gözlemlenmiştir. Bu durum, tabakalı geometriye sahip sünek-sünek sistemlerin, kırılğan-kırılğan tanelere nazaran daha kısa difüzyon mesafelerine ihtiyaç duymasıyla ve/veya sünek-sünek sistemlerin aşırı plastik deformasyondan dolayı gelişmiş difüzyon yollarına sahip olmasıyla açıklanabilir.

Kırılğan bileşenlerde, malzeme transferine katkıda bulunan muhtemel mekanizmalar plastik deformasyonla ilgilidir. Öğütme esnasında bileşenlerin plastik deformasyonunu, (a) lokal sıcaklık artışı, (b) kusursuz bölgelerin mikro deformasyonu, (c) yüzey deformasyonu ve/veya (d) hidrostatik zor ile oluşturma mümkündür (Davis ve ark. 1988).



Şekil 2.11. SEM fotoğrafında, 12 saat süresince Si-Ge toz karışımının mekanik olarak alaşımlanmasından sonra sert olan silisyum (Si) parçacıklarının daha yumuşak olan Ge matrisinde gömüldüğü gösterilmiştir (Suryanarayana 2001).

2.6. Alüminyum temelli alaşımlar

Süper alaşımların mekanik alaşımlanmasından elde edilen başarı, dağılım ile mukavemetlendirilmiş (dispersion-strengthened) alüminyum alaşımlarının gelişmesine

yol açmıştır. Mekanik olarak alaşımlanan, dağılım ile mukavemetlendirilmiş alüminyum alaşımlara örnekler Çizelge 2.4’de verilmiştir. Öğütme süresince toz parçacıkların yüzeyinde daima bir alüminyum oksit tabakasının bulunması, alaşımın özelliklerinin geliştirilmesine önemli ölçüde katkıda bulunur. Dahası alüminyum yumuşak bir malzeme olduğundan, öğütme boyunca soğuk kaynaklanmayı minimize etmeye yardımcı olması için karışıma PCA’lar eklenir. Öğütme esnasında, PCA’ların ayrışması ile alüminyum karbitler oluşur. Her iki oksit veya karbit dağılımları yaklaşık olarak 30-50 nm boyutundadır ve bu dağılımlar aşırı inceltilmiş tanecik boyutunu kararlı hale getirir. Bu ise mekanik olarak alaşımlanmış materyallerin mukavemetinin, kırılma tokluğunun, gerilim korozyonu çatlamasına ve yorgunluk çatlak büyümesine karşı dayanıklılığının yaklaşık olarak 50 % oranında artmasını sağlar.

MA kullanılarak son zamanlarda, nanometre veya mikron altı boyutlardaki Al_3Ti intermetalik parçacıkların Al matrisinde (Al_2O_3 ve Al_4C_3 ün eklenen PCA’dan ayrılmasıyla) dağılmasıyla yüksek mukavemetli Al-Ti alaşımları geliştirilmektedir. Benzer yaklaşımlarla diğer sistemlerde de yüksek mukavemetli alaşımlar geliştirilebilir.

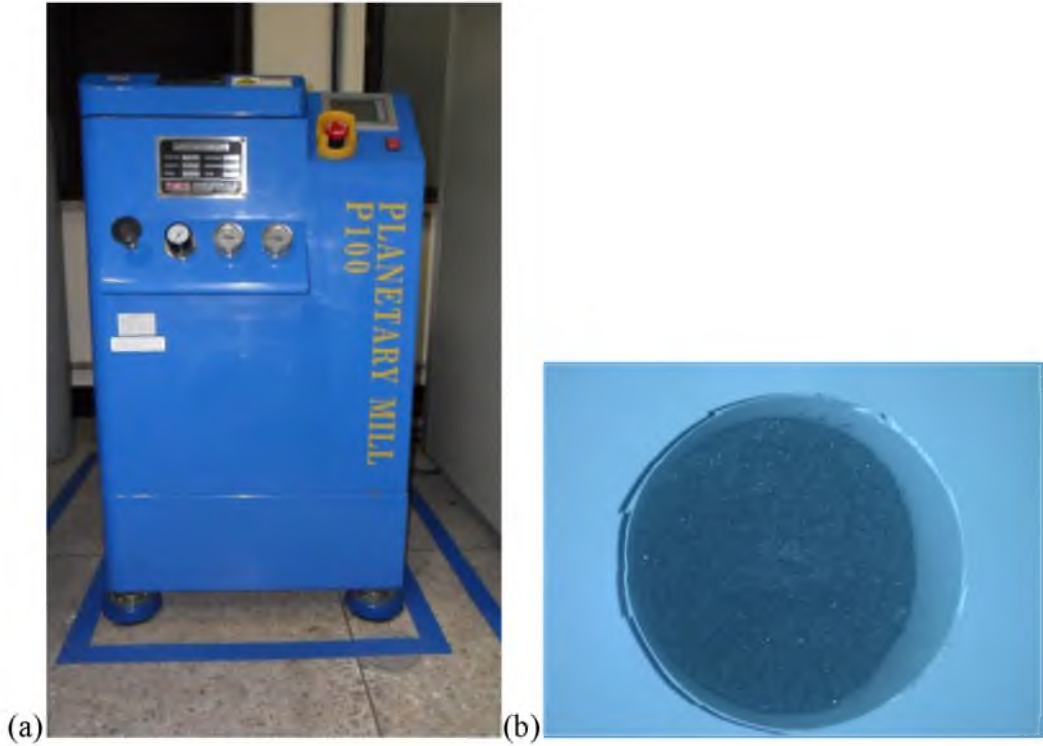
Çizelge 2.4. Mekanik olarak alaşımlanmış dağılım mukavemetli Al-temelli alaşımların nominal kompozisyonu (ağ.%)

Alaşım	Al	Mg	Li	C	O
IncoMAP alaşım AL-9021	Denge	1.5	—	1.1	0.8
IncoMAP alaşımAL-9052	Denge	4.0	—	1.1	0.6
IncoMAP alaşımAL-905XL	Denge	4.0	1.3	1.1	0.6

3. MATERYALVE YÖNTEM

3.1 Numunelerin Üretim

Tez kapsamındaki toz numuneler, yüksek enerjili bilyeli öğütme sisteminde (HEBM, P100) üretilmiştir. Yüksek enerjili bilyeli öğütme (HEBM) sistemi ile öğütülen metalik toz numune örneği Şekil 3.1.'te verilmektedir. Üretimde, paslanmaz çelik hazne (kavanoz) ve bilyeler (0,5 mm çaplı) kullanılmıştır. Öğütme işleminde, bilye:toz oranı 30:1; dönme hızı 800 rpm; dönme süreleri toz numuneler için 10, dk dır.



Şekil 3.1.(a) Yüksek enerjili bilyeli öğütme (HEBM) cihazı, (b) Öğütülen toz numunenin fotoğrafı.

Şekil 3.2.'te öğütme işleminde kullanılan hazne (kavanoz) ve bilyeler ile üretimde kullanılan satın alınmış metalik tozlar görülmektedir. Ayrıca, üretim esnasında numunelerin hazne duvarlarına yapışmasını ve topaklanmaları önlemek için ağ. % 5 oranında stearik asit hazneye eklenmiştir.



Şekil 3.2.Öğütme işleminde kullanılan paslanmaz çelik hazne (kavanoz), bilyeler, metalik tozlar (Al, Si, Fe) ve üretim esnasında yapışmayı önlemen amacıyla katılan stearik asit.

Numunelerin çelik hazneye yerleştirilmesi işlemi, argon atmosferli eldivenli kutuda (glove box) gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.3).



Şekil 3.3.Bilyeli öğütme işleminden önce çelik haznelerin asal ortamda kapatıldığı eldivenli kutunun fotoğrafı.

Toz numuneler sıcak pres cihazında (MTI) hacimsel forma dönüştürülmüşlerdir (Şekil 3.4).



Şekil 3.4. Üretilen örneklerin hacimsel forma getirilmesinde kullanılan sıcak press cihazı.

Presleme işlemi 300 MPa basınç altında gerçekleştirilmiştir. Numuneler maksimum basınç altında 1 saat beklenmiştir.



Şekil 3.5. Hacimsel forma getirilmiş numunelerin fotoğrafı,

3.2. Numunelerin Analizi

Numunelerin sertlik ve mikro yapı analizlerine hazır hale gelebilmeleri için, kalıplama, parlatma ve kimyasal dađlama olmak üzere üç işlemden geçmeleri gerekmektedir. Bu sebeple numuneler, öncelikle epoksi reçinesiyle 3 cm çapında ve 9 mm yüksekliğinde tabletler halinde kalıplanmıştır. Daha sonra Metkon marka otomatik kafalı Forcipol 2V parlatma cihazı ile (Şekil 3.6) çeşitli zımpara ve çuhalar kullanılarak parlatılmıştır. Parlatma işlemlerinde önce sırasıyla 1000, 1200, 2400 ve 4000 mesh'lik zımparalar ve daha sonra 3, 1 ve 0,25 µm boyutlarında elmas süspansiyon sıvılar kullanılmıştır. Her parlatma kademesinden sonra, numune yüzeyinde kalan parçacıkların bir sonraki kademedeki çizici etkisini engellemek için, numuneler bol suyla yıkanmıştır.

Son olarak, numunelerin mikro yapılarının taramalı elektron mikroskobu (SEM) altında iyi bir şekilde görüntülenebilmesi için kimyasal dađlama (chemical etching) işlemleri uygulanmıştır. Kimyasal dađlama işlemlerinde, numunelerin Al matrisinin bir kısmı asit çözeltisi yardımı ile giderilmiştir. Böylece mikro yapı içerisinde silisyum ve intermetalik fazların matristen daha kolay ayırt edilebilir hale gelmeleri sağlanmıştır. Numunelerin dađlanmasında kullanılan asit çözeltisi, Günter Petzow tarafından yazılan “Metallographic Etching” isimli kitaptan Al-Si alaşımlarının dađlanması için önerilen

bileşimde hazırlanmıştır. Hazırlanan asit çözeltisinin bileşimi 75 ml Hidroklorik asit (HCl), 25 ml Nitrik asit (HNO₃), 5 ml Hidroflorik asit (HF) ve 50 ml damıtılmış su şeklindedir. Söz konusu kitapta (Petzow G.), asit karışımına 25 ml damıtılmış suyun eklenmesi önerilmektedir. Ancak, tez kapsamındaki numuneler için 50 ml damıtılmış suyun daha uygun olduğu denenerek tespit edilmiştir. SEM ölçümleri için numunelerin 20 s dağlanmaları gerekmiştir.



Şekil 3.6. Numunelerin parlatma işlemlerinde kullanılan otomatik kafalı parlatma cihazı.

Tez kapsamında üretilen numuneler, mikroyapılarının daha net ve düzgün görülebilmesi, mevcut fazlar ve bu fazların mikroyapı içerisindeki dağılımlarını belirleyebilmek için optik mikroskoptan daha yüksek çözünürlüğe ve odak derinliğine sahip olan SEM ile incelenmiştir. Bu mikroyapı analizlerine yönelik incelemeler Bülent Ecevit Üniversitesi'nde yapılmış olup, SEM fotoğrafları, SEM QUANTA FEG 450 model Taramalı Elektron Mikroskobuyla 20 kV potansiyeli altında alınmıştır (Şekil 3.7).



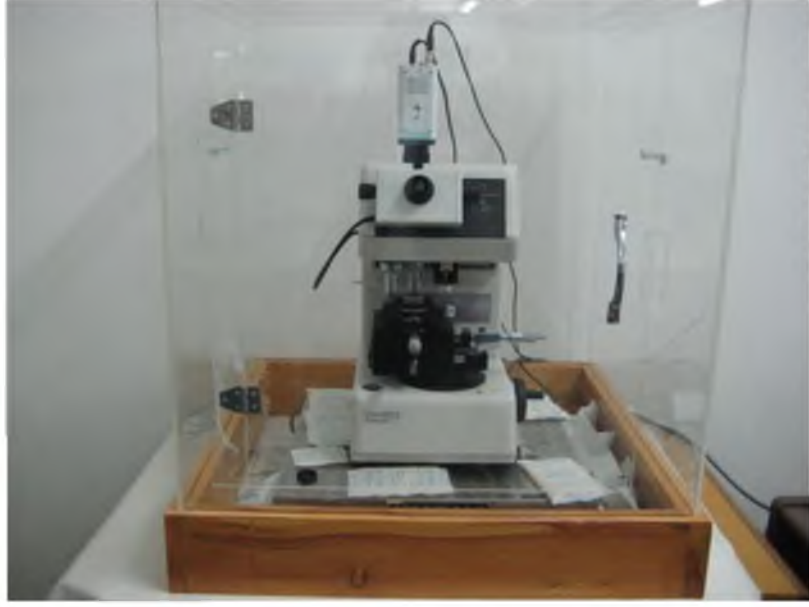
Şekil 3.7. SEM analizlerinde kullanılan cihazın fotoğrafı.

Tez kapsamında üretilen toz alaşımların XRD analizleri Bülent Ecevit Üniversitesi'nde yapılmıştır. Kırınım desenleri, XRD EMPERİANS marka XRD cihazıyla, 40 kV ve 30 mA akım ve monokromatik $\text{CuK}\alpha$ radyasyonu ($\lambda=0.154$ nm) altında elde edilmiştir. Numuneler, oda sıcaklığında $20\text{--}90^\circ$ aralığında 0.5 adım derece/s hızında taranmıştır.

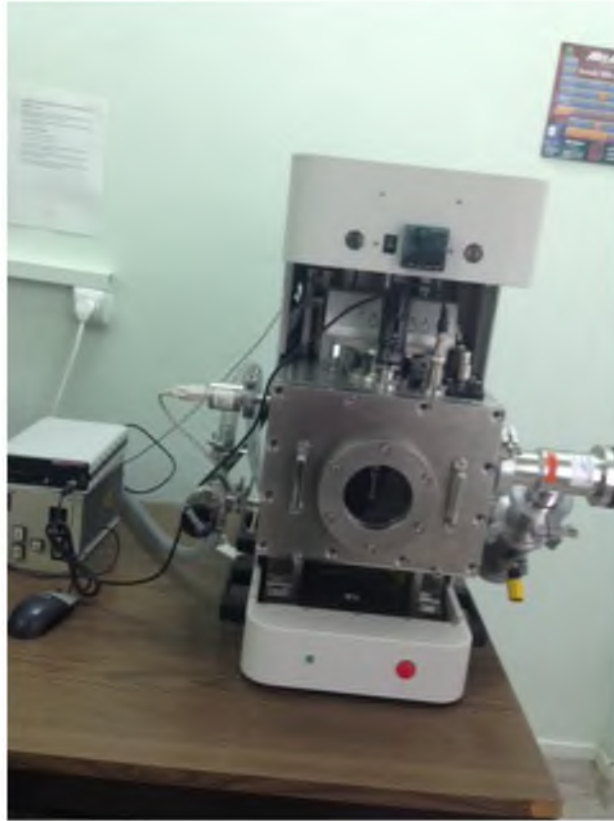


Şekil 3.8. X-ışını kırınımı analizlerinde kullanılan cihazın fotoğrafı.

Numunelerin mekanik analizleri, dinamik mikro sertlik cihazı (Shimadzu, DUH-W201S) kullanılarak yapılmıştır (Şekil 3.9). Testler, yükleme-boşaltma (*load-unload*) modunda ve 23,5 mN/s'lik sabit yükleme hızında gerçekleştirilmiştir. Sabit olarak seçilen 1000 mN'luk maksimum yükleme altında her bir numune için 5 farklı sertlik ve elastik modülü hesaplanmış ve elde edilen değerlerin ortalamaları alınmıştır. Preslenerek pelet formuna getirilen alaşımların yüksek sıcaklık çentik testleri Bruker yüksek sıcaklık mikroçentik cihazında gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.10). Analiz öncesi, cihaz haznesi mekanik ve turbo moleküler vakum cihazları ile vakumlanmıştır. Analizlerde kullanılan yük sensörü 1 mN, derinlik sensörü ise 0,025 μm hassasiyete sahiptir. Analizler, 25, 100, 200, 300 ve 400 $^{\circ}\text{C}$ sıcaklıklarda ve 2000 mN'luk test yükünde gerçekleştirilmiştir. Her bir sıcaklıkta en az 5 ölçüm yapılarak, sonuçların ortalamaları alınmıştır.



Şekil 3.9. Mekanik karakterizasyonda kullanılan dinamik mikro sertlik cihazının fotoğrafı.

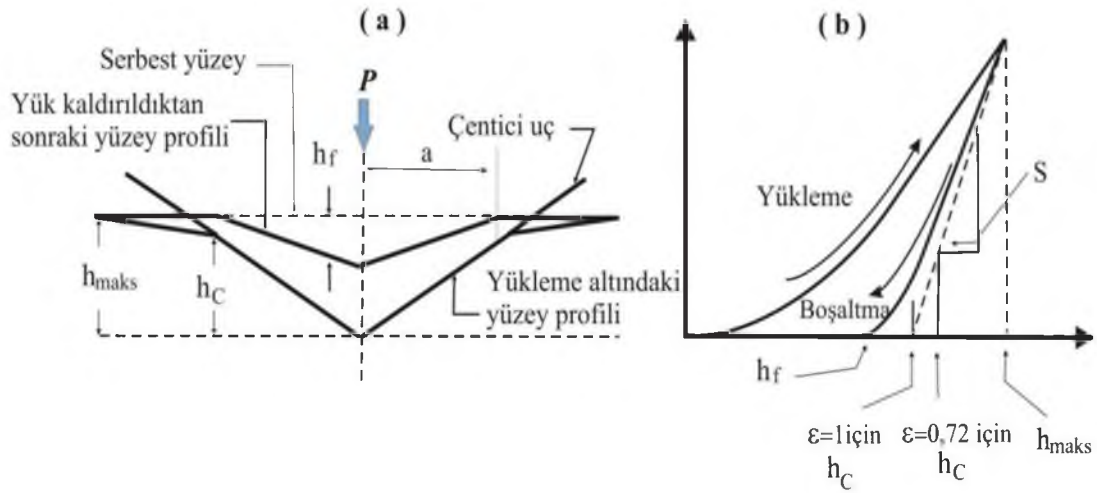


Şekil 3.10. Yüksek sıcaklık çentme cihazının fotoğrafı.

3.3 Mikro sertlik Deneylerinin Analizinde Kullanılan Teorik Yaklaşımlar

➤ Yükleme-Boşaltma (Load-Unload) Testi

Şekil 3.11’de, derinlik duyarlı (dinamik) mikro sertlik testlerinde (çentik testi) yüzeyde oluşan deformasyon ve yükleme-boşaltma testinden elde edilen tipik bir yük-yer değiştirme ($P-h$) eğrisi verilmiştir. Şekil 3.11b’de verilen $P-h$ eğrisinden, başta sertlik ve elastik modülü olmak üzere, incelenen numuneye ait pek çok mekanik özellik hakkında bilgi edinmek mümkündür.



Şekil 3.11.(a) Ucun numune yüzeyinde oluşturduğu deformasyon **(b)** Deformasyona bağlı olarak yükleme-boşaltma testinden elde edilen tipik bir $P-h$ eğrisi şeması.

Burada h_{maks} ; maksimum derinliği, h_{min} ; minimum derinliği, h_c ; kontak derinliğini, S ; kontak katılığını ve ϵ ; geometrik faktörü göstermektedir.

$P-h$ eğrisinin analizinde literatürde çoğu araştırmacı tarafından kabul görmüş olan Oliver ve Pharr yöntemi kullanılmıştır. Oliver ve Pharr (1992), Sneddon (1965)’un çalışması ışığında, malzemede çentik testi esnasında meydana gelen elastik geri kazanım ve işlem sertleşmesini de (work hardening) dikkate alarak bir analiz metodu geliştirmiştir. Bu metotta, çentici ucun batması ve kaldırılması esnasında numune yüzeyinde meydana gelen deformasyon Şekil 3.11’de şematik olarak gösterilen çizimdeki gibi gerçekleştiği kabul edilir. Şekildeki h_c , yüklemeye altındaki kontak derinliğidir. Yüzeyin elastik yer değiştirmesinin (h_s), maksimum derinlikten çıkarılmasıyla kontak derinliği elde edilir (bkz. Şekil 3.11b).

$$h_c = h_{maks} - h_s \quad (1)$$

Şekil 3.11b'de görüldüğü gibi maksimum yükleme altında, yük P_{maks} , maksimum yer değiştirme h_{maks} , uç-numune arasındaki kontak alanının yarıçapı ise a 'dır. Yükün tamamen geri kaldırılmasından sonra, numunenin elastik geri kazanımından dolayı geride kalan izin derinliği ise son derinlik; h_f 'dir.

Gerçek çenticlelerin tamamıyla katı (rijit) olmayışı $P-h$ eğrilerini etkilemektedir. Tabor (1948) ve Stillwell ve Tabor (1961)'un gözlemlerine göre, rijit olmayan bir uç, numunenin ve ucun elastik modüllerini birleştirerek açıklanabilir. Böylece indirgenmiş elastik modülü (E_r);

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu_\zeta)}{E_\zeta} + \frac{(1-\nu_n)}{E_n} \quad (2)$$

şeklinde hesaplanır. Burada, E_ζ ve ν_ζ çenticiye, E_n ve ν_n ise numuneye ait Young's modülü ve Poisson oranıdır.

Sneddon (1965) tarafından, kontak katılığı (S), şekli belli, rijit bir çentici ile homojen izotropik bir yarı-boşluk (half-space) arasındaki kontak için aşağıdaki gibi tanımlanmıştır.

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad (3)$$

Burada, A_c , uç-numune arasındaki kontak alanıdır ve $A_c = \pi a^2$ şeklinde ifade edilebilir. Pharr ve ark. (1992), Eşitlik 3'ün farklı geometrili çenticiilere uygulanabileceğini göstermiştir. King (1987), Vickers, Berkovich ve Küp köşeli çentimler için bir β faktörü ekleyerek bu denklemi genelleştirmiştir. Sonlu elemanlar analizinden Berkovich ve Küp köşeli çentimler için β faktörü 1,034 olarak hesaplanmıştır. Buna göre Eşitlik 3 tekrar düzenlenerek E_r ifadesi,

$$E_r = \beta \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (4)$$

S , Şekil 3.11b’de şematik olarak gösterildiği gibi boşaltma eğrisinin eğiminden elde edilebilir. Bununla beraber, Oliver ve Pharr (1992) bu yolla S ’yi elde etmenin sürünme etkilerine bağlı olabileceğini ve boşaltma eğrisinin ne kadarlık kısmının kullanılacağını bulmuşlardır. Sneddon (1965)’un elastik deformasyonlar için bulduğu üs yasasına (power law) benzer şekilde, bu denklemin boşaltma eğrisine fit edilebileceğini ortaya koymuşlardır.

$$P = \alpha(h - h_f)^m \quad (5)$$

α ve m fit parametreleri, h_f ise boşaltmadan sonra geride kalan izin derinliğidir. Böylece S , Eşitlik 5’in maksimum girme derinliğinde türevi alınarak hesaplanır.

$$S = \frac{dP}{dh}(h = h_{maks}) = m\alpha(h_{maks} - h_f)^{m-1} \quad (6)$$

Eşitlik 5’e göre, tamamıyla elastik çentmeler için Sneddon,

$$\frac{dP}{P} = m \frac{dh}{h} \quad (7)$$

denklemini türetmiştir. Böylece çentik derinliği aşağıdaki gibi yazılabilir.

$$h = m \frac{P}{S} \quad (8)$$

Kontak alanı A_c ’nin, h_c ’nin fonksiyonu olarak ifade edilebileceği gösterilmiştir (Pethica ve ark., 1983; Oliver ve ark., 1986; Oliver ve Pharr, 1992).

$$A_c = f(h_c) \quad (9)$$

f fonksiyonu çentici geometrisine bağlıdır ve E_r ’si bilinen bir malzemeye çeşitli yükler altında çentik deneyleri yapılarak bulunur. Kontak derinliği h_c ’yi hesaplamak için Eşitlik 1 kullanılır. Bu denklemdaki h_{maks} değeri direkt olarak $P-h$ eğrisinden elde

edilebilir. Elastik geri kazanım çentici geometrisine bağlıdır. Var olan bir çentiğe Sneddon (1965) eşitliği uygulanırsa (Eşitlik 7), h_s ;

$$h_s = \varepsilon \frac{P}{S} \quad (10)$$

olarak bulunur. ε çentici şekline bağlı bir sabittir. Çeşitli çenticiler için ε değerleri Çizelge 3.1’de verilmektedir.

Çizelge 3.1. Yaygın olarak kullanılan çenticiler için geometrik sabit (ε)

Çentici tipi	ε	
Silindirik	1.0	1.0000
Konik	2.0	0.7268
Küresel	1.5	0.7500
Parabolit	1.5	0.7500

Eğer boşaltma işleminin başlangıcında tamamıyla elastik geri kazanım mevcutsa, h_c , Eşitlik 10’un Eşitlik 1’de yerine yazılmasıyla elde edilen denklemlerle hesaplanabilir.

$$h_c = h_{maks} - \varepsilon \frac{P_{maks}}{S} \quad (11)$$

Alan fonksiyonu $f(h_c)$ ’nin uygun olarak belirlenmesi şartıyla, kontak alanı A_c , elde edilen h_c ’nin Eşitlik 11’de yerine yazılmasıyla bulunur. Eşitlik 6’dan elde edilen S ve h_{maks} yer değiştirme değerini kullanarak Eşitlik 4’ten numunenin E_r ’si hesaplanır. H ise, P_{maks} ’ın uç-numune arasındaki izdüşüm kontak alanına (A_c) bölünmesiyle elde edilir.

$$H = \frac{P_{maks}}{A_c} \quad (12)$$

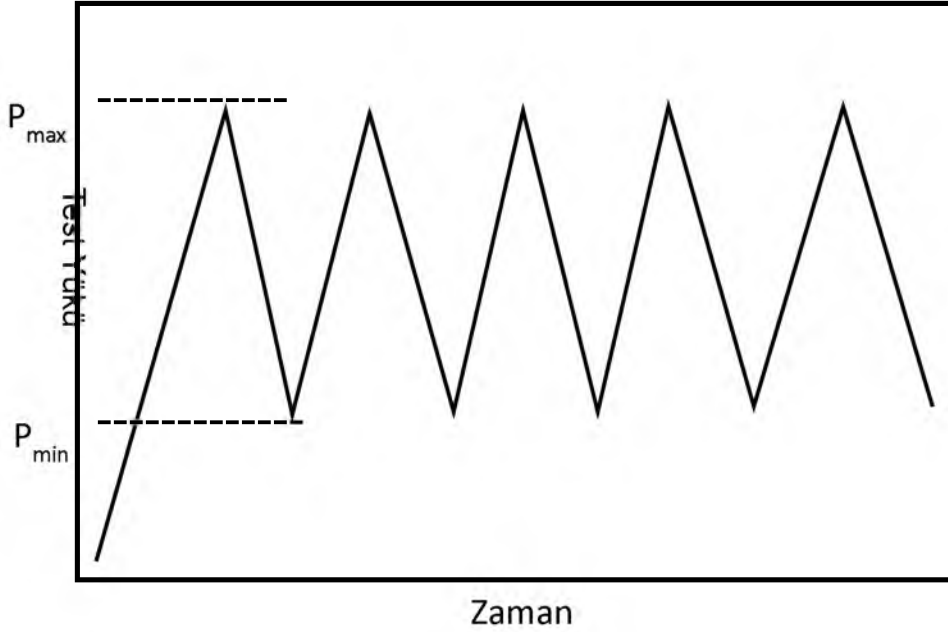
➤ Çevrim (Cycle) Testi

Çevrim testinde, çentici uç belli bir maksimum ve minimum yük değerleri için sürekli olarak numune yüzeyine girer ve çıkar. Şematik olarak çevrim testinde zamana

bağlı olarak yükleme işlemi Şekil 3.12’de gösterilmektedir. Her bir çevrimde kaybolan enerji kolaylıkla hesaplanabilir. Bu kaybolan enerji malzemenin darbeyi sönümleme (damping) özelliği hakkında önemli bilgiler vermektedir. Ayrıca bu testle ile malzemenin darbe sönümleme özelliğiyle doğrudan ilişkili olan iç sürtünme katsayısı hesabı da yapılabilmektedir (Uzun ve ark. 2010; Nagy ve ark. 2004). Her bir çevrim esnasında bir miktar enerji kayıp olur. Bu enerji kaybının nedeni iç sürtünme olup (internal friction, IF), aşağıdaki şekilde ifade edilebilir;

$$IF = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta W}{W} \quad (13)$$

Burada ΔW tek bir çevrimde kaybolan enerji, W ise dış kuvvetin toplam elastik enerjisidir.



Şekil 3.12.Çevrim testinde yükün-zamana bağlı değişimin şematik gösterimi.

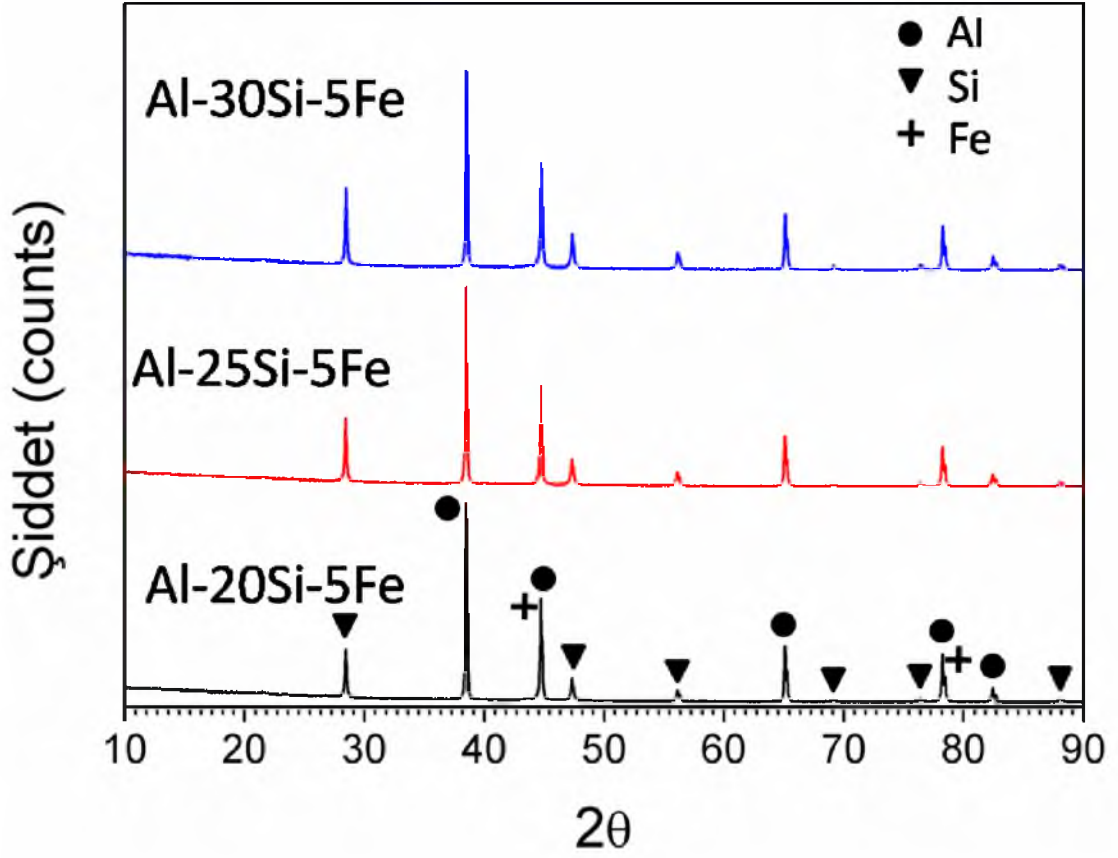
4. BULGULAR ve TARTIŞMA

Tez kapsamında, farklı Si miktarlarına sahip Al-ağ.%(20, 25, 30)Si-ağ.%5Fe tozları HEBM yöntemiyle başarılı bir şekilde üretilmiştir. Daha sonra, toz numuneler sıcak presleme yöntemiyle külçe formuna getirilmiştir. Üretilen tozların mikroyapı, kristal yapı ve mekanik özellikleri SEM, XRD ve nano-çentik cihazları ile analiz edilerek, Si miktarının söz konusu özelliklere etkileri araştırılmıştır. Ayrıca, XRD kırınım desenleri Ritveld yöntemiyle analiz edilerek, toz numunelerin içerdiği elementler kantitatif olarak belirlenmeye çalışılmıştır. Ayrıca, tozların bir kısmı soğuk presleme yöntemiyle külçe formuna getirilerek, literatürde ilk olarak eş-zamanlı sinterleme-sertlik testi yapılmıştır.

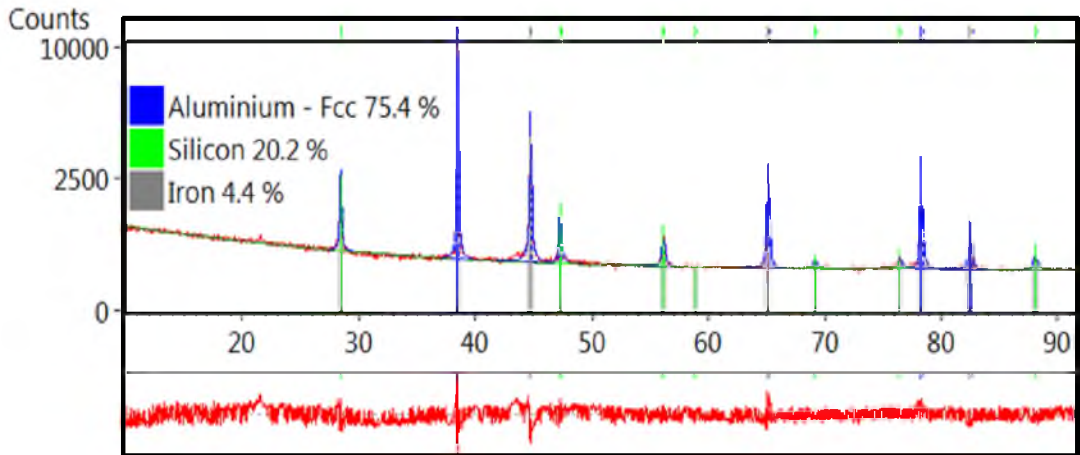
4.1. X-ışını Kırınım Analizleri

Tozlara ait X-ışını kırınım desenleri Şekil 4.1'de verilmektedir. Kırınım desenleri Al ve Si fazlarına ait pikler açık olarak tespit edilmiştir. Fe elementine ait $2\theta = 44.6$ ve 82.3° pikler Al'ye ait aynı derecelerde görülen pikler ($2\theta = 44.7$ ve 82.5°) ile üst üste bindiğinden grafiklerde gözlenememektedir. Bunun dışında, herhangi bir metaller arası bileşiğe rastlanmamıştır. Si'a ait $2\theta = 28.4^\circ$ 'deki pik şiddeti numunelerde Si miktarının artmasına bağlı olarak bir artış sergilemektedir.

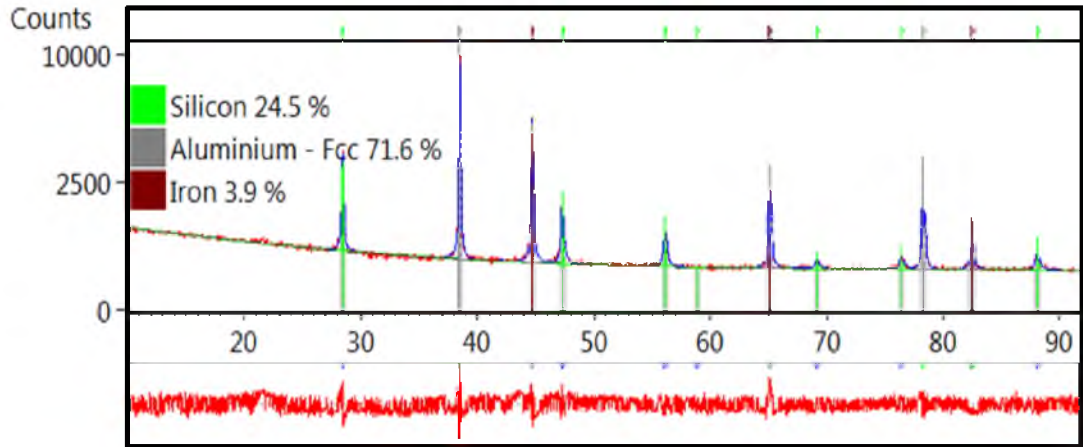
Alaşımın Ritveld metoduyla yapılan analizleri Şekil 4.2-4'de verilmektedir. Ritveld analizleri X'Pert High Score Plus programı ile gerçekleştirilmiştir. Ritveld analizi ile arıtılan parametreler ve arıtma değerleri Çizelge 4.1'de listelenmiştir. Şekil 4.2-4'deki fark grafikleri incelendiğinde, gözlenen ve hesaplanan değerlerin birbiriyle uyum içinde olduğu görülmektedir. Çizelge 4.1'de alaşımlardaki elementlerin başlangıç miktarları ve Ritveld metoduyla hesaplanan miktarlarının uyum içinde olduğu görülmektedir.



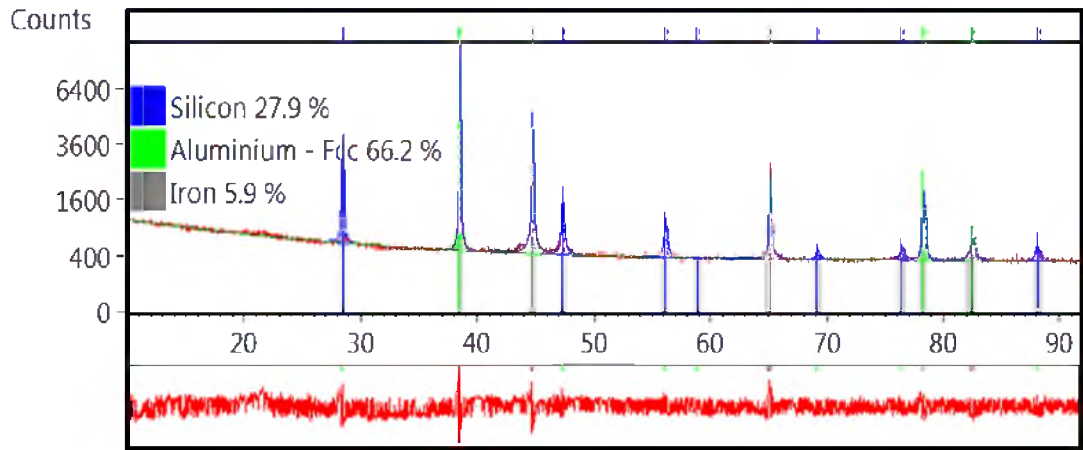
Şekil 4.1. Farklı silisyum miktarları içeren Al-xSi-5Fe (x=20, 25 ve 30) alaşımının X-ışını kırınım desenleri.



Şekil 4.2. Al-20Si-5Fe alaşımının Ritveld analizi.



Şekil 4.3. Al-25Si-5Fe alaşıımının Ritveld analizi.



Şekil 4.4. Al-30Si-5Fe alaşıımının Ritveld analizi.

Çizelge 4.1. Ritveld analizlerinde arıtılan parametreler ve elde edilen sonuçlar

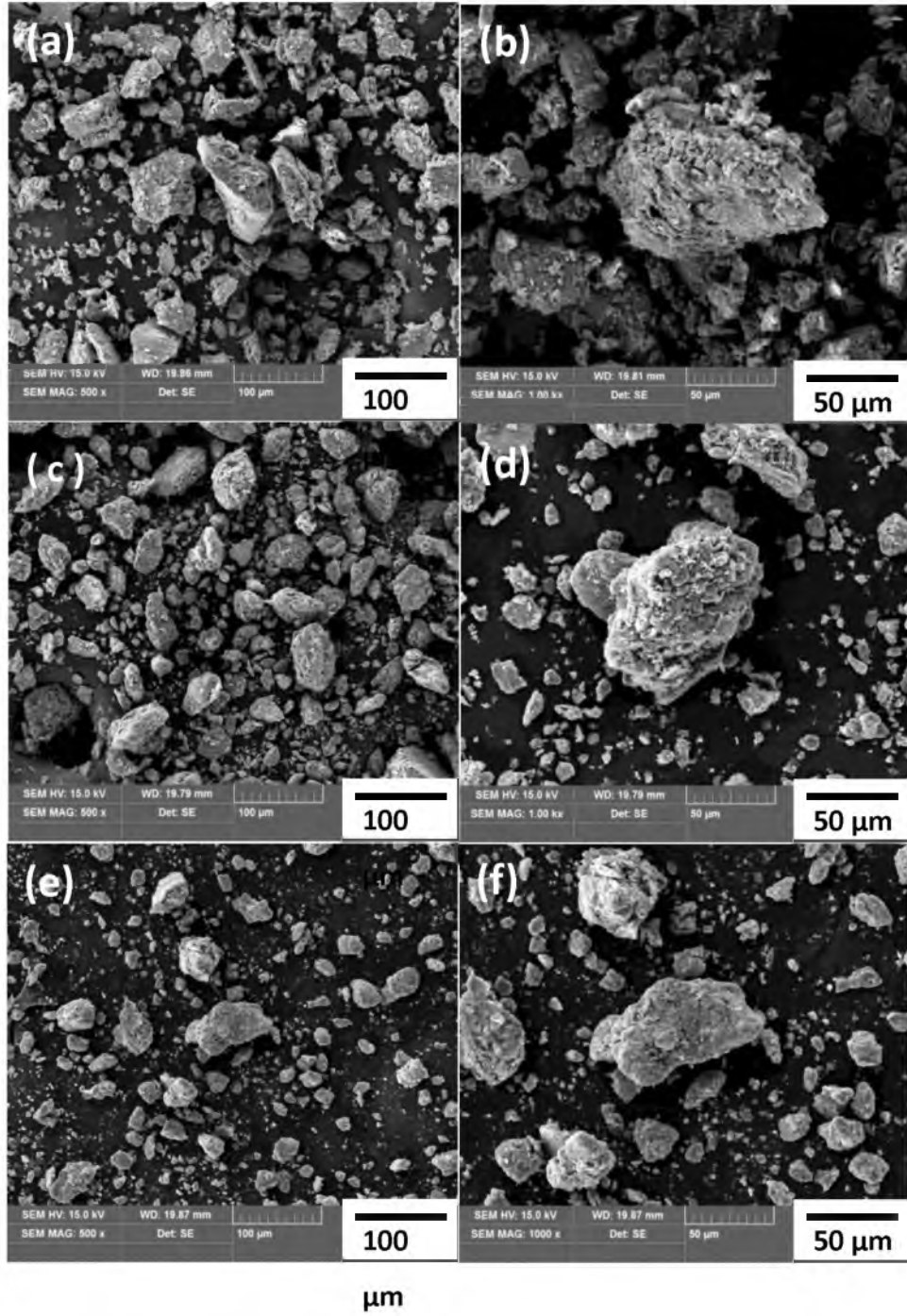
Arıtılan parametreler	Birim	Sonuçlar								
		Al-20 Si-5Fe			Al-25 Si-5Fe			Al-30Si-5Fe		
Zero Shift	2 θ	-0,00459			-0,01578			0,0203		
Wavelength	Å	1,540			1,540			1,540		
Flat Background	-	309,345			316,416			396,755		
Coefficient-1	-	-168,039			-193,994			-177,920		
Coefficient-2	-	256,147			285,699			258,775		
Coefficient-3	-	-231,316			-214,389			-205,033		
Coefficient-4	-	79,478			53,878			52,933		
1/X Background	-	-85,489			-48,946			33,001		
		Al	Si	Fe	Al	Si	Fe	Al	Si	Fe
Prof. Orientation	-	0,965	1,009	0,695	0,992	0,993	0,685	0,967	0,992	0,685
a	Å	4,049	5,431	2,866	4,049	5,431	2,86	4,049	5,431	2,86
b	Å	4,049	5,431	2,866	4,049	5,431	2,86	4,049	5,431	2,86
c	Å	4,049	5,431	2,866	4,049	5,431	2,86	4,049	5,431	2,86
U Left	-	0,047	-0,061	0,731	0,0078	-0,051	0,0223	0,017	-0,051	-0,380
V Left	-	-0,039	0,099	-1,00	0,0130	0,133	0,0709	-0,0016	0,133	0,445
W Left	-	0,020	-0,0041	0,399	0,0058	-0,016	0,0347	0,0088	-0,016	0,137
Asymmetry (R)	-	0,079	0,111	0,128	0,1406	0,088	0,1602	0,1175	0,088	0,063
Peak Shape 1 Left	-	0,932	0,786	1,100	0,8597	1,100	1,0249	1,0459	1,100	1,100
Peak Shape 2Left	-	-0,007	0,006	0,003	-0,0026	0,0006	-0,0069	-0,0084	0,0006	0,003
Peak Shape 3 Left	-	0,000086	0,00004	-0,000048	0,000037	0,00036	0,00011	0,000085	0,00036	-0,00002

4.2 Mikroyapı Analizleri

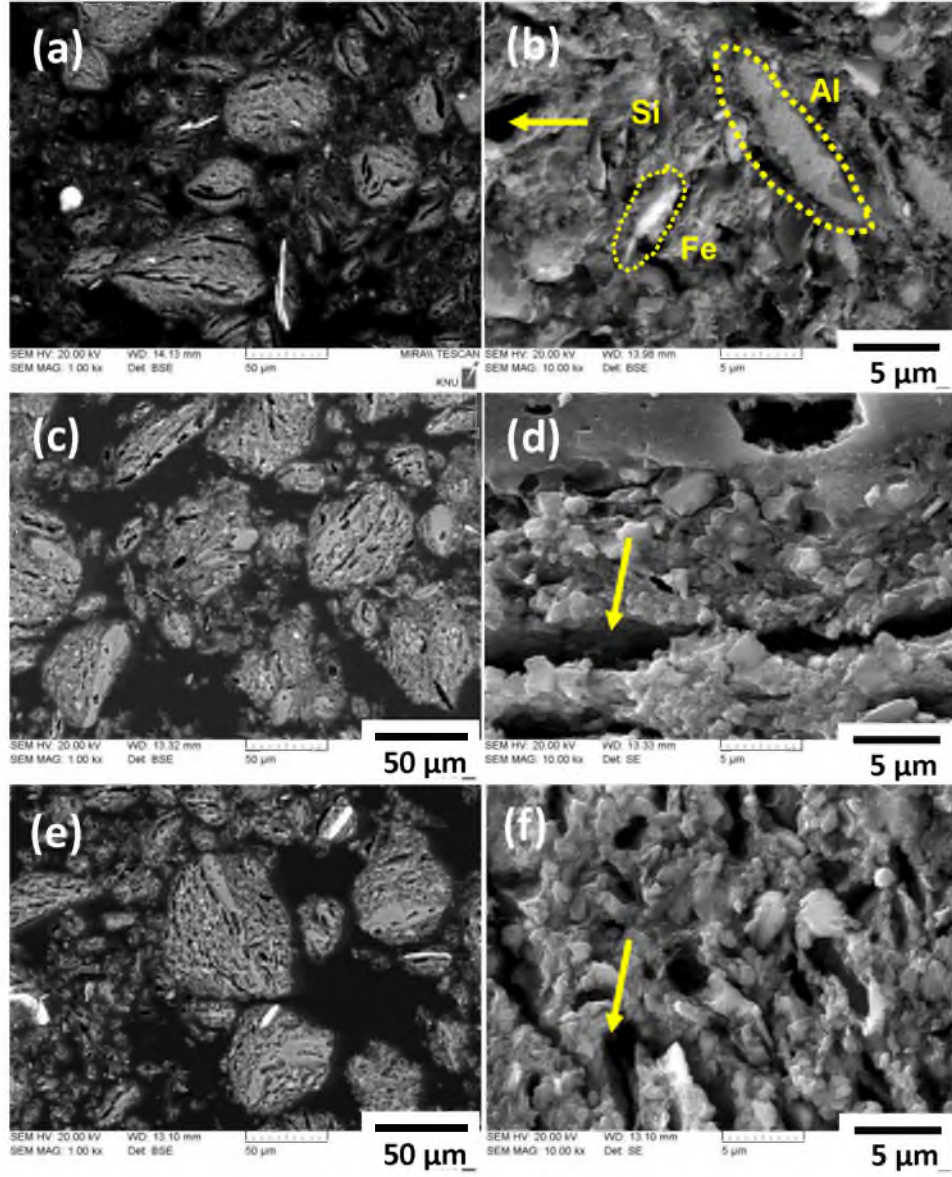
Şekil 4.5’de HEBM yöntemiyle üretilen Al-(20, 25, 30)Si-5Fe numunelerin SEM fotoğrafları verilmektedir. Şekil 4.5 incelendiğinde, Si miktarı arttıkça tane boyutunun azaldığı görülmektedir. Bunun yanında parçacık boyutu dağılımının Si miktarının artmasıyla birlikte daha dar bir aralıkta değiştiği görülmektedir. Oldukça sert ve keskin kenarlı olan Si tozları, öğütme esnasında Al tanelerinin daha etkin bir şekilde parçalanmasına sebep olmaktadır. Bu nedenle Si miktarındaki artış malzemenin tane boyutunda azalmaya sebep olmuştur. Lu ve ark. (2003), Mg₂Si ile güçlendirilen Mg-esaslı kompozit malzemelerde, Si miktarı arttıkça tozların tane boyutunda incelleme saptamışlardır. Bu durumu, sert Si parçacıklarının, sünek olan Mg'nin deformasyonunu artırmasıyla açıklamışlardır.

Şekil 4.6’da Al-(20, 25, 30)Si-5Fe tozlarının kesit morfolojileri verilmiştir. Tozlar, tipik bir sünek-kırılgan malzeme morfolojisine sahiptir. Literatürden bilindiği üzere sünek-kırılgan tozlar, tabakalı bir morfolojiye sahiptir (Suryanarayana 2001). Yassılaştıran Al tabakaları arasına giren ince Si ve Fe taneleri Al-Si-Fe kümelerini oluşturmaktadır. Burada bir hususu belirtmekte yarar görülmektedir. Şekil 4.6’da tozların içerisinde görülen ve ok işareti ile gösterilen boşluklar üretimden kaynaklanan boşluklar (poroziteler) olmayıp, dağıtma esnasında çözünen Al’ların geride bıraktığı boşluklardır.

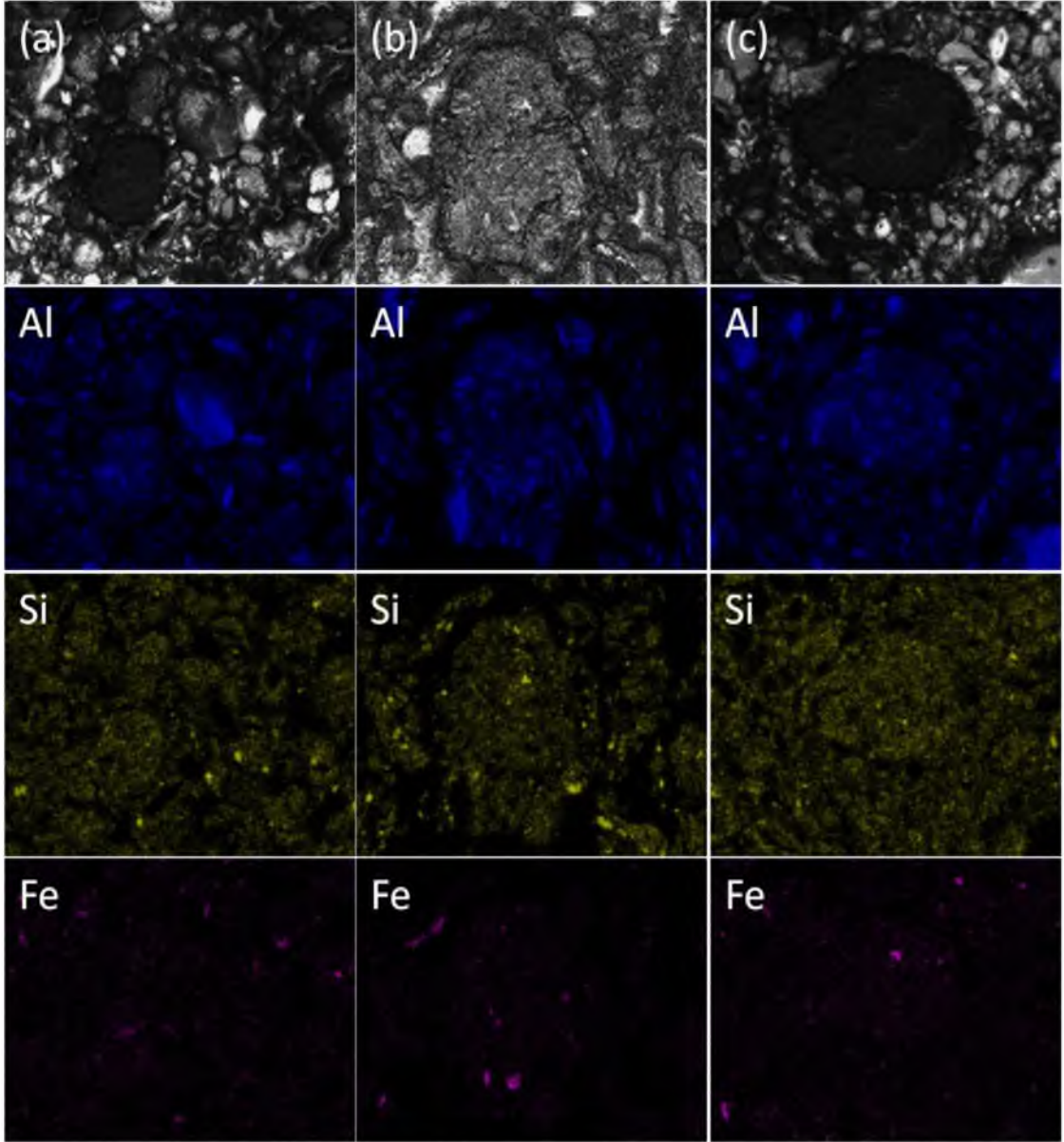
Şekil 4.7’de tozların kesit morfolojileri SEM haritalama yöntemiyle incelenmiştir. Şekilden görüldüğü üzere Al, Si ve Fe elementlerinin tane boyutları Si miktarı arttıkça önemli oranda incelenmiştir. Bunun yanında Si miktarındaki artış alaşım içerisindeki ikincil fazlar olan Si ve Fe fazlarının daha homojen dağılımına sebep olmuştur. Lu ve ark. (2003), Mg₂Si ile güçlendirilen Mg-esaslı kompozit malzemelerde, Si miktarı arttıkça tozların tane boyutunda incelleme saptamışlardır. Bu durumu, sert Si parçacıklarının, sünek olan Mg'nin deformasyonunu artırmasıyla açıklamışlardır.



Şekil 4.5. HEBM yöntemiyle üretilen Al-(20, 25, 30)Si-5Fe alaşımlarında silisyum miktarının tane boyutu ve morfolojisi üzerine etkisi. Her kompozisyon için iki farklı büyütmede (500x ve 1000x) görüntü alınmıştır. (a) ve (b) Al-20Si-5Fe (c) ve (d) Al-25Si-5Fe (e) ve (f) Al-30Si-5Fe.

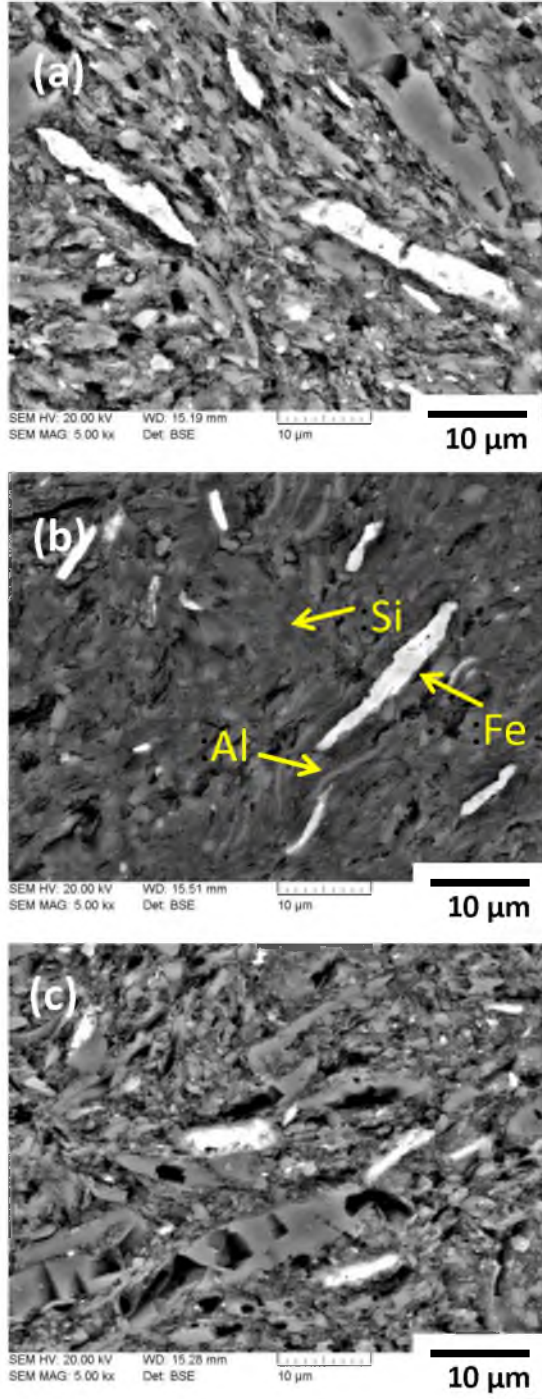


Şekil 4.6. HEBM yöntemiyle üretilen Al-(20, 25, 30)Si-5Fe alaşımlarının kesit morfolojileri. Her kompozisyon için iki farklı büyütmede (1000x ve 10000x) görüntü alınmıştır. (a) ve (b) Al-20Si-5Fe (c) ve (d) Al-25Si-5Fe (e) ve (f) Al-30Si-5Fe. (Dönme hızı: 800 rpm, Top/numune oranı: 30/1).



Şekil 4.7 HEBM yöntemiyle üretilen Al-(20, 25, 30)Si-5Fe alaşımlarının kesit morfolojilerinin renkli haritalama fotoğrafları. (a) Al-20Si-5Fe (b) Al-25Si-5Fe (c) Al-30Si-5Fe. (Büyütme oranı: 1000x).

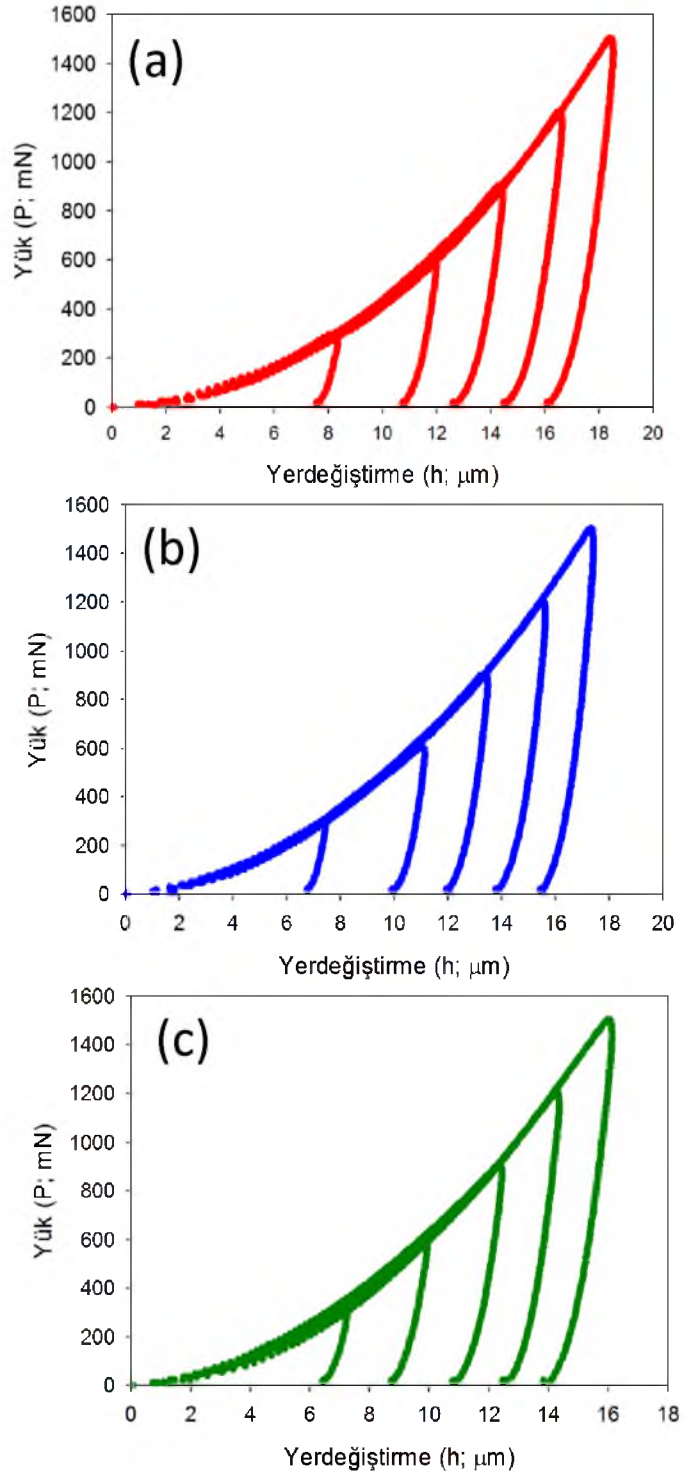
Şekil 4.8’de hacimsel forma getirilen Al-(20, 25, 30)Si-5Fe numunelerin geri yansıyan elektron (BSE) modunda alınan SEM görüntüleri verilmektedir. Si miktarı arttıkça özellikle Fe ve Al fazlarının tane boyutlarında azalma görülmektedir. Mikro yapılar homojen bir özellik göstermekle birlikte, Fe fazı nispeten heterojen bir dağılım göstermiştir.



Şekil 4.8. Hacimsel forma getirilmiş Al-(20, 25, 30)Si-5Fe numunelerinin BSE modunda alınan SEM görüntüleri (a) 20Si, (b) 25Si ve (c) 30Si. (Büyütme oranı: 500x).

Şekil 4.9'da, numune yüzeylerinin farklı bölgelerinden elde edilen $P-h$ eğrileri verilmektedir. Her bir numune için farklı yüklerde alınan eğrilerin üst üste bindiği görülmektedir. $P-h$ eğrilerinin üst üste binmesi malzemelerin mikro yapılarının homojen olmasının bir göstergesi olarak bilinmektedir (Kölemen 2006). Buna göre, numunelerin mikro yapılarının homojen olduğu söylenebilir.

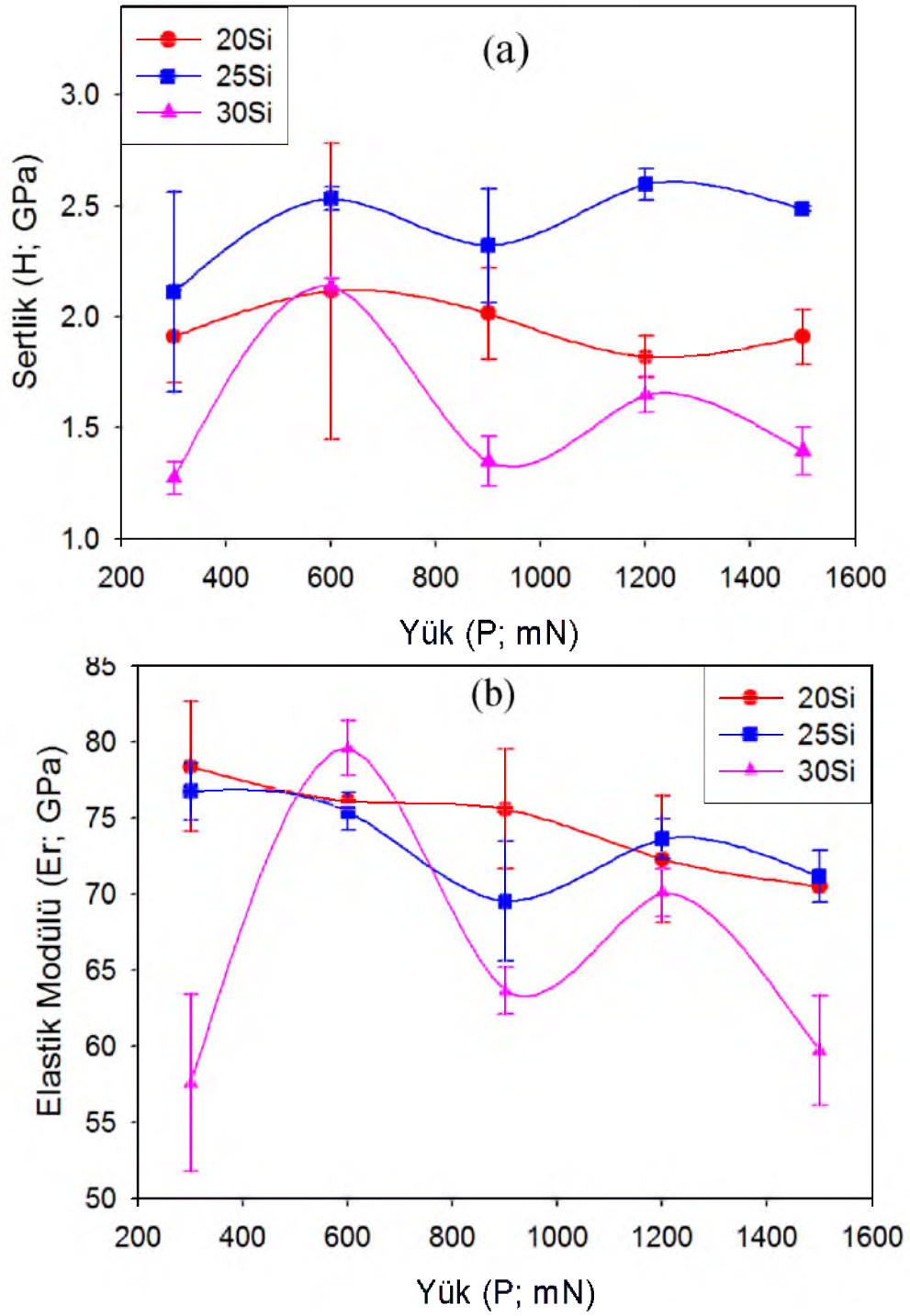
Şekil 4.9'da verilen $P-h$ eğrileri, Oliver ve Pharr yaklaşımıyla analiz edilerek, numunelere ait sertlik (H) ve indirgenmiş elastik modülü (E_r) değerleri hesaplanmıştır (Çizelge 4.2). Elde edilen değerlerin yüke bağlı değişimleri Şekil 4.10'da verilmektedir. Grafikler birlikte değerlendirildiğinde, özellikle 25Si ve 30Si numunelerin H ve E_r değerlerinde, artan yükle birlikte belirgin bir dalgalanmanın olduğu görülmektedir. Öte yandan 20Si numunesinde söz konusu dalgalanmanın nispeten daha az olduğu görülmektedir. 25Si numunesinin sertlik değerlerinin, 20Si numunesine kıyasla daha yüksek olduğu bulunmuştur. Bu durum 25Si numunesinde sert Si miktarının daha fazla olmasıyla açıklanabilir. Ancak en fazla Si miktarına sahip olan 30Si numunesinde, beklenenin aksine hem sertlik hem de indirgenmiş elastik modülü değerlerinin daha az olduğu görülmektedir. Bilindiği gibi sertlik malzemenin plastik deformasyona karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanır. Çentme esnasında meydana gelebilecek mikro çatlaklar, söz konusu plastik deformasyon için harcanan enerjinin bir kısmının çatlaklarda harcanmasına sebep olur. Bu ise numunenin sertlik ve indirgenmiş elastik modülü değerlerinin beklenenden az çıkmasına sebep olabilmektedir. Bu bağlamda, 30Si numunesinde görülen bu düşmenin çentme deneyleri esnasında meydana gelen mikro çatlaklardan kaynaklandığı düşünülmektedir. Uygulanan zor veya kuvvet altında malzemedeki meydana gelen çatlaklar ise alaşımlarda istenen bir durum değildir. Bu nedenle 30Si'li numunenin istenmeyen bir mekanik özelliğe sahip olduğu sonucuna varabiliriz. 20Si ve 25Si'li numuneler birbirine yakın indirgenmiş elastik modülü değerlerine sahip iken, 25Si numunenin sertlik değerinin yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuç, 25Si'li numuneyi bir anlamda ön plana çıkarmaktadır. Ancak, sadece sertlik ve indirgenmiş elastik modülü değerlerine bakarak değerlendirme yapmak yetersiz olup malzemenin diğer mekanik özelliklerinin de birlikte irdelenmesi yerinde olacaktır.



Şekil 4.9. (a) 20Si, (b) 25Si ve (c) 30Si numunelerine ait dinamik mikro sertlik analizleri. Her bir numune için 5 farklı yükte (300, 600, 900, 1200 ve 1500 mN) P-h eğrileri elde edilmiştir.

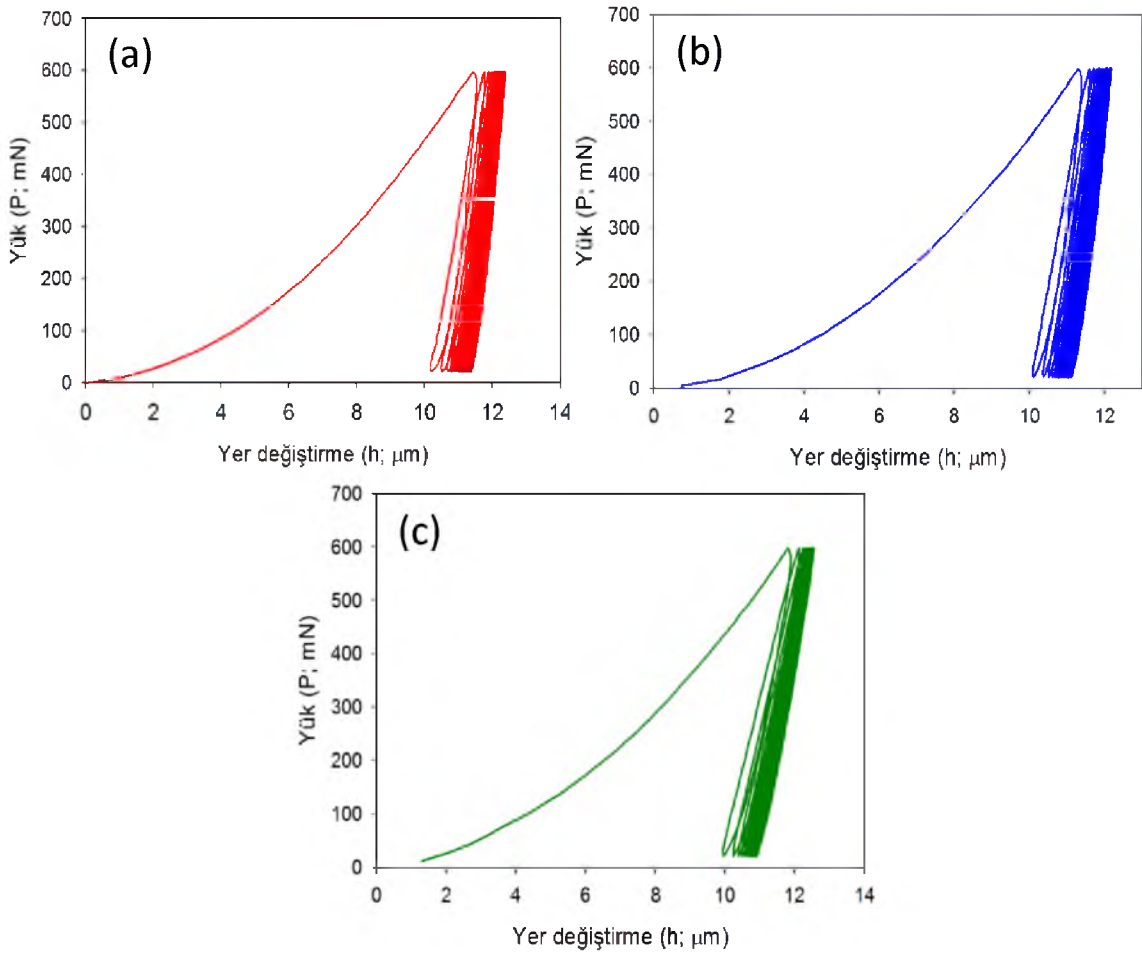
Çizelge 4.2. P-h eğrilerinin analizinden elde edilen sertlik ve indirgenmiş elastik modülü değerleri.

Yük (mN)	Sertlik (GPa)			İndirgenmiş Elastik modülü (GPa)		
	20Si	25Si	30Si	20Si	25Si	30Si
300	1.91	2.11	1.27	78.4	76.7	57.6
600	2.12	2.53	2.14	76.1	75.4	79.6
900	2.02	2.32	1.35	75.6	69.5	63.6
1200	1.82	2.60	1.65	72.3	73.6	70.1
1500	1.91	2.49	1.40	70.5	71.2	60.0
Ort.	1.95	2.41	1.56	74.6	73.3	66.1

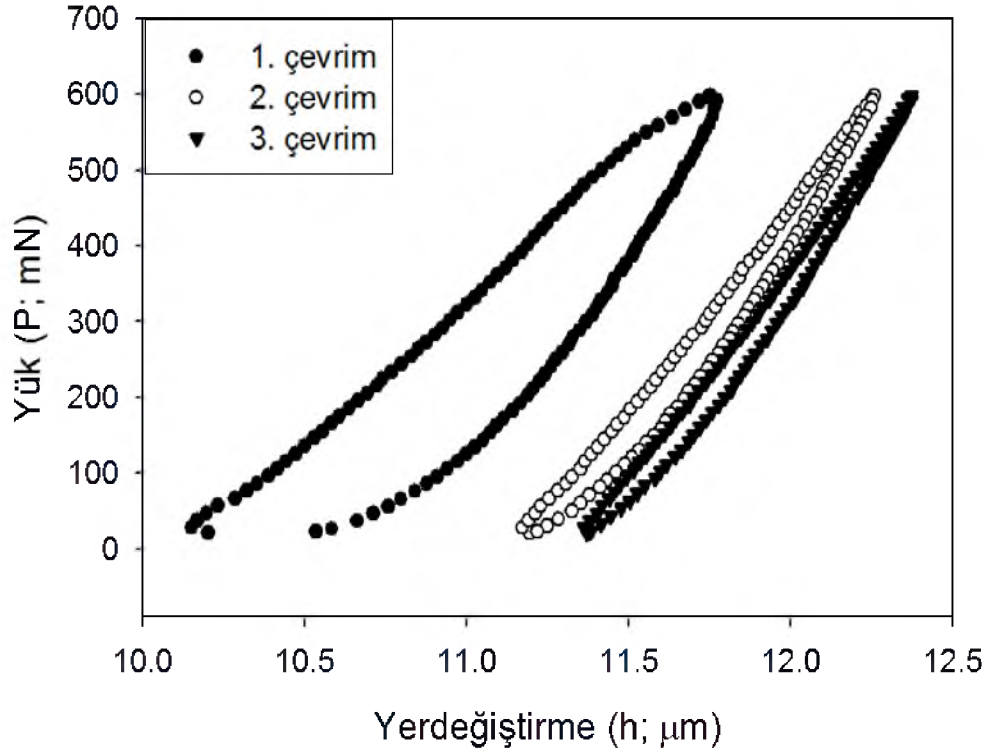


Şekil 4.10. 20Si, 25Si ve 30Si numunelerinin yüke bağlı (a) sertlik ve (b) elastik modülü grafikleri.

Şekil 4.11’de numunelerin çevrim testlerinden elde edilen yüke bağlı yer değiştirme eğrileri verilmektedir. Her bir çevrimde ilmeğin (loop) alanının azaldığı görülmektedir. Burada ilmek alanları her bir çevrimde numunenin soğurduğu enerjiyi göstermektedir. İlmek alanlarında meydana gelen azalmanın daha iyi anlaşılabilmesi için Şekil 4.12’de 20Si numunesinin 1., 15. ve 30. çevrimleri birlikte verilmiştir. Buradan da görüleceği üzere ilmek alanı öncelikle belirgin biçimde azalır (15. çevrim) daha sonra doyuma ulaşarak (30. çevrim) değişmemektedir. Bu doyumun her bir çevrimden sonra malzemede meydana gelen işlem sertleşmesinden kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.11. Çevrim testinden elde edilen yük-yer değiştirme eğrileri (a) 20Si, (b) 25Si, (c) 30Si.

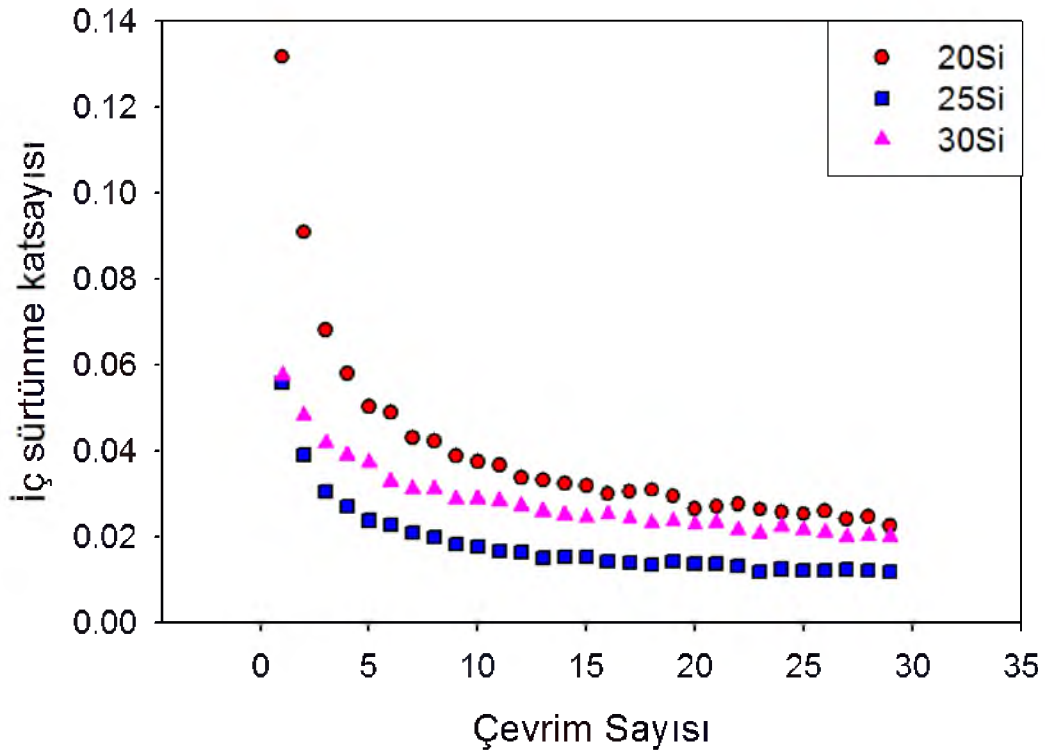


Şekil 4.12. 20Si numunesinin çevrim testinden elde edilen 1. , 15. ve 30. çevrimleri.

Şekil 4.13’de numunelerin her bir çevrim için hesaplanan iç sürtünme katsayı değerleri verilmektedir. Şekil 4.13’den görüldüğü üzere, her bir numunenin iç sürtünme katsayıları yaklaşık olarak 10. çevrimden sonra doyuma ulaşarak değişmemektedir. Daha önceki bölümlerde bahsedildiği gibi iç sürtünme katsayısı, malzemenin darbe sönümlene karakterinin bir ölçüsü olup, değeri yükseldikçe malzemenin darbe sönümlene kabiliyetinin daha iyi olması anlamına gelir. Darbe sönümlene kabiliyeti, özellikle piston malzemelerinde oldukça önemli bir özelliktir. Bu açıdan bakıldığında, 20Si numunesinin 25Si ve 30Si’lu numuneye göre, özellikle ilk 10 çevrimde oldukça yüksek darbe sönümlene kabiliyetine sahip olduğu görülmektedir. Artan çevrimlerde ise sönümlene hızı azalmakla birlikte, 25Si ve 30Si’lu numunelere kıyasla yine yüksek değerlere sahiptir.

Numunelere ait sertlik, indirgenmiş elastik modülü ve iç sürtünme analizleri birlikte değerlendirildiğinde, 25Si’lu numune her ne kadar yüksek sertlik değerine sahip ise de iç sürtünme katsayısının düşük olması istenen bir durum değildir. Bununla birlikte, 30Si numune hem sertlik ve elastik modülü değerleri hem de iç sürtünme

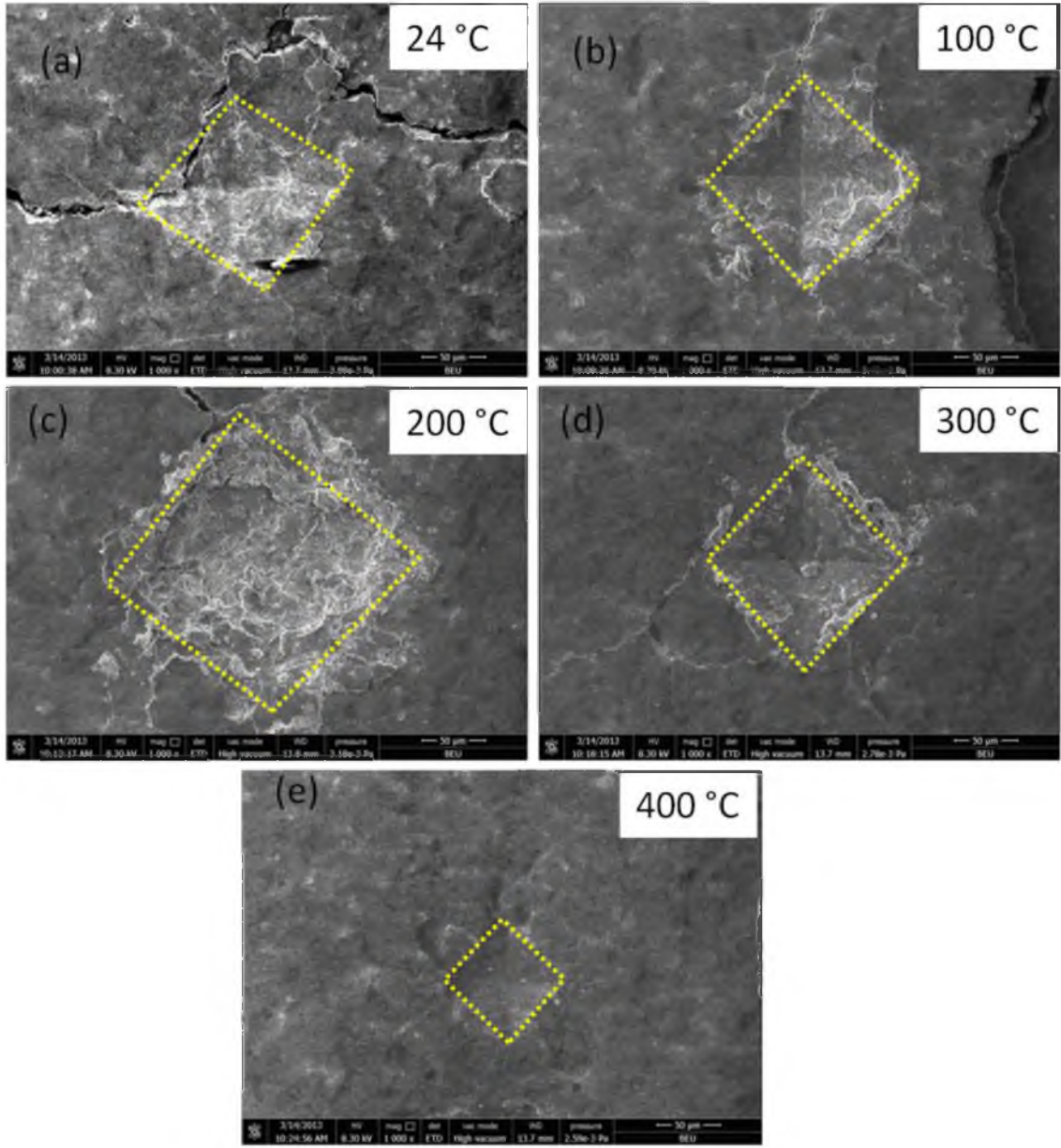
katsayı değerleri en düşük malzeme olarak tespit edilmiştir. Öte yandan 20Si'lu malzeme, nispeten yüksek sertlik ve elastik modülü değerlerine sahip olmanın yanında, diğer numunelere kıyasla yüksek iç sürtünme katsayısı değerlerine de sahiptir. Sonuç olarak, mekanik karakterizasyon verilerinden, ağı.%20 Si miktarının Al-xSi-5Fe malzemesi için en uygun oran olduğu sonucu çıkarılabilir.



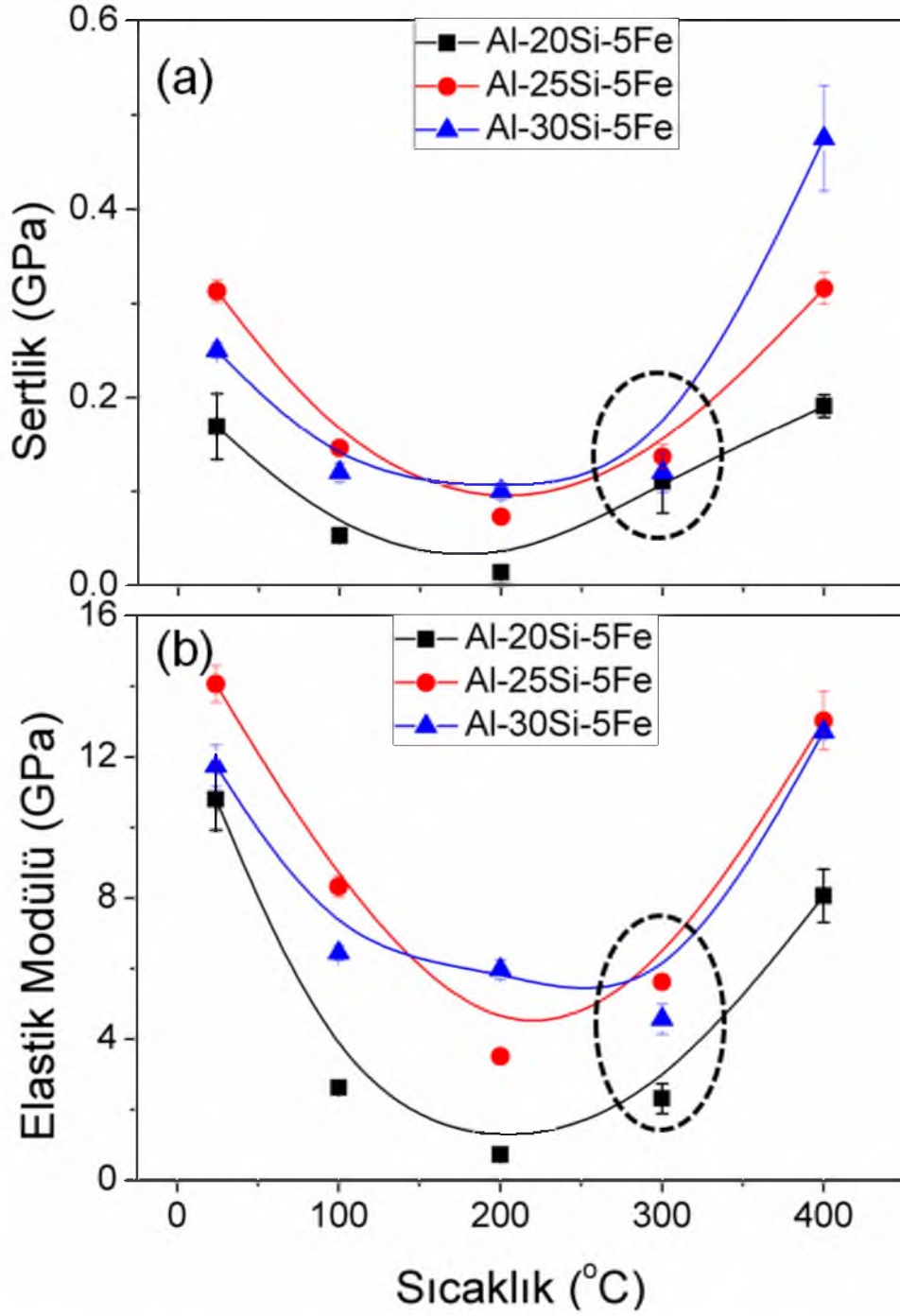
Şekil 4.13. 20Si, 25Si ve 30Si numunelerinin 30 çevrim için elde edilen iç sürtünme katsayısı değerleri.

Tez kapsamında, literatürde ilk olarak, preselenerek külçe haline getirilen tozlara farklı sıcaklıklar altında çentik testi uygulanmıştır. Bu test ile, tozlarda pekleşme mekanizmasının hangi sıcaklıkta başladığının tespiti amaçlanmıştır. Şekil 4.14'de Al-20Si-5Fe numunesine ait çentik testi sonrası yüzeyde oluşan izlerin fotoğrafları verilmektedir. 24 °C'de gerçekleştirilen çentik testi sonrası numune yüzeyinde oluşan izin etrafında oldukça büyük çatlakların oluştuğu görülmektedir (Şekil 4.14 a). Söz konusu çatlaklar, numunenin oda sıcaklığında oldukça zayıf bir dayanıma sahip olduğunu göstermektedir. 200 °C'ye kadar artan sıcaklıkla birlikte çatlakların yoğunluğunda artışların olduğu görülmektedir (Şekil 4.14 b, c). İzlerin boyutlarında da

belirgin bir artış gözlenmesi artan sıcaklıkla birlikte deformasyonun arttığını göstermektedir. 300 °C'de iz boyutu küçülürken, izin etrafında da çatlakların azaldığı saptanmıştır. Bu durum, toz alaşımında pekleşme işlemi için 200-300 °C arasının kritik sıcaklık olduğunu göstermektedir. 400 °C'de ise izin en küçük boyutlara ulaştığı ve çatlakların tamamıyla kaybolduğu görülmektedir. Bu sıcaklıkta pekleşme işleminin tamamen gerçekleştiği düşünülmektedir. Çentik testinden elde edilen sertlik ve indirgenmiş elastik modülü değerleri Şekil 4.15'de verilmektedir. 200 °C 'de numunelerin en düşük sertlik ve elastik modülü değerlerine sahip olması, iz fotoğrafları ile uyum içindedir. Söz konusu sıcaklıkla pekleşmenin henüz gerçekleşmemiş olması mekanik özelliklerinde kötüleşmeyle sonuçlanmıştır. 200 °C'nin üzerinde ise pekleşmeye bağlı olarak mekanik özelliklerde büyük bir iyileşmenin meydana geldiği gözlenmiştir. Ayrıca, numuneler Si miktarları açısından değerlendirildiğinde, Si miktarı arttıkça mekanik özelliklerin arttığı görülmektedir. Bu durum, Si'nin sert ve kırılgan doğaya sahip olması ile açıklanabilir. Elde edilen sonuçlar, sıcaklıkla birlikte yapılan çentik testlerinin toz metalurjisi alanında uygun pekleşme sıcaklığının tespit edilmesinde alternatif bir yöntem olabileceğini göstermektedir.



Şekil 4.14. Al-20Si-5Fe alaşımının sıcaklıkla birlikte yapılan çentik testinden elde edilen izlerin SEM fotoğrafları (a) 24 °C, (b) 100 °C, (c) 200 °C, (d) 300 °C, (e) 400 °C (Test yükü: 2000 mN).



Şekil 4.15. Pelet haline getirilen tozların sıcaklıkla birlikte çentik testinden elde edilen mekanik özellikleri (a) Sertlik (b) İndirgenmiş Elastik Modülü (Test yükü: 2000 mN)

5. SONUÇLAR

Tez çalışması kapsamında Al-xSi-5Fe (x=20,25,30) alaşımları HEBM üretim tekniği ile üretilerek, mikroyapı ve mekanik özellikleri incelenmiş ve en uygun Si miktarı belirlenmiştir. Bu kapsamda elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir.

- HEBM tekniğiyle üretilen malzemelerde, Si miktarı arttıkça tane boyutunun azaldığı saptanmıştır.
- Üretilen toz numunelerin mikro yapılarının, yassılaştıran Al taneleri arasına yerleşmiş Si ve Fe fazlarından oluşan tabakalı bir morfolojiye sahip olduğu görülmüştür.
- X-ışını kırınım desenlerinde, Al ve Si fazları dışında herhangi bir intermetallik faza rastlanmamıştır.
- Yükleme-boşaltma testlerinde, 20Si ve 25Si'lu malzemeler birbirine yakın sertlik ve indirgenmiş elastik modülü değerlerine sahip iken, 30Si'lu malzemenin en düşük değerlere sahip olduğu bulunmuştur.
- Çevrim testlerinde ise 20Si'lu malzemenin en yüksek darbe sönümleme kabiliyetine sahip olduğu tespit edilmiştir.
- Elde edilen sonuçlar ışığında Al-xSi-5Fe alaşımı için en uygun Si miktarının, ağırlık %20 olarak belirlenmiştir.
- Sıcaklıkla birlikte yapılan çentik testleri , Al-Si-Fe tozlarında pekleşmenin 200-300 °C aralığında başladığını ve 400 °C'den yüksek noktaya ulaştığını göstermiştir. Söz konusu yöntem, toz metalürjisinde pekleşme sıcaklığının belirlenmesinde alternatif bir yöntem olarak önerilmiştir.
- İleri çalışma: Pekleşmenin hangi noktada doyuma ulaştığının belirlenmesi için daha ileri çalışmalara ihtiyaç duyulmaktadır.

KAYNAKLAR

- Allen, C.M., O'reilly, K.A.Q., Cantor, B. ve Evans, P.V., 1998. Prog. Mater. Sci. 43, 89–170.
- Anand, S., Srivatsan, T.S., Wu, Y. ve Lavernia, E.J., 1997. Processing Microstructure And Fracture Behaviour Of A Spray Atomized And Deposited Aluminium-Silicon Alloy, Journal of Material Science 32, 2835-48.
- Anantharaman, T.R. ve Suryanarayana, C., 1987. Rapidly solidified metals: A Technological Overview, Trans. Tech. Pub., USA, p. 103–124.
- Arhami, M., Sarioglu, F., Kalkanli, A. ve Hashemipour, M., 2008. Microstructural Characterization of Squeeze-Cast Al-8Fe-1.4V-8Si, Materials Science and Engineering A 485, 218-23.
- Bang, B., Wang, F., Zhang, J.S., Xion, B.Q. ve Duan, X.J., 2001. The effect of Mn on the microstructure of spray-deposited Al-20Si-5Fe-3Cu-1Mg alloy, Scripta Mater. 45, 509-15.
- Bartova, B., Vojtech, D., Verner, J., Gemperle, A. ve Studnicka, V., 2005. Structure And Properties of Rapidly Solidified Al-Cr-Fe-Ti-Si Powder Alloys, Journal of Alloys and Compounds 387, 193-200.
- Batt, A.J., Buckley, R.A. ve Davies, H.A., 2000. Giant Magnetostriction Behaviour Of Melt-Spun Ribbon And Pressed Compacts Of $\text{Sm}(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_2$ Alloys, Sensors and Actuators 81, 170–3.
- Beeley, P., 2001. Foundry Technology, Buterworth-Heineman, Oxford, p 647.
- Birol, Y., 2007. Microstructural evolution during annealing of a rapidly solidified Al-12Si alloy, J. Alloy Comp., 439, 81–6.
- Bostan, B., 2003. Alüminyum- Karbon Tozlarından Mekanik Alaşım ve Sonrası İşlemlerle Al_4C_3 Sentezlenmesi, (Doktora Tezi), Fizik Bölümü, Gazi Üniversitesi, Ankara.
- Cahn, R.W., Krishanand, K.D., Laridjani, M., Greenholt, M. ve Hill, R., 1976. Novel splat quenching techniques and methods for assessing their performance. Mat. Sci. Eng., 23, 83–6.
- Cai, Y., Liang, R., Hou, L. ve Zhang, J., 2011. Effect of Cr and Mn on the Microstructure of spray-formed Al-25Si-5Fe-3Cu Alloy, Materials Science and Engineering A 528, 4248-54.
- Chang, J., Moon, I. ve Choi, C., 1998. Refinement of Cast Microstructure of Hypereutectic Al-Si Alloys Through The Addition Of Rare Earth Metals, Journal Of Material Science, 33, 5015-23.
- Chen, C., Liu, Z.X., Ren, B., Wang, M.X., Weng, Y.G. ve Liu, Z.Y., 2007. Trans. Nonferrous Met. Soc. Chine, 17, 301-6.
- Chiang, H., Chi, Y.A. ve Tsao, S., 2005. Coarsening of Spray-Formed High Loading Hypereutectic Al-Si Alloys in the Semisolid State, Material Science And Engineering A, 396, 263–70.
- Chiang, C.H., Chi, Y.A. ve Tsao, S., 2006. Microstructures And Mechanical Properties Of Spray-Formed And Squeeze – Cast Al-25Si-0.89Cu-1.0Ni-0.84Mg Alloys in Solutionized and Aged Conditions, Material Science And Engineering A, 417, 90-8.
- Cho, S.S., Chun B.S., Won, C.W., Kim, H.K., Lee, B.S., Yim, K.H., Eom, S.H., Baek, H., Song, B.J. ve Suryanarayana, C., 1998. Microstructure and Mechanical

- Properties of Rapidly Solidified Hypereutectic Al-Si and Al-Si-Fe Alloys, *Journal Of Material Synthesis and Processing*, 6, 123-31
- Courtney, T.H. ve Wang, Z.,1992. Grinding media wear during mechanical alloying of Ni-W alloys in a SPEX mill, *Scripta Metall Mater*, 27,777-82.
- Dai, H.S. ve Liu, X.F.,2008. Refinement Performance and Mechanism of an Al-50Si Alloy, *Material Characterization*, 59, 1559-63.
- Duwez, P. Ve Willens, R.H.,1963. Rapid Quenching Of Liquid Alloys, *Defense Technical Information Center, USA*,p. 227.
- Dwivedi, D.K., Sharma, A. ve Rajan, T.V.,2005. Influence of Silicon Morphology and Mechanical Properties of Piston Alloys, *Materials And Manufacturing Processes*, 20, 777-91.
- Fındık, T., 2002. Mekanik Alaşımın Değirminde Öğütülmüş 17-4 Çökelti Sertleştirilmiş Paslanmaz Çelik Tozların Karakterizasyonu, (Yüksek Lisans Tezi), Gazi Üniversitesi,Ankara.
- Hedge, S. ve Prabhu, K.N., 2008. Modification of Eutectic Silicon in Al-Si Alloys, *J Mater Sci* 43, 3009-27.
- Hogg, S.C., Atkinson, H.V. ve Kapranos, P., 2004. Semi-Solid Rapid Compression Testing Of Spray-Formed Hypereutectic Al-Si Alloys, *Metallurgical And Materials TransactionsA*,35a, 899–910.
- Hong, S.J., ve Suryanarayana C., 2005. Mechanical Properties And Fracture Behavior Of An Ultrafine-Grained Al-20W Pct Si Alloy, *Metallurgical And Materials Transactions A*, 36a, 715–23.
- Hong, S.J., Kim, T.S., Suryanarayana, C., Cho, D.H.B. ve Chun, B.S., 2001. Microstructural Evolution During Mechanical Milling of Rapidly Solidified Al-14Ni-14Mn Alloy Powders,*Journal Of Material Synthesis And Processing*, 9, 39-47.
- Hou, L.G., Cui, H., Cai, Y.H., ve Zhang, J.S., 2009. Effect Of (Mn + Cr) Addition on the Microstructure and Thermal Stability of Spray-Formed Hypereutectic Al-Si Alloys, *Materials Science And Engineering A*, 527 85–92.
- Hou, L.G., Cui, H., Chai, Y.H. ve Zhang, J.S., 2009. Effect of Cr and Mn on the Microstructure of Spray-formed Al-25Si-5Fe-3Cu alloy, *Material Science And Engineering A*, 527,85-92.
- Huang, H.J., Cai, Y.H., Cui, H., Huang, J.F., He, J.P. ve Zhang, J.S., 2009. Influence of Mn addition on microstructure and phase formation of spray-deposited Al-25Si-xFe-yMn alloy, *Materials Science and Engineering A*, 502,118-25.
- Inoue, A., Ohtera, K. ve Masumoto, T., 1998. New Amorphous Al-Y, Al-La And Al-Ce Alloys Prepared By Melt Spinning. *Jpn J Appl Phys.*, 27 (5), L 736-L9.
- Günebakmaz, S., 2007. Toz Metalurjisi Yöntei ile Inconel 718 Süperalasımmının Üretimi ve Özelliklerinin Arastırılması, (Yüksek Lisans Tezi), Gazi Üniversitesi, Ankara.
- Golumbskie, W.J., Amateu, M.F., Eden, T.J., Wang, J.G. ve Liu, Z.K., 2003. Structure-Property Relationship Of A Spray Formed Al-Y-Ni-Co Alloy, *Acta Materialia* ,51, 5199-209.
- Jenkins, R. ve Snyder, R., 1996. *Introduction to X-Ray Powder Diffractometry*, Wiley, New York, p. 403.
- Jones, H., 1985. *Ultrarapid Quenching of Liquid Alloys*, Academic Press, New York, USA, p. 1545.

- Kang, Z., Nakata, K. ve Li, Y., 2007. Hard Thick-Film And Wear Resistance of Al-50Si-10M Ternary Alloys on A6063 Aluminium Alloy Coated Low Pressure Plasma Spraying, *Surface And Coating Technology*, 201, 4999-5002.
- Karaaslan, T., Yiğiter, A.G., Keskin, M. ve Dağdemir, Y., 1998. Investigation of Structure, Metallographic and Micro-Hardness Properties of Rapidly Solidified Al-12wt.%Si Alloy by Melt Spinning, *Physica Scripta*, 58, 182-184.
- Katgerman, L. ve Dom, F., 2004. Rapidly Solidified Aluminium Alloys By Meltspinning, *Materials Science And Engineering A* 375-377, 1212-16.
- Kerr, I., 1993. *Metal Powder Rep*, 48, 36-8.
- Kınkoğlu, N.G., 2001. *Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Literatür Yayıncılık*, 900 s, İstanbul.
- Kim, T.S., Suryanarayana, C. ve Chun, B.S., 2000. Effect of alloying elements and degassing pressure on the structure and mechanical properties of rapidly solidified Al-20Si-5Fe-2X (X=Cr, Zr, or Ni) alloys, *Material Science And Engineering A* 278, 113-20.
- Klement, W., Willens, R.H. ve Duwez, P., 1960. Non-Crystalline Structure in Solidified Gold-Silicon Alloys, *Nature*, 4740, 869-70.
- Kılınç, Y., 1999. *Demir Bazlı Süperalaşımların Mekanik Alaşımlama Metodu İle Üretilmesi ve Özelliklerinin Araştırılması*, (Doktora Tezi), Gazi Üniversitesi, Ankara.
- Kılıçaslan, M. F., Yılmaz, F., Hong, S.J. ve Uzun, O., 2012. Effect of Co on Si and Fe-containing intermetallic compounds (IMCs) in Al-20Si-5Fe alloys, *Materials Science and Engineering: A*, 556, 716-21.
- Kim, M., Hong, Y. ve Cho, H., 2004. The Effects of Sc on the Microstructure and Mechanical Properties of Hypo-Eutectic Al-Si Alloys, *Metals And Materials International*, 10 (6), 513-20.
- Kim, T.S., Kim, I.S., Kim, T.K., Hong, S.J. ve Chun, B.S., 2002. Thermoelectric properties of p-type 25%Bi₂Te₃+75%Sb₂Te₃ alloys manufactured by rapid solidification and hot pressing, *Materials Science and Engineering B*, 90, 42-6.
- King, R.B., 1987. Elastic analysis of some punch problems for a layered medium. *Int. J. Solids Structures*, 23, 1657-64.
- Koch, C.C., 1988. Rapid Solidification Of Intermetallic Compounds, *Int. Mat. Rev.*, 33, 201 - 18.
- Kölemen, U., 2006. Analysis of ISE in microhardness measurements of bulk MgB₂ superconductors using different models. *J. Alloy. Comp.*, 425, 429-35.
- Kuhrt, C., Schroph, H., Schultz, L. ve Arzt, E., 1993. Mechanical alloying for structural applications, *Materials Park, OH: ASM International*, p. 269-273.
- Lawleya., 1977. An overview of powder atomization processes and fundamentals, *Int. J. Powder Met. & Powder Tech.*, 113, 169-82.
- Lu, L., Thong, K.K. ve Gupta, M., 2003. Mg-based composite reinforced by Mg₂Si. *63*, 627-632.
- Lisboa Sa, R.D., Perdigao, M.N.V.R, Kiminami, C.S. ve Botta, W.J.F., 2002. *Mater. Sci. For.* 386-388, 59-64.
- Lohar, A.K., Moda, B., Rafaja, D., Klemm, V. ve Panigrahi, S.C., 2009. Microstructural Investigation On As - Cast And Annealed Al-Sc And Al-Sc-Zr Alloys, *Materials Characterization*, 60, 1387-94.

- Lu, D., Jiang, Y., Guan, G., Zhou, R. ve Li, Z., 2007. Refinement of Primary Si in Hypereutectic Al-Si Alloy by Electromagnetic Stirring, *Journal Of Material Preccessing Technology*, 189, 13-8.
- Lu, L. ve Dahle, A.K., 2005. Iron-Rich Intermetallic Phases And Their Role İn Casting Defect Formation in Hypereutectic Al-Si Alloys, *Metallurgical And Materials Transactions A*, 36a, 819 -35.
- Nafisi, S., Emadi, D., Shehata, M.T. ve Ghomaschi, R., 2006. Effects Of Electromaneting Stirring And Superheat On The Microstructural Characteristics Of Al-Si-Fe Alloy, *Materials Science And Engineerin A* 432, 71-83.
- Nagy, P.M., Juhasz, A., Vörös, Gy., Toth, A. ve Ujvari, T., 2004. Internal friction measurement on polymers by low-requency cyclic Vickers microindentation test, *Materials Science and Engineering A*, 387-389, 25-530.
- Ma, Z., Samuel, E., A.M.A., Mohamed, M.A., Samuel, A.M. ve Doty, H.W., 2010. Parameters Controlling The Microstructure Of Al-11Si-2.5Cu-Mg Alloys, *Materials And Design*, 3, 902-12.
- Mulazımoğlu, M.H., Zaluska, A., Gruzleski, J.E. ve Paray, F., 1996. Electron MicroscopeStudy of Al-Fe-Si Intermetallics in 6201 Aluminun Alloy, *Matellurgical And Materials Transactions A*, 27, 929-36.
- Oliver, W.C. ve Pharr, G.M., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.*, 7 (6), 1564–83.
- Oliver, W.C., Hutchings, R. ve Pethica, J.B., 1986. *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*. ASTM International. 889 s, West Conshohoken, PA.
- Pathak, B.N., Kumar, A., Sahoo, K.L. ve Talukdar, P., 2006. Effect of Ni-Mg on the Microstructure and Properties of Al-(4-5)Fe-1V-1Si Alloys, *Materials Science And Engineering A*, 433, 310-15.
- Pethica, J.B., Hutchings, R. ve Oliver, W.C., 1983. Hardness measurement at penetration depth as small as 20 nm. *Philos. Mag. A.*, 48, 593–606.
- Pharr, G.M., Oliver, W.C. ve Brotzen, F.R., 1992. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation, *J. Mater. Res.*, 7(3), 613–17.
- Pond, R.B., Maringer, R.E. ve Mobley, C.E., 1976. High rates continuous casting of metallic fibers and filaments in new trends in materials fabrication, *ASM Seminar Series*, 128–164.
- Prukkanon, W., Srisukhumbowornchai, N. ve Limmaneevichitr C., 2009. Influence of Sc Modification on Fluidity of A356 Aluminium Alloy, *Journal of Alloys And Compunds*, 487, 453-57.
- Rajabi, M., Simchi, A. ve Davami, P., 2008. Microstructure And Mechanical Properties of Al-20Si-5Fe-2X (X=Cu, Ni, Cr) Alloys Produced by Melt-Spinning, *Material Science And Engineering A*, 492, 443- 49.
- Rajabi, M., Simchi, A., Vahidi, M. ve Davami, P., 2008a. Effect of particle size on the microstructure of rapidly solidified Al-20Si-5Fe-2X (X=Cu, Ni, Cr) powder, *J. Alloys and Compunds*, 466, 111-18.
- Rajabi, M., Vahidi, M., Simchi, A. ve Davami, P., 2009. Effect of Rapid Solidification on the Microstructure and Mechanical Properties of Hot-Pressed Al–20Si–5Fe Alloys, *Materials Characterization*, 60 1370-1381.

- Rao, A.G., Rao, B.R.K., Deshmukh, V.P., Shah, A.K. ve Kashyap, B.P., 2009. Microstructural Refinement Of a Cast Hypereutectic Al-30Si Alloy by Friction Stir Processing, *Materials Letters*, 63, 2628-30.
- Kanga, Won-Kyung, Yilmaz, F., Kima, H., Kooa, J. ve Honga, S., 2011. Fabrication of Al-20 wt%Si powder using scrap Si by ultra high-energy milling process 275,330-717.
- Zuo, B., Saraswati, N., Sritharan, T., ve Hng, H.H., 2004. Production and annealing of nanocrystalline Fe-Si and Fe-Si-Al alloy powders 371,210-216.
- Liang, J.M., Jia, M.T., Guo, X.Q. ve Zhang, D.L., 2014. Microstructural evolution and microhardness change of Al-7wt%Si-0.3wt%Mg alloy granules/powder particles during high energy ballmilling 590,307-313.
- Rongde, G.E., 1994. A Constitutive Model for Hot Pressing of Powder, *J. Mater. Sci. Technol.*, 10, 374-80.
- Ruggeri, S., Lenain, C., Roue, L., Liang, G., Huot, J. ve Schultz, R., 2002. Mechanically Driven Crystallization of Amorphous MgNi Alloy During Prolonged Milling: Applications in Ni-Mh Batteries, *Journal of Alloys and Compounds*, 339, 195-20.
- Salem, S., Vilmer, 2007. The Influence of Iron and Mn Content on the Microstructure And Tensile Properties of Cast Al-Si-Mg Alloys, *Jönköping University The School Of Engineering Component Technology*, Sweden, p. 5-6.
- Sahoo, K.L., Das, S.K. ve Murty, B.S., 2003. Formation of Novel Microstructure in Conventionally Cast Al-Fe-V-Si Alloys, *Materials Science And Engineering A*, 355, 193-200.
- Shek, C.H., He, G., Bian, Z., Chen, G.L. ve Lai, J.K.L., 2003. Effect of Composition and Cooling Rate on Structures and Properties of Quenched or Cast Al-V-Fe Alloys, *Materials Science And Engineering A* 357, 20-6.
- Shen, J., Xie, Z., Gao, Y., Zhou, B., Li, Q., Su, Z. ve Le, H., 2001. Microstructural Characteristics Of Hypereutectic Al-Si Alloy Manufactured by rapid Solidification/Powder Metallurgy Process, *Journal Of Materials Science Letters*, 20, 1513-5.
- Seok, H.K., Lee, J.C. ve Lee, H.I., 2005. Extrusion of Spray-Formed Al-25Si-X Composites and Their Evaluation, *Journal Of Material Processing Technology*, 160, 354-60.
- Sneddoin, N., 1995. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int. J. Eng. Sci.*, 3, 47-56.
- Srivastava, V.C., Mandal, R.K. ve Ojha, S.N., 2004. Evolution of Microstructure In Spray Formed Al-18Si Alloy, *Material Science And Engineering A*, 383, 14-20.
- Srivastava, V.C., Ghosal, P. ve Ojha, S.N., 2002. Microstructure and phase formation in spray-deposited Al-18%Si-5%Fe-1.5%Cu alloy, *Materials Letters*, 56, 797-801.
- Stillwell, N.A. ve Tabor, D., 1961. Elastic recovery of conical indentations. *Phys. Proc. Soc.*, 78 (2), 169-79.
- Stoichev, N., Petrov, K., Yaneva, S., Kovachev, P. ve Tzvetanova, N., 2002. Microstructural development in Al-Si microcrystalline alloys, *Mater. Sci. and Eng. A*, 337, 12-6.
- Suryanarayana, C., 2011. Mechanical Alloying And Milling, *Progress in Materials Science*, 46, 1-184.

- Suryanarayana, C., 2008. Recent Developments in Mechanical Alloying, Rev. Adv. Mater. Sci., 18, 203-11.
- Suryanarayana, C., In: Powder metal technologies and applications. ASM Handbook, vol. 7. Materials Park, OH: ASM International, 1998. p. 80–90.
- Suryanarayana, C., 1999. Non-equilibrium Processing and Materials. Pergamon Materials Series, Vol. 2, Colorado, USA, s. 438.
- Tabor, D., 1948. A Simple Theory of Static and Dynamic Hardness. Proc. R. Soc. London. A., 192, 247–74.
- Tomida, S., Nakata, K., Shibata, S., Zenkouji, I. ve Saji, S., 2003. Improvement in Wear Resistance of Hypereutectic Al-Si Cast Alloy by Laser Surface Remelting, Surface And Coating Technology, 169-170, 468-71.
- Uzun, O., Başman, N., Alkan, C., Kölemen, U. ve Yılmaz, F., 2010. Depth sensing indentation analysis of electrochemically synthesized polythiophene, Materials Chemistry and Physics, 124, 196-202.
- Upadhyaya, G.S., 2002. Powder Metallurgy Technology, Cambridge International Science Publishing England, p:96-99.
- Wang, F., Zhang, J., Xiong, B. ve Zhang, Y., 2009. Effect of Fe and Mn Additions on Microstructure and Mechanical Properties of Spray-Deposited Al-20Si-3Cu-1Mg Alloy, Materials Characterization, 60, 384-88.
- Ward, P.J., Atkinson, H.V., Kirkwood, D.H. ve Sellars, C.M., 1992. Proc. 2nd Int. Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Cambridge, Ma, 1992, S.B Brown And M.C Flemings, Eds, Massachussets Instutue Of Technology Press, Cambridge, Ma,.Pp. 440-46.
- Kang, W., Yılmaz, F., Kim, H., Koo, J. ve Hong, S., 2012. Fabrication of Al-20wt%Si powder using scrap Si by ultra high-energy milling process, Journal of Alloys and Compounds, 536, S45-S9.
- Woolfson, M.M., 1996. An introduction to X-Ray crystallography. Cambridge University Press, 402, London.
- Yamagata, H., 2005. The Science And Technology Of Materials In Automotive Engines, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, Pp:31, England.
- Zakharov, V.V. ve Rostova, T.D., 2007. Effect of Scandium, Transition Metals, Admixtures on Strengthening of Aluminium Alloys Due to Decomposition of the Solid Solution, Metal Science And Heat Treatment, 49, 435-42.
- Zhang, Q., Liu, X. ve Dai, H., 2009. Re-formation of AlP Compound in Al-Si melt, Journal of Alloys and Compounds 480, 376-81.
- Zhang, Y., Liu, Y., Han, Y., Wei, C. ve Gao, Z., 2009. The Role of Cooling Rate in the Microstructure of Al-Fe-Si Alloy With High Fe and Si Contents, Journal of Alloys and Compounds, 473, 442–45.
- Zhanga, L.C., Calin, M., Branzei, M., Schultz, L. ve Eckert, J., 2007. J. Mater. Res., Vol. 22, No. 5, May .
- Zhou, J., Duszczyk, J. ve Korevaar, B.M., 1991. Microstructural Features And Final Mechanical Properties Of The Iron-Modified Al-20Si-3Cu-1Mg Alloy Product Processed From Atomized Powder, Journal Of Material Science, 26 3041-50.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı : Sibel GÜL
Doğum Tarihi ve Yer : 18.09.1985/TOKAT
Medeni Hali : Evli
Yabancı Dili : İngilizce
Telefon : (506) 690 46 44
e-mail : siibel-85@hotmail.com

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Lise	Gaziosmanpaşa Lisesi	2004
Lisans	Karadeniz Teknik Üniv. Fizik Bölümü	2010