



**ÖTEKTİKÜSTÜ Al-20Si-5Fe ALAŞIMININ
FARKLI TEKNİKLERLE ÜRETİMİ
VE KARAKTERİZASYONU**

Seyit ÇAĞLAR

**Yükseklisans Tezi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı
Danışman: Prof. Dr. Orhan UZUN
2013
Her hakkı saklıdır**

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

YÜKSEKLİSANS TEZİ

ÖTEKTİKÜSTÜ Al-20Si-5Fe ALAŞIMININ FARKLI
TEKNİKLERLE ÜRETİMİ
ve KARAKTERİZASYONU

Seyit ÇAĞLAR

TOKAT

2013

Her hakkı saklıdır

TEZ ONAY SAYFASI

Prof. Dr. Orhan UZUN danışmanlığında, Seyit ÇAĞLAR tarafından hazırlanan bu çalışma 28/06/2013 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. Cemil ALKAN

İmza:

Üye : Doç. Dr. Uğur KÖLEMEN

İmza:

Yukarıdaki sonucu onaylarım

Yrd. Doç. Dr. Kemal KAYA



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 içerdiği 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.

Seyit AĐLAR

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ÖTEKTİKÜSTÜ Al-20Si-5Fe ALAŞIMININ FARKLI TEKNİKLERLE ÜRETİMİ ve KARAKTERİZASYONU

Seyit ÇAĞLAR

Gaziosmanpaşa Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Orhan UZUN

Bu çalışmada geleneksel döküm ve hızlı katılaştırılmış Al-20Si-5Fe alaşımının mikroyapısal ve mekanik özellikleri rapor edilmektedir. Bu kapsamda, ilk olarak Al-20Si-5Fe, (aksi belirtilmedikçe bütün yüzdelere ağırlıkça yüzdelerdir) mastır alaşımları, Al (%99.99 saflıkta), Si (%99.999 saflıkta), Fe (%99.999 saflıkta) elementleri kullanılarak hazırlanmıştır. Mastır alaşımlar indüksiyon eritme ocağında üretilmişlerdir. Daha sonra, bunların hızlı katılaştırılmış karışımları Edmund Buhler SC tipi bir eriyik eğirme sistemi ile üretilmiştir. Eriyik eğirme sisteminde, bir boron-nitrür pota içerisinde eritilen eriyik, 250 mbar basınçlı argon gazı yardımı ile 20m/s hızla dönen parlak bir bakır disk üzerine püskürtülmüştür. Bütün üretim süreçleri Ar atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Numunelerin mikroyapıları X-ışını difraktometresi (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve geçirimsiz elektron mikroskobu (TEM) yardımıyla incelenmiştir. Termal analizler diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile gerçekleştirilmiştir. Mikrosertlik ölçümleri Berkoviç uçlu bir mikrosertlik test cihazı ile yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar göstermiştir ki; Al-Si-Fe alaşımları HEBM tekniğiyle, geleneksel döküme nazaran oldukça ince ve homojen yapılı bir mikroyapı elde edilebilmiştir. Ayrıca bu yöntemle üretilen numunelerde mikroyapı içerisinde mekaniksel özellikleri olumsuz yönde etkileyen intermetalik bileşiklerin oluşmamıştır ve dahası presleme neticesinde malzeme en yüksek nisbi yoğunluğa ulaşmıştır. HEBM tekniğiyle üretilen malzemelerde, öğütme süresi arttıkça tane boyutunun önce arttığı daha sonra da hızla azaldığı saptanmıştır. Üretilen toz numunelerin mikroyapılarının, yassılaştıran Al taneleri arasına yerleşmiş Si ve Fe fazlarından oluşan tabakalı bir morfolojiye sahip olduğu görülmüştür.

2013, 104 sayfa

Anahtar Kelimeler: Al-Si-Fe Alaşımı, Eriyik Eğirme, Karakterizasyon, Mekanik Alaşımlama

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

CHARACTERIZATION and PRODUCTION with DIFFERENT TECHNIQUES of HYPEREUTECTIC Al-20Si-5Fe ALLOY

Seyit ÇAĞLAR

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

Supervisor: Prof. Dr. Orhan UZUN

In this study, the microstructure and mechanical properties of Al–20Si–5Fe alloys have been reported. In this context, elemental Al (99.9% purity), Si (99.999% purity), Fe (99.999 wt.% purity) were used to prepare the master alloys of nominal composition Al–20Si–5Fe, and all percentages are wt.% unless otherwise stated). The master alloys were first produced in an induction heating melter. Then rapidly solidified counterparts of the master alloys were prepared using an Edmund Buhler SC melt-spinner, where the molten alloy in a boron-nitride crucible was ejected onto a polished copper wheel with 20m/s disc velocity by pressurized argon of 250 mbar. All production processes were performed in Ar atmosphere. The structures and microstructures of samples were investigated using X-ray diffractometry (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). Thermal analysis were conducted by a differential scanning calorimetry (DSC). A Berkovic microhardness tester was used for microhardness measurements. The results showed that more homogenous and finer microstructure of Al-Si-Fe alloys was able to be achieved by HEBM than conventional casting technique. No intermetallic phase, which is harmful for the mechanical properties, was formed in the microstructure of the alloys produced by HEBM. Moreover, after the compaction of as-milled powder, the highest relative density was obtained for HEBM alloy. The particle size of as-milled powder was firstly increased and then dramatically decreased with increasing milling time. The microstructure of the powder consisted of Si and Fe particles embedded in the flatten Al particles, which resulted in a lamellar structure.

2013, 104 pages

Keywords: Al-Si-Fe Alloy, Melt-spinning, Characterization, Mechanical Alloying

ÖNSÖZ

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.

Tez süresince beni yönlendiren ve çalışmalarımda bana büyük destek sağlayan çok değerli hocam Doç. Dr. Uğur KÖLEMEN'e teşekkürü bir borç bilirim.

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

Ayrıca, benden maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen çok kıymetli annem Münevver ÇAĞLAR'a, muhterem babam Recep ÇAĞLAR'a ve kardeşlerime özellikle teşekkür ederim.

* Bu çalışma, TÜBİTAK (Proje No: 110M517) tarafından desteklenmiştir.

Seyit ÇAĞLAR
Haziran, 2013

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖZET	i
ABSTRACT.....	ii
ÖNSÖZ	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER	12
2.1 Alaşım Üretim Teknikleri	12
2.2. Geleneksel Katılaştırma Teknikleri	12
2.2.1. Kum Kalıba Döküm Tekniği	12
2.2.2. Metal Kalıba Döküm Tekniği	13
2.3. Hızlı Katılaştırma Teknikleri	13
2.3.1. Püskürtme Teknikleri.....	15
2.3.2. Yüzey Eritme Teknikleri	16
2.3.3. Soğuk Bloklü Döküm Teknikleri.....	16
2.4. Mekanik Alaşımlama (Bilyeli Öğütme) Teknikleri.....	18
2.4.1. Planeter bilyeli öğütme	19
2.4.2. Öğütme Parametreleri	21
2.4.2.1. Öğütme Tipi	21
2.4.2.2. Öğütme Haznesi.....	22
2.4.2.3. Öğütme Hızı.....	23
2.4.2.4. Öğütme Süresi.....	24
2.4.2.5. Öğütme Ortamı	24
2.4.2.6. Bilye - Toz Ağırlık Oranı.....	26
2.4.2.7. Kabın Doluluk Oranı	27
2.4.2.8. Öğütme Atmosferi	27
2.4.2.9. İşlem Kontrol Kimyasalları	28

2.4.2.10. Öğütme Sıcaklığı	33
2.5. Mekanik Alaşımın Mekanizması	33
2.5.1. Sünek - sünek Bileşenler.....	37
2.5.2. Sünek ve kırılğan Bileşenler	39
2.5.3. Kırılğan-kırılğan Bileşenler	41
2.6. Alüminyum Temelli Alaşımlar	43
3. MATERYAL ve YÖNTEM	45
3.1. Numunelerin Üretimi.....	45
3.2 Numunelerin Analizi.....	51
3.3. Mikrosertlik Deneylerinin Analizinde Kullanılan Teorik Yaklaşımlar	56
4. BULGULAR ve TARTIŞMA	61
4.1. En uygun üretim tekniğinin belirlenmesi.....	61
4.2. Toz Numuneler için HEBM Üretim Şartlarının Optimizasyonu	76
4.3. Numunelerin Mekanik Karakterizasyonu	87
5. SONUÇLAR	93
KAYNAKLAR	95
ÖZGEÇMİŞ	103

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
Nb	Niyobyum
Nd	Neodyum
Ni	Nikel
nm	Nanometre
s	Saniye
Sb	Antimon
Si	Silisyum
SiC	Silisyum karbür
Si3N4	Silisyum nitrit
Sr	Stronyum
Ti	Titanyum
WC	Tungsten karbür
YSZ	İtriya ile stabilize edilmiş zirkonya
Zr	Zirkonyum
ZrO2	Zirkonyum oksit

μm Mikrometre

Kısaltmalar

Açıklamalar

BSE	Geri yansıyan elektron
BTO	Bilye-Toz oranı (Ball-to-Powder Weight Ratio)
DMD	Lazer yardımcı direk metal depozisyon (laser aided direct metal deposition)
DSC	Diferansiyel taramalı kalorimetre
DSI	Derinlik duyarlı çentik (Depth sensing indentation)
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 Induced Twinning)
ISE	Çentik boyutu etkisi (Indentation size effect)
MA	Mekanik alaşımlama
MAPing	Haritalama
MPC	Manyetik darbeli sıkıştırma (magnetic pulsed compaction)
MS	Hızlı katılaştırılmış Al-20Si-5Fe
ODS	Oksit-dağılımı ile sertleştirilmiş
OM	Optik mikroskop
PCA	İşlem kontrol kimyasalı (Process Control Agents)
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
TEM	Geçirimli elektron mikroskobu
XRD	X-ışınları kırınımı

ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Şekil 2.1. Kum kalıba döküm tekniği ve bu teknikle üretilen parçalar	12
Şekil 2.2. Metal kalıba döküm tekniği ile üretilmiş çinko esaslı parçalar ve motor parçaları	13
Şekil 2.3. Hızlı katılaştırma işlemlerinde soğutma ortamı ve oluşan malzeme formları arasındaki ilişkinin şematik gösterimi	14
Şekil 2.4. Gaz atomizasyon tekniğinin şematik gösterimi.....	15
Şekil 2.5. Lazerle yüzey eritme tekniğinin şematik gösterimi.....	16
Şekil 2.6. (a) Eriyik eğirme (Melt - Spinning) ve (b) Düzlemsel akışla döküm (Planar flow casting) tekniklerinin şematik gösterimi...	17
Şekil 2.7. (a) Fritsch Pulverisette P-5 dört istasyonlu (hazneli) öğütme mili (b) Bilyeli öğütme sırasında bilyelerin hareketinin şematik olarak resmi (Suryanarayana, 1998).....	20
Şekil 2.8. Mekanik alaşımlama süresince bilye-toz, toz-bilye çarpışması..	34
Şekil 2.9. Öğütme şartlarında küçük parçacıkların kaynaklanma eğilimleri nedeniyle birlikte büyük parçacıklar oluşturması ve sonra kırılarak küçük parçacık oluşumu (Özyürek, 2002; Benjamin, 1976).....	35
Şekil 2.10. Öğütme zamanı ile parçacık ve tane boyutundaki incelme. Tane boyutundaki azalma, daha yüksek öğütme enerjisi, yüksek bilye-toz ağırlık oranı ve daha düşük sıcaklık vb. etkenlere bağlı olarak artar.....	37
Şekil 2.11. Taramalı elektron mikroskopta, bir sünek – sünek bileşim (Ag-Cu) sisteminin öğütülme süresince oluşmuş kıvrık katmanlı yapı resmi gösterilmiştir.....	38
Şekil 2.12. MA kullanılan element başlangıç tozlarının ve deformasyon karakteristiklerinin şematik gösterimi (Suryanarayana, 2001)....	40
Şekil 2.13. Sünek-kırılgan tozların bir bileşimini öğütme süresince meydana gelen mikroyapısal değişiklikler.....	41
Şekil 2.14. Mekanik olarak öğütülmüş α 2-titanyum aliminude matrixde bir Er2O3'ün dağılımı TEM fotoğrafında gösterilmiştir.....	41

Şekil 2.15. SEM fotoğrafında, 12 saat süresince Si-Ge toz karışımının mekanik olarak alaşımlanmasıyla oluşan sert olan silisyum (Si) parçacıklarının daha yumuşak olan Ge matrisinde gömüldüğü gösterilmiştir.....	43
Şekil 3.1. (a) Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi İleri Katıhal Fiziği Laboratuvarında bulunan indüksiyon eritme cihazı, (b) Üretilmiş örnek bir numunenin (Al-20Si-5Fe) fotoğrafı	45
Şekil 3.2. (a) Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi İleri Katıhal Fiziği Laboratuvarında bulunan Eriyik Eğirme Cihazı (Melt-Spinner), (b) Üretilmiş örnek bir numunenin (Al-20Si-5Fe) fotoğrafı	46
Şekil 3.3. (a)Yüksek enerjili bilyeli öğütme (HEBM) cihazı, (b) Öğütülen toz numunelerin fotoğrafları, (c) Öğütülen şerit numunenin fotoğrafı.....	47
Şekil 3.4. Öğütme işleminde kullanılan paslanmaz çelik hazne (kavanoz), bilyeler, metalik tozlar (Al, Si, Fe) ve üretim esnasında yapışmayı önlemek amacıyla katılan stearik.....	48
Şekil 3.5. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen-edebiyat Fakültesi İleri Katıhal Fiziği Laboratuvarında bulunan bilyeli öğütme işleminden önce çelik haznelerin asal ortamda kapatıldığı eldivenli kutunun fotoğrafı.....	48
Şekil 3.6. Üretilen örneklerin hacimsel forma getirilmesinde kullanılan sıcak press cihazı.....	49
Şekil 3.7. (a) Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi İleri Katıhal Fiziği Laboratuvarında bulunan Seteram marka TG-DTA/DSC cihazı, (b) Hızlı katılaştırılmış Al-20Si-5Fe alaşımının DSC grafiği.....	50
Şekil 3.8. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen-edebiyat Fakültesi İleri Katıhal Fiziği Laboratuvarında bulunan otomatik kafalı parlatma cihazı.....	52
Şekil 3.9. TESCAN JSM - 6335F (SEM) ve MIRA LMH (SEM - EDX) cihazlarına ait fotoğraflar (Kongju Ulusal Üniversitesi Mühendislik Fakültesi/Güney Kore).....	53
Şekil 3.10. DMAX 2000 (XRD) cihazına ait fotoğraflar (Kongju Ulusal Üniversitesi Mühendislik Fakültesi/Güney Kore).....	54

Şekil 3.11. Jeol marka Jem-2100F (HR) model (TEM) cihazına ait fotoğraf (NANO National NanoFab Center / Daejeon /Güney Kore).....	55
Şekil 3.12. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi İleri Katıhal Fiziği Laboratuvarında bulunan Mekanik karakterizasyonda kullanılan dinamik mikrosertlik cihazının (Shimadzu, DUH-W201S) fotoğrafı.....	56
Şekil 3.13. (a) Uçun numune yüzeyinde oluşturduğu deformasyon (b) Deformasyona bağlı olarak yükleme-boşaltma testinden elde edilen tipik bir P-h eğrisi şeması. Burada hmaks; maksimum derinliği, hmin; minimum derinliği, hc; kontak derinliğini, S; kontak katılığını ve ϵ ; geometrik faktörü göstermektedir.....	57
Şekil 4.1. Farklı üretim teknikleri ile üretilen Al-20Si-5Fe alaşımının mikroyapı fotoğrafları (a) Geleneksel döküm (GD), (b) Yüksek enerjili bilyeli öğütme (HEBM), 10 dk. öğütme (c) Eriyik eğirme (MS), (d) MS+HEBM, 10 dk. öğütme (e) MS+HEBM, 210 dk. Öğütme.....	62
Şekil 4.2. MS numunesinden alınan TEM fotoğrafları: (a) Çubuk şeklindeki Fe-içeren intermetalikler, (b) Nano boyutlu faset yapıları silisyum parçacığı ve çubuk şeklindeki intermetalik, (c) Nano boyutlu alüminyum ve silisyum parçacıkları.....	64
Şekil 4.3. Geleneksel döküm Al-20Si-5Fe numunesinde gözlenen intermetalik fazların SEM- EDS analizleri.....	66
Şekil 4.4. Eriyik eğirme yöntemi ile üretilmiş (MS) Al-20Si-5Fe numunesindeki Fe-içeren iğnemsî yapıdaki intermetalik fazlara ait TEM-EDS analizi.....	67
Şekil 4.5. Farklı üretim yöntemleri ile elde edilen Al-20Si-5Fe alaşımının normalize edilmiş kırınım desenleri X-ışını. GD: geleneksel döküm, HEBM: Yüksek enerjili bilyeli öğütme, MS: Melt-spinning.....	70
Şekil 4.6. Si ve Al fazlarına ait en şiddetli pikler (a) Si (111) piki, $2\theta \approx 28.5$ ve (b) Al (111) piki, $2\theta \approx 38.5$	71
Şekil 4.7. (a) Yüksek enerjili bilyeli öğütme yöntemi kullanılarak 10 dk. süre ile öğütülen Al-20Si-5Fe metalik tozu ve söz konusu örneğin sıcak preslenmiş hacimsel formu, (b) Eriyik eğirme yöntemi ile üretilen Al-20Si-5Fe şerit parçaları ve sıcak preslenmiş hacimsel formu, (c) Eriyik eğirme+(10 dk.) yüksek enerjili bilyeli öğütme ile üretilen Al-20Si-5Fe numunesi ve söz konusu örneğin sıcak preslenmiş hacimsel formları.....	72

Şekil 4.8. HEBM yöntemiyle farklı sürelerde öğütülen MS şeritlerin fotoğrafları. (a) 10 dk. (b) 30 dk. ve (c) 210 dk.....	74
Şekil 4.9. HEBM yöntemiyle üretilen Al-20Si-5Fe alaşımında, farklı öğütme sürelerinin ortalama tane boyutu ve tane morfolojisi üzerine etkisi (Büyütme: 500X) (a) 1 dk., (b) 5 dk., (c) 10 dk., (d) 15 dk., (e) 20 dk., (f) 30 dk. (Dönme hızı: 800 rpm, bilye/numune oranı: 30/1).....	78
Şekil 4.10. HEBM yöntemiyle 10 dk. boyunca öğütme işlemi uygulanarak üretilen Al-20Si-5Fe alaşımının SEM mapping mikrografı.....	80
Şekil 4.11. HEBM yöntemiyle üretilen Al-20Si-5Fe alaşımında ortalama tane boyutunun öğütme süresiyle değişimi.....	81
Şekil 4.12. 15, 20 ve 30 dk.'lık sürelerde öğütülen Al-20Si-Fe numunelerinde, üretimden sonra meydana gelen yanma.....	82
Şekil 4.13. Farklı öğütme sürelerinde üretilen Al-20Si-5Fe alaşımının normalize edilmiş X-ışını kırınım desenleri.....	83
Şekil 4.14. Farklı sürelerde öğütülen Al-20Si-5Fe alaşımındaki safsızlık miktarları. Sol taraftaki SEM görüntüleri analizin yapıldığı alanı; sağ taraftaki grafikler ise EDS spektrumlarını göstermektedir. (a) 10 dk. (b) 20 dk. (c) 30 dk. (Analizler, 20 kV'da 200x büyütmede alınmıştır ve fotoğraflarda görülen alanın tamamını kapsamaktadır).....	86
Şekil 4.15. Berkoviç uçlu dinamik mikroçentik cihazı kullanılarak HEBM 10 dk., MS, MS+HEBM 10 dk., MS+HEBM 210 dk., numunelerinden alınan verilerden elde edilen eğriler.....	88
Şekil 4.16. Farklı üretim teknikleriyle üretilmiş olan Al-20Si-5Fe alaşımının mikrosertliklerindeki değişim.....	89
Şekil 4.17. Farklı üretim teknikleriyle üretilen Al-20Si-5Fe alaşımının elastik modülündeki değişim.....	90
Şekil 4.18. Farklı üretim teknikleriyle üretilen Al-20Si-5Fe alaşımının elastik geri kazanım oranındaki değişim.....	92

ÇİZELGELER DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Çizelge 2.1. Çeşitli katılaştırma işlemlerinde soğuma hızları ve tane büyüklükleri.....	18
Çizelge 2.2. Mekanik alaşımlamanın özellikleri.....	19
Çizelge 2.3. Farklı öğütme tiplerinin tipik kapasiteleri (Kerr, 1993).....	22
Çizelge 2.4. Farklı araştırmalarda farklı miktarlarda kullanılmış işlem kontrol kimyasalları (PCAs).....	32
Çizelge 2.5. Mekanik olarak alaşımlanmış dağılım mukavemetli Al-temelli alaşımların nominal kompozisyonu (wt%).....	44
Çizelge 3.1. Üretilen numuneler ve üretim şartları.....	51
Çizelge 3.2. Yaygın olarak kullanılan çenticiler için geometrik sabit (ϵ).....	60
Çizelge 4.1. Geleneksel döküm Al-20Si-5Fe numunesinde gözlenen intermetalik fazların SEM-EDS analizleri.....	66
Çizelge 4.2. Al-20Si-5Fe numunesinde gözlenen intermetalik fazların TEM-EDS analizleri.....	68
Çizelge 4.3. Farklı sürelerde öğütülen Al-20Si-5Fe alaşımındaki kütlece safsızlık miktarlarının gösterimi.....	87
Çizelge 4.4. Farklı üretim teknikleri kullanılarak üretilen Al-20Si-5Fe alaşımlarının Mikrosertlik (H), Elastik modülü (E) ve Elastik geri kazanım oranı ($h_{max}-h_f$), maksimum derinlik (h_{max}) değerleri.....	91

1. GİRİŞ

Al-Si alařımları sahip oldukları, yüksek dayanım/ađırlık oranı, düşük termal genleřme 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 alařımlarını içerdikleri silisyum miktarı bakımından ötektikaltı, ötektik ve ötektiküstü kompozisyona sahip olanlar řeklinde gruplandırmak mümkündür. Silisyum içeriđi yaklaşık %11-13 arasında olanlar ötektik, %11'den daha az oranda Si içerenler ötektikaltı ve %13'den daha fazla oranda Si içeren alüminyum alařımları ise ötektiküstü mikroyapıya sahiptirler. Standart hale gelmiř alüminyum silisyum alařımlarının içediđi silisyum oranı %5-23 arasında deđiřmektedir (Hegde ve ark., 2008).

Ticari olarak kullanılan Al-Si alařımlarının çođu ötektikaltı veya ötektik alařımlardır. ötektiküstü alařımlar ise çok daha az oranda ticari alařım olarak kullanılmaktadır (Chang ve ark., 1998). Çünkü geleneksel döküm teknikleri ile üretilen ötektiküstü Al-Si alařımlarında yavaş sođumadan dolayı, ana yapı içerisinde büyük taneli ve kırılğan birincil Si kristalleri bloklar řeklinde oluşur. Uçları ve kenarları keskin bu bloklar iđnemi, lamelli, yıldız řekilli veya plaka řekilli yapılarda olabilirler. Bu yapılardan dolayı ana alařım içindeki gerilimli bölgelerde premature çatlaklar ve kırıklar oluşabilmektedir (Chang ve ark., 1998; Hogg ve ark., 2004). Bu yüzden geleneksel döküm yöntemiyle üretilen ötektiküstü Al-Si alařımları zayıf mekanik özelliklere sahiptir (Wang ve ark., 2009; Chang ve ark., 1998; Lu ve ark., 2007). Ayrıca sert ve büyük Si kristalleri, işlenebilirliđi de olumsuz yönde etkilemektedir (Seok ve ark., 2005). İşlenebilirliđin zorlařması ve mekanik özelliklerde meydana gelen zayıflama dolayısıyla, ötektiküstü Al-Si alařımlarının potansiyel kullanım alarındaki uygulamaları da sınırlı hale gelir (Chang ve ark., 1998; Hogg ve ark., 2004.) Ayrıca literatürde, silisyum oranının ađırlıkça %27'den fazla olduđu takdirde, alařım içinde üç boyutlu sürekli bir silisyum ađının meydana geldiđi ve bu durumun akışkanlıđı azalttıđı, tortulařmaya, gözenekliliđe, homojensizliđe ve benzer başkaca olumsuz etkilere neden olduđu bildirilmektedir (Hogg ve ark., 2004; Ward ve ark., 1992). Yine literatürde, Si içeriđi % 30'dan fazla olduđunda, 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 ötektiküstü Al-Si alaşımlarının kullanımına olan ilgi giderek artmaktadır (Zhang ve ark., 2009). Bunun sebebi, silisyum miktarının bu alaşımların özellikleri ile yakından ilgili olmasıdır. Yani Al-Si alaşımlarındaki Si içeriği ne kadar artırılırsa, alaşımın yüksek sıcaklık dayanımı, elastiklik modülü, aşınma direnci vb. özellikler de o derece geliştirilmiş olur. Termal genişleme 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 mikroyapısı genel olarak, birincil silisyum parçacıklarından ve ötektik α -Al ve ötektik Si yapılarından oluşmaktadır. Bu alaşımların fiziksel ve mekaniksel özellikleri yapılarındaki birincil silisyum parçacıklarının boyutuna ve morfolojisine bağlıdır (Chang ve ark., 1998; Lu ve ark., 2007; Dai ve ark., 2008). Bu alaşımların sahip oldukları düşük termal genişleme katsayısı, yüksek dayanım /ağırlık oranı ve aşınma direnci gibi gelişmiş fiziksel ve mekaniksel 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 mekaniksel özellikler elde etmek amacıyla alüminyum alaşımlarına yapılan yüksek Si katkısının işe yarayabilmesi için, yapı içerisinde oluşan büyük Si tanelerinin küçültülmesi ve şekillerinin modifiye edilmesi büyük bir önem arz etmektedir (Rao ve ark., 2009; Zhang ve ark., 2006). İşte bu noktada mikroyapının inceltilmesi ve homojenliği açısından hızlı katılaştırma ve mekanik alaşımlama teknikleri hayati önemdedirler. Hızlı katılaştırma ve mekanik alaşımlama yöntemleri mikroyapıyı

inceltmek ve modifiye etmek için kullanılan çok etkin yöntemlerdir. Sürtünme karıştırma (Friction stir) ve elektromanyetik karıştırma (electromagnetic string) yöntemleri yüksek silisyum ihtiva eden, ince mikroyapılı alüminyum alaşımları üretmek için kullanılan yöntemlerdendir (Lu ve ark., 2007; Rao ve ark., 2009; Zhang ve ark., 2006).

Alaşımların hızlı katılaştırılmasında pek çok metot vardır. Bu metotların hepsinde temel amaç, eriyiğin çok kısa bir zaman aralığında soğutularak katılaştırılmasıdır. Hızlı katılaştırma işleminde eriyik yaklaşık 10^6 K/s'lik bir hızla sıvı halden katı hale geçer (Duwez ve ark., 1963; Klement ve ark., 1960). Metalik eriyiklerin hızlı katılaştırılmaları sırasında ortaya çıkan yeni özellikler, sistemden sisteme değişmekle birlikte genel olarak beş ana başlık altında toplanabilir. Bu özellikler; tane boyutunun küçülmesi, kimyasal homojenliğin artışı, katı eriyik limitlerinin aşılması, yarıkararlı kristal fazların oluşumu ve metalik camların oluşumu şeklinde sıralanabilir (Koch ve ark., 1988). Melt-spinning tekniği, yüksek soğuma hızı elde edilmesi ve en düşük fiyat/performans oranına sahip olması bakımından diğer tekniklerden daha üstündür. Örneğin, gaz atomizasyon ve sprey depozisyon teknikleri parçalı süreçlerdir. Hâlbuki melt-spinning tekniği sürekli bir işlem olup, bu teknikte, kesintisiz olarak 7 m'ye varan uzunluklarda şeritler üretmek mümkündür (Zhang ve ark., 2009).

Mekanik alaşımlama yöntemi ise; herhangi bir ısıl 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 mikroyapılar elde edilebilir (Fındık, 2002; Kılınç, 1999). Elementlerin mikroyapı içerisinde düzgün bir şekilde dağılması, çok sayıda yapısal kusura ve latis 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 çözünebilirlik sınırlarını genişletir.
- Birbirlerinden oldukça farklı erime sıcaklığına sahip olan malzemelerden metallere arası bileşiklerin üretilebilmesine olanak sağlar.
- Nano kristal malzemelerin üretilmesini mümkün kılar.
- Amorf malzemelerin üretilebilmesini 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 hızlı katılaştırma/mekanik alaşımlama yöntemleri ile üretilirse dökme demir kadar güçlü olabilirler. Bu da ağırlık bakımından %40'a kadar verim sağlayabilir. Ayrıca titanyumun sertliğine eş değer sertlikte alüminyum alaşımları tasarlanabilir (Yamagata, 2005; Shen ve ark., 2001). Genelde bir malzeme, sünekliği (ductile) düşük olduğunda yüksek sertliğe, sünekliği yüksek olduğunda ise düşük sertliğe sahiptir. Ancak hızlı katılaştırma/mekanik alaşımlama teknikleri sayesinde, mikroyapıda meydana gelen incelmeden dolayı hem çok sert hem de sünekliği yüksek malzemeleri üretmenin mümkün olduğu literatürden bilinmektedir (Chiang ve ark., 2009; Shen ve ark., 2001).

Hızlı katılaştırma ve mekanik alaşımlama mikroyapı oluşumu bakımından benzer sonuçlara sebep olmaktadır. Bu bakımdan iki yöntemin birbirleri ile kıyaslanması sık karşılaşılan bir durumdur. Bununla birlikte Hong S.J ve arkadaşları Al-14Ni-14Mn (Misch Metal) alaşımlarını hem gaz atomizasyon yöntemi ile hem de mekanik alaşımlama yöntemi ile üretmişlerdir. Daha sonra hızlı katılaştırılmış tozları tekrar mekanik alaşımlamaya tabi tutmuşlardır. Sonuçta, hızlı katılaştırma+mekanik alaşımlama süreçleri ile elde edilen numunelerin mekanik özelliklerinde iyileşme meydana geldiğini gözlemlemişlerdir (Hong, 2001).

Ötektiküstü Al-Si alaşımlarında, bilhassa silisyum içeriği %20'den fazla olanlarda, mekanik alaşımlama ile yapılmış bir çalışmaya şimdiye kadar ulaşamadık. Ağırlıkça %20'den fazla silisyum ihtiva eden alüminyum alaşımlarında hızlı katılaştırma yöntemi olarak genellikle gaz atomizasyon ve sprey depozisyon yöntemleri kullanılmaktadır. M.Rajabi ve ark. yaptığı çalışmalarda ağırlıkça %20 Si içeren Al-Si-Fe alaşımlarının üretilmesinde melt-spinning tekniğini kullanmışlardır (Rajabi ve ark., 2008a,b).

Alüminyum esaslı alaşımlarda, mikroyapıyı hem inceletmek hem de modifiye etmek için kullanılan bir diğer yöntem de, alaşıma az miktarda demir, bakır, krom, nikel gibi geçiş metalleri ve nadir toprak elementleri ile kimyasal katkıları yapmaktır. Bu bağlamda, birincil Si parçacıklarını modifiye etmek için Al-Si alaşımlarında en yaygın kullanılan katkı elementi Pb'dir (Chiang ve ark., 2005; Cho ve ark., 1998; Hegde ve ark., 2008; Dai ve ark., 2008; Hong, 2001; Rajabi ve ark., 2008a). Ancak Al-Si alaşımlarında Si oranı %30'dan fazla ise, Pb ile modifiye etmek çok kullanışlı değildir (Hegde ve ark., 2008). Ayrıca fosfor; kırmızı fosfor, fosfat tuzu veya Cu-Pb mastır alaşımı şeklinde Al-Si alaşımlarına eklenmektedir. Bu yöntemlerin hepsinin de bazı yetersizlikleri mevcuttur. Bunlardan kırmızı fosfor ve fosfat tuzu çevre kirliliği bakımından olumsuzluk teşkil etmekte iken, Cu-Pb mastır alaşımı ise modifikasyon verimliliği açısından kararsızdır (Chen ve ark., 2007).

Öte yandan, geçiş metali ihtiva eden özellikle ötektiküstü Al-Si alaşımları sahip oldukları özelliklerden dolayı ilgi çekmektedir (Srivastava ve ark., 2002). Ötektiküstü Al-Si alaşımlarına demir gibi geçiş metallerinin eklenmesi, yüksek sıcaklıklarda, hem aşınma direncini hem de gerilme dayanımını artırmaktadır. Bu tür alaşımlara yapılan az miktarda Cu ve Mg katkısı, çözültü ve çökeltme sertleşmeleri yoluyla dayanım artışına neden olur. Ni katkısı yüksek sıcaklık dayanımını artırır aynı zamanda da termal genleşme katsayısını düşürür. Cr ve Zr ise mikroyapı modifiye edicileri olarak kullanılırlar (Rajabi ve ark., 2008b; Bang ve ark., 2001; Kim ve ark., 2000).

Demir Al-Si alaşımlarında kullanılan en yaygın belki de en önemli alaşımlama ve safsızlık elementlerinden biridir. Demir, çoğu zaman belirli bazı karakteristikleri elde etmek amacıyla kasıtlı olarak katılmasının dışında istenmeyen bir katkı maddesidir.

Demir ilavesi, alařımın özelliklerini iki aıdan etkiler. Bunlardan birincisi; demir Al ve Si ile çeřitli metallerarası bileřikler oluřturmaktadır. Bu metallerarası bileřiklerin çoęu, son ürünün mekanik özellikleri aısından zararlı olarak görülür. Demir ilavesinin alařım özelliklerine ikinci etkisi ise ergimiř alüminyum alařımının kalıp malzemesi ile etkileřimini (kaynaklanma ve yapıřma) azaltmasıdır. Çünkü demir katılařma esnasında, kalıp ile döküm malzeme ara yüzeyinde ince bir metallerarası tabaka oluřumuna neden olmaktadır (Nafisi ve ark., 2006). Alüminyum alařımlarına yapılan ana katkı maddelerinden birisi olan demir, ticari alařımlarda daima mevcuttur (Srivastava ve ark., 2002). Ekonomik aıdan da alüminyum alařımlarında demirin kullanılması tercih edilen bir durumdur (Ma ve ark., 2010). Demirin katı hal difüzyon miktarı ve yüksek sıvı hal difüzyon oranı hem alüminyumdan hem de silisyumdan daha düşüktür. Bu özelliklerden dolayı demir α -Al içerisinde yüksek kimyasal homojenlięe sahiptir. Aynı zamanda demir hem iřleme hem de servis sürecinde yüksek termal kararlılıęa neden olur. Ayrıca Al-Si alařımlarına yapılan %5 oranındaki demir katkısının, esas alařımın özelliklerinden feragat etmeksizin yüksek sıcaklık performansı elde edilmesine yol atıęı literatürden bilinmektedir (Zhou ve ark., 1991). Demirin alüminyum içerisinde çözünürlüęünün çok düşük olması yapı içerisinde demir içerikli metallerarası bileřiklerin oluřmasına neden olur (Srivastava ve ark., 2002). Yapı içerisinde oluřan sert Al-Si-Fe metallerarası bileřięi, ařınma direncini artırırken bu bileřik tanelerinin incilmesi ve alüminyum matrisi içinde homojen bir řekilde daęılması ise yüksek sıcaklık dayanımının artmasına neden olur (Cho ve ark., 1998). Ancak, demir içerikli metallerarası bileřikler büyük bloklar halinde ve ięnemsiz yapılar řeklinde oluřma eęilimindedirler. Bu da malzemenin mekaniksel özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir (Huang ve ark., 2009). Bu durumda, metallerarası bileřiklerin, birincil Si tanelerine benzer bir řekilde, morfolojilerini deęiřtirmek ve boyutlarını küçültmek büyük önem tařımaktadır (Rajabi ve ark., 2008b). Özellikle büyük Si blokları ile ięnemsiz yapıdaki Fe içerikli fazların inceltilmesi ve řekil bakımından modifiye edilmesine yönelik mikroyapı optimizasyonu önemli bir alıřma alanı haline gelmiřtir. Yüksek dayanım ve iyi bir süneklik elde edebilmek için birka strateji önerilmektedir. Bu stratejilerin ilki; alařıma, heterojen ekirdeklenmeyi artırmak ve birincil Si bloklarının oluřumunu azaltmak amacıyla Na, Sr, Nd, Ca, Pb, Sb, gibi modifiye edici elementlerin katılmasıdır. İkincisi; Fe içerikli fazların olumsuz etkilerini nötrlemek

amacıyla “nötrleyiciler” diye isimlendirilen; Mn, Cr, Be, Sr, Ca, Co, K vb. elementlerin alaşıma az miktarda katılmasıdır. Üçüncüsü ise; katılma esnasında soğuma hızının artırılmasıdır (Hou ve ark., 2009). Yukarıda da bahsedildiği gibi soğuma hızının mikroyapı 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 $\beta - AlFeSi$ vb. farklı kararlı veya yarıkararlı metallere bileşikler oluşabilmektedir (Zhang ve ark., 2009; Allen ve ark., 1998).

Fiziksel ve mekaniksel özelliklerin daha da geliştirilmesi amacıyla Al-Si alaşımlarına geçiş metallere eklenmesi yaygın bir durumdur (Srivastava ve ark., 2002). Kobalt; periyodik cetvelde nikelin hemen önünde 4. periyotta bulunan bir geçiş metalidir ve atom numarası 27'dir. Atomik boyut, ergime noktası ve yoğunluk bakımından nikel çok benzemektedir. Krom, nikel, tungsten, karbon, demir ve diğer alaşım elementleri ile alaşımlanarak kobalt esaslı süper-alaşımlar üretilebilir. Kobalt esaslı süper-alaşımlar çok düzgün gerilme ve kopma özelliklerine sahiptirler. Ayrıca süper-alaşımlarda kullanılan kobalt miktarının artırılması ile yüksek sıcaklıklarda daha üstün özelliklere sahip malzemelerin üretilebileceği ön görülmektedir (Günebakmaz, 2007). İyi sünekliğe sahip ilk amorf alaşımlar alüminyum-geçiş metali-lantanit metal, üçlü alaşım sistemlerinde elde edilmiştir. Bu tür alaşımlardan olan ve iyi özelliklere sahip olan Al-Ni-Y sistemine yapılan Co katkısının, sünekliği azaltmaksızın malzeme dayanımını artırdığı tespit edilmiştir (Inoue ve ark., 2007; Golumbfskie ve ark., 2003). Al-Mn-Co alaşımlarının da çok iyi sünekliğe sahip oldukları bilinmektedir (Lu ve ark., 2005). Zhixing Kang ve ark., Al-50Si-10Mg, Al-50Si-10Cu ve Al-50Si-10Co alaşım sistemlerinde, sertlik ve aşınma direnci en yüksek olan alaşımın Co katkılı Al-50Si-10Co alaşımı olduğunu tespit etmişlerdir (Kang ve ark., 2007). Ayrıca, kobaltın hızlı katılaştırma ile birlikte büyük silisyum parçacıklarının boyutlarını küçültmek üzere Al-Si alaşımlarına eklendiği de bilinmektedir (Zhou ve ark., 1991). Kobaltın alüminyum alaşımlarında, mekanik özellikler açısından çok zararlı olarak görülen demir içerikli $\beta - AlFeSi$ fazını, daha az zararlı $\alpha - AlFeSi$ fazına dönüştürdüğü de literatürden teyit edilebilir (Mülazımoğlu ve ark., 1996). Literatürde, demir içerikli fazların olumsuz etkilerini nötrlemek üzere alüminyum alaşımlarına yapılan kobalt katkısının diğer

nötrleyici elementlere göre daha fazla olması gerektiği öne sürülmektedir. Örneğin; bu tür alaşımlarda nötrleyici element olarak Cr düşünüldüğünde, Fe/Cr oranı yaklaşık olarak 3'e eşit iken, Co söz konusu olduğunda Fe/Co oranı yaklaşık olarak 1'dir. Yani ne kadar demir katılırsa o kadar da kobaltın katılması önerilmektedir (Salem, 2007). Ancak literatürde, kimyasal modifiye edicilerin yüksek katılma hızlarında daha etkin olduğu ifade edilmektedir (Hegde ve ark., 2008). Bu durumda, çok yüksek bir soğuma hızına sebebiyet veren melt-spinning yöntemi kullanılarak, yukarıda bahsedilen orandan daha az miktarlarda kobalt kullanılarak, demir içerikli fazların zararlı etkilerinin azaltılmasında, literatürdekine eşdeğer, hatta daha da fazla bir gelişme elde edilebileceği sonucuna varılabilir (Salem, 2007). Bununla birlikte literatürde Al-Si-Co alaşımları üzerine yapılmış çok az sayıda araştırmaya ulaşılmaktadır (Kang ve ark., 2007).

Son zamanlarda, havacılık çevreleri tarafından titanyum alaşımları ile rekabet edebilecek yüksek – sıcaklık alüminyum alaşımlarının geliştirilmesine yönelik dikkate değer çabalar sarf edilmektedir. Hem hızlı katılaştırma hem de toz metalurjisi tekniklerinde son on yıl içerisinde meydana gelen gelişmeler, birkaç alaşım gurubunu bu açıdan aday malzemeler olarak öne çıkarmaktadır. Bu bakımdan Al-Fe-V-Si, Al-V-Fe vb. alaşım sistemleri araştırmacılar tarafından büyük ilgi görmektedir (Shek ve ark., 2003; Arhami ve ark., 2008). Bunlardan, hızlı katılaştırılmış Al-V-Fe alaşımları düşük ağırlıkları ve 1400MPa'ya varan çekme dayanımları nedeniyle umut vaat eden yapısal malzemeler olarak değerlendirilmektedir. Fe ve V elementleri, bu alaşımların mikroyapılarını dolayısıyla da mekanik özelliklerini kuvvetli bir şekilde etkilemektedir. Artan Fe ve V miktarı, mikroyapı içerisinde quazikristalik fazların hacimsel miktarının artmasına neden olmakta, bu da alaşımının dayanımının artmasını sağlamaktadır (Shek ve ark., 2003). Aynı şekilde, benzer bir alaşım grubu olan Al-Fe-V-Si alaşımları standart hale gelmiş yüksek sıcaklık uygulamalarından ve düşük ağırlıklarından dolayı büyük ilgi gören alaşımlardandır (Shek ve ark., 2003; Arhami ve ark., 2008). Bu alaşımların hızlı katılaştırılma ve toz metalurjisi teknikleriyle üretilmiş olanları son zamanlarda havacılık çevrelerince yüksek sıcaklıklarda titanyum ile rekabet edebilecek malzemeler arasında görülmektedir (Shek ve ark., 2003; Arhami ve ark., 2008). Al-Fe-Si alaşımlarına yapılan V katkısı, mikroyapıda oluşan demir içerikli fazlardan mekanik özellikler açısından en zararlı faz olarak görülen β fazını daha az zararlı olarak görülen

α fazına dönüştürmektedir (Bartova ve ark., 2005). Aynı zamanda alaşımın yüksek sıcaklık dayanımını ve sertliğini artırmaktadır (Sahoo ve ark., 2003; Pathak ve ark., 2006). Ancak literatürde, V'nin, Al-Si alaşımlarında oluşan silisyum fazları üzerindeki etkisi hakkında yeterli bilgi mevcut değildir.

Sc, Al alaşımları için çok etkin bir çökelti sertleşmesi elementidir. Alüminyuma Sc eklemek suretiyle, Al alaşımlarında çok güçlü bir tane inceltici etki elde edilebilir. Al alaşımlarına Sc eklemek, mükemmel derecede tane incelmesinin yanında küçük ve kohorent $L1_2 Al_3Sc$ fazlarının oluşumundan dolayı önemli ölçüde dayanım artışına (100 ila 150MPa'ya kadar hatta bazen 200MPa'ya kadar) neden olur (Lohar ve ark., 2009; Kim ve ark., 2004). Ağ%0.55'den daha az miktarda yapılan Sc katkısının büyük Al tanelerini inceltmediği gözlenmiştir. Al alaşımlarına bu orandan daha fazla oranlarda yapılan Sc katkısı sonucunda, yapı içerisinde birincil Al_3Sc parçacıklarının oluştuğu gözlenmiştir. Bu birincil parçacıklar Al ile benzer bir kristal yapısına sahip olup çok az kafes uyumsuzluğu gösterirler (Lohar ve ark., 2009). Sc aynı zamanda alüminyumun yeniden kristalleşme sıcaklığını da $600^{\circ}C$ 'ye kadar artırır. Al alaşımlarına yapılan Sc ilavesi, Al-5Ti-1B'den %50 daha fazla tane incelmeye neden olmaktadır. Zr ile birlikte yapılan Sc ilavesi termal kararlılığı artırmaktadır (Prukkanon ve ark., 2007). Bununla birlikte skandiyumun, alüminyum alaşımlarında ötektik silisyum yapılarını etkilediği de bilinmektedir. Literatürde, ötektik silisyumun modifiyesi için Al alaşımlarına geleneksel modifiye edicilerin (Na, Sr, Sb vb.) 20 katı kadar Sc katkısının yapılması gerektiği ve böyle yapıldığında Sr'nin modifiye edici özelliğine eşdeğer bir silisyum modifikasyonu elde edildiği bildirilmektedir. Myunghan Kim ve ark. tarafından Al-ağ%8.5Si alaşımı kullanılarak yapılan bir çalışmada ağ%0.2-0.8 aralığındaki oranlarda katılan Sc'nin ötektik silisyum ve mekanik özellikler üzerindeki etkileri incelenmiştir. Bu çalışmada ağ%0.2Sc katkısının, ötektik silisyumun mikroyapısını şekil ve boyut bakımından modifiye ederek, kaba plakalardan ince lamelli yapılara dönüştürdüğü tespit edilmiştir. En optimum modifikasyon etkisi ağ%0.8Sc katkısında elde edilmiştir. Aynı zamanda, ağ%0.4Sc katkılı numunenin çekme dayanımı ve uzamasının Al-ağ%8.5Si alaşımıninkilere göre sırasıyla yaklaşık olarak %50 ve %70 oranlarında arttığı tespit edilmiştir (Kim ve ark., 2004).

Literatürdeki çalışmalardan görüleceği üzere, mikroyapı içerisinde kaba birincil Si fazlarının oluşumuna izin vermeksizin Al-Si alaşımlarındaki silisyum miktarının artırılması, otomotiv ve havacılık gibi ileri teknoloji gerektiren endüstrilerde kullanılabilen yeni nesil alaşımların geliştirilmesi bakımından büyük önem arz etmektedir.

Öte yandan hızlı katılaştırılmış şeritlerin ve mekanik olarak alaşımlanmış/hızlı katılaştırılmış tozların endüstride kullanılabilmesi için genellikle hacimsel ürün haline getirilmeleri gereklidir. Ancak, bu tür malzemelerin hacimsel hale getirme işlemleri problemlidir ve başlı başına bir araştırma konusudur. 1950'li yıllardan beri bu konu üzerine pek çok araştırma yapılmıştır ve araştırmalar halen devam etmektedir (Suryanarayana, 2008; Rongde, 1994). Bu konuda yapılan çalışmalar soğuk ve sıcak konsolidasyon işlemleri olmak üzere iki ana başlık altında toplanabilir. Sıcak konsolidasyon işlemleri geleneksel soğuk konsolidasyon işlemlerine göre, sinterleme özellikleri iyi olmayan malzemelerin pekiştirilmesinde, tam yoğunluklu ürün elde edilmesinde, yüksek dayanım ve sertlik elde edilmesinde daha avantajlı konumdadır. Sıcak konsolidasyon işlemleri arasında; sıcak presleme, sıcak izostatik presleme, sıcak ekstrüzyon vb. sayılabilir. Sıcak presleme yöntemi, hem metalik hem de metalik olmayan tozların yoğunlaştırılmasında sıklıkla kullanılan bir yöntemdir. Eriyik eğerme 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 konsolidasyon için 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. Ancak yine literatürde yapılan çalışmalardan elde edilen bilgiler ışığında, hızlı katılaştırılmış metalik alaşımların hacimsel malzeme haline getirilmesi amacıyla sıcak presleme yöntemlerinin sıklıkla başvurulan yöntemlerden birisi olduğu görülmektedir (Rajabi ve ark., 2009; Zhanga ve ark., 2007). 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 üretilecek şerit ve toz formundaki alaşımların hacimsel malzeme haline getirilmesi amacıyla yönelik olarak tercih edilebilecek yöntemler arasında öne çıkmaktadır.

Buraya kadar özetle, Ötektiküstü Al-Si alaşımlarının teknolojiye yerinden ve Al-Si alaşımı içerisindeki kaba Si fazlarının modifikasyon yöntemlerinden bahsedilmiştir. Ayrıca toz olarak üretilen Al-Si alaşımlarının hacimsel forma getiriliş süreçlerinden bahsedilmiştir. Bundan sonraki bölümlerde, tez kapsamında kullanılan üretim yöntemlerinden ayrıntılı olarak bahsedilecektir.

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1 Alaşım Üretim Teknikleri

Günümüzde hâlihazırda kullanılan pek çok alaşım üretim tekniği mevcuttur. Bu tekniklerin seçimi, üretilecek alaşımın endüstrideki kullanım amacına göre belirlenir. Bu bölümde, tez kapsamında kullanılan geleneksel katılaştırma, hızlı katılaştırma ve mekanik alaşımlama teknikleri hakkında bilgi verilecektir.

2.2. Geleneksel Katılaştırma Teknikleri

2.2.1. Kum Kalıba Döküm Tekniği

Kum kalıba döküm tekniği; en basit ve popüler döküm tekniği olup yüzyıllardır kullanılmaktadır (Şekil 2.1). Ayrıca, alüminyum alaşımlarının 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 (Kınıkoğlu, 2001). Bu teknikle üretilen ürünlerin kalitesi, metal ile kalıp malzemesi arasında meydana gelebilecek reaksiyonları önlemeye bağlıdır. Bunun için kum karışımına olası kimyasal reaksiyonları önleyen çeşitli elementler katılır.



Şekil 2.1. Kum kalıba döküm tekniği ve bu teknikle üretilen parçalar

2.2.2. Metal Kalıba Döküm Tekniği

Bu teknikte, erimiş metal/alaşım, metal bir kalıba yerçekimi, düşük basınç veya merkezkaç kuvvet etkisiyle doldurulur (Şekil 2.2). Aynı alaşımın metal kalıba dökümünde, kum kalıba göre daha hızlı soğumanın etkisiyle daha ince bir tane yapısı ve daha yüksek dayanım elde edilir. Metal kalıba dökülen parçalarda, kum kalıba dökülenlere göre büzülme ve gaz gözenekliği daha azdır. Buna karşılık metal kalıplarda boyut sınırlaması vardır ve karmaşık parçaların bu yöntemle dökülmesi güç, hatta bazen imkânsızdır.

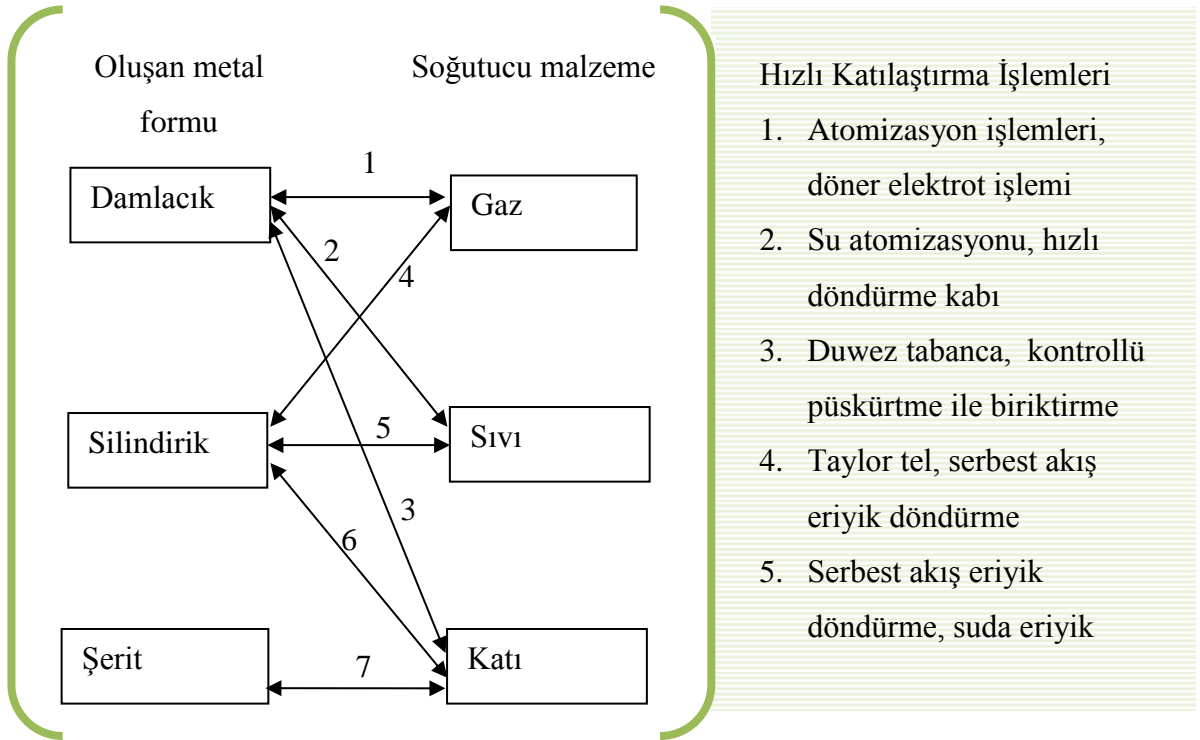


Şekil 2.2. Metal kalıba döküm tekniği ile üretilmiş çinko esaslı parçalar ve motor parçaları

2.3. Hızlı Katılaştırma Teknikleri

ABD’de Duwez ve arkadaşlarının (1960a,b) 1960 yılında, erimiş metallerin hızlı katılaştırılması işlemini ilk olarak gerçekleştirmelerinden sonra, oldukça farklı teknikler ortaya çıkmıştır (Jones, 1981). Her ne kadar bu teknikler, yararlı etkiler oluşturulmak için tasarlanmamış olsa da günümüz hızlı katılaştırma tekniklerinin öncüsü kabul edilir. Bu teknikler son yıllarda periyodik olarak hızlı katılaştırmanın farklı yönleriyle yeniden incelenmiştir (Lawley, 1977; Jones, 1981; Anantharaman ve ark., 1987; Suryanarayana, 1999).

Katılaştırma esnasında yeterli büyüklükte soğuma hızını başarmak için, iki önemli koşulun yerine getirilmesi gerekmektedir. Öncelikle, hızlı ısı transferini sağlamak için eriyik, en az bir boyutunun yeterince ince olduğu bir yarıktan akıtılmalıdır. İkinci olarak, erimiş metalden ısının aniden çekilmesi için etkili bir ısı banyosunun olması gerekmektedir. Şekil 2.3, pratikte oluşan üç olasılığın birleşimini ve uygulanan temel katılaştırma işlemlerini listelemektedir. Açıkça görüleceği üzere, erimiş metal gaz, sıvı veya katı malzemelerle soğutulabilmekte ve damlacık (droplet) olarak ya da silindirik veya şerit formunda oluşturulabilmektedir.

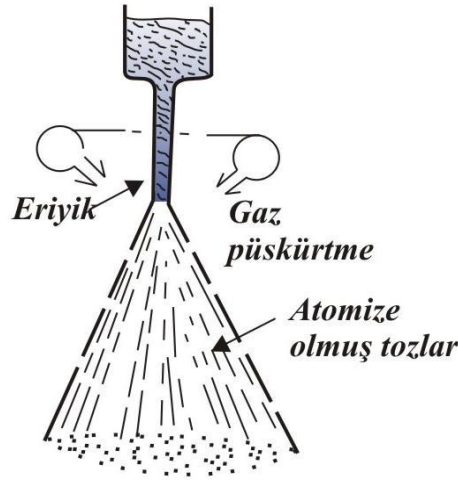


Şekil 2. 3. Hızlı katılaştırma işlemlerinde soğutma ortamı ve oluşan malzeme formları arasındaki ilişkinin şematik gösterimi

Hızlı katılaştırma metotları farklı yazarlar tarafından çeşitli kategorilerde sınıflandırılmıştır. Jones (1981), hızlı katılaştırma tekniklerini üç kategoride incelemiştir. Bunlar: (i) soğuma esnasında eriyiği ufalayarak damlacıklara dönüştüren püskürtme (spray) teknikleri, (ii) sınırlı bir derinlikte malzemenin hızlı eritilmesi ve katılaştırılması esasına dayanan yüzey eritme teknikleri ve (iii) soğuma esnasında eriyiğin sürekliliğini koruyarak katılaştıran soğuk bloklu döküm teknikleridir.

2.3.1. Püskürtme Teknikleri

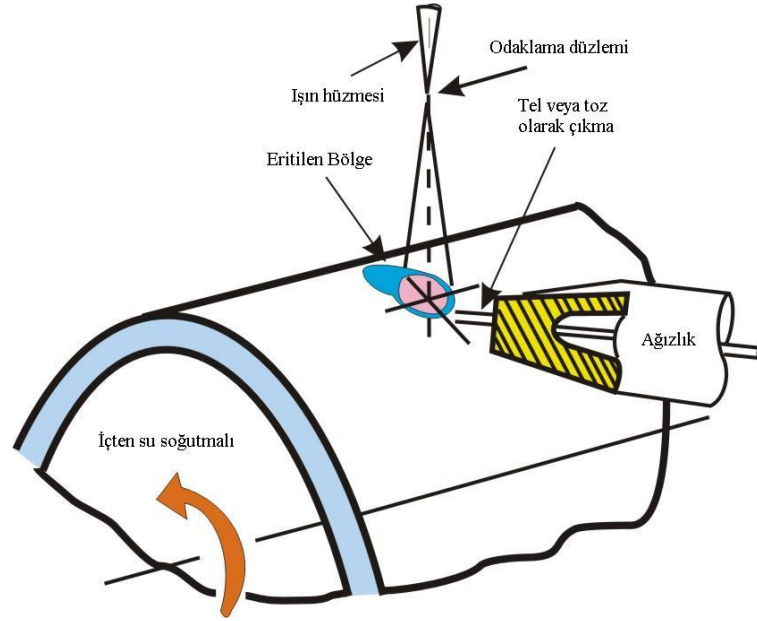
Eriyik, gaz ya da sıvı yoluyla ince damlacıklara ayrıştırılarak atomize edilir. Pek çok püskürtme tekniği geliştirilmiştir. Ulaşılan atomizasyon mekanizması ve soğutma yolu, farklı tekniklerde farklı olabilmektedir. Gaz atomizasyon, su atomizasyon, ultrasonik gaz atomizasyon, merkezkaç atomizasyon ve çift silindir atomizasyon teknikleri bunlardan bazılarıdır. Gaz atomizasyon, en çok kullanılan püskürtme tekniğidir. Yüksek hızla püskürtülen gazın akan erimiş metale çarpmasıyla oluşmaktadır (Şekil 2.4). Eriyik, uçma esnasında konveksiyon ya da radyasyon yoluyla ısı atarak küçük parçacıklar halinde katılır. Soğuma hızı tanecik boyutuna bağlıdır, yani daha küçük tanecikler daha yüksek soğuma hızı gösterirler. Tipik soğuma hızı 10^2 ile 10^4 K/s arasında değişir. Her ne kadar pratikte nitrojen, hidrojen, argon ve hava kullanılsa da, bu gazlarla helyumun karıştırılarak kullanılması daha etkili sonuçlar vermektedir. Gaz atomizasyonu ile üretilen tozlar, ortalama tane çapı 100 μm olan pürüzsüz ve küresel taneciklerdir. Bu teknik, çelik, alüminyum ve süper-alaşımaları da içeren geniş çaptaki alaşım gruplarının atomizasyonu için kullanılabilir.



Şekil 2. 4. Gaz atomizasyon tekniğinin şematik gösterimi

2.3.2. Yüzey Eritme Teknikleri

Hızlı katılaştırılmış alaşımların üretiminde kullanılan en yeni tekniklerden birisidir. Bu teknik, alaşımın yüzeyinin eritilerek hızlı katılaştırılmasını temel alır (Şekil 2.5). Lazer ya da elektron demetleri kullanılmak suretiyle alaşımın yüzeyinde çok ince bir tabaka (10–1000 μm arasında) eritilir. Eritme işlemi sırasında, lazer veya elektron demeti ya da eritilen malzeme çok hızlı bir şekilde hareket ettirilerek hızlı katılaştırma sağlanmış olur. Sistemin teknolojik açıdan pahalı olması ve belli alaşım sistemleri için uygulanabilir olması nedeniyle çok yaygın bir kullanım alanı yoktur (Karaaslan, 1998; Woolfson, 1996).



Şekil 2. 5. Lazerle yüzey eritme tekniğinin şematik gösterimi

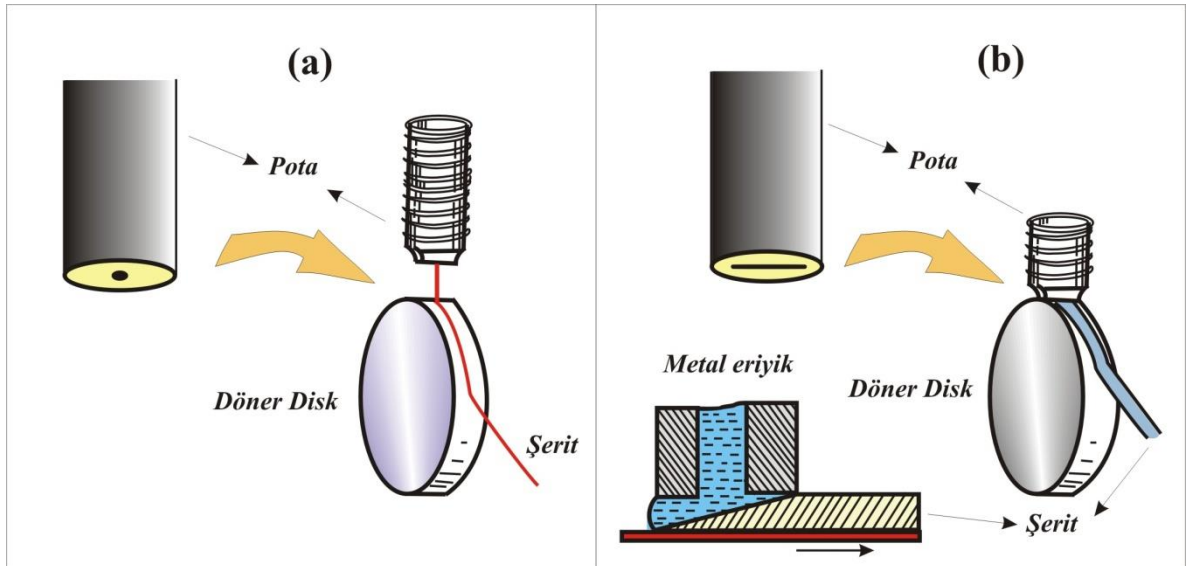
2.3.3. Soğuk Bloklü Döküm Teknikleri

Hızlı katılaştırılmış malzeme üretiminde en çok kullanılan tekniklerdir. Temel prensip, sıvı metalin çok ince bir kesitinin daha soğuk bir yüzey tarafından soğutulmasıdır. Bu sebeple çoğunlukla soğuk bloklü sıvı soğutma tekniği olarak da anılır. Bu yöntemi diğerlerinden ayıran en belirgin farkı, eriyiğın akış kararlılığının korunmasıdır. Bu temele dayanan ve halen kullanılan pek çok teknik geliştirilmiştir. Bunlar arasında ikiz

piston tekniđi, eriyik eđirme tekniđi, dzlemsel akıřla dkm tekniđi, ikiz tekerlek tekniđi ve Taylor tel tekniđi sayılabilir.

Belirtilen teknikler arasında en ok kullanılan ve ok deđiřik versiyonları olan eriyik eđirme tekniđidir. Bu teknikte dner bir disk zerine belli bir mesafede (10–20 mm arasında) pskrtlen sıvı, basıncında etkisiyle disk yzeyine yayılarak ince bir film oluřturur. Oluřan film ok hızlı bir řekilde katılařarak ince řeritler halinde elde edilir. Eriyiđin akıř hızı, yzeye arpma aısı, ađızlık apı, disk apı ve disk sıcaklıđı, rnn geometrisine ve boyut kararlılıđına etki eder. Bu teknikle ulařılan sođuma hızı 10^5 – 10^8 K/s aralıđındadır (Cahn ve ark., 1976; Pond ve ark., 1976; Anantharaman ve ark., 1987).

Tez alıřmasında kullanılan dzlemsel akıřla dkm tekniđi, eriyik eđirme tekniđinin deđiřik bir versiyonudur. Dzlemsel akıřla dkm tekniđinde, eriyiđin dkldđ pota ađzı yarık řeklinde ve eriyik daha dřk mesafelerden (en fazla 0,6 mm) pskrtlr. Bu sayede daha geniř řeritler retilenilmektedir. řekil 2.6'de iki ynteme ait řematik gsterimler verilmektedir.



řekil 2.6. (a) Eriyik eđirme (Melt-Spinning) ve (b) Dzlemsel akıřla dkm (Planar flow casting) tekniklerinin řematik gsterimi (Yılmaz, 2008).

Çizelge 2.1’de geleneksel ve hızlı katılaştırma yöntemlerinde soğuma hızları, üretilen ürünlerin boyutları ve mikroyapı içerisindeki tanelerin büyüklükleri karşılaştırılmaktadır. Çizelge 2.1’den de görüleceği üzere, soğuma hızının artması, mikroyapı içerisindeki tanelerin boyutlarını küçültürken (istenen özellik), külçe formunda malzeme üretimini de kısıtlamaktadır (istenmeyen özellik).

Çizelge 2.1. Çeşitli katılaştırma işlemlerinde soğuma hızları ve tane büyüklükleri

Soğuma Hızı (K/s)	Adlandırma	İşlemler ve Ürünler	Kalınlık	Tane boyutu
A. GELENEKSEL KATILAŞTIRMA				
10^{-6} – 10^{-3}	Çok yavaş	Kum kalıba dökümler	6 m	0,5–5,0 mm
10^{-3} – 10^0	Yavaş	Metal kalıba dökümler	0,2–6 m	50–500 μ m
10^0 – 10^3	Orta	Basıncılı döküm ve normal püskürtme (atomizasyon)	6–20 mm	5–50 μ m
B. HIZLI KATILAŞTIRMA				
10^3 – 10^6	Yüksek	İnce toz püskürtme, eriyiği kalıptan basma (ekstrüzyon)	0,2–6,0 mm	0,5–5,0 μ m
10^6 – 10^9	Oldukça yüksek	Eriyik eğirme, elektron/gaz ışımasıyla yüzey eritme	6–200 μ m	0,05–0,5 μ m

2.4. Mekanik Alaşımlama (Bilyeli Öğütme) Teknikleri

Mekanik alaşımlama (MA) veya diğer bir deyişle bilyeli öğütme, toz karışımı halinde bulunan malzemelerden, homojen yeni bir malzeme üretimine olanak sağlayan bir toz işleme tekniğidir. John Benjamin ve meslektaşı Paul D. Merica, 1966 yılında International Nickel Company (INCO) araştırma laboratuvarında bu tekniği geliştirmişlerdir. Bu teknik, gaz türbünü uygulamalarında kullanılan nikel bazlı oksitli süperalaşım üretmek için yapılan uzun bir araştırmanın sonucunda ortaya çıkmıştır. Bu alanda yapılan çalışmalar, günümüze kadar önemli aşamalar kaydederek, gerek bilimsel gerekse endüstriyel alanda hatırısayılır bir yer edinmiştir. Günümüzde artık, mekanik alaşımla tekniği, metal, seramik, polimer ve kompozit gibi pek çok malzeme grubunun

üretiminde etkin olarak kullanılmaktadır. Çizelge 2.2’de mekanik alaşımlama tekniğinin çeşitli üstün yanları özetlenmiştir.

Çizelge 2.2. Mekanik alaşımlamanın özellikleri

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

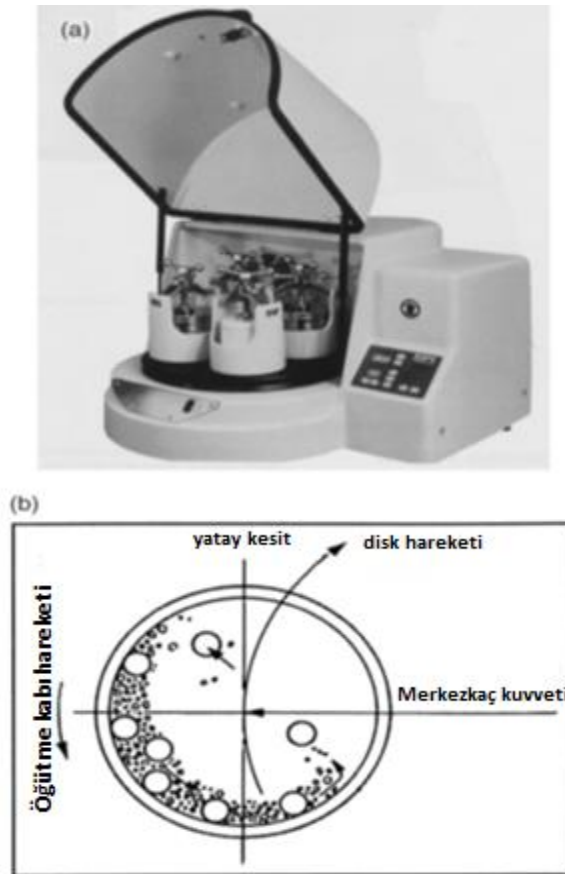
Tozların, mekanik olarak alaşımlanmasında kullanılan öğütme cihazlarının farklı tipleri vardır. Bu cihazlar daha çok öğütme enerjilerine, kapasitelerine veya ilave ekipmanlarına göre farklılık gösterir (Suryanarayana, 2008). Günümüzde endüstride ve laboratuvar çalışmalarında kullanılan en yaygın mekanik alaşımlama sistemleri, SPEX salınımlı öğütme, planeter bilyeli öğütme, atritör öğütme, ticari öğütme ve yeni dizayn öğütme sistemleridir. Planeter bilyeli öğütme, bunlar arasında en yaygın olarak kullanılan sistemdir.

2.4.1. Planeter bilyeli öğütme

MA deneylerinin yapıldığı en popüler öğütme yöntemlerinden biridir. Planeter bilyeli öğütmede aynı anda birkaç yüz gram toz öğütülebilir (Şekil.2.7a). Planeter 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 merkezkaç kuvvetleri birbirine ters yöndedir. Hazne kendi eksenini etrafında dönerken, bilye ve tozlar, merkez kaç kuvveti etkisiyle hazne duvarlarına yapışır. 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.2.7b).

Yeni nesil planeter 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 2.7. (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).

2.4.2. Öğütme Parametreleri

MA kompleks bir üretim yöntemi olduğundan, istenilen faz ve/veya mikroyapı 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
- *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 planeter veya attritör bilyeli öğütme sistemleri, büyük miktarlarda toz üretiminde kullanılır. Diğer bir ifadeyle,

öğütme sistemleri spesifik uygulamalara göre dizayn edilirler. Çizelge 2.3’de, ürün miktarına göre kullanılan öğütme tipleri verilmektedir.

Çizelge 2.3. Farklı öğütme tiplerinin tipik kapasiteleri

Öğütme tipi	Örnek ağırlık
Karıştırıcı öğütme (Mixer mills)	2 - 20 g
Planeter 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, tavllanmış 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), titanyum (Ti), sinterlenmiş korondum, itriya ile stabilize edilmiş zirkonya (YSZ) (Tokimitsu, 1997), kısmi olarak kuvvetlendirilmiş zirkonya-itriya, safir, akik taşı, sert porselen, silisyum nitrit (Si_3N_4), ve bakır (Cu)-berilyum (Be) gibi malzemeler de öğütme kabı yapımında kullanılmaktadır. Öğütme kabının yapımında kullanılan malzeme kadar kabın şekli ve özellikle kabın iç dizaynı da önemlidir. Hem düztabanlı hem de oval tabanlı öğütme kapları mevcuttur. Alaşımlama işleminde, düztabanlı kaplar oval tabanlı kaplara göre daha fazla tercih edilmektedir. Mekanik alaşımlanmış Si-Ge karışımında, istenen şiddet ve yoğunlukta (111) XRD piki elde edebilmek için, düztabanlı kaplarda 9 saat öğütmek gerekirken, bu süre oval tabanlı kaplarda 15 saate kadar çıkabilmektedir (Suryanarayana, 2001).

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 yarıkararlı fazlar sıcaklığın etkisiyle bozunabilir. Ek olarak, yüksek sıcaklıklarda tozlardaki kontaminasyon oranı artabilir. Yüksek öğütme hızlarında, oluşan nanokristal yapıların kristal boyutunda artış ve kristal yapılarındaki iç zorlanmalarında azalma gözlenmiştir.

Calka ve ark. (1993), farklı enerji seviyelerinde öğütülen (Uni-Ball öğütmedeki miktatsız 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 (Suryanarayana, 2001).

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, tavllanmış 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) titanyum (Ti), niyobyum (Nb), zirkonyum (ZrO_2), akik, itriya ile stabilize edilmiş zirkonya (YSZ), kısmi kuvvetlendirilmiş zirkonya + itriya, safir, silisyum nitrit (Si_3Ni_4), ve Cu-Be gibi özel malzemeler kullanılabilir. Mümkün olduğunca kontaminasyonu önlemek için öğütme kabının ve bilyelerin aynı malzemedan 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 çözeltilisi 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.

Aslında, öğütmenin büyük çelik bilyeler ile yapıldığı bazı durumlarda, amorf fazdan ziyade sadece kararlı kristal bileşikleri oluşmuştur. Bir diğer araştırmada, Ti-Al toz karışımı 5 ya da 8 mm çaplı bilyeler kullanılarak öğütüldüğünde bir amorf fazın oluştuğu, 12 mm çaplı bilyeler kullanıldığında ise amorf faz oluşmadığı bildirilmiştir. Daha küçük bilyelerin tercih edildiği Pd-Si sisteminde de amorf faz oluşumunda benzer durumla karşılaşmıştır. 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 yarıkararlı faz oluşumunu artırdığı sonucuna varılmıştır.

Çoğu araştırmacı genellikle öğütmede kullanılan bilyelerin aynı çapta olmasını tercih etse de, farklı çaplara sahip bilyelerin kullanıldığı çalışmalar da vardır. Farklı çaplarda bilyeler kullanıldığında en yüksek çarpışma enerjisinin elde edileceği öngörülmüştür. Öğütmenin ilk safhalarında öğütülmüş toz, bilyenin yüzeyini soğuk kaynaklama şeklinde kaplar. 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. Öte yandan, bilyeden ayrıştırılması oldukça zor olan söz konusu toz tabakası, ürün verimini düşürmesi açısından bir dezavantaj da oluşturmaktadır. Farklı çaptaki bilyelerin birlikte kullanıldığı öğütmelerde ise, soğuk kaynaklanma ve bilyelerin üzerine toz yapışması durumunun minimum düzeye indirildiği rapor edilmiştir. Bu durum, literatürde tam olarak açıklanamasa da, farklı büyüklükteki bilyelerin ürettiği makaslama kuvvetlerinin, bilyelerin yüzeyindeki tozu ayırmaya yardımcı olmasıyla açıklanabilir.

Aynı büyüklükteki öğütme bilyelerinin, oval ya da düztabanlı 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 (Suryanarayana, 2001).

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 ile 220:1 aralığında çeşitlilik gösterebileceği ifade edilmiştir. Genel anlamda, SPEX salımlı 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 salımlı öğütme sisteminde, öğütülen Ti-ağ.%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.

Yukarıda bahsedildiği üzere, yumuşak öğütme şartları yarıkaraklı 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, hafif öğütme şartları altında amorf fazların elde edildiği bildirilmiştir (Gerasimov ve ark., 1991). Benzer sonuçlar diğer metal alaşım sistemleri için de rapor edilmiştir. Örneğin, Cu-In-Ga-Se toz sisteminde, yarıkaraklı kübik faz düşük BTO'da, kararlı tetragonal faz ise daha yüksek BTO'da oluşmaktadır (Suryanarayana, 2001).

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) ve 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 ağırlık %1,5 oranında oksijen topladığı rapor edilmiştir. Aynı tozun, nitrojen atmosferinde aynı sürede öğütülmesinde toplanan oksijen miktarının ağırlık % 4,7 olarak gözlenmesi açıklanması zor bir durumdur.

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, hidrür üretiminde hidrojen atmosferi kullanılmaktadır. 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. Argon atmosferinde öğütülen tozun X-ışını kırınım deseninde, herhangi bir amorf faz oluşumu gözlenmeyip sadece Cr pikleri görülmüştür. Diğer taraftan, sözkonusu tozun argon ya da nitrojen atmosferinde öğütüldüğünde tamamen amorf olduğu tespit edilmiştir. Benzer şekilde, oksijenin Ni-Nb sistemindeki amorflaşma kinetiğini arttırdığı görülmüştür (Suryanarayana, 2001).

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 absorblanarak, 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 boyutu azaltılması için gerekli enerji E,

$$E = \gamma \cdot \Delta S \quad (1)$$

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, heksan, metanol ve etanoldür. Farklı çalışmalarda kullanılan bazı PCA'ların listesi ve kullanım miktarları Çizelge 2.4'de sunulmuştur. Bunlara ek olarak,

nadiren kullanılan diğler PCA'lar; sodyum 1,2-bis-(dodecyl carbonyl) etan-1-sulfonate, lityum-1,2-bis-dodecyloxy karbonil sulfasuccinate, diodecyl dimetil amonyum asetat (DDAA), didocyldimethyl amonyum bromür (DDAB), trichlorotri uoroethane řeklinde sıralanır. Ayrıca, polyethylene glycol, dodecane, ethyl acetate, oxalic acid, boric acid, borax, alumina, and aluminum nitrate gibi PCA'lar da farklı uygulamalarda tercih edilmektedir. PCA'lar öğütme esnasında ayrıřarak, tozlar ile bileřikler oluřturur veya bileřik oluřturmadan tozların arasında dađılır. Bu yüzden hidrokarbonlar ve karbonhidratlar gibi PCA'lar, toz ięerisine karbon ve/veya oksijen vererek, matris ięerisinde düzenli olarak dađılmış karbid ve oksitlerin oluřumuna sebep olur. Gerçekte, oluřan bu bileřikler malzeme ięin zararlı olmayıp, dađılım sertleřmesine sebep olduđundan malzemenin sertlik ve dayanımını arttırıcı yönde rol oynar. Hidrojen gazı sinterleme esnasında metal kafes ięinde absorbe edilebilir. Her ne kadar hidrojen gazının alařımlama sürecine katkısının olmadıđı bilinse de, bazı sonuçlar hidrojenin titanyumca zengin alařımlarda amorf faz oluřumuna katkı sunduđunu göstermiřtir. Bugüne kadar yapılan çalıřmalarda, PCA'ların, tozlardaki faz oluřumunu etkilediđi, katı çözünlük sınırlarını deđiřtirdiđi, camsı form oluřumunu modifiye ettiđi ve kontaminasyon seviyelerini deđiřtirdiđi gözlenmiřtir.

Çok düşük sıcaklıklarda (cryomilling) yapılan öğütme iřlemlerinde, toz parçacıklarının kırılgenliklerinin artması sebebiyle, kaynaklanmanın azaldıđı görülmüřtür. Hidrojen atmosferinde öğütölmüř metal tozların (fcc yapılı) kırılgen ve birbirine yapıřmayan dođası, hidrit faz oluřumlarıyla açıklanmıřtır.

Kullanılan PCA miktarı ve toz karıřımının özelliđi, öğütme iřlemi sonunda tozun boyutunu, řeklini ve kontaminasyon düzeyini etkileyecektir. Genellikle, PCA'ların büyük miktarlarda kullanılması, parçacık boyutunun 2-3 kat daha fazla azalmasına sebep olur. Örneđin, Lu ve Lai (1998), alüminyum tozlarına ađ. %1 oranında stearik asit ekleyip 5 saat boyunca öğüttüklerinde, ortalama tane boyutunun 500 µm olduđunu gözlemlemiřlerdir. Ancak, stearik asit miktarı ađ. %3'e çıkarıldıđında parçacık boyutunun 10 µm'ye kadar düřtüđünü gözlemlemiřlerdir. Diđer PCA'lar ięin de benzer sonuçlar elde edilmiřtir. Ayrıca belirli bir öğütme süresi ięin, PCA miktarındaki artıřla birlikte tane boyutunun eksponansiyel řekilde azaldıđı görülmüřtür. Örneđin, yapılan

bir çalışmada toz parçacık boyutu, PCA kullanılmadığı durumda yaklaşık 1000 μm iken, ağırlık % 2.3 PCA kullanıldığında 18 μm 'ye kadar azalmıştır. 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 (ethyl acetate gibi) katı haldeki PCA'ya (stearic acid 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.%48 Al 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 yarıkaraklı fcc yapılar elde edilmiştir. Fakat PCA olarak ağırlık %0,3 metanol kullanıldığında, 300 saatlik öğütmeden sonra yarıkaraklı Ti_3Al fazı oluşurken, 1000 saatlik öğütmeden sonra amorf fazın oluşumu gözlemlenmiştir. Diğer taraftan, PCA olarak 3 ml Benzen kullanıldığında 1000 saat öğütme sonrasında yarıkaraklı fcc fazı elde edilmiştir. Bu çalışma sonucunda, yarıkaraklı bir fcc fazın, ara yer kafes içine sızan 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 methanol 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 asitin kullanıldığı durumda tozun başlangıç miktarının yaklaşık olarak % 100'ü geri alınırken, polietilen glikolün kullanıldığı durumda sadece % 50'si geri kazanılabilmektedir.

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 (Suryanarayana, 2001).

Çizelge 2.4. Farklı arařtırmalarda farklı miktarlarda kullanılmıř iřlem kontrol kimyasalları (PCAs)

PCA	Kimyasal formül	Miktar
Benzene	C ₆ H ₆	-
C wax	H ₃₅ C ₁₇ CONHC ₂ H ₄ NHCOC ₁₇ H ₃₅	1.5 wt%
Didodecyl dimethyl ammonium acetate (DDAA)	C ₂₈ H ₅₉ NO ₂	-
Dihexadecyl dimethyl ammonium acetate (DHDAA)	C ₃₆ H ₇₅ NO ₂	-
Dodecane	CH ₃ (CH ₂) ₁₀ CH ₃	-
Ethanol	C ₂ H ₅ OH	4 wt%
Ethyl acetate	CH ₃ CO ₂ C ₂ H ₅	-
Ethylenebisdistearamide Nopcowax-22 DSP	C ₂ H ₂ 2-(C ₁₈ H ₃₆ ON)	2 wt%
Graphite	C	0.5 wt%
Heptane	CH ₃ (CH ₂) ₅ CH ₃	0.5 wt%
Hexane	CH ₃ (CH ₂) ₄ CH ₃	-
Lithium-1,2-bis-dodecyloxy carbonyl sulfasuccinate	-	5 wt%
Methanol	CH ₃ OH	-
		1 wt%
		3 wt%
		4 wt%
Octane	CH ₃ (CH ₂) ₆ CH ₃	1 wt%
Paraffin	-	-
Polyethylene glycol	H(OCH ₂ CH ₂) _n OH	-
Silicon grease	-	-
Sodium chloride	NaCl	2 wt%
Sodium-1,2-bis(dodecyl carbonyl)ethane-1-sulfonate	-	-
Stearic acid	CH ₃ (CH ₂) ₁₆ COOH	1 wt%
Tetrahydrofuran	-	-
Toluene	C ₆ H ₅ CH ₃	5 ml

2.4.2.10. Öğütme Sıcaklığı

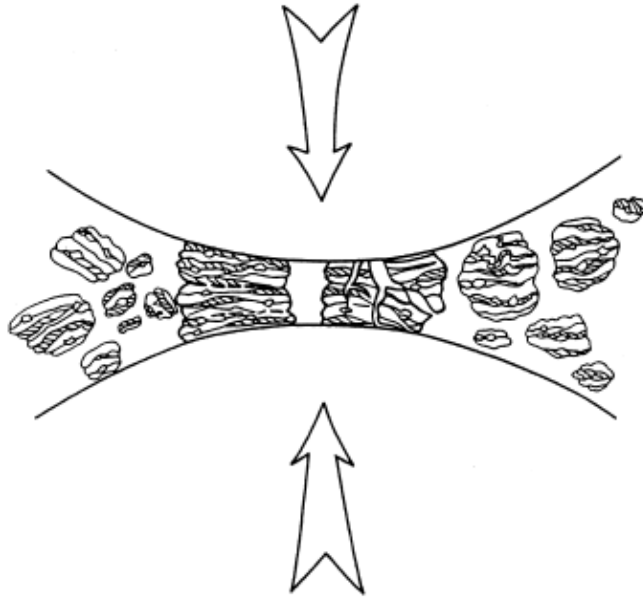
Öğütme sıcaklığı, öğütme işleminde en önemli parametrelerden biridir. Difüzyon işlemi, sıcaklıkla orantılı olduğu için, son oluşumda katı çözelti, intermetalik faz nanoyapı veya amorf faz oluşup oluşmadığına bakmaksızın, öğütme sıcaklığı herhangi bir alaşım sisteminde önemli bir etkiye sahiptir.

Öğütme sıcaklığının üzerine çok az araştırma yapılmıştır. Bu çalışmalar düşük sıcaklık için öğütme kabına ya sıvı azot damlatılarak ya da öğütme sıcaklığını artırmak için elektrikle ısıtarak yapılmıştır. Bu araştırmalar, katı çözülebilirlik seviyelerindeki değişmelerde öğütme sıcaklığının etkisini incelemek veya farklı sıcaklıklarda ya amorf faz ya da nano kristalit yapı biçimlerini belirlemek amacıyla yapılmıştır. Nano kristallerin teşekkülü sırasında, daha yüksek sıcaklıklarda öğütülen malzemeler için, malzemede etkili gerilim daha düşük ve toz boyutunun daha geniş olduğu kaydedilmiştir (Suryanarayana, 2001).

2.5. Mekanik Alaşımlama Mekanizması

Yüksek enerjili öğütme esnasında, toz parçacıkları sürekli yassılaştır, 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 2.8). Çarpışma kuvveti toz parçacıklarını plastik olarak deforme ederek, parçacıklarda işlem sertleşmesine ve çatlamalara yol açar. Kırılmalar 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 mikroyapıları sürekli incelirken, boyutları aynı kalmaya devam eder. Sonuç olarak, tabakalar arası boşluklar azalırken buna bağlı olarak tane içerisindeki tabakaların sayısı da artar.

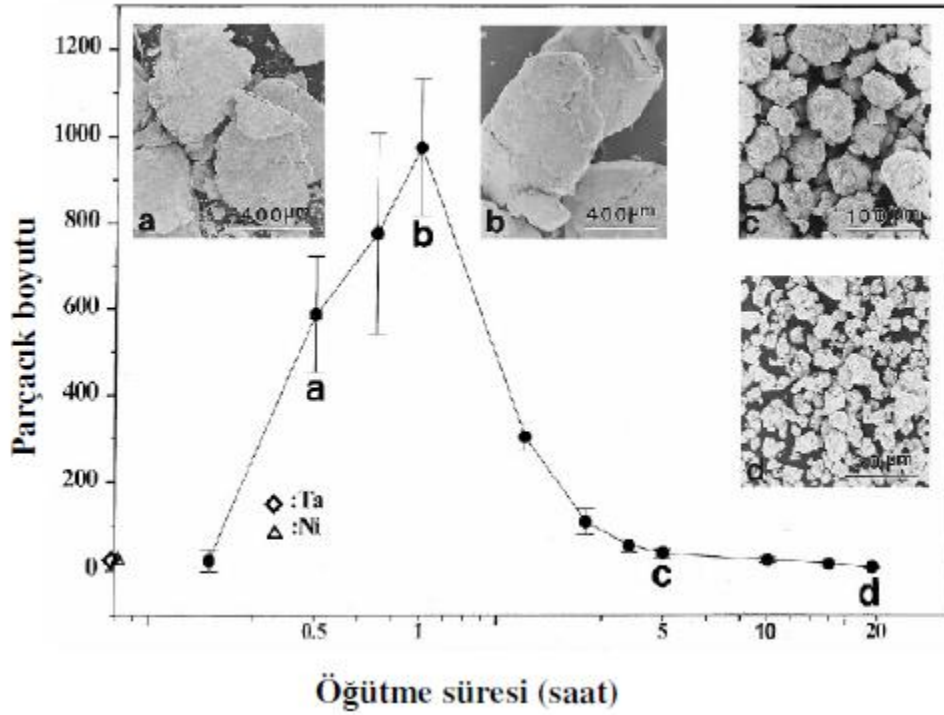


Şekil 2.8. Mekanik alaşımlama süresince bilye-toz-bilye çarpışması

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 (ortalama tane boyutunu azaltan) arasındaki denge kurulduktan sonra ortalama tane boyutu kararlı-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 toplanarak aynı hızda büyürler (Şekil. 2.9).



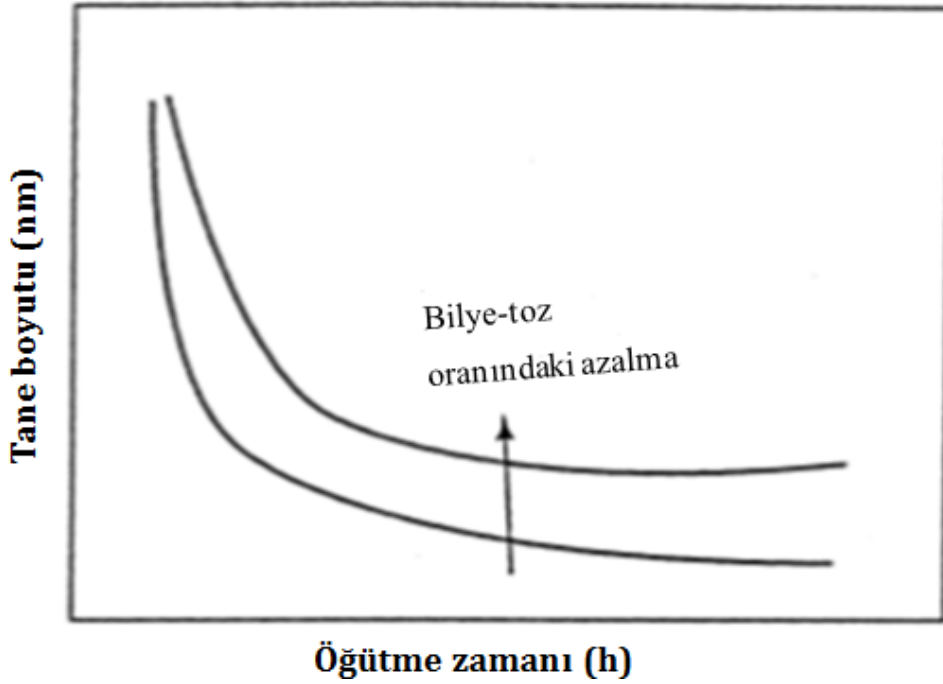
Şekil 2.9. Öğütme şartlarında küçük parçacıkların kaynaklanma eğilimleri nedeniyle birlikte büyük parçacıklar oluşturması ve sonra kırılarak küçük parçacık oluşumu (Özyürek, 2002; Benjamin, 1976)

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 mikroyapıya 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 gereklidir. İntermetalik 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 mikroyapısının (tane boyutu, kristal boyutu, tabakalar arası mesafe gibi) inceltme hızı, öğütme zamanı ile logaritmik olarak değişir. Bu yüzden, başlangıç tozlarının boyutları öğütme işleminde nispeten önemsizdir. Genellikle, birkaç dakika ile bir saat arasında, lameller arası mesafe ve kristal boyutu nanometre mertebesine kolaylıkla inceltilir (Şekil 2.10). Bu önemli avantaj, MA'nın nanoyapılı malzeme üretiminde yoğun olarak tercih edilmesinin sebeplerinden birisidir.

Yukarıda bahsedildiği üzere, MA üç farklı metal ve alaşım kombinasyonlarının üretiminde kullanılabilir. Bunlar; (i) yumuşak – yumuşak, (ii) yumuşak – kırılgen, (iii) kırılgen - kırılgen sistemlerdir. Bundan sonraki bölümlerde, MA mekanizması sözkonusu kategorilerde ayrıntılı olarak incelenmiştir (Suryanarayana, 2001).



Şekil 2.10. Öğütme zamanı ile parçacık ve tane boyutundaki incelme. Tane boyutundaki azalma, daha yüksek öğütme enerjisi, yüksek bilye-toz ağırlık oranı ve daha düşük sıcaklık vb. etkenlere bağlı olarak artar

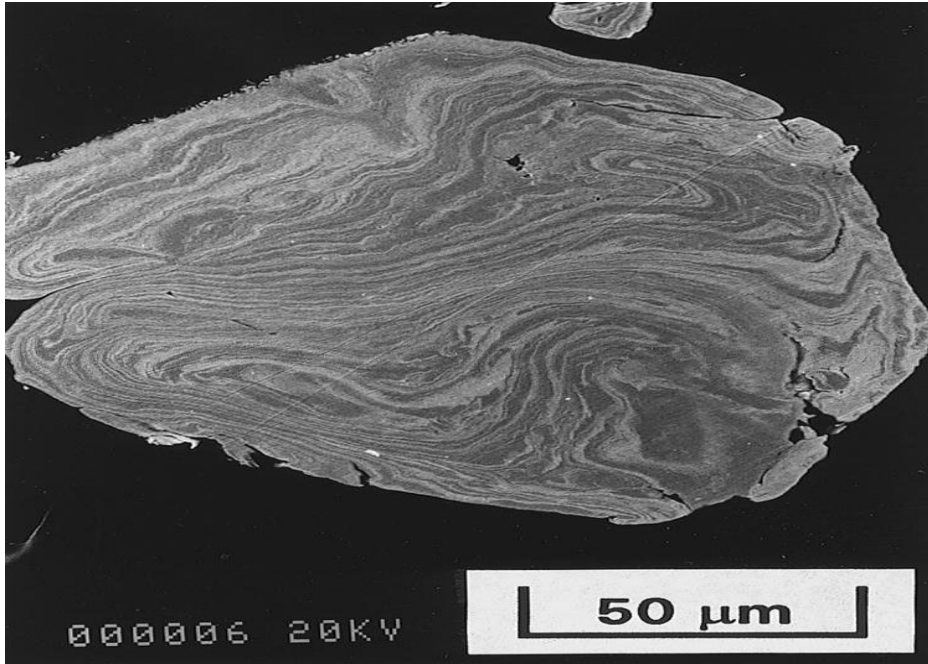
2.5.1. Sünek - sünek Bileşenler

Sünek-sünek bileşenler MA için en ideal karışımlardır. Benjamin, başarılı bir alaşımlama elde etmek için kullanılan bileşenlerin en azından % 15'nin sünek olması gerektiğini bildirmiştir (Benjamin, 1976). Çünkü alaşımlama toz parçacıklarının tekrarlı olarak kırılması ve soğuk kaynaklanmasının sonucunda oluşur. Eğer parçacıklar sünek değilse soğuk 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. Bir sonraki safhada, yassılaştıran parçacıklar

birbirleri arasında soğuk kaynaklama yaparak katmanlı yapılar oluşur. Bu safhada parçacık boyutunda artış gözlenir. Öğütme süresinin artmasıyla parçacıklar sertleşir ve kırılgenlikleri 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 2.11) 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 (Suryanarayana, 2001).



Şekil 2.11. Taramalı elektron mikroskopta, bir sünek-sünek bileşim (Ag-Cu) sisteminin öğütülme süresince oluşmuş kıvrık katmanlı yapı resmi gösterilmiştir

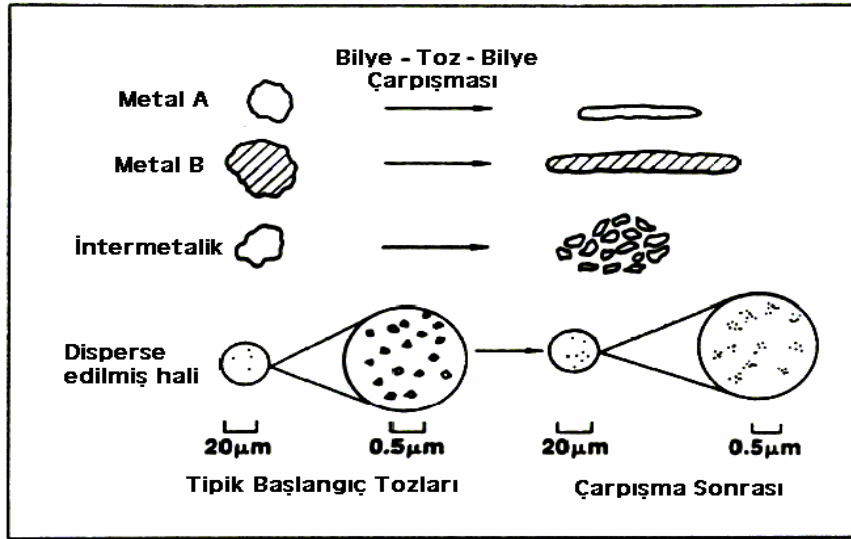
MA işleminin başarılı olup olmadığı, öğütme ortamından çıkarılan toza uygulanan belli analizler neticesinde kolaylıkla anlaşılabilir. Benjamin (1976), mekanik alaşımlanmış Ni-Cr tozunun manyetik özelliklerinin, eritme yöntemiyle üretilen Ni-Cr alaşımına benzer olduğunu ispatlayarak, mekanik alaşımlamanın 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 olduğu gösterir. Öte yandan, yapısal inceltme hızının, öğütülen malzemenin işlem sertleşmesi hızına ve öğütme işlemine aktırılan mekanik enerjiye doğrudan bağlı olduğu da iyi bilinmektedir (Suryanarayana, 2001).

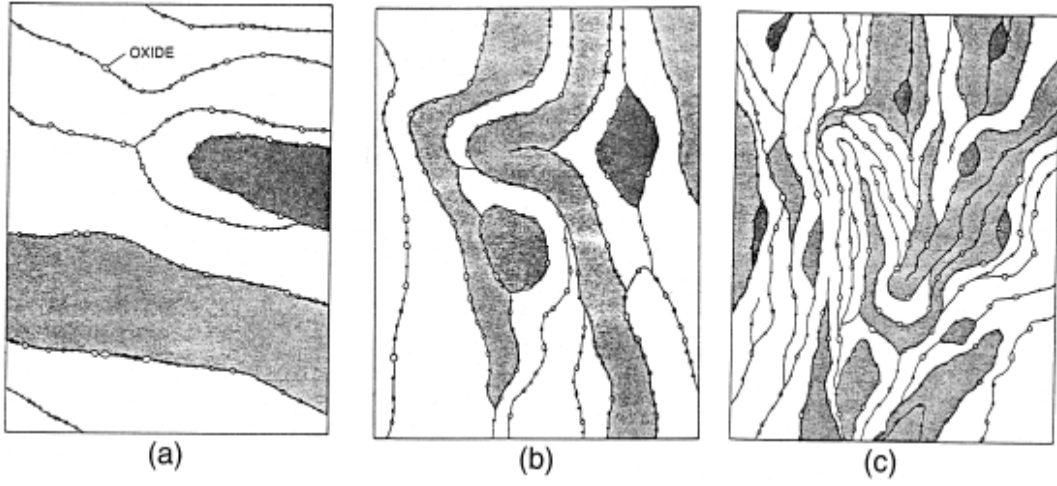
2.5.2. Sünek ve kırılğan Bileşenler

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 mikroyapı gelişimini ayrıntılı olarak açıklamışlardır. Öğütmenin ilk safhasında, kırılğan oksit veya intermetalik parçacıklar parçalanırken/ufalanırken yumuşak metal toz parçacıkları bilye-toz-bilye çarpışmalarıyla yassılaştır (Şekil 2.12). 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 2.13 a). Daha fazla öğütmeyle, sünek toz parçacıkları işlem sertleşmesine maruz kalır, katmanlar kıvrılır ve bunun neticesinde mikroyapı inceler (Şekil 2.13 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 2.13 c). Örnek olarak, mekanik olarak öğütülmüş α_2 -titanyum aliminide matrisi içerisinde homojen olarak dağılan Er_2O_3 parçalarının TEM fotoğrafı Şekil. 2.14'te verilmiştir. Diğer bir taraftan, kırılğan fazlar sünek bileşen içerisinde çözülürse, alaşımlama meydana gelir ve kimyasal bir homojenlik elde edilir.

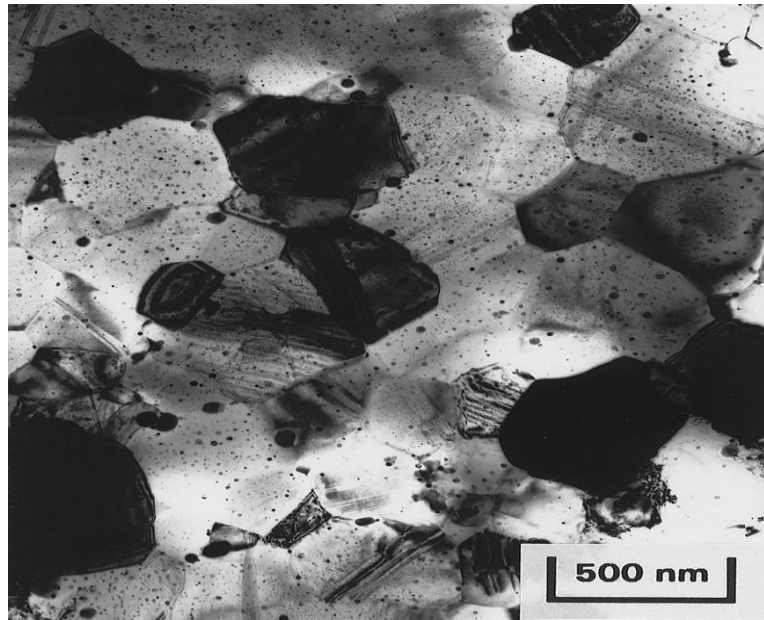
İntermetalik $NiZr_2$ (kırılgan) ile saf Zr (sünek) toz karışımının öğütülmesiyle meydana gelen amorf faz oluşumu bu tip bir sisteme örnektir. Sünek-kırılgan bir sistemde alaşımlamanın meydana gelip gelmediği, aynı zamanda kırılgan bileşenin sünek matris içerisindeki katı çözünürlük oranına da bağlıdır. Bir bileşim ihmal edilebilir bir katı çözünürlüğüne sahipse, demir-bor sisteminde olduğu gibi alaşımlamanın meydana gelmesi imkânsızdır. Bu yüzden, sünek-kırılgan bileşimlerin alaşımlanması, sadece kırılgan parçaların kısa-mesafe difüzyonunun kolaylaştırılan ufalanmasına bağlı olmayıp aynı zamanda bu parçaların sünek matris içerisinde çözünebilme kapasitesine de bağlıdır (Suryanarayana, 2001).



Şekil 2.12. MA kullanılan element başlangıç tozlarının ve deformasyon karakteristiklerinin şematik gösterimi (Suryanarayana, 2001)



Şekil 2.13. Sünek-kırılgan tozların bir bileşimini öğütme süresince meydana gelen mikroyapısal değişiklikler. Bu pekiştirilmiş tipik bir oksittir



Şekil 2.14. Mekanik olarak öğütülmüş α 2-titanyum aliminude matrixde bir Er_2O_3 'ün dağılımı TEM fotoğrafında gösterilmiştir

2.5.3. Kırılgan-kırılgan Bileşenler

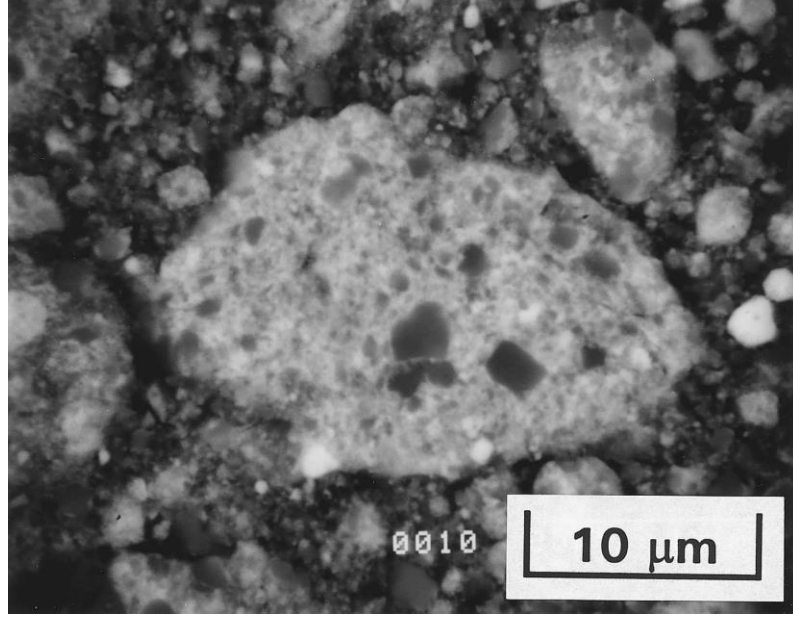
Mantıksal olarak bakıldığında, iki veya daha fazla kırılgan bileşiğin bir araya gelerek bir alaşım meydana getirmesi imkânsızdır. Çünkü sünek bir bileşenin yokluğunda, herhangi

bir kaynaklanmanın olması ve dolayısıyla alaşımlamanın oluşması beklenemez. Bununla birlikte, Si-Ge ve Mn-Bi gibi bazı kırılğan-kırılğan sistemlerde alaşımlamanın gerçekleştiği bildirilmiştir. 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.

Kırılğan-kırılğan bileşen sistemlerinin öğütülmesi süresince, sertliği daha fazla olan bileşen (fazla kırılğan) ufalanır ve daha yumuşak (az kırılğan) olan bileşenlerin içerisine gömülür. Şekil. 2.15’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 oluştuğu 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 mikrodeformasyonu, (c) yüzey deformasyonu ve/veya (d) hidrostatik zor ile oluşturma mümkündür (Suryanarayana, 2001).



Şekil 2.15. 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

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 2.5’de verilmiştir. Öğütme süresince toz parçacıkların yüzeyinde daima bir alüminyum oksit tabakasının bulunması, alaşımların 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.

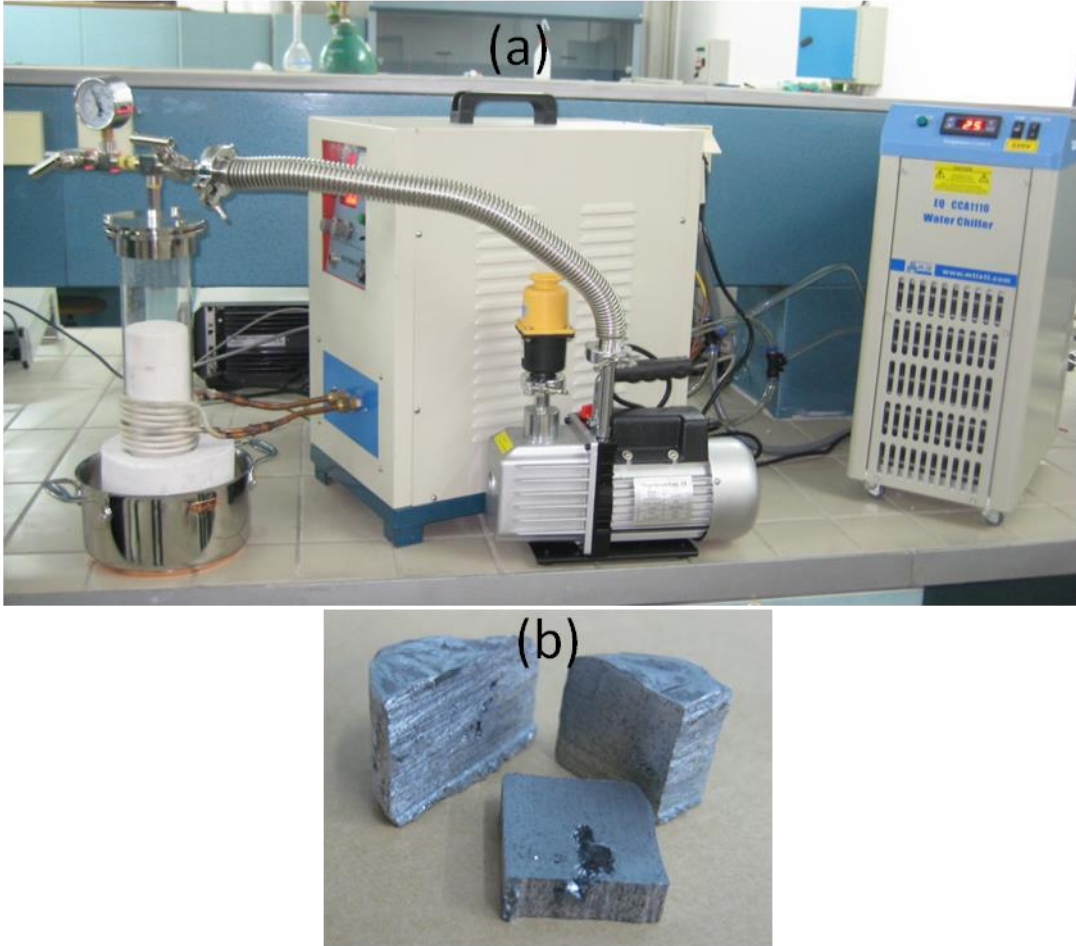
Çizelge 2.5. Mekanik olarak alaşımlanmış dağılım mukavemetli Al-temelli alaşımların nominal kompozisyonu (wt%)

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

3. MATERYAL ve YÖNTEM

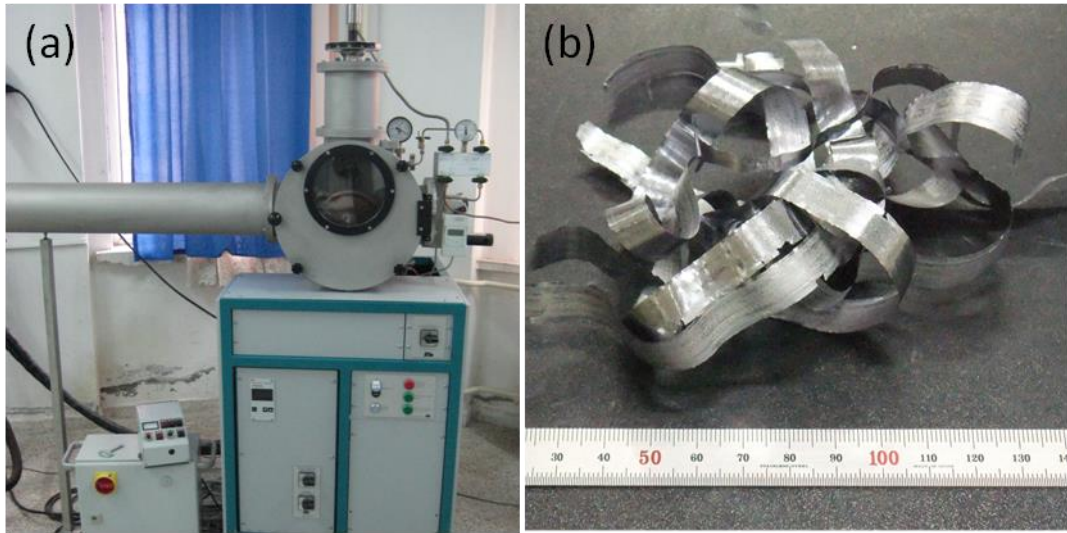
3.1. Numunelerin Üretimi

İngot alaşımlar, indüksiyon fırınında (MTI) argon gazı akışı altında üretilmiştir (Şekil 3.1). Ergitme işlemine başlamadan önce sistemin haznesi önce rotary pompa ile vakumlanmıştır. Şekil 3.1’de, tez kapsamında satın alınan indüksiyon fırınının ve üretilen örnek bir ingot alaşımın fotoğrafları verilmektedir. Homojenizasyonun sağlanması amacıyla her bir numune 3 defa ergitilmiştir.



Şekil 3.1. (a) Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi İleri Katıhal Fiziği Laboratuvarında bulunan indüksiyon eritme cihazı, (b) Üretilmiş örnek bir numunenin (Al-20Si-5Fe) fotoğrafı

Hızlı katılaştırılmış alaşımlar, laboratuvarımızda mevcut olan melt-spinner cihazında (Edmund Bühler, Melt Spinner SC) üretilmiştir. Hızlı katılaştırma işleminden önce, ingot alaşımlar kesme cihazında 0,5~1 cm'lik küçük parçalara ayrılmıştır. Hızlı katılaştırılmış şerit numunelerin üretimlerinde disk devir hızı 20 m/s, püskürtme basıncı 160 mbar ve disk-ağızlık arası mesafe 0.2 mm olarak belirlenmiştir. Ayrıca, üretimden önce, eriyik eğirme (melt-spinning) sisteminin haznesi iki aşamalı olarak vakumlanmış ve daha sonra 0,7 atm basınçlı argon gazı ile doldurulmuştur. Söz konusu şartlarda üretilen şeridin genişliği yaklaşık 1 cm, kalınlığı ise 20-40 μm arasında değişmektedir. Şekil 3.2'de hızlı katılaştırılmış alaşımların üretiminde kullanılan eriyik eğirme (melt-spinner) sisteminin ve üretilen örnek bir şeridin (Al-20Si-5Fe) fotoğrafları verilmektedir.



Şekil 3.2. (a) Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi İleri Katıhal Fiziği Laboratuvarında bulunan Eriyik Eğirme cihazı (Melt-Spinner), (b) Üretilmiş örnek bir numunenin (Al-20Si-5Fe) fotoğrafı

Tez kapsamındaki toz numuneler, yüksek enerjili bilyeli öğütme sisteminde (HEBM, P100) üretilmiştir. Bu sistem aynı zamanda, eriyik eğirme (melt-spinning) yöntemiyle üretilen şeritlerin öğütülmesinde de kullanılmıştır. Yüksek enerjili bilyeli öğütme (HEBM) sistemi ile öğütülen metalik toz ve hızlı katılaştırılmış şerit numunelerin bazıları Şekil 3.3'de 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 1, 5, 10, 15, 20, 30 dk., hızlı katılaştırılmış (melt-spun) şeritler için 10, 30 ve 210 dk.'dır.



Şekil 3.3. (a) Yüksek enerjili bilyeli öğütme (HEBM) cihazı, (b) Öğütülen toz numunelerin fotoğrafları, (c) Öğütülen şerit numunenin fotoğrafı

Şekil 3.4'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 ağırlık % 5 oranında stearik asit hazneye eklenmiştir.



Şekil 3.4. 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 3.5).



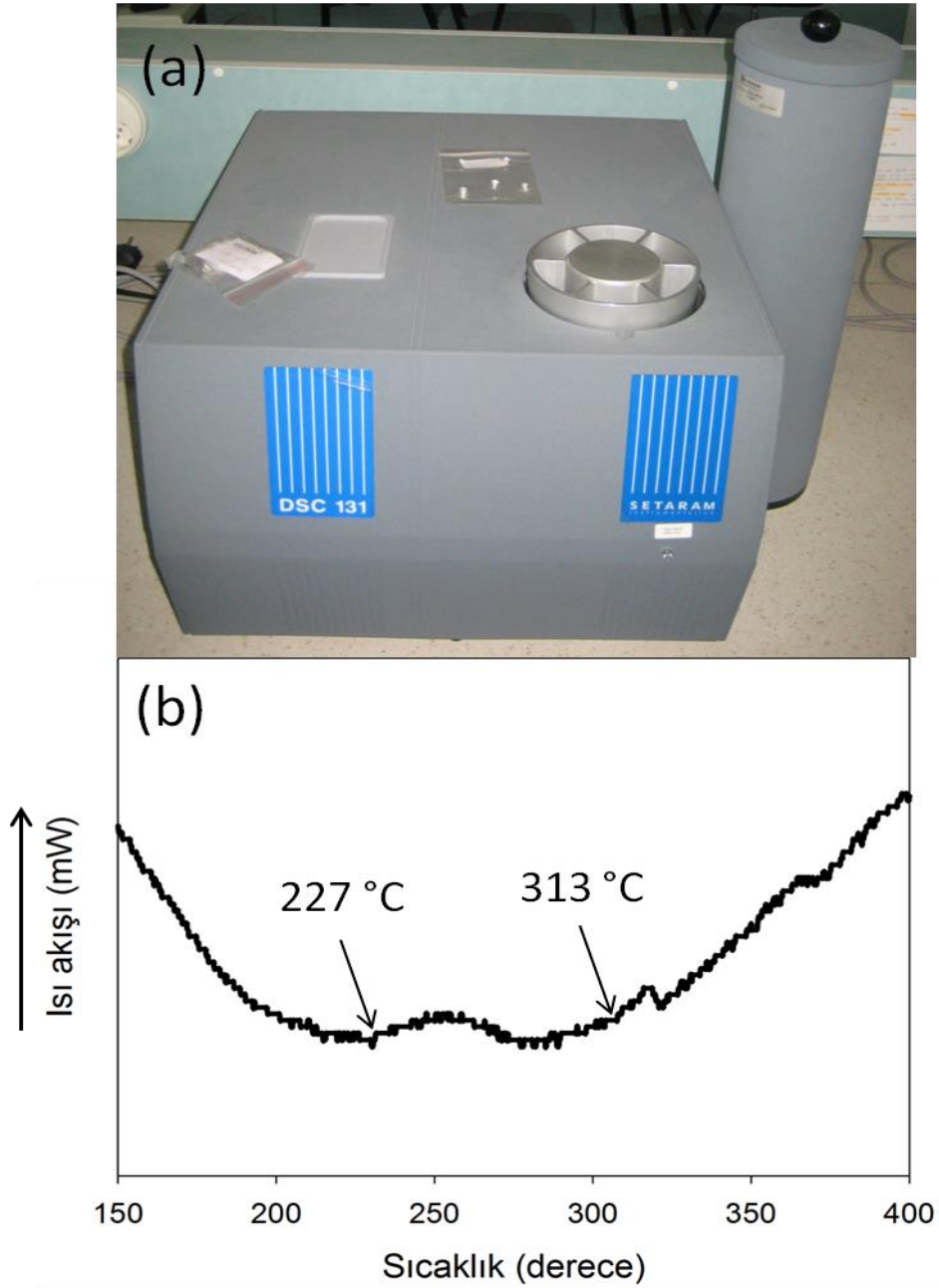
Şekil 3.5. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen-edebiyat Fakültesi İleri Katıhal Fiziği Laboratuvarında bulunan bilyeli öğütme işleminden önce çelik haznelerin asal ortamda kapatıldığı eldivenli kutunun fotoğrafı

Toz ve şerit numuneler sıcak pres cihazında (MTI) hacimsel forma dönüştürülmüşlerdir (Şekil 3.6).



Şekil 3.6. Üretilen örneklerin hacimsel forma getirilmesinde kullanılan sıcak pres cihazı

Özellikle hızlı katılaştırılmış şeritlerin hacimsel forma getirilmesi amacıyla yapılan presleme işlemlerinde seçilen sıcaklık, diferansiyel taramalı kalorimetre (Differential Scanning Calorimeter; DSC) analizleri dikkate alınarak belirlenmiştir. DSC analizinin yapıldığı cihazın fotoğrafı ve hızlı katılaştırılmış Al-20Si-5Fe alaşımına ait DSC grafiği Şekil 3.7’de görülmektedir.



Şekil 3.7. (a) Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi İleri Katıhal Fiziği Laboratuvarında bulunan Seteram marka TG-DTA/DSC cihazı, (b) Hızlı katılaştırılmış Al-20Si-5Fe alaşımının DSC grafiği

Şekilden görüleceği üzere, Al-20Si-5Fe alaşımına ait DSC grafiğinde (Şekil 3.7b), iki ekzotermik pik gözlenmektedir. Bunlardan 227 °C’de başlayan ilk reaksiyon aşırı doymuş Si fazlarının çökmesi, 313 °C’de başlayan ikinci reaksiyon ise çökelen Si fazlarının bir araya gelerek kabalaşması (coarsening) olarak bilinmektedir (Stoichev,

2002; Birol, 2007). Bu sebeple, şerit numunelerde aşırı doymuş Si fazlarının çökmesini önlemek için presleme sıcaklığı 200°C seçilmiştir. Karşılaştırmaların daha sağlıklı olması amacıyla diğer yöntemlerle üretilen numuneler için de aynı sıcaklık kullanılmıştır. Presleme işlemi 300 MPa basınç altında gerçekleştirilmiştir. Numuneler maksimum basınç altında 1 saat beklenmiştir.

Çizelge 3.1. Üretilen numuneler ve üretim şartları

Numune kompozisyonu	Numune kodu	Üretilen Numuneler									
		GD	HEBM						MS	MS+HEBM	
			Öğütme Süresi (dk)							Öğütme Süresi (dk)	
			1	5	10	15	20	30		10	210
Al-20Si-5Fe	20Si	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓

GD: Geleneksel Döküm, HEBM: Yüksek enerjili bilyeli öğütme, MS: Melt-spinning

3.2 Numunelerin Analizi

Numunelerin sertlik ve mikroyapı analizlerine hazır hale gelebilmeleri için, kalıplama, parlatma ve kimyasal dağlama 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 3.8) 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 mikroyapılarının optik mikroskop (OM) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) altında iyi bir şekilde görüntülenebilmesi için kimyasal dağlama

(chemical etching) işlemleri uygulanmıştır. Kimyasal dağlama işlemlerinde, numunelerin Al matrisinin bir kısmı asit çözeltisi yardımı ile giderilmiştir. Böylece mikroyapı içerisinde silisyum ve intermetalik fazların matristen daha kolay ayırt edilebilir hale gelmeleri sağlanmıştır. Numunelerin dağlanmasında kullanılan asit çözeltisi, Günter Petzow tarafından yazılan “Metallographic Etching” isimli kitaptan Al-Si alaşımlarının dağlanması için önerilen bileşimde hazırlanmıştır (Petzow G.). 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. Optik mikroskop ölçümleri için numunelerin 5 s süre ile dağlanmaları yeterli olurken, SEM ölçümleri için ise 20 s dağlanmaları gerekmiştir.



Şekil 3.8. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen-edebiyat Fakültesi İleri Katıhal Fiziği Laboratuvarında bulunan otomatik kafalı parlatma cihazı

Numunelerin taramalı elektron mikroskop (SEM; TESCAN) ile yapılan mikroyapı analizleri 20 kV altında, ikincil elektron (secondary electron; SE) ve haritalama (mapping) modunda gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.9).



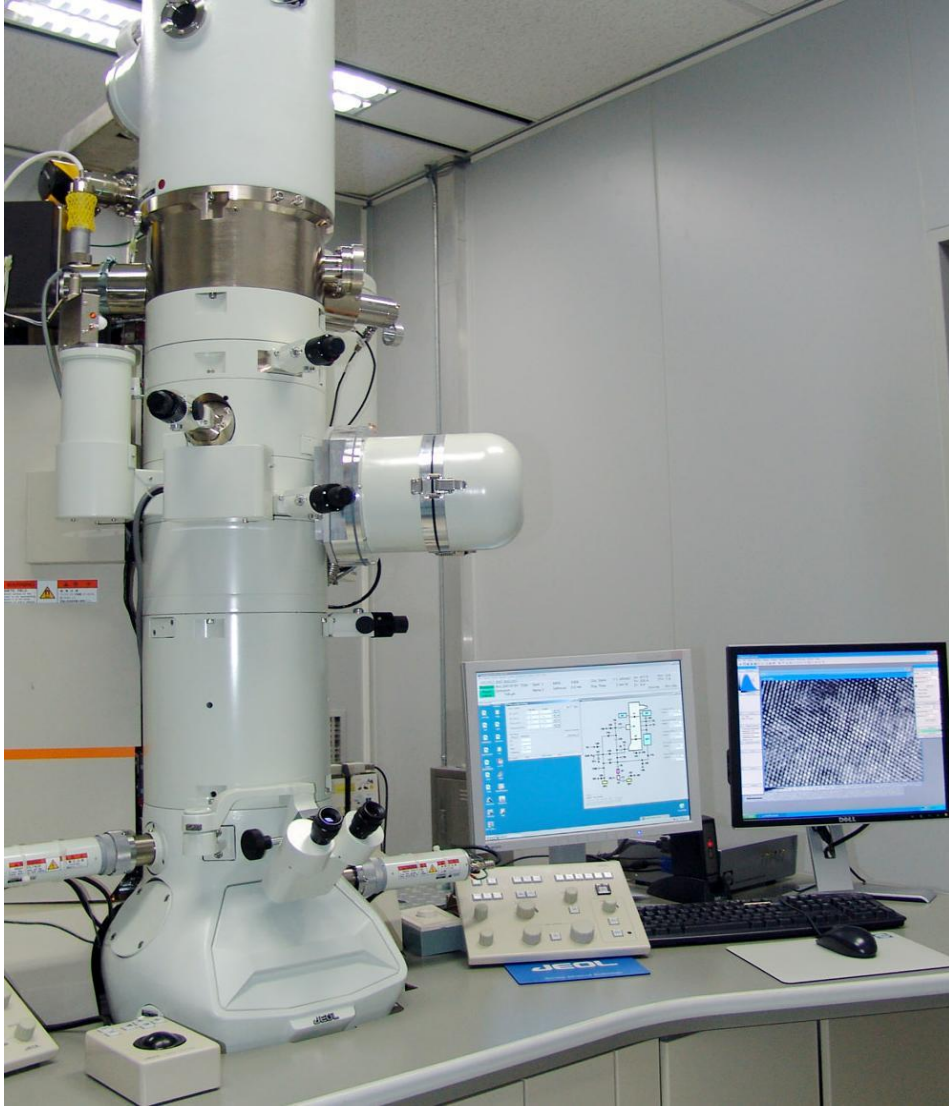
Şekil 3.9. TESCAN JSM-6335F (SEM) ve MIRA LMH (SEM-EDX) cihazlarına ait fotoğraflar (Kongju Ulusal Üniversitesi Mühendislik Fakültesi/Güney Kore)

XRD analizleri, Rigaku DMAX2000 cihazında Cu-K α 1 dalga boylu X-ışınları kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.10). Analizler sırasında sistemin akım ve gerilim değerleri sırasıyla 40 kV ve 100 mA olarak sabit tutulmuştur. Ayrıca, 2θ aralığı 20-80 ° ve adım aralığı 0,01 olarak seçilmiştir.



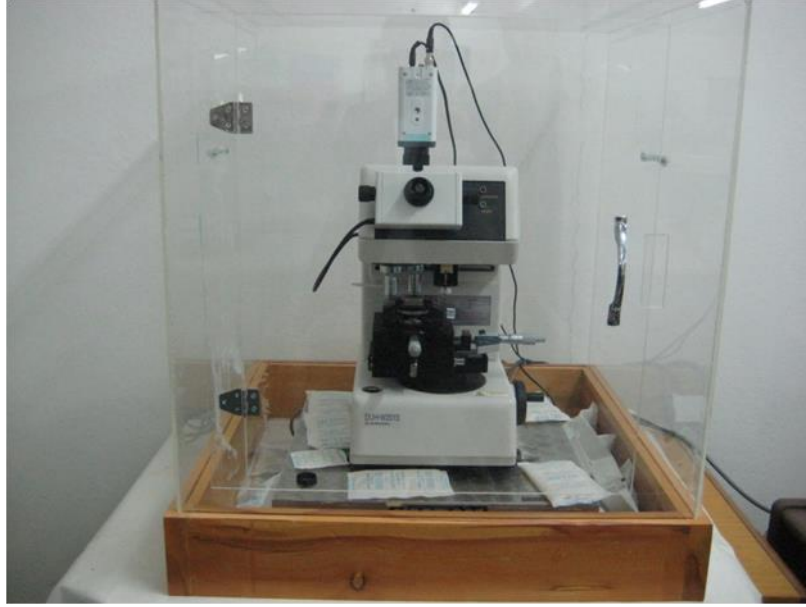
Şekil 3.10. DMAX2000 (XRD) cihazına ait fotoğraflar (Kongju Ulusal Üniversitesi Mühendislik Fakültesi/Güney Kore)

Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) analizleri Jeol Jem-2100F (HR) model TEM ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.11). TEM analizleri sadece seçilen şerit numuneler için gerçekleştirilmiş olup, geleneksel döküm numunelerden TEM görüntüleri alınmamıştır. Seçilen hızlı katılaştırılmış şeritler üzerinde TEM analizleri yapılabilmesi için, şeritlere Odaklanmış İyon Işını Öğütmesi (Focused Ion Beam Milling) tekniği uygulanmıştır. TEM analizlerinde 200 kV hızlandırma voltajı tatbik edilmiştir. TEM-EDX analizlerinde ise 0–20 keV enerji aralığı, 2,56200 nA prob akımı ve 200 kV hızlandırma voltajı uygulanmıştır.



Şekil 3.11. Jeol marka Jem-2100F (HR) model (TEM) cihazına ait fotoğraf (NANO National NanoFab Center / Daejeon /Güney Kore)

Numunelerin mekanik analizleri, dinamik mikrosertlik cihazı (Shimadzu, DUH-W201S) kullanılarak yapılmıştır (Şekil 3.12). Testler, yükleme-boşaltma (*load-unload*) modunda ve 23,5 mN/s'lik sabit yükleme hızında gerçekleştirilmiştir. Sabit olarak seçilen 50 mN'luk maksimum yükleme altında her bir numune için 5 farklı sertlik ve elastik modülü hesaplanmış ve elde edilen değerlerin ortalamaları alınmıştır.

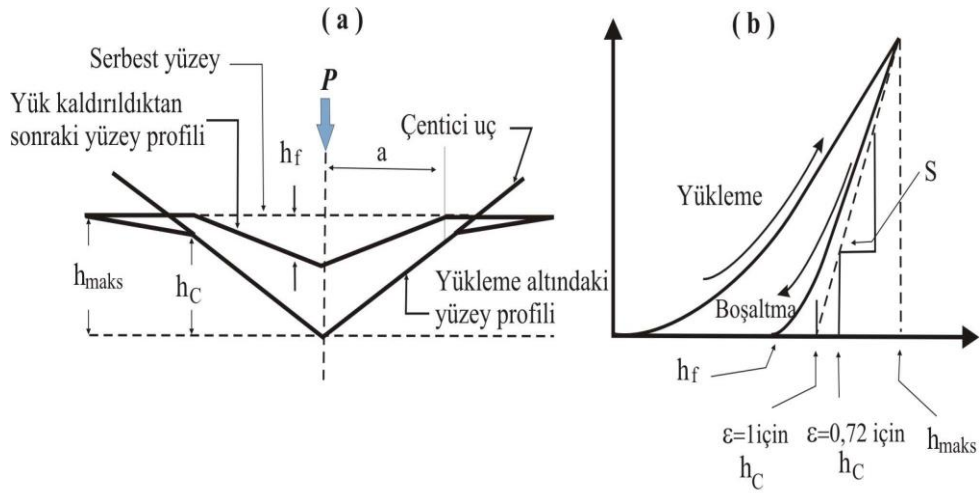


Şekil 3.12. Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi İleri Katıhal Fiziği Laboratuvarında bulunan Mekanik karakterizasyonda kullanılan dinamik mikrosertlik cihazının (Shimadzu, DUH-W201S) fotoğrafı

3.3. Mikrosertlik Deneylerinin Analizinde Kullanılan Teorik Yaklaşımlar

➤ Yükleme-Boşaltma (Load-Unload) Testi

Şekil 3.13'de, mikrosertlik testlerinde (çentik testi) yüzeyde oluşan deformasyon ve yükleme-boşaltma testinden elde edilen tipik bir yük-yerdeğiştirme ($P-h$) eğrisi verilmiştir. Şekil 3.13b'de verilen $P-h$ eğrisinden, başta sertlik ve elastik modülü olmak üzere, incelenen numuneye ait pek çok mekanik özellik hakkında bilgi edinmek mümkündür.



Şekil 3.13. (a) Uçun 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 (Works hardening) dikkate alarak bir analiz metodu geliştirmiştir. Bu metotta, çentici uçun batması ve kaldırılması esnasında numune yüzeyinde meydana gelen deformasyon Şekil 3.13'de şematik olarak gösterilen çizimdeki gibi gerçekleştiği kabul edilir. Şekildeki h_c , yükleme altındaki kontak derinliğidir. Yüzeyin elastik yerdeğiştirmesinin (h_s), maksimum derinlikten çıkarılmasıyla kontak derinliği elde edilir (bkz. Şekil 3.13b).

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

Şekil 3.13b'de görüldüğü gibi maksimum yükleme altında, yük P_{maks} , maksimum yerdeğiştirme 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 çentecilerin 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), Eş. 3'ün farklı geometrili çentecilere uygulanabileceğini göstermiştir. King (1987), Vickers, Berkovich ve Küp köşeli çenteciler için bir β faktörü ekleyerek bu denklemi genelleştirmiştir. Sonlu elemanlar analizinden Berkovich ve Küp köşeli çenteciler 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 3.13b'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 , Eş. 5'in maksimum girme derinliğinde türevi alınarak hesaplanır.

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

Eş. 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 denklemdeki h_{maks} değeri direkt olarak $P-h$ eğrisinden elde edilebilir. Elastik geri kazanım çentici geometrisine bağlıdır. Var olan bir çentiğe Sneddon (1965) eşitliği uygulanırsa (Eş. 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 3.2’de verilmektedir.

Çizelge 3.2. Yaygın olarak kullanılan çenticiler için geometrik sabit (ε)

Çentici tipi	m	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 , Eş. 10’un Eş. 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 Eş. 11’de yerine yazılmasıyla bulunur. Eş. 6’dan elde edilen S ve h_{maks} yer değiştirme değerini kullanarak Eş. 4’ten numunenin E_r ’si hesaplanır. H ise, P_{maks} ’ın uç-numune arasındaki izdüşüm kontak alanına (A_c) bölünmesiyle elde edilir.

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

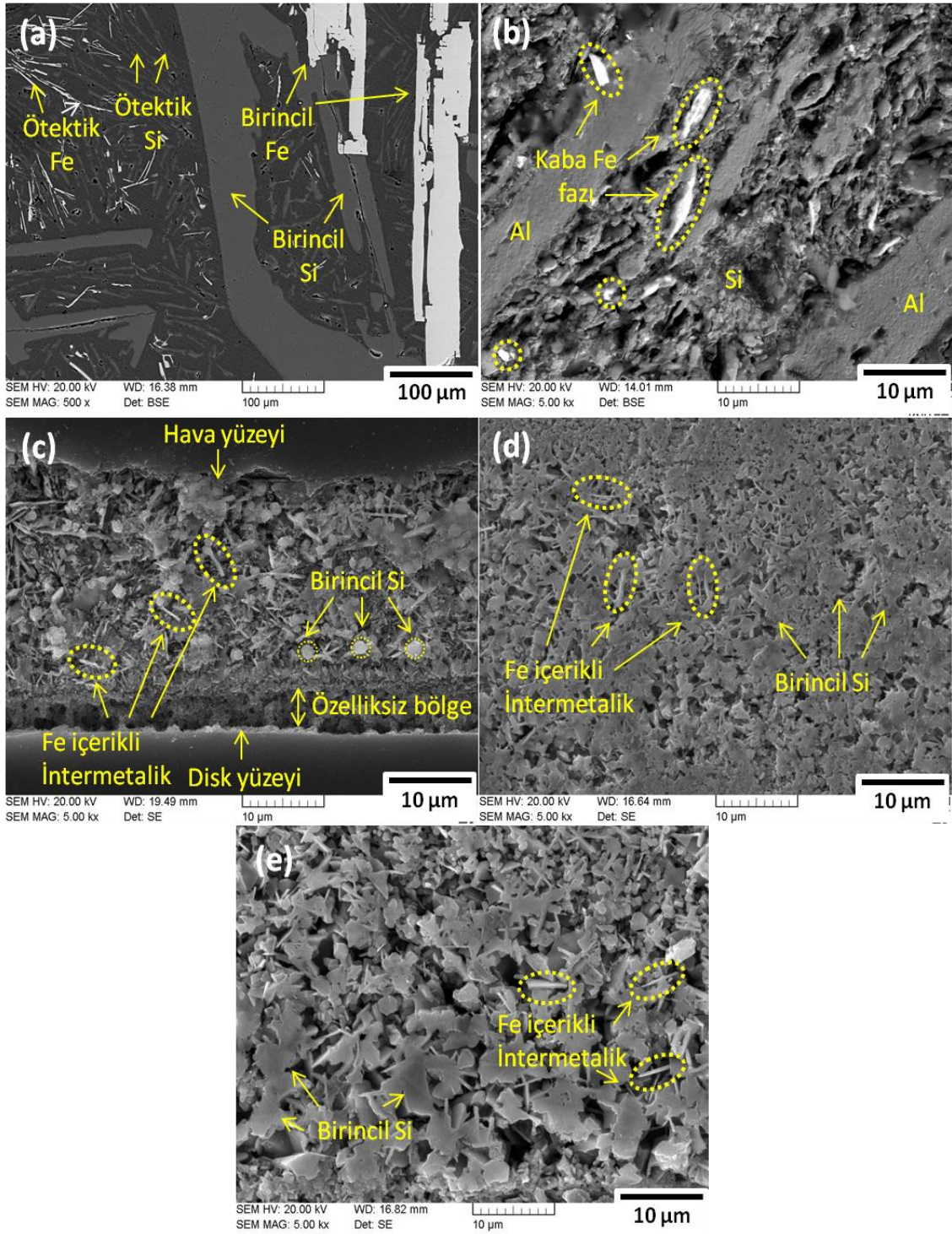
4. BULGULAR ve TARTIŞMA

4.1. En uygun üretim tekniğinin belirlenmesi

Şekil 4.1’de farklı üretim teknikleri ile üretilen numunelerin hacimsel hale getirilmeden önceki mikroyapılarını gösteren SEM fotoğrafları verilmektedir. Geleneksel döküm yöntemi ile üretilmiş numunenin mikroyapısı incelendiğinde, birincil silisyum fazlarının ve demir içeren intermetalik fazların boyutlarının 300 μm ’den daha büyük olabildikleri görülmektedir (Şekil 4.1a). Ötektik silisyum fazlarının boyutları ise 10 μm civarındadır. Şekil 4.1 b, c, d ve e’de görülen ve sırasıyla yüksek enerjili bilyeli öğütme, eriyik eğirme, eriyik eğirme+10 dk. yüksek enerjili bilyeli öğütme ve eriyik eğirme+210 dk. yüksek enerjili bilyeli öğütme yöntemleri ile üretilmiş olan numunelerin mikroyapılarının, beklentilerimizle uyumlu olarak geleneksel döküm yöntemiyle üretilmiş numunenin mikroyapısına kıyasla oldukça ince yapılı olduğu açıktır (Şekil 4.1).

Şekil 4.1b’de verilen ve yüksek enerjili bilyeli öğütme tekniği kullanılarak 10 dakika süre ile öğütülen toz numunenin mikroyapısının, büyük alüminyum parçacıkları arasında dağılmış yaklaşık 10 μm ’luk demir ve 1 μm ’nin altındaki silisyum parçacıklarından oluştuğu gözlenmektedir. (*Not: Toz numunenin öğütme süresinin 10 dakika olarak seçilme gerekçesi Bölüm 4.2’de ayrıntılı olarak irdelenecektir.*)

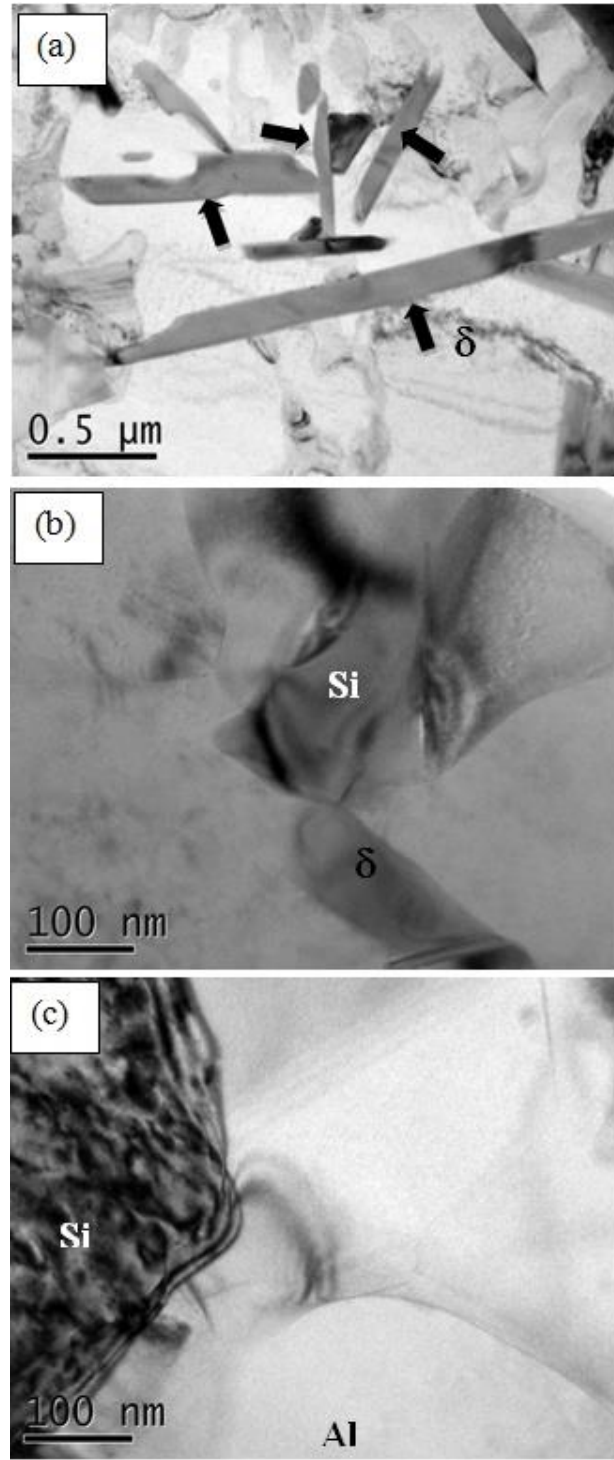
Şekil 4.1c, d ve e’de ise hızlı katılaştırılmış şeritlerin SEM fotoğrafları verilmektedir. Fotoğraflar dikkatle incelendiğinde, hiçbir işlemde geçirilmemiş hızlı katılaştırılmış şeridin mikroyapısı (Şekil 4.1c) ile 10 dk. süre ile yüksek enerjili bilyeli öğütme işlemine tabi tutularak parçalanmış şeridin (Şekil 4.1d) mikroyapıları arasında belirgin bir farklılık olmadığı gözlenmektedir. Söz konusu iki numunenin mikroyapısındaki hem birincil silisyum fazları hem de demir içeren intermetalik fazlar hemen hemen aynı boyutlardadır (~5 μm).



Şekil 4.1. Farklı üretim teknikleri ile üretilen Al-20Si-5Fe alaşımının mikroyapı fotoğrafları. (a) Geleneksel döküm (GD), (b) Yüksek enerjili bilyeli öğütme (HEBM), 10 dk. öğütme (c) Eriyik eğirme (MS), (d) MS+HEBM, 10 dk. öğütme (e) MS+HEBM, 210 dk. Öğütme

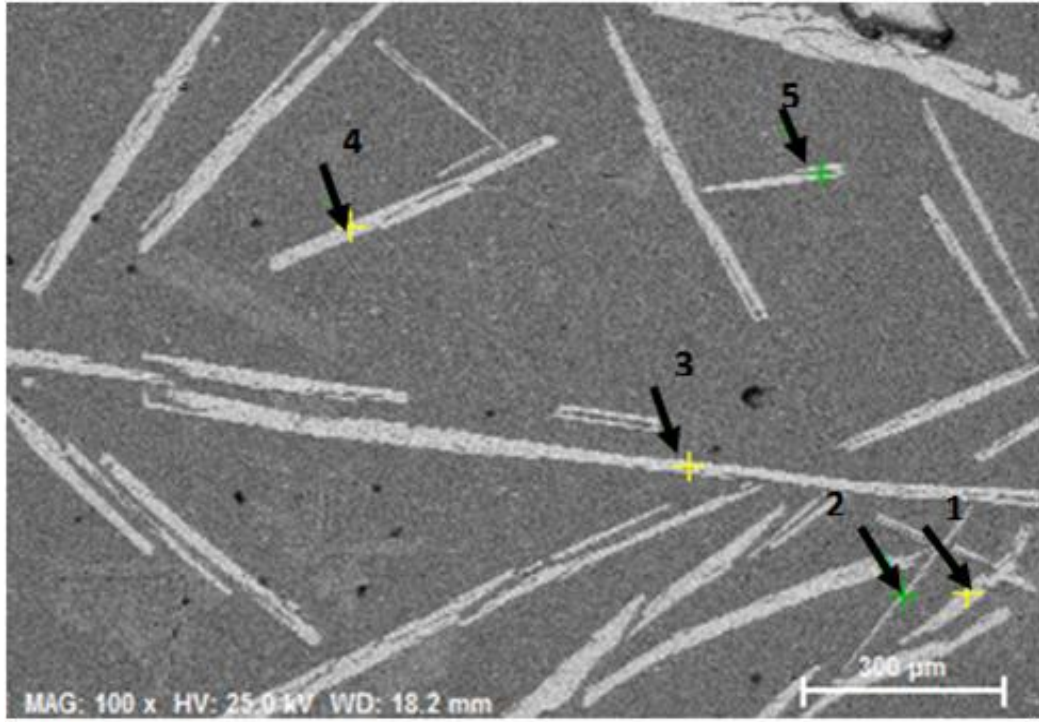
Diğer taraftan, Şekil 4.1e’de verilen SEM fotoğrafında ise 210 dakika süre ile öğütme işlemine tabi tutularak parçalanmış şerit örneğine ait mikroyapının diğerlerine kıyasla (Şekil 4.1c ve d) az da olsa kabalaştığı gözlenmektedir. Bilyeli öğütme işleminde oluşan nanokristal yapılarda, sıcaklık artışı ile iç zorlanmanın (internal strain) azaldığı ve ortalama kristal boyutunun büyüdüğü literatürde bildirilmiştir (Kuhrt, 1993). Şekil 4.1e’de 210 dakika süre ile öğütülen şerit parçalarının mikroyapısında gözlenen kabalaşmanın, oldukça uzun süren öğütme işlemi sırasında sürtünme kaynaklı sıcaklık artışının, 10 dakika süre ile öğütülen şerit parçalarındaki sıcaklık artışından daha yüksek olmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

MS numunesinin mikroyapısının diğer numunelerinkine nazaran oldukça ince boyutlu fazlardan oluşması sebebiyle, söz konusu numune için ayrıca TEM analizleri yapılmıştır. MS numunesinin farklı bölgelerinden alınan TEM görüntüleri Şekil 4.2’de verilmektedir. SEM analizlerine benzer olarak iğnemsî/çubuk benzeri Fe içeren fazlar gözlenmiştir. Bu fazların boyutlarının nanometre düzeyinden (~100 nm) mikron mertebesine (>2 µm) kadar değiştiği gözlenmektedir. Bilindiği gibi sivri uçlu bu tür intermetalik fazlar, alaşımın mekanik özellikleri açısından oldukça zararlıdır. Çünkü bu tür intermetaliklerin sivri uçları stres/zor biriktiriciler olarak iş görür ve malzemenin kırılabilirliğini artırırlar. Şekil 4.2(b), faset yapıları silisyum taneciği ile nano boyutlu çubuk-benzeri Fe-içeren intermetalik yan yana görülmektedir (Kang ve ark., 2007; Xu ve ark., 2006). Fotoğrafta görülen son derece küçük silisyum fazının ötektik ya da birincil Si yapılarından hangisine ait olduğunu kestirebilmek oldukça güçtür. Ancak hangi yapıda olursa olsunlar, yapı içerisindeki intermetalik ve silisyum fazlarının bu şekilde küçük boyutlu ve homojen bir şekilde dağılması malzemenin mekanik özellikleri açısından istenen bir durumdur. Şekil 4.2(c)’de ise nano boyutlu silisyum ve alüminyum taneleri yan yana görülmektedir. Sonuç olarak, hızlı katılaştırma sonucunda malzemenin mikroyapısının son derece incelendiği açıktır.



Şekil 4.2. MS numunesinden alınan TEM fotoğrafları: (a) Çubuk şeklindeki Fe-içeren intermetalikler, (b) Nano boyutlu faset yapılı silisyum parçacığı ve çubuk şeklindeki intermetalik, (c) Nano boyutlu alüminyum ve silisyum parçacıkları

Geleneksel döküm Al-20Si-5Fe numunesinden alınan EDS nokta analiz sonuçları hem kütlece hem de atomik yüzde oranları ile Çizelge 4.1’de verilmektedir. Çizelge 4.1’de verilen sonuçlar, Şekil 4.3’de gösterilen SEM mikrografındaki sırası ile 1, 2, 3, 4 ve 5 numaralı fazlara aittirler. Bu verilere göre, mikroyapı içerisinde görülen intermetalik bileşikler Fe-içeren δ -Al₄FeSi₂ bileşiğidir. Bu sonuçlar L.G Hou ve ark. (2009)’nın verileri ile oldukça iyi bir uyum içerisinde. L.G Hou ve ark. (2009), tarafından yapılan bir çalışmada geleneksel döküm Al-25Si-5Fe-3Cu alaşımına ait SEM mikrograflarında, birkaç yüz mikron uzunluğa kadar varabilen boyutlarda çubuk benzeri intermetalikler gözlemlenmiştir. Electron prob microanalyzer (EPMA) sonuçlarına göre, bu intermetalik fazların at.% 49.43 Al, 35.85 Si ve 14,91 Fe ihtiva ettikleri tespit edilmiştir. Söz konusu çalışmada, mikroyapı içerisinde gözlenen büyük çubuk benzeri intermetaliklerin stokiyometrik oranları (Al_{3,46}Fe_{1,04}Si_{2,51}), δ -Al₄FeSi₂ fazının stokiyometrik oranlarına yakın olduğu düşünülerek, bu fazlar δ -Al₄FeSi₂ fazı olarak değerlendirilmiştir. Bu tez kapsamında geleneksel döküm Al-20Si-5Fe alaşımının mikroyapısında gözlenen çubuk şeklindeki intermetaliklerin (Şekil 4.3) stokiyometrik oranları ise Al_{3,4}Fe_{1,5}Si_{1,8} olup δ -Al₄FeSi₂ fazının stokiyometrik oranına çok yakındır. Daha sonra tartışılacak olan X-ışını desenleri de bu durumu teyid etmektedir.

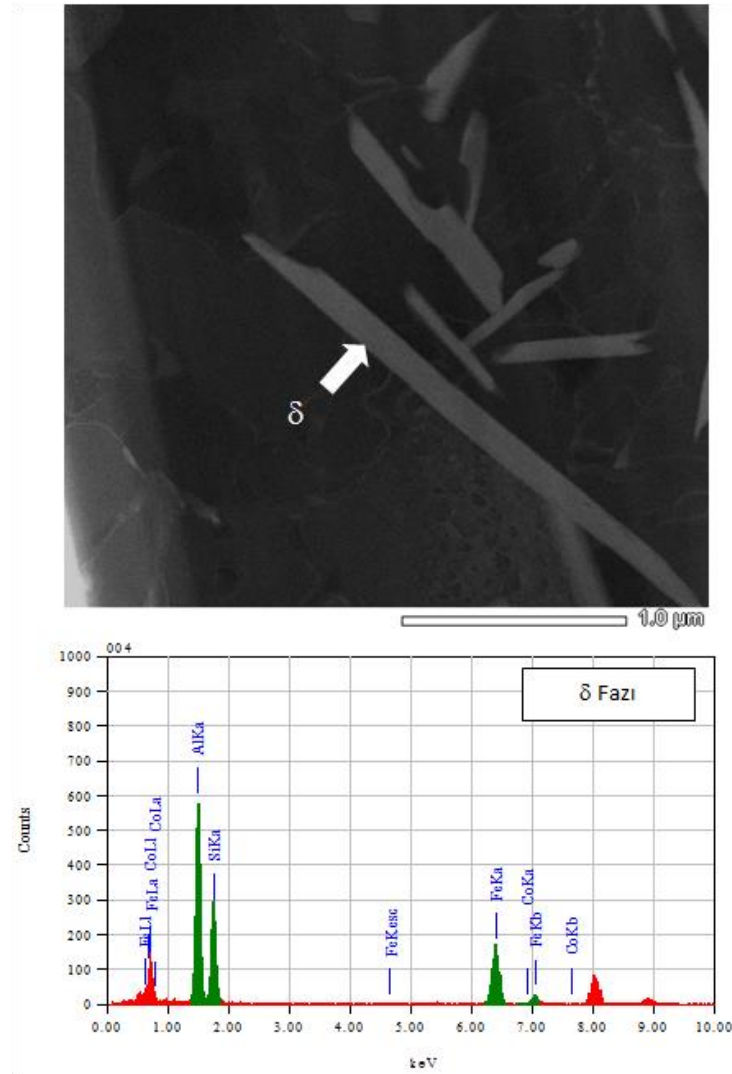


Şekil 4.3. Geleneksel döküm Al-20Si-5Fe numunesinde gözlenen intermetalik fazların SEM- EDS analizleri

Çizelge 4.1. Geleneksel döküm Al-20Si-5Fe numunesinde gözlenen intermetalik fazların SEM- EDS analizleri

Fazlar	Miktar (at.%)			Miktar (ağ%)		
	Al	Si	Fe	Al	Si	Fe
Faz 1	51.06	26.3	22.63	40.71	21.83	37.35
Faz 2	50.64	25.35	22.77	40.64	21.44	37.92
Faz 3	50.19	27.36	22.4	40.11	22.77	37.11
Faz 4	51.01	26.42	22.71	40.35	21.91	37.6
Faz 5	50.12	27.13	22.73	40.01	22.56	37.35

Şekil 4.4 ve Çizelge 4.2’de eriyik eğirme yöntemi ile üretilmiş (MS) numunenin mikroyapısında görülen iğnemsî/çubuk benzeri Fe-içeren intermetaliklerin bir tanesinden alınan TEM-EDS analizleri verilmektedir. Şekil 4.5’de verilen XRD analizleri ve TEM-EDS analiz sonuçları değerlendirildiğinde, mikroyapıda görülen iğnemsî/ çubuk benzeri intermetalik bileşiklerin de Fe-içeren δ -Al₄FeSi₂ fazı oldukları sonucuna varılabilir.



Şekil 4.4. Eriyik eğirme yöntemi ile üretilmiş (MS) Al-20Si-5Fe numunesindeki Fe-içeren iğnemsî yapıdaki intermetalik fazlara ait TEM-EDS analizi

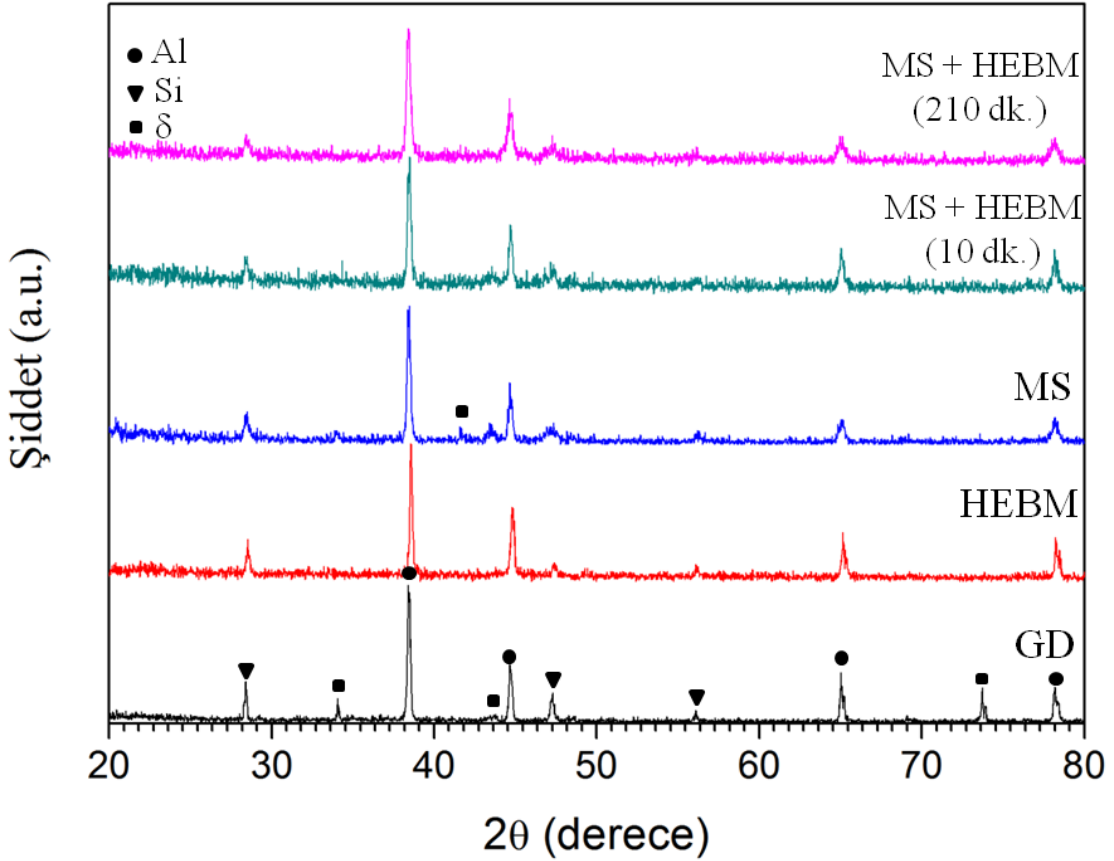
Çizelge 4.2. Al-20Si-5Fe numunesinde gözlenen intermetalik fazların TEM - EDS analizleri

Miktar	Al	Si	Fe
ağ. %	45.7	22.2	31.9
at. %	55.4	25.9	18.7

Şekil 4.5’de farklı yöntemlerle üretilen numunelere ait normalize edilmiş X-ışını kırınım desenleri verilmektedir. HEBM numunesinde sadece Al ve Si fazlarına ait pikler gözlenirken, diğer numunelerde bu fazlara ilaveten δ intermetalik fazında olduğu görülmektedir. Literatürde geleneksel döküm Al-20Si-5Fe alaşımlarının katılaşmaları sırasında ilk olarak 820 °C dolaylarında δ -fazının, daha sonra 700 °C’nin altına düşüldüğünde silisyum fazının olduğu 610°C dolaylarında ise δ -fazının β -fazına dönüştüğü ve en son olarak üçlü (α -Al, Si ve β -fazı) ötektik reaksiyonun gerçekleştiği bildirilmiştir. Öte yandan hızlı katılaştırılmış Al-20Si-5Fe alaşımları için katılaşma senaryosunun geleneksel dökümdekinden biraz farklı olarak i) önce δ -fazının, ii) sonra silisyum kristallerinin δ -fazı üzerinde çekirdeklenmeye başlayıp ve büyüdükleri ve iii) en son olarak sıvının geri kalanından düzensiz bir ötektik reaksiyon ile ötektik α -Al, Si ve δ -fazlarının meydana geldikleri rapor edilirken yüksek soğuma hızından dolayı δ -fazının β – fazına dönüşme fırsatı bulamadığına (yani β - fazının oluşumunun önüne geçildiğine) da dikkat çekilmiştir (Rajabi ve ark., 2008a). Hatta yüksek soğuma hızının katılaşma esnasında atomların difüzyonunu kısıtladığından dolayı hızlı katılaştırma esnasında intermetalik fazların oluşamadıkları da rapor edilmiştir (Rajabi ve ark., 2008b). Bu sebeple Şekil 4.4’te verilen kırınım deseninde hızlı katılaştırılmış alaşımda (MS) ve bu alaşımın öğütülmüş versiyonlarında (MS+HEBM10dk. ve MS+HEBM210dk.) gözlenen zayıf intermetalik piklerinin ve geleneksel döküm numune de gözlenen nispeten kuvvetli intermetalik piklerinin δ -fazına ait olduğu düşünülmektedir. Bu veriler literatürle de uyumludur (Hou ve ark., 2009; Huang ve ark., 2009; Rajabi ve ark., 2008a,b; Kilicaslan ve ark., 2012; Cai ve ark., 2011). Geleneksel döküm numunede β -fazının tespit edilemeyişinin nedeninin bu fazın mikroyapıda çok az oranda bulunması olabileceği düşünülmektedir. Çünkü

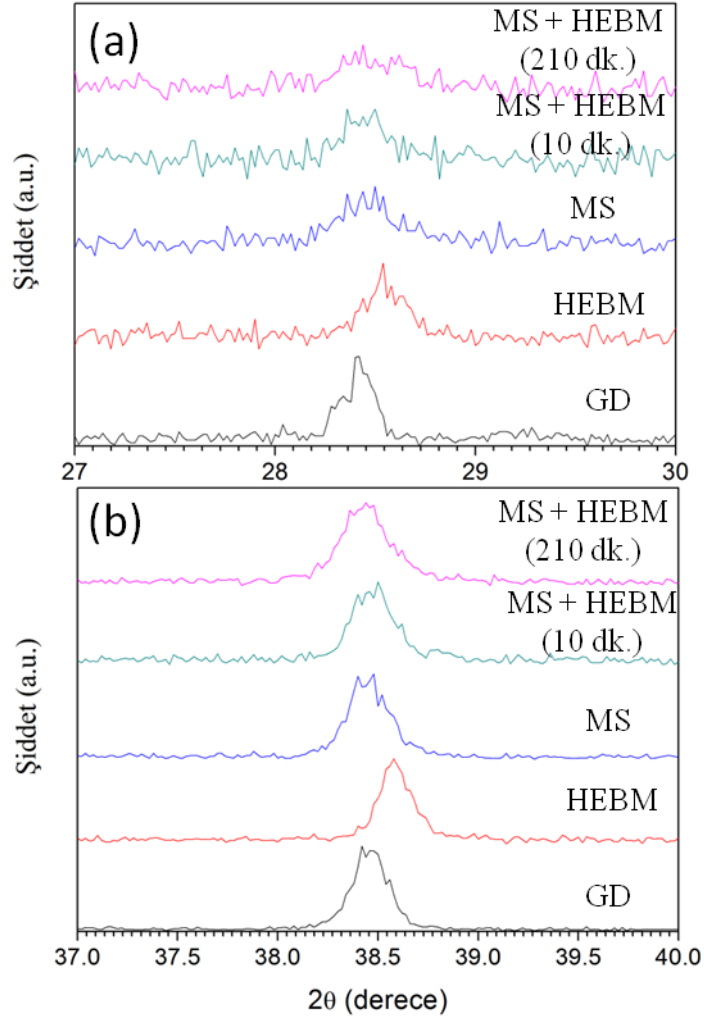
literatürden bilindiği üzere XRD analizleri yapı içerisinde hacimsel ağırlığı % 5'ten az olan fazları tespit etmekte çok başarılı değildir (Rajabi ve ark., 2008b). Öte yandan, Şekil 4.5'te görüldüğü gibi direkt olarak HEBM tekniği ile üretilen numunede ise sadece Al ve Si fazları tespit edilebilmektedir. Yine bu numunede de intermetalik fazların tespit edilemeyişinin muhtemel nedenlerinden biri, mikroyapıda çok az oranda intermetalik fazın bulunması olabilir. HEBM ile üretilen numunelerde intermetalik faz gözlenmeyişinin bir diğer muhtemel sebebi şöyle ifade edilebilir; Bilindiği gibi mekanik alaşımlama süreçlerinde mekanik olarak "alaşımlama" meydana gelebilmesi için (intermetalik faz oluşumu) uzun süreler öğütme işleminin tatbik edilmesi gerekmektedir. Ancak tez kapsamında yüksek enerjili bilyeli öğütme tekniği (HEBM) kullanılmıştır. HEBM tekniğinde de uzun süre öğütme işleminden sonra "alaşımlama" gerçekleşebilir. Fakat HEBM tekniğinin en büyük handikabı, öğütme süresi uzadıkça kontaminasyon oranının kabul edilmeyecek boyutlara varmasıdır. Daha önce de belirtildiği gibi bu sebeple tez kapsamında öğütme süreleri belirli bir değerin üzerine çıkarılmamıştır. Yani, tez kapsamında tatbik edilen HEBM sürelerinin intermetalik fazların oluşumu için yeterli olmayabilecekleri de düşünülmektedir. Özetle, yüksek enerjili bilyeli öğütme (HEBM) tekniği ile üretilen numunede delta fazının tespit edilemeyiş, söz konusu fazın hiç oluşmamasından kaynaklanabileceği gibi, mikroyapı içerisinde X-ışını kırınımı yöntemi ile tespit edilebilecek miktardan daha az olmasından kaynaklandığı şeklinde düşünülebilir. Her iki durumda da, demir içerikli delta (δ) intermetalik fazının HEBM tekniği ile üretilen numunede daha az olduğu ortaya çıkmaktadır.

Öte yandan demir içeren intermetalik bileşiklerin varlığı malzemenin mekanik özellikleri açısından istenen bir durum değildir. Çünkü, demir içeren metallere bileşikler, mikroyapıda büyük bloklar halinde ve iğnemsî yapılar şeklinde oluşma eğilimindedirler. İğnemsî yapılar ise matris içerisinde stress biriktirici bölgeler olarak görev yaparak mekaniksel özelliklerin olumsuz yönde etkilenmesine sebep olur (Huang, 2009). HEBM yöntemi ile üretilen numunelerde intermetaliklerin tespit edilemeyiş, bu yöntemi diğer yöntemlere nazaran öne çıkarmaktadır.



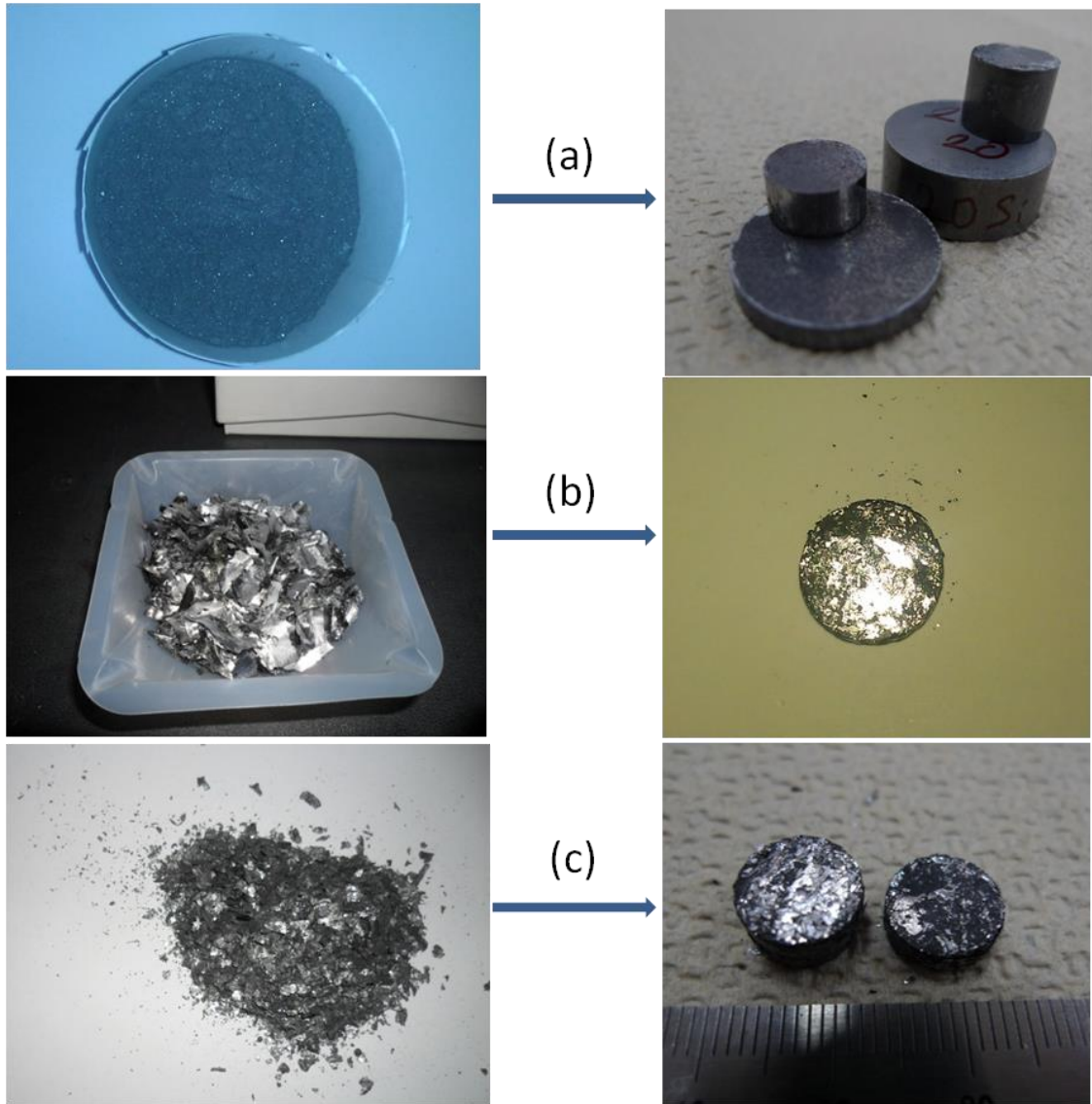
Şekil 4.5. Farklı üretim yöntemleri ile elde edilen Al-20Si-5Fe alaşımının normalize edilmiş kırınım desenleri X-ışını. **GD:** geleneksel döküm, **HEBM:** Yüksek enerjili bilyeli öğütme, **MS:** Melt-spinning

Şekil 4.6’da Si (111) ve Al (111) fazlarının en şiddetli yansımalarına ait pikler verilmektedir. Şekil 4.6(a) incelendiğinde, Si pik şiddetinin MS ve MS+HEBM numunelerinde GD ve HEBM numunelerine kıyasla belirgin olarak azaldığı görülmektedir. MS+HEBM numunelerinde öğütme süresi arttıkça, Si pik şiddetinin bir miktar daha azaldığı görülmektedir. Si pik şiddetindeki azalma, bir miktar Si’un Al fazı içerisinde katı çözeltili olarak çözünmesi şeklinde yorumlanmıştır. Şekil 4.6(b)’de ise Al fazına ait (111) pikinin, HEBM numunesi dışında sola doğru kaydığı görülmektedir. Pikdeki kayma miktarı, MS ve MS+HEBM numunelerinde bir miktar daha artmaktadır. Pik kaymasına ilave olarak MS ve MS+HEBM numunelerinde pik genişliğinin de arttığı tespit edilmiştir. Al pikinde gözlenen bu kayma, MS ve MS+HEBM numunelerinin kristal boyutlarının azalması ve kristal yapı içerisindeki mikro zorların artması olarak yorumlanmaktadır (Jenkins ve Snyder, 1996)



Şekil 4.6. Si ve Al fazlarına ait en şiddetli pikler (a) Si (111) piki, $2\theta \approx 28.5$ ve (b) Al (111) piki, $2\theta \approx 38.5$

Şekil 4.7’de Al-20Si-5Fe numunesinin sıcak presleme yöntemi ile hacimsel forma getirilmiş örnekleri verilmektedir. Şekil 4.7a’da satın alınan metalik tozların direkt olarak HEBM tekniği ile öğütülmesinden elde edilen karışımın preslenerek hacimsel forma getirilmiş silindirik tabletlerin fotoğrafları görülmektedir.



Şekil 4.7. (a) Yüksek enerjili bilyeli öğütme yöntemi kullanılarak 10 dk. süre ile öğütülen Al-20Si-5Fe metalik tozu ve söz konusu örneğin sıcak preslenmiş hacimsel formu, (b) Eriyik eđirme yöntemi ile üretilen Al-20Si-5Fe şerit parçaları ve sıcak preslenmiş hacimsel formu, (c) Eriyik eđirme + (10 dakika) yüksek enerjili bilyeli öğütme ile üretilen Al-20Si-5Fe numunesi ve söz konusu örneğin sıcak preslenmiş hacimsel formları

Benzer şekilde, hiçbir işlemde geçirilmemiş hızlı katılaştırılmış (MS) şerit parçalarının preslenmesi sonucu elde edilen hacimsel silindirik tablet Şekil 4.7b'de, hızlı katılaştırılmış (MS) şeritlerin HEBM tekniđi ile öğütülmesinden (MS+HEBM) elde edilen parçaların preslenmesi sonucunda ortaya çıkan silindirik şekilli hacimsel tabletlerin fotoğrafı ise Şekil 4.7c'de verilmektedir.

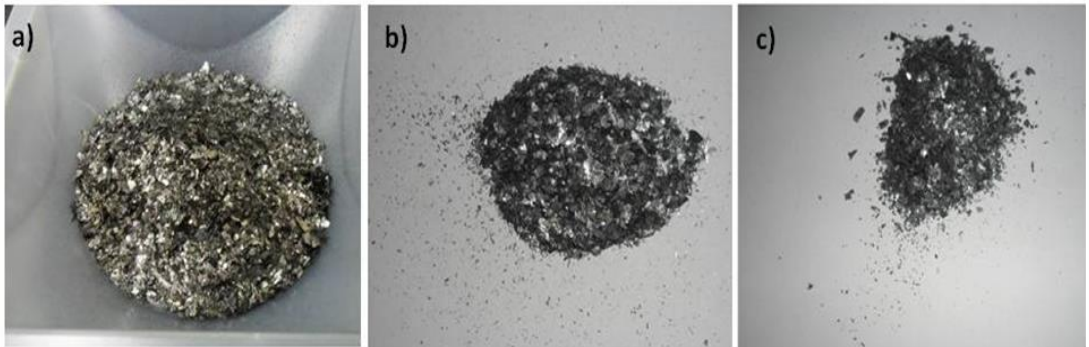
Karşılaştırmaların daha anlamlı olması açısından, hem metalik tozların ve hem de şerit numunelerin öğütülme süreleri sabit tutulmuş ve 10 dakika olarak seçilmiştir. Şekilden görüleceği üzere yüksek enerjili bilyeli öğütme (HEBM) tekniği ile üretilen metalik tozların preslenmiş hacimsel formları oldukça sıkı ve pürüzsüz bir yüzeye sahip iken (Şekil 4.7a), herhangi bir öğütme işlemine tabi tutulmamış ve 10 dakika süre ile öğütülmüş şerit parçalarından üretilen hacimsel tabletlerin istenilen özellikte olmadığı ve şerit parçalarının tabakalar halinde numune yüzeyinden ayrıldığı görülmektedir (Şekil 4.7b ve c).

Şekil 4.7’de verilen preslenmiş numunelerdeki porozite miktarlarını ve sıkışma kabiliyetlerini ölçmek için numunelerin yoğunlukları Archimet yöntemiyle belirlenmiştir. Öncelikle Al-20Si-5Fe kompozisyonunun teorik yoğunluğu hesaplanmıştır. Bunun için literatürden Al (2,70 g/cm³), Si (2,33 g/cm³) ve Fe’in (7,87 g/cm³) yoğunlukları bulunmuştur. Karışımın homojen olduğu ve arada boşluğun olmadığı varsayımına dayanarak Al-20Si-5Fe kompozisyonunun teorik yoğunluğu 2,7 g olarak hesaplanmıştır. Daha sonra Archimet yöntemi kullanılarak, HEBM ile üretilen numunenin yoğunluğu 2,52 g/cm³(Şekil 4.7a), MS ile üretilen numunenin yoğunluğu 1, 82 g/cm³ (Şekil 4.7b) ve MS+HEBM ile üretilen numunenin yoğunluğu 1.96 g/cm³ (Şekil 4.7c) olarak bulunmuştur. Elde edilen deneysel yoğunlukları ve gerçek yoğunluğu hesaba katarak, numunelerin nisbi yoğunlukları da hesaplanmıştır. Buna göre HEBM, MS ve MS+HEBM yöntemleri ile üretilen ve daha sonra hacimsel forma preslenen Al-20Si-5Fe alaşımlarının nisbi yoğunlukları sırasıyla %93, %67 ve %72 olarak hesaplanmıştır. Sonuçlardan görüldüğü üzere HEBM ile üretilen numunenin yoğunluğu teorik yoğunluğa oldukça yakındır. Bu ise presleme sonrası numunede meydana gelen porozite miktarının az olduğunu göstermektedir. Öte yandan MS ve MS+HEBM ile üretilen numunelerdeki nisbi yoğunlukların büyük ölçüde düşük çıkması, bu numunelerdeki porozite seviyesinin oldukça yüksek olduğu göstermektedir.

Hızlı katılaştırılmış şeritlerin istenilen şekilde hacimsel (bulk) forma getirelemeyişi, şeritlerin yeterince küçük boyutlu parçalara ayrıştırılamamasından (ufalanamamasından) kaynaklanmaktadır. Bu durumu aşabilmek için şerit parçaları

daha yüksek öğütme sürelerinde de (10, 30 ve 210 dakika) öğütülmeye tabi tutulmuş, ancak hiçbirisinde şerit parçalarının yeterince küçük parçalara ayrıştırılması mümkün olmamıştır.

Şekil 4.8 incelendiğinde, 210 dakika gibi oldukça uzun bir süre öğütme işlemine tabi tutulan şerit parçalarının boyutları, 10 ve 30 dakika süre ile öğütmeye tabi tutulan şerit parçalarına kıyasla bir miktar azalmasına rağmen, parçaların ortalama boyutları 4~6 mm'nin altına indirilememiştir. Burada önemle vurgulamak gerekir ki, 210 dk. (3,5 saat), yüksek enerjili bilyeli öğütme yöntemi için oldukça yüksek bir öğütme süresidir. Bu çalışmada, şerit numune, 30 dk.'lık kademelerle öğütme süresi artırılarak öğütülmüş ve her bir öğütmeden sonra numune, inört ortamda tutularak ufalanma miktarı incelenmiştir. 210 dk.'lık öğütme süresinin sonunda, numunede belirgin bir değişim gözlenmediği için, daha yüksek öğütme sürelerinden vazgeçilmiştir. Çünkü literatürden de iyi bilindiği üzere numunelerde meydana gelen kontaminasyon miktarı, dönme hızıyla veya dönme süresiyle doğru orantılı olarak artmaktadır (Suryanaraya, 2001). Bu durum ise bilyeli öğütme işlemlerinde başlangıç kompozisyonunu oluşturan elementlerin miktarlarının kontrolünü güçleştirmektedir.



Şekil 4.8. HEBM yöntemiyle farklı sürelerde öğütülen MS şeritlerin fotoğrafları. (a) 10 dk. (b) 30 dk. ve (c) 210 dk.

Ayrıca üç farklı öğütme zamanı tatbik edilmiş numunelerin hiç birisinde boyutu 100 μ m altında olan parçacıkların ağırlık oranları, öğütme haznesine konulan şeritlerin %5'ini bile geçmemiştir. Başlangıçta öğütme haznesine her defasında 3'er gramlık şerit numuneler konulmuş olmasına rağmen, 5, 10 ve 210 dakikalık öğütme işlemleri

sonucunda, boyutları 100 µm ve altında olan sırasıyla 0,10, 0,12 ve 0,14 g şerit tozu elde edilebilmiştir.

Bilindiği üzere bilyeli öğütme süreçlerinde öğütücü tipi, kullanılan öğütme haznesinin yapıldığı malzeme, öğütme enerjisi vb. parametreler nihai ürünün özelliklerini etkilemektedir. Ayrıca bütün bu parametrelerin etkileri, öğütülme işlemine tabi tutulan malzemedeki malzemeye de farklılaşabilmektedir (Suryanarayana, 2004). Çeşitli kırma, ufalama veya öğütme teknikleri ile boyutları (genellikle 100 µm ve altına) düşürüldükten sonra soğuk pres + ekstrüzyon veya sıcak pres gibi yöntemler ile hızlı katılaştırılmış şeritlerin hacimsel (bulk) hale getirilebildiği literatürde bildirilmektedir (Dimitrov, 2007; Rajabi ve ark., 2009; Latuch ve ark., 2007). Ancak, literatürdeki çalışmalarda da istenilen boyutlara (100 µm ve altına) düşürülebilen malzeme miktarının öğütme potasına konulan başlangıç malzemesine oranı çalışmamızdakine benzer biçimde çok düşük kaldığı bildirilmiştir. En güncel bilgilerimize göre hızlı katılaştırılmış Al-20Si-5Fe şeritlerinin HEBM yöntemi ile büyük ölçüde ufalanabildiğini rapor eden bir çalışma literatürde halen de mevcut değildir. Tezimin yazımı aşamasında, üretilecek olan yüksek Si-içerikli hızlı katılaştırılmış şeritlerin boyutlarının bilyeli öğütme tekniği ile daha yüksek miktarlarda küçültülebileceği öngörülmüştü. Ancak, başlangıçtaki beklentilerimizle tam olarak örtüşmeyen bu sonuçların da, bir tez çalışması olarak sunulan tezimiz açısından önemli olduğu kanaatindeyiz. Takvim bağımlı olarak yürütülmesi gereken tez kapsamındaki çalışmaların sürdürülebilmesi için, hızlı katılaştırılmış alaşımların hacimsel forma dönüştürülmesi ile ilgili optimizasyon çalışmaları bu aşamada kesilmiştir.

HEBM tekniğiyle, geleneksel döküme nazaran oldukça ince ve homojen yapıya bir mikroyapı elde edilebilmiştir. Ayrıca bu yöntemle üretilen numunelerde mikroyapı içerisinde mekaniksel özellikleri olumsuz yönde etkileyen intermetalik bileşiklerin oluşmamıştır ve dahası presleme neticesinde malzeme en yüksek nisbi yoğunluğa ulaşmıştır. Bu nedenlerden dolayı, tez kapsamındaki çalışmalar için üretim yöntemi olarak yüksek enerjili bilyeli öğütme (HEBM) tekniği seçilmiştir. Ancak, hızlı katılaştırılmış şeritlerin üretimi ve karakterizasyonuna yönelik çalışmalar, bilimsel merak adına tez süresi boyunca paralel olarak sürdürülmüştür. Söz konusu çalışmalar

kapsamında elde edilen bulgulara ilerleyen bölümlerde yer verilecektir. Diğer taraftan, tezinin takvim bağımlılığı dolayısıyla ara verilen hızlı katılaştırılmış alaşımların hacimsel forma dönüştürülmesi ile ilgili çalışmalara, tez sonuçlandırıldıktan sonra da devam edilecektir.

4.2. Toz Numuneler için HEBM Üretim Şartlarının Optimizasyonu

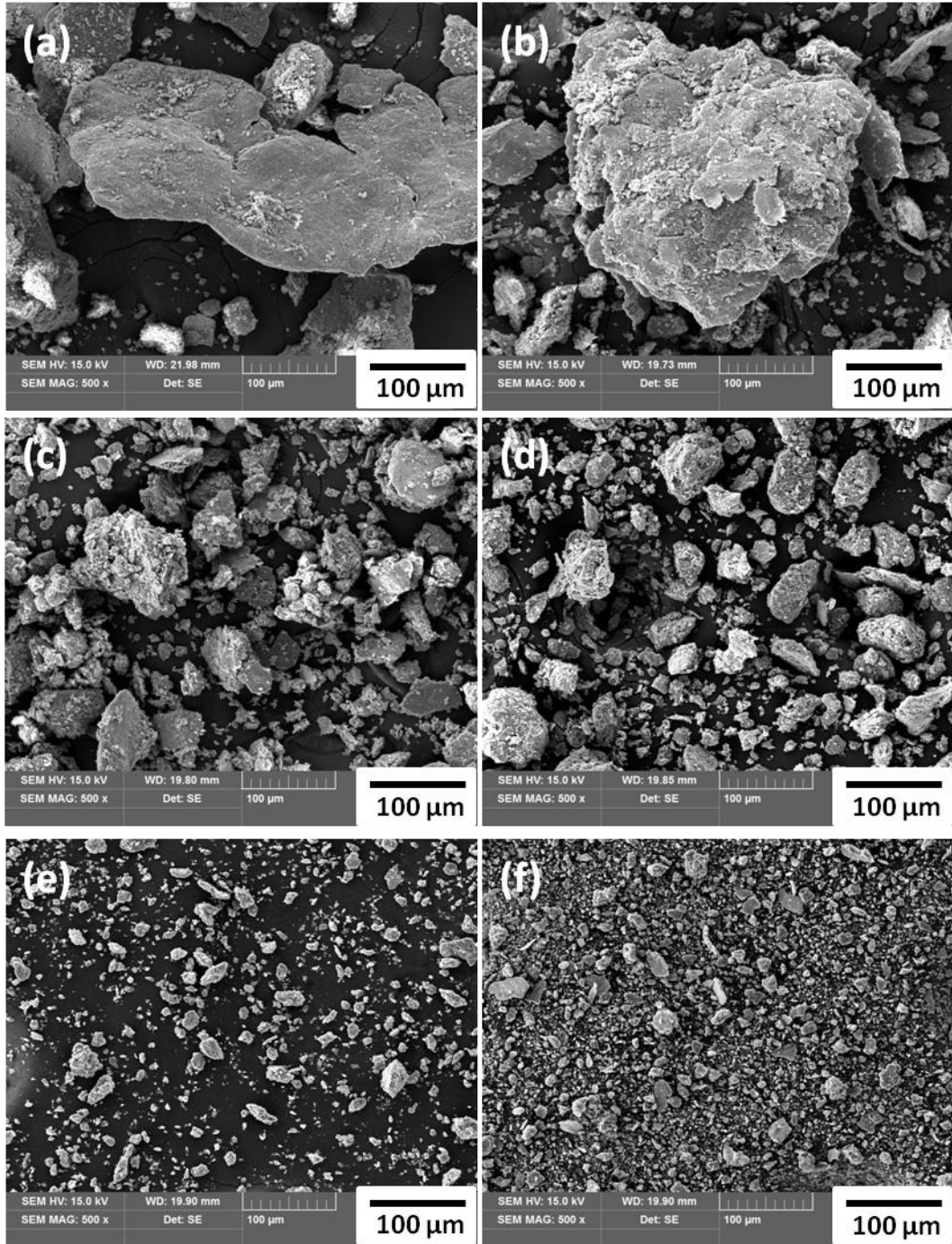
Yüksek enerjili bilyeli öğütme yöntemi (HEBM) ile üretilecek toz numunelerin şekli ve boyutu, üretim şartlarına sıkı bağımlılık göstermektedir. Başlıca üretim değişkenleri arasında; kullanacak haznenin (kavanozun) ve bilyelerin hammaddesi, döndürme hızı, döndürme zamanı, atmosfer, bilye-toz oranı, işlem kontrol maddesi ve sıcaklık sayılabilir (Suryanarayana, 2001). Bunlar içerisinde döndürme zamanı en önemli parametredir. Tozların ufalanması ve kaynaklanması arasındaki kararlı hal, ancak uygun bir döndürme zamanının seçilmesiyle mümkündür. Döndürme zamanı yüksek seçildiğinde, üründeki kontaminasyon miktarı artabilir veya istenmeyen fazlar oluşabilir. Bu nedenle uygun döndürme zamanı belirlendikten sonra, döndürme zamanının daha fazla artırılmaması tavsiye edilir.

Tez kapsamında uygun üretim şartlarını belirlemek için sadece döndürme zamanı değiştirilmiş (1, 5, 10, 15, 20 ve 30 dk.) ve bunun dışındaki diğer parametreler sabit tutulmuştur.

Şekil 4.8'de yüksek enerjili bilyeli öğütme yöntemi ile farklı öğütme süreleri kullanılarak üretilmiş Al-20Si-5Fe tozlarına ait SEM fotoğrafları verilmektedir. 1 dk.'lık öğütme sonunda Al tanelerin yassılaştığı ve Si tanelerinin de üzerlerine yapıştığı gözlenmektedir (Şekil 4.9a). 5 dk.'lık öğütme sonunda, yassılaştıran Al tanelerinin tabakalar halinde üst üste binerek soğuk kaynak yaptığı görülmektedir (Şekil 4.9b). 10 dk.'lık öğütme sonunda ise tane boyutunda ani bir düşüş gözlenmektedir (Şekil 4.9c). Bundan sonraki aşamalarda (15, 20 ve 30 dk.) tane boyutunda ki düşüş bir miktar devam etmekle birlikte, tane boyutu dağılım aralığının daraldığı gözlenmektedir. Benzer sonuçlar literatürde de gözlenmiş olup, bu durum tozların ufalanma ve topaklanma

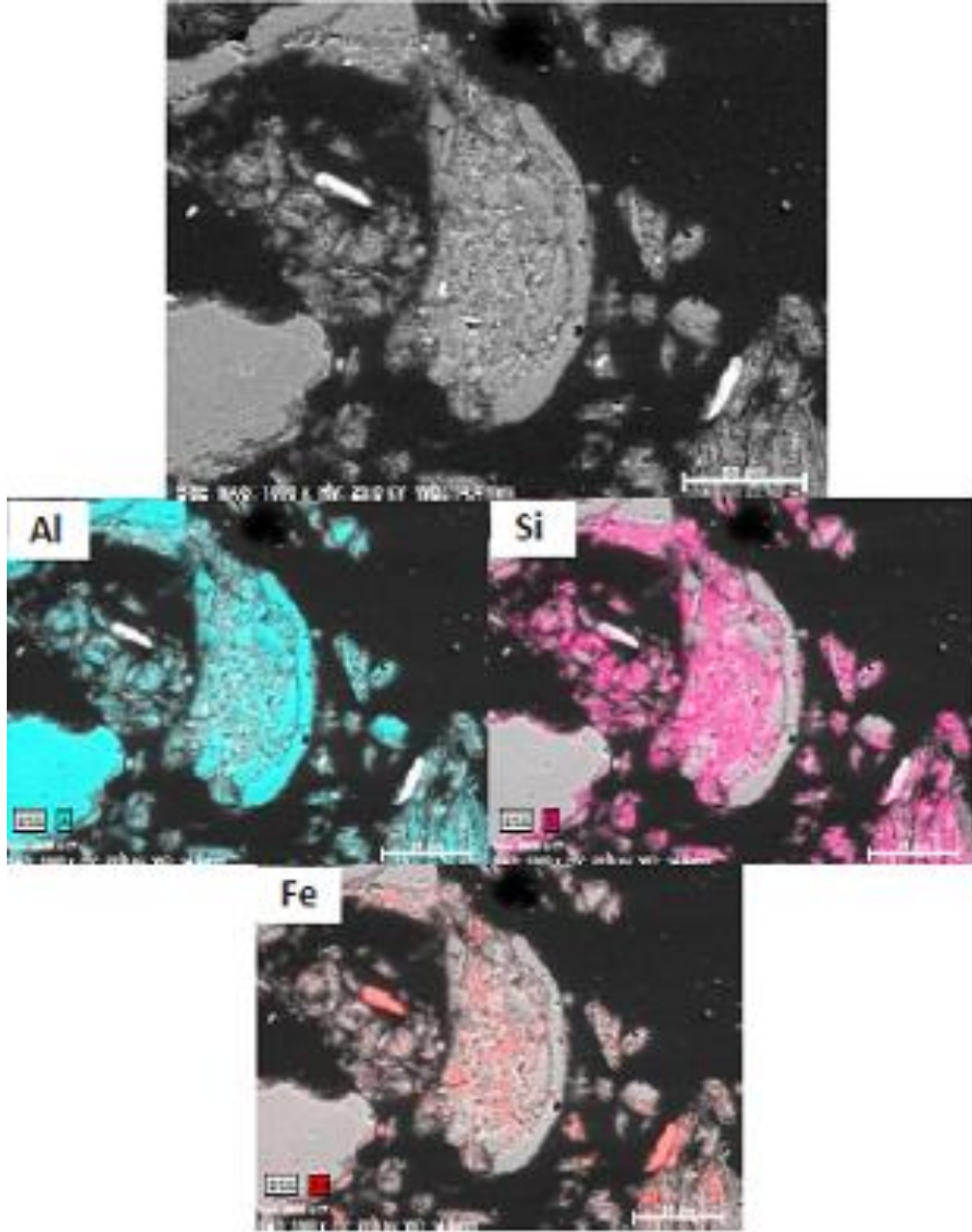
davranışları arasındaki dengenin sağlanmış olmasıyla açıklanmıştır (Kang ve ark., 2012).

Tozların, öğütme süresine bağlı tane boyutu değişimi Şekil 4.10'da verilmektedir. Her bir numune için en az 50 tane parçacığın boyutu ölçülerek, elde edilen değerlerin ortalaması ve ortalama değerdeki standart sapma miktarı hesaplanmıştır. Buna göre, düşük öğütme sürelerinde (1 ve 5 dk.) tozların ortalama tane boyutunun ve buna bağlı olarak standart sapma miktarlarının belirgin bir şekilde arttığı gözlenmiştir. Şekil 4.9'da verilen SEM fotoğrafları ile ilgili yorumlarda da belirtildiği üzere, bu aşamalardaki belirgin mekanizma, yassılaşıma, topaklanma ve kaynak yapmadır. 10 dk.'lık öğütme sonunda ise ortalama tane boyutunda belirgin bir düşüş olmaktadır. Ayrıca, standart sapma miktarı da oldukça azalmaktadır. Standart sapmanın küçülmesi, tane boyutları arasındaki farkın giderek azaldığını göstermektedir. Daha yüksek öğütme sürelerinde (15, 20 ve 30 dk.) ise ortalama tane boyutunda belirgin bir farklılık gözlenmemiştir.

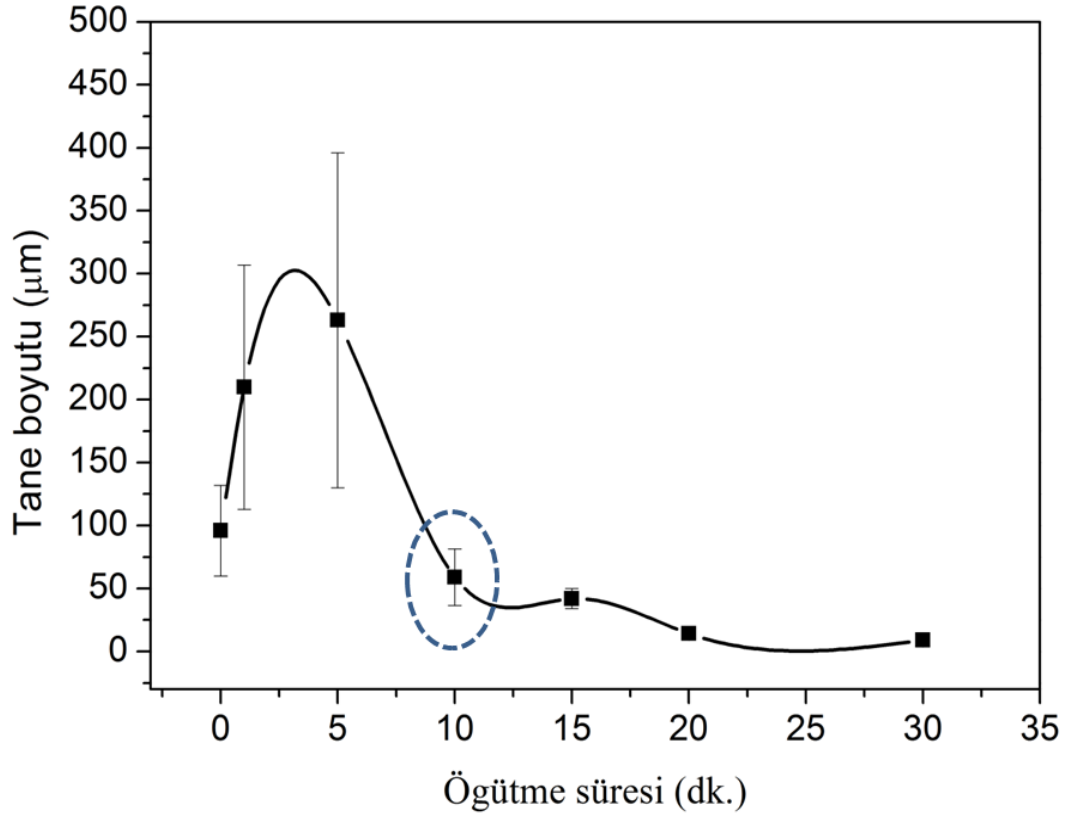


Şekil 4.9. HEBM yöntemiyle üretilen Al-20Si-5Fe alaşımında, farklı öğütme sürelerinin ortalama tane boyutu ve tane morfolojisi üzerine etkisi (Büyütme: 500X) (a) 1 dk., (b) 5 dk., (c) 10 dk., (d) 15 dk., (e) 20 dk., (f) 30 dk. (Dönme hızı: 800 rpm, bilye/numune oranı: 30/1)

HEBM 10 dk. numunesinin mikroyapısını sadece Al-Si fazları oluşturmaktadır. Şekil 4.10'da SEM mapping analizleri verilmiştir. Yüksek enerjili bilyeli öğütme sırasında sünek-kırılgan toz parçacıkları kullanılırsa kırılgan parçacıklar ufalanır ve bu parçacıklar sünek parçacıklar tarafından hapsedilir. Öğütme işlemine devam edildiği takdirde sünek matrisin içerisinde kırılgan parçacıklar düzenli bir şekilde dağılarak soğuk kaynaklanmayı meydana getirir (Kang ve ark., 2012). Bizim sonuçlarımıza göre, kırılgan Fe ve Si parçacıkları öğütme sırasında Al matrisi içerisinde düzenli olarak dağılmıştır/gömülmüştür.

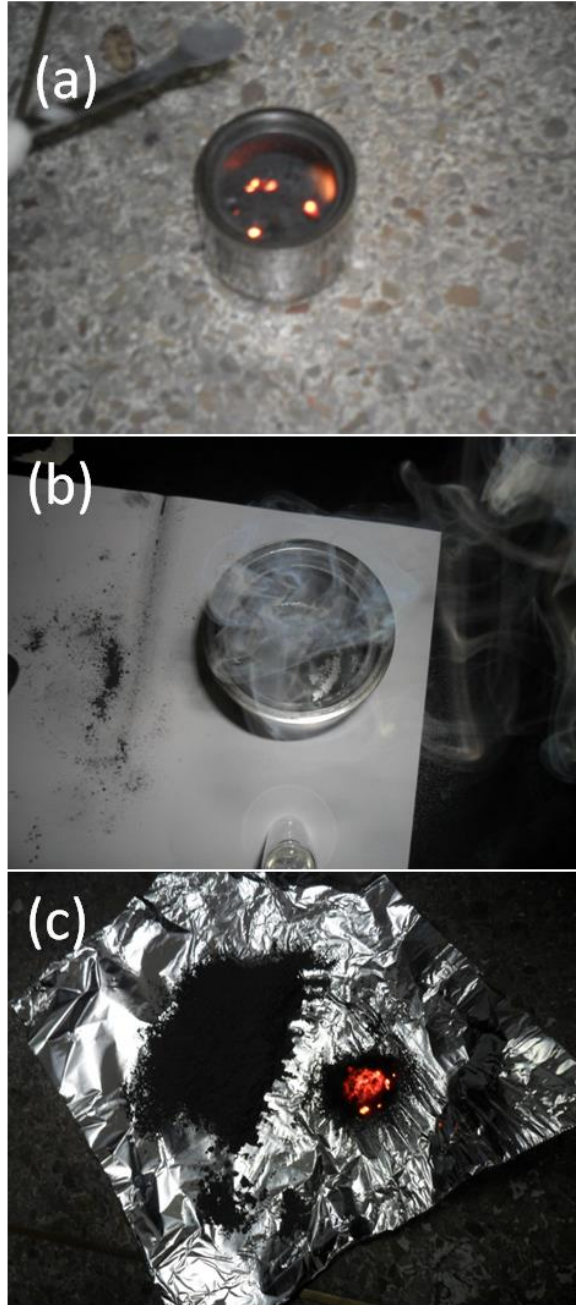


Şekil 4.10. HEBM yöntemiyle 10 dakika boyunca öğütülerek üretilen Al-20Si-5Fe alaşımının SEM mapping mikrografi



Şekil 4.11. HEBM yöntemiyle üretilen Al-20Si-5Fe alaşımındaki ortalama tane boyutunun öğütme süresiyle değişimi

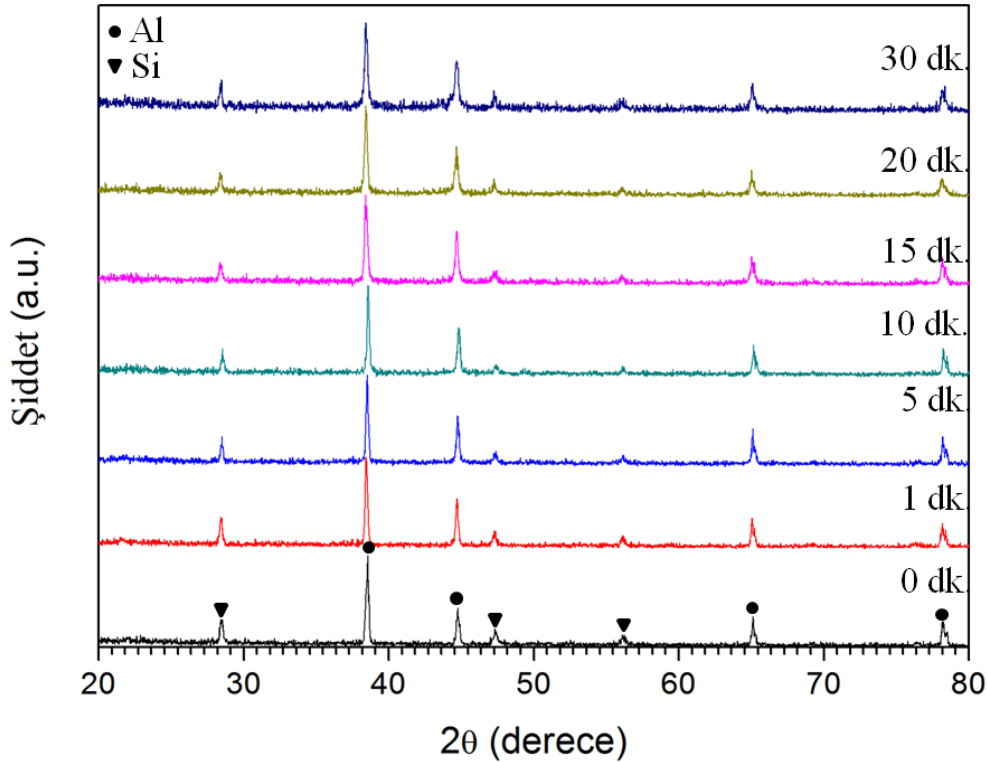
Şekil 4.12’de 15, 20 ve 30 dk.’lık sürelerde öğütülen numunelerin üretimden sonraki fotoğrafları verilmektedir. Üretimden sonra kavanozların kapakları eldivenli kutuda kontrollü olarak açılmış olmasına rağmen, numunelerde yanma meydana gelmiştir. Ancak 10 dk.’ya kadar öğütülen numunelerde benzer bir problemle karşılaşılmamıştır.



Şekil 4.12. 15, 20 ve 30 dk.'lık sürelerde öğütülen Al-20Si-Fe numunelerinde, üretimden sonra meydana gelen yanma

Şekil 4.13'de farklı öğütme süreleri tatbik edilen Al-20Si-5Fe alaşımlarına ait normalize edilmiş X-ışını kırınımı desenleri görülmektedir. Tatbik edilen öğütme sürelerinin hiçbirisinde, Al, Si ve Fe elementleri dışında herhangi bir intermetalik faz gözlenmemiştir. Bu durumun, uygulanan öğütme enerjisinin veya zamanının intermetalik bileşik oluşumu için yeterli olmayışından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Konu ile ilgili olarak Suryanarayana'nın (2004) çalışmasında, öğütme enerjisi (öğütme hızı), öğütme zamanı, bilye-toz oranı ve öğütme şekli gibi parameterelerin alaşım oluşumu açısından belirleyici olduğu bildirilmektedir. Çalışmasında, bir çeşit yüksek enerjili öğütücü (modifiye edilmiş SPEX) ile 3000 rpm'lik bir öğütme hızında Fe-ağ.%15 Al toz karışımında 1 saat sonunda katı çözelti oluşturulabilirken, 1800 rpm'de 5 saat sonunda bile herhangi bir katı çözelti oluşturulamadığı bildirilmiştir. Co-Ti toz karışımına uygulan 65 rpm'lik düşük enerjili bilyeli öğütme ancak 200 saat sonunda amorf yapı elde edilirken, aynı çalışmada 125 rpm'lik bir öğütme hızı uygulandığında amorf yapının oluşumu için gereken sürenin 100 saat 200 rpm'lik öğütme hızında ise sadece 24 saat olduğu ifade edilmiştir (Suryanarayana, 2004). Literatürde verilen diğer bir çalışmada ise Al-30Si-15Fe-5Ni alaşımında ancak 10 saat yüksek enerjili bilyeli öğütme işleminden sonra kısmen $(Al,Si)_7Ni_3$ intermetalikinin oluştuğu rapor edilmiştir (Lisbao ve ark., 2002).



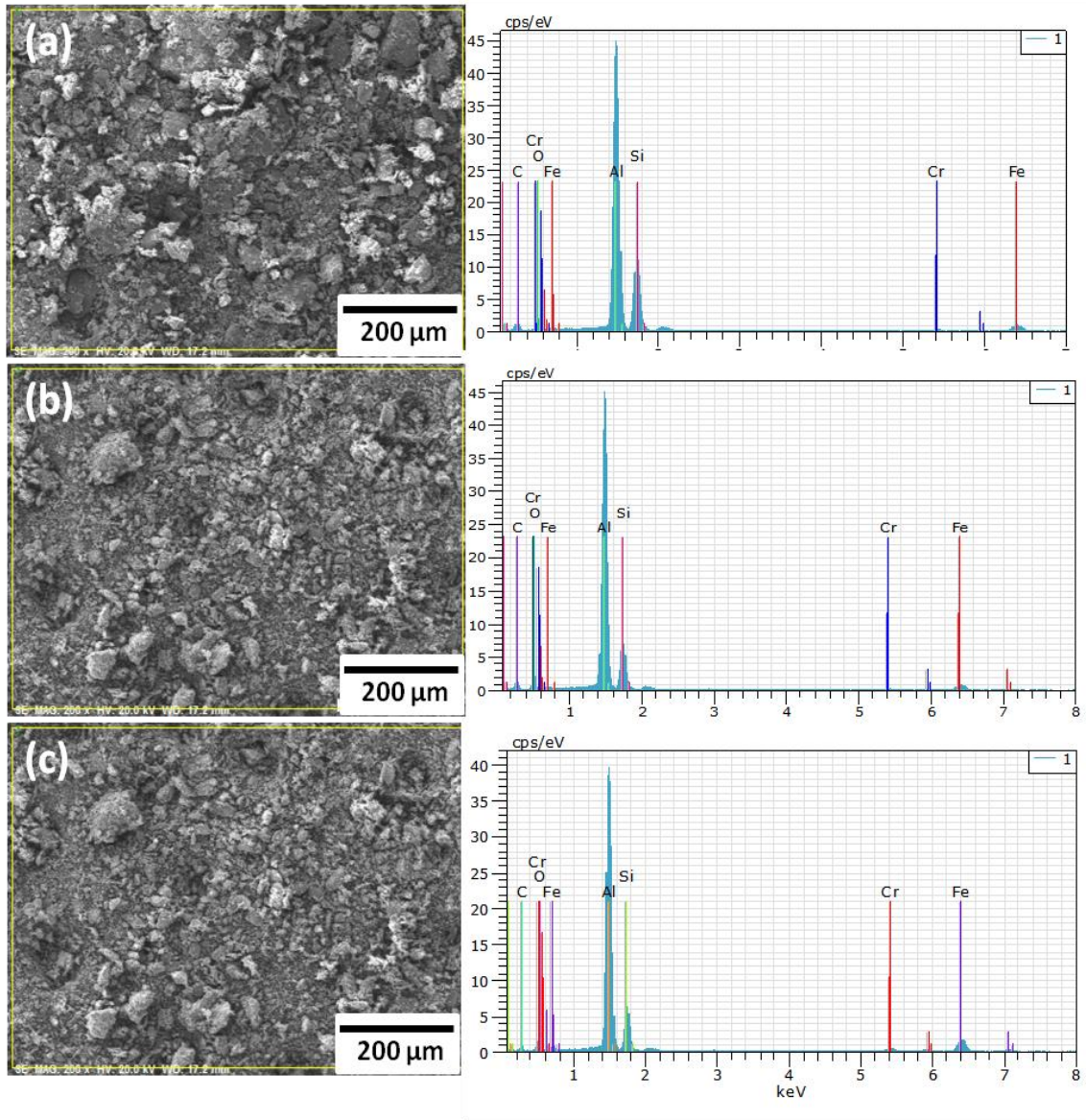
Şekil 4.13. Farklı öğütme sürelerinde üretilen Al-20Si-5Fe alaşımının normalize edilmiş X-ışını kırınım desenleri

Bilyeli öğütme işleminde dikkat edilmesi gereken diğer çok önemli bir husus da numunede oluşan kontaminasyon miktarıdır. Söz konusu yöntemde üründe meydana gelen kontaminasyon miktarı genellikle öğütme süresi, öğütmenin yapıldığı atmosfer, öğütülen toz ile hazne arasındaki dayanım/sertlik farkı ve öğütme enerjisi ile yakından ilgilidir. Örneğin, çelik haznenin kullanıldığı W-5Ni alaşımının 60 saat öğütülmesi neticesinde, üründe çok yüksek oranda (at.%60) Fe tespit edildiği bildirilmiştir (Courtney ve ark., 1992). Özellikle yüksek enerjili bilyeli öğütme yöntemlerinde, kontaminasyon miktarı öğütme zamanıyla çok hızlı bir şekilde artmaktadır (Suryanarayana, 2004). Sa Lisboa ve ark. (2002), Al-at%30Si-at%15Fe-at%5Ni alaşımına 200 saat süre ile yüksek enerjili bilyeli öğütme tatbik ederek amorf bir yapı elde etmişlerdir. Ancak, bu çalışmada çok ciddi oranlara bir kontaminasyon meydana geldiği (toz karışımının 200 saat öğütmeden sonraki kompozisyonu Al-at%18Si-at%48Fe-at%3Ni şeklindedir) ve oluşan amorf yapının öğütme haznesinden bulaşan demir nedeni ile meydana geldiği değerlendirilmiştir. Yukarıda bahsedilen etkenlerin dışında, kullanılan tozların başlangıçtaki safsızlık dereceleri veya yapışmayı önlemek amacıyla katılan kimyasallar da ürünlerdeki kontaminasyonu artıran etkenler arasındadır. Her ne kadar söz konusu etkenler minimize edilmeye çalışılsa da, bilyeli öğütme süreçlerinde kontaminasyonlar kaçınılmazdır. Yine de yapılan çalışmalarda kontaminasyon miktarının mümkün olduğunca azaltılması amaçlanır. Bu nedenle tez kapsamında yapılan bilyeli öğütme üretimlerinde kontaminasyon miktarını en az indirebilmek için, öncelikle saflığı nispeten yüksek tozlar seçilmiştir (Al: %99,99; Si: 99,999, Fe: 99,9). İkinci olarak, atmosferden kaynaklanan oksijen ve azot kontaminasyonunu engellemek için kavanozlar argon atmosferli eldivenli kutuda kapatılmıştır. Ayrıca, üretilen numune (Al-20Si-5Fe) Fe elementi içerdiği için çelik hazne kullanılmıştır.

Numunelerde meydana gelen safsızlık oranlarını belirlemek amacıyla, 10, 20 ve 30 dk.'lık öğütme süreleri için öğütülen tozların EDS spektrumları ve analizlerin yapıldığı bölgeler Şekil 4.14'de verilmektedir. Analizlerden elde edilen sonuçlar Çizelge 4.3'de özetlenmektedir. Sonuçlar incelendiğinde, ürünlerde tespit edilen karbon (C) yüzdesinin oldukça büyük olduğu görülmektedir. Ancak, bu sonuç numunelerin C kontaminasyonuna maruz kalmasından kaynaklanmayıp, SEM analizlerinde tozların yapıştırılmasında kullanılan C bandın EDS cihazı tarafından dedekte edilmesinden

kaynaklanmıştır. Öte yandan, bir miktar C kontaminasyonunun kullanılan stearik asit ve çelik haznedeki kaynaklandığı düşünülmektedir. Cr ve Fe miktarlardaki artış, öğütme süresinin numunelerdeki kontaminasyon miktarını önemli derecede etkilediğini göstermektedir. Bunun dışında O miktarı da öğütme süresiyle birlikte artmaktadır. O'deki artışın temel sebebinin, hazne açıldıktan sonra atmosfere maruz kalan tozların oksitlenmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Sonuçlar birlikte değerlendirildiğinde, 20 ve 30 dk.'lık sürelerde öğütülen numuneler için kontaminasyon oranlarının oldukça fazla olduğu görülmektedir. Örneğin Fe ve Cr oranı 30 dk. öğütülen numune için yaklaşık iki katına çıkmıştır. Öte yandan, 10 dk. öğütülen numune de belli oranda kontaminasyon ölçülmekle birlikte, diğer numunelerle karşılaştırıldığında kabul edilebilir oranlarda olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.14. Farklı sürelerde öğütülen Al-20Si-5Fe alaşımındaki safsızlık miktarları. Sol taraftaki SEM görüntüleri analizin yapıldığı alanı; sağ taraftaki grafikler ise EDS spektrumlarını göstermektedir. **(a)** 10 dk., **(b)** 20 dk., **(c)** 30 dk. (Analizler, 20 kV’da 200x büyütmede alınmıştır ve fotoğraflarda görülen alanın tamamını kapsamaktadır)

Çizelge 4.3. Farklı sürelerde öğütülen Al-20Si-5Fe alaşımındaki kütlece safsızlık miktarlarının gösterimi

Numune	Öğütme zamanı (dk.)	Al (wt%)	Si (wt%)	Fe (wt%)	O (wt%)	Cr (wt%)	C (wt%)
Al-20Si-5Fe	10	41.24	16.49	6.53	9.35	1.05	25.34
	20	41.82	11.41	7.54	12.87	1.11	25.25
	30	43.52	10.34	12.65	13.50	2.46	17.53

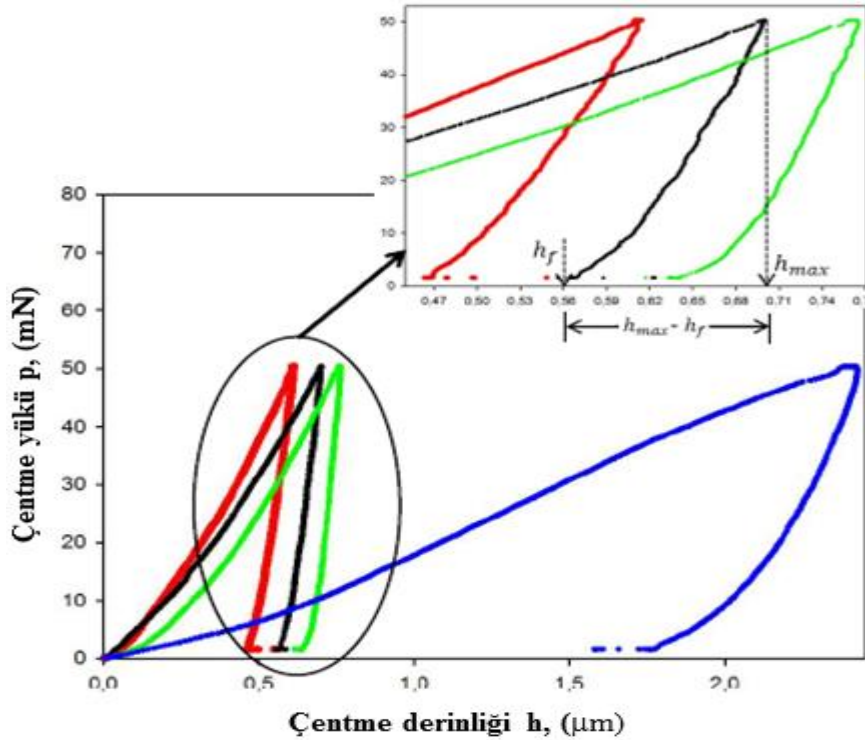
Özetlemek gerekirse, SEM analizlerinden Al-20Si-5Fe numunesinin ortalama tane boyutunun 10 dk.'lık öğütme süresinden sonra önemli ölçüde değişmediği gözlenmiştir (Şekil 4.9 ve 4.11). Ayrıca, 10 dk.'dan fazla öğütülen numunelerde yanma meydana geldiği tespit edilmiştir (Şekil 4.12). EDS analizlerinde ise 10 dk.'dan sonra numunelerde meydana gelen kontaminasyon miktarının büyük oranda arttığı görülmüştür (Şekil 4.14). Tüm bu etkenler dikkate alındığında, en uygun öğütme süresinin 10 dk. olduğuna karar verilmiştir.

4.3. Numunelerin Mekanik Karakterizasyonu

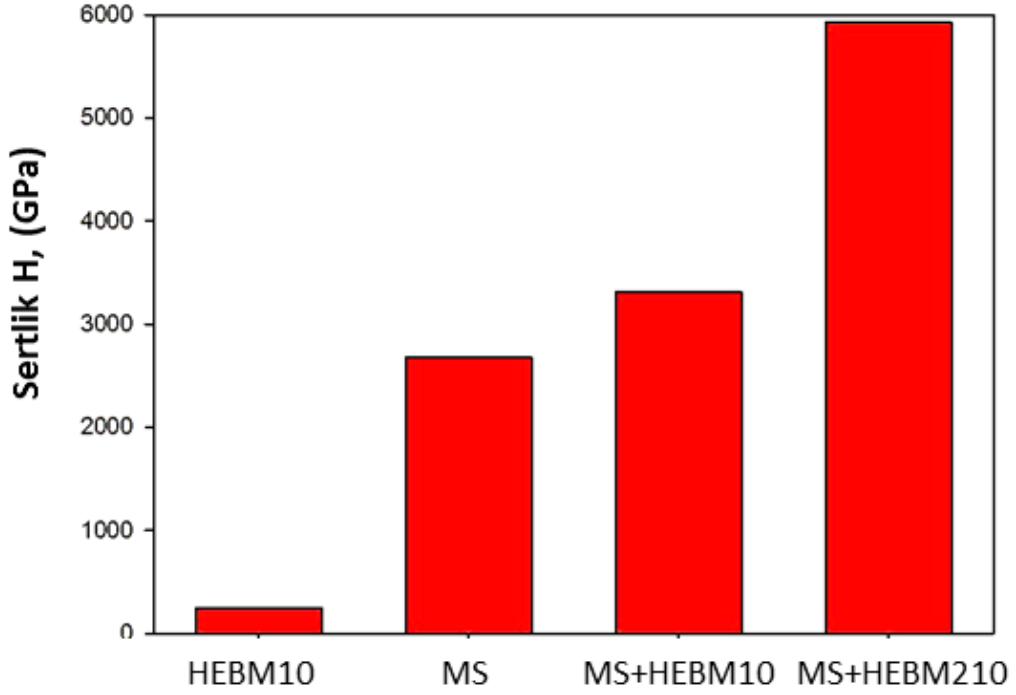
Numunelerin mekanik karakterizasyonunda uygulanan metodoloji Bölüm 3.3'te ayrıntılı olarak verilmiştir. Şekil 4.15'te dinamik mikrosertlik testinden her bir numune için elde edilen yük-yerdeğiştirme (P-h) eğrileri verilmiştir. P-h eğrilerinin, üretim yöntemlerine göre oldukça farklı elasto-plastik davranış sergilediği görülmektedir. HEBM numunesinin yükleme eğrisinin eğimi diğer numunelere kıyasla oldukça düşüktür. Ayrıca, öğütme işleminin hızlı katılaştırılmış şeritlerin elasto-plastik davranışlarını önemli ölçüde değiştirdiği görülmektedir (MS+HEBM 10 dk., MS+HEBM 210 dk.). Öğütme süresi arttıkça P-h eğrilerinin yükleme kısımlarının eğimlerinin de arttığı saptanmıştır. Bu durum şeritlerde, artan öğütme süresiyle birlikte işlem sertleşmesi özelliğinin artığının bir göstergesidir. P-h eğrilerinin boşaltma kısımlarının daha yüksek girme derinliklerine kayması, malzemelerin daha bir plastik deformasyona maruz kalmış olduğunu ifade eder. Sertliğin malzemenin kalıcı plastik

deformasyona karşı uygulamış olduğu direnç olduğu iyi bilinmektedir (Uzun ve ark., 2011). Buradan hareketle, yükleme-boşaltma eğrileri dikkate alınarak numunelerin sertliğini $HEBM10 < MS < MS+HEBM10 < MS+HEBM210$ şeklinde sıralayabiliriz. Farklı üretim teknikleriyle üretilmiş numunelerin eşitlik 12 kullanılarak hesaplanmış sertlik değerleri Çizelge 4.4'te ve Şekil 4.16'da verilmektedir.

Hesaplanan değerlerin yukarıda bahsedilen yaklaşımla uyum içinde olduğu görülmektedir. Suryanarayana (2001)'ya göre yüksek enerjili bilyeli öğütme esnasında toz parçacıkları defalarca yassılaşıma, soğuk kaynaklanma, kırılma ve tekrar kaynaklanma davranışına maruz kalırlar. Bilyelerin çarpma etkisiyle plastik deformasyona maruz kalan toz parçacıkları soğuk kaynaklanmayı meydana getirir. Öğütme zamanıyla birlikte, yüksek enerjili bilyeli öğütme işlemine tabi tutulmuş şeritlerin sertlik değerlerinin artmasının sebebinin işlem sertleşmesi mekanizması ile açıklanabilir.



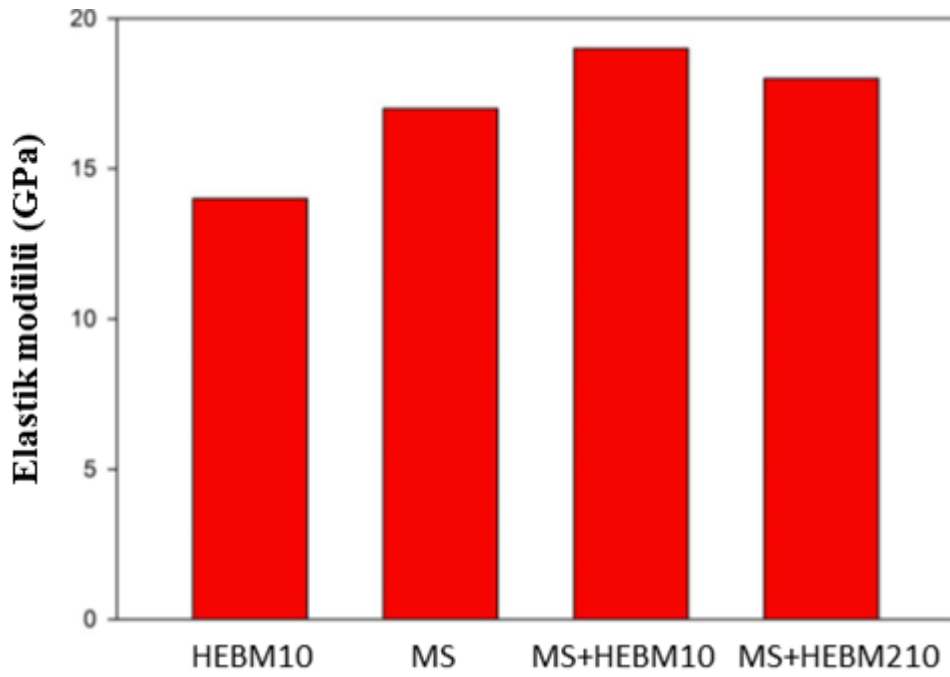
Şekil 4.15. Berkoviç uçlu dinamik mikroçentik cihazı kullanılarak HEBM 10 dk., MS, MS+HEBM 10 dk., MS+HEBM 210 dk., numunelerinden alınan verilerden elde edilen eğriler



Şekil 4.16. Farklı üretim teknikleriyle üretilen Al-20Si-5Fe alaşımının mikrosertliklerindeki değişim

Şekil 4.17’de farklı üretim teknikleri için elastik modülün değişimi grafiği gösterilmektedir. Çizelge 4.4’te de verilen değerler birlikte incelendiğinde numunelerin elastik modülleri arasında fazla bir farkın olmadığı görülmektedir. Yapılana analizler, en düşük değer HEBM 10 numunesine ait olduğunu göstermiştir. Hızlı katılaştırılmış şeritlere 10 dk. yüksek enerjili bilyeli öğütme uygulandığı zaman elastik modülü maksimum olmuştur. Öte yandan öğütme süresi 210 dk. olduğunda elastik modülü değerinin bir miktar azaldığı saptanmıştır. Bu durum yorulmadan dolayı zor genliğinin artması ile birlikte numunedeki dislokasyon yoğunluğunun artması ve buna bağlı olarak malzemenin Young modülü ve akma mukavemeti veya akma gerinimi değerlerinin artması şeklinde yorumlanabilir (Duyi ve ark., 2007). Bu yüzden MS+HEBM10 numunesinin elastik modülü HEBM10 ve MS numunelerinin elastik modülünden daha yüksektir. Ancak öğütme zamanının daha da artması MS+HEBM210 numunesinin elastik modülünde azaltma meydana getirir. Bu durum, artan öğütme süresiyle birlikte öğütme ortamının kinetik enerjisinin artması ve buna bağlı olarak öğütme ortamındaki sıcaklık artışının malzemenin plastik deformasyonunu artırmasından kaynaklanmaktadır. Öğütme işlemi sırasındaki sıcaklık artışı bilye-bilye, bilye-toz ve bilye-çeper

çarpışmalarından kaynaklanan sürtünme kuvvetinden kaynaklanır. Böylece, enerjideki artışın (öğütme hızı, bilyelerin bağlı hızı, bilyelerin boyutu vb.) sıcaklığın artmasıyla orantılı olduğu görülür. Eğer toz parçacıkları yüksek sıcaklığa maruz kalırsa atomik difüzyonu (daha yüksek atomik hareketlilik) artırarak kusur geri kazanımıyla sonuçlanan işleme yol açar (Suryanarayana, 2004). Dolayısıyla, MS+HEBM210 numunesindeki elastik modülündeki azalma, öğütme işlemi boyunca sıcaklığın artmasından dolayı oluşan kusur geri kazanımıyla ilişkilendirilebilir.



Şekil 4. 17. Farklı üretim teknikleriyle üretilen Al-20Si-5Fe alaşımının elastik modülündeki değişim

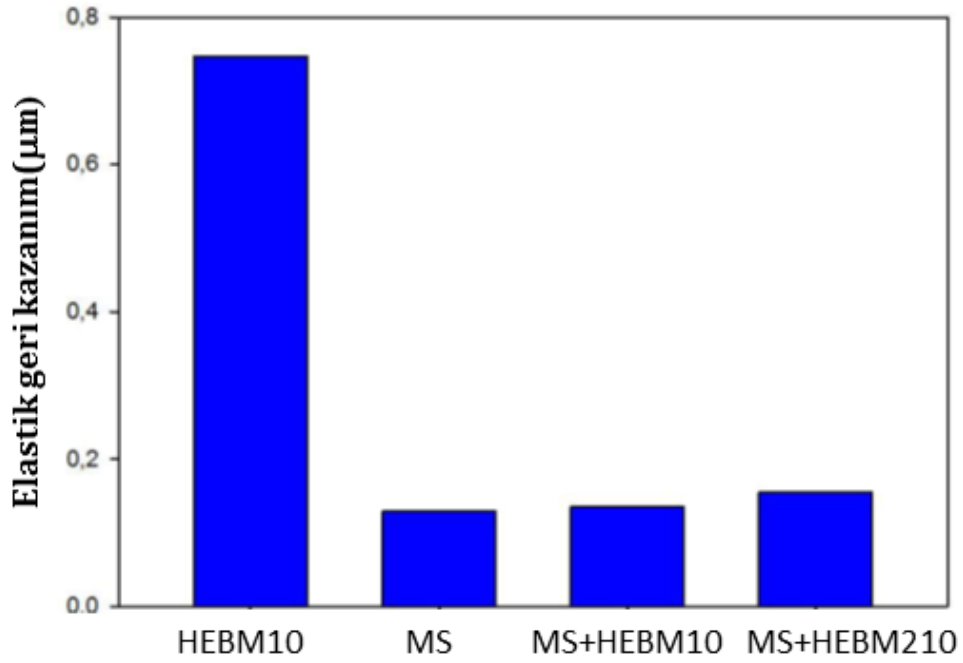
Çizelge 4.4. Farklı üretim teknikleri kullanılarak üretilen Al-20Si-5Fe alaşımlarının Mikrosertlik (H), Elastik modülü (E) ve Elastik geri kazanım oranı ($h_{\max}-h_f$), maksimum derinlik (h_{\max}) değerleri

	h_{\max} (μm)	h_f (μm)	$h_{\max}-h_f$ (μm)	H (MPa)	E (GPa)
HEBM10	2,53	1,78	0,75	245	14
MS	0,76	0,63	0,13	2675	17
MS+HEBM10	0,70	0,56	0,14	3310	19
MS+HEBM210	0,58	0,42	0,16	5930	18

Stillwell ve Tabor (1961) tarafından yapılan, çentme işleminde ilk amaç yükleme ve boşaltma verileri kullanılabilen bir çentik elde etmektir. Bir çentme işlemi sırasında oluşan yükleme eğrisi altında kalan toplam enerjiyi (W) verir. Boşaltma eğrisi altındaki kalan ise elastik enerji W_E verirken, Toplam enerji ile elastik enerji farkı ($WP=W- W_E$) plastik enerjiyi verir (Güçlü ve ark., 2005; Uzun ve ark., 2010). Bu çalışmada her bir numune için maksimum yük ($P_{\max}=50\text{mN}$) olarak uygulanmıştır. Toplam enerji, plastik enerji ve elastik enerji için sırasıyla h_{\max} , h_f ve $h_{\max}-h_f$ diyebiliriz.

Genellikle bir malzemenin yük–yerdeğistirme eğrilerinde, yükleme kısmından plastik özellikler hakkında daha çok bilgi elde edilirken boşaltma kısmından ise elastik özellikler hakkında daha fazla bilgi elde edilir. Boşaltma eğrisinin başlangıç kısmı (yani P_{maks} 'a yakın bölümü) düz bir çizgi şeklindedir ve daha sonra bu kısım, dereceli olarak yükün azalmasıyla birlikte girme derinliğindeki elastik geri kazanımdan dolayı bir eğri haline dönüşür (Şekil 3.13). Elastik geri kazanımın sona ermesinden sonra geride kalan derinlik h_f dir. Eğer çentme işleminden sonra çentik derinliğinde hiçbir geri kazanım yoksa boşaltma eğrisi düz bir çizgi şeklinde olacaktır.

Şekil 4.18’de farklı tekniklerle üretilmiş numunelerin elastik geri kazanım (h_e) değerleri verilmektedir. Ayrıca numunelerin elastik geri kazanım değerleri (h_e) Çizelge 4.4’te listelenmiştir. Şekilde HEBM10 numunesinin elastik geri kazanım (h_e) değerinin diğer numunelere göre oldukça yüksek olduğu görülmektedir. Dahası, hızlı katılaştırılmış şeritlerde öğütme zamanının elastik geri kazanım (h_e) değerleri üzerinde çok az etkisi olduğu sonucuna varılabilir.



Şekil 4. 18. Farklı üretim teknikleriyle üretilen Al-20Si-5Fe alaşımının elastik geri kazanım oranındaki değişim

5. SONUÇLAR

Tez çalışması kapsamında Al-20Si-5Fe alaşımı farklı üretim teknikleri ile üretilerek, mikroyapısal ve mekaniksel özellikleri incelenmiştir. Bu kapsamda elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir.

- HEBM tekniğiyle, geleneksel döküme nazaran oldukça ince ve homojen yapılı bir mikroyapı elde edilebilmiştir. Ayrıca bu yöntemle üretilen numunelerde mikroyapı içerisinde mekaniksel özellikleri olumsuz yönde etkileyen intermetalik bileşikler oluşmamıştır ve dahası presleme neticesinde malzeme en yüksek nisbi yoğunluğa ulaşmıştır.
- HEBM tekniğiyle üretilen malzemelerde, Si miktarı arttıkça tane boyutunun azaldığı saptanmıştır.
- Üretilen toz numunelerin mikroyapılarının, yassılaştıran Al taneleri arasında yerleşmiş Si ve Fe fazlarından oluşan tabakalı bir morfolojiye sahip olduğu görülmüştür.
- X-ışını kırınım desenlerinde, HEBM alaşımında Al ve Si fazları dışında herhangi bir intermetalik faza rastlanmamıştır. Öte yandan, MS ve MS+HEBM alaşımlarında zayıf intermetalik yansımaları tespit edilmiştir.
- Yüksek enerjili bilyeli öğütme işlemi (HEBM) hızlı katılaştırılmış (MS) şeritlere 10 dk. boyunca uygulandığı zaman silisyum (Si) parçacıklarının ve intermetalik bileşiklerin boyutlarında bir azalma gözlenmiştir.
- HEBM10 numunesinde, seçilen öğütme süresinin katı çözelti ve bir intermetalik fazın oluşması için yeterli olmadığı sonucuna varıldı.

- Hızlı katılaştırılmış (MS) Al-Si alaşımlarına uygulanan yüksek enerjili bilyeli öğütme (HEBM) işlemi, katı çözünürlük sınırlarının artmasına pozitif bir etki sağlamaktadır.
- Hızlı katılaştırılmış Al-20Si-5Fe alaşımına, yüksek enerjili bilyeli öğütme işlemi uygulandığında sertlik değerleri artmıştır. Dolayısıyla, öğütme süresinin artmasıyla yüksek enerjili bilyeli öğütme işlemine tabi tutulmuş şeritlerin sertlik değerlerinin artmasını işlem sertleşmesi mekanizmasıyla ilişkilendirebiliriz.
- Mikrosertlik analizlerinde, Al-20Si-5Fe alaşımlarının P-h eğrilerinin elasto-plastik davranış sergilediği görüldü ve bu davranışın üretim tekniklerine bağlı olarak değiştiği gözlemlendi.
- Yapılan analizlerde, en düşük elastik modülü (E) değerinin HEBM 10 numunesine ait olduğu saptandı. Hızlı katılaştırılmış şeritlere 10 dk. yüksek enerjili bilyeli öğütme uygulandığı zaman elastik modülü maksimum değere ulaşmıştır. Ancak öğütme işlemi 210 dk. ya kadar uygulandığı zaman elastik modülünde bir miktar azalma olduğu gözlemlenmiştir.
- Elde edilen sonuçlarda HEBM10 numunesinin elastik geri kazanım (h_e) değerinin diğer numunelere göre oldukça yüksek olduğu görülmektedir. Dahası, hızlı katılaştırılmış şeritlerde öğütme zamanının elastik geri kazanım (h_e) değerleri üzerinde çok az etkisi olduğu sonucuna varılmıştır.

KAYNAKLAR

- Allen C.M., O'reilly K.A.Q., Cantor B., Evans P.V., 1998. Intermetallic Phase Selection in 1XXX Al Alloys, Progress in Materials Science 43 89-170
- Anand S., Srivatsan T.S., Wu Y., 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., and Suryanarayana, C., 1987. Rapidly solidified metals: A Technological Overview, Trans. Tech. Pub., USA, p. 103–124
- Arhami M., Sarioglu F., Kalkanli A., 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., 2001. Duan X.J., 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., 2005. Studnicka V., Structure And Properties of Rapidly Solidified Al-Cr-Fe-Ti-Si Powder Alloys, Journal of Alloys and Compounds 387, 193-200
- Beeley P., 2001. Foundry Technology, Buterworth-Heineman, Oxford, p 647
- Benjamin., 1976. Mechanical Alloying, pp 40
- Birrol, 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 Al₄C₃ Sentezlenmesi, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara
- Cahn R.W., Krishanand, K.D., Laridjani, M., Greenholtz, M. and 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., 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, 4248-4254
- Chang J., Moon I., Choi C., 1998. Refinement of Cast Microstructure of Hypereutectic Al-Si Alloys Through the Addition of Rare Earth Metals, Journal of Materials Science 33, 5015 – 2023

- Chen C., Liu Z.X., Ren B., Wang M.X., Weng Y.G., Liu Z.-Y., 2007. Influences of complex modification of P and RE on microstructure and mechanical properties of hypereutectic Al-20Si alloy *Trans. Nonferrous Met. Soc. Chine* 17 301-306
- Chiang C.-H., Chi Y.A. Tsao, 2005. Si coarsening of spray-formed high loading hypereutectic Al-Si alloys in the semisolid state *Material Science and Engineering A* 396, 263–270
- Chiang C.-H., Tsao Chi Y.A., 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, 90-98
- Cho S.S., Chun B.S., Wo C.W., Kim H.K., Lee B.S., Yim K.H., Eom S.H., Baek H., Song B.J., and Suryanarayana C., 1998, *Journal of Material Synthesis and Processing*, Vol. 6. No.2
- Dai H.S., Liu X.F., 2008, Refinement performance and mechanism of an Al-50Si alloy, *Material Characterization* 59, 1559-1563
- Duwez P., And Willens, R.H., 1963, *Rapid Quenching Of Liquid Alloys*, 227
- Duyi Y., Sabura M., Nagashima N., 2007. Determination of fatigue mesoscopic mechanical properties of an austenitic stainless steel using depth sensing indentation (DSI) technique, *Materials Science and Engineering A* 456, 120-129
- Dwivedi D. K., Sharma A. and Rajan T.V., 2005, Influence Of Silicon Morphology And Mechanical Properties Of Piston Alloys, *Materials And Manufacturing Processes*, 20: 777-791
- Findık, T., 2002. Mekanik Alaşımlama Değirmeninde Öğütülmüş 17-4 Çökelti Sertleştirilmiş Paslanmaz Çelik Tozların Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara
- Golombfskie W.J, Amateu M.F, Eden T.J., Wang J.G., Liu Z.K. Structure-property relationship of a spray formed Al-Y-Ni-Co alloy, *Acta Materialia* 51 (2003) 5199-5209
- Günebakmaz S., 2007 Toz Metalurjisi Yöntemi ile Inconel 718 Süperalasımlının Üretimi ve Özelliklerinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gazi Üniversitesi, Ankara
- Hedge S., Prabhu K.N., Modification of Eutectic Silicon in Al-Si alloys, 2008, *J. Mater Sci*, 43, 3009-3027
- Hogg S.C., Atkinson H.V., Kapranos P., 2004. Semi-Solid Rapid Compression Testing Of Spray-Formed Hypereutectic Al-Si Alloys, *Metallurgical And Materials Transactions A Volume* 35a, March -899–910

- Hong S.J. and Suryanarayana C., 2005. Mechanical Properties And Fracture Behavior of An Ultrafine-Grained Al-20 wt pct Si Alloy, , Metallurgical and Materials Transactions A 36A, 715
- Hong Soon-Jik, 2001. Nanocrystallization behavior and consolidation of rapidly solidified high strength Al alloys, Dissertation for the Degree of Doctor of Philosophy, Department of Metallurgical engineering, Graduate School of chungnam national University, Chungman. Korea
- Hou L.G., Cui H., Chai Y.H., Zhang J.S., 2009. Effect of (Mn + Cr) addition on the microstructure and thermal stability of spray-formed hypereutectic Al-Si alloys Material science and Engineering A 527, 85-92
- Huang H.J., Chai Y.H., Huang J.F, He J.P., Zhang J.S., 2009. Influence of Mn addition on microstructure and phase formation of spray-deposited Al-25Si-XFe-YMn alloy, Material Science And Engineering A 502, 118-125
- Inoue A, Ohtera K, Masumoto T, 1988. New Amorphous Al-Y, Al-La and Al-Ce Alloys Prepared by Melt Spining. Jpn J Appl Phys Part 2-Letter;27 (5): L 736-L9
- Jenkins R., Snyder R., 1996. Introduction to X-Ray Powder Diffractometry, Wiley, New York, p. 403.
- Jones, H., 1981. Ultrarapid Quenching of Liquid Alloys, Academic Press, New York, USA, p. 1545.
- Kang W., Yılmaz F., Kim H., Koo J., 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
- Kang Z., Nakata K., Li Y., 2007. Hard thick-film and wear resistance of Al-50Si-10M ternary alloys on A6063 aluminum alloy coated by low pressure plasma spraying, Surface And Coating Technology , 201, 4999-5002
- Karaaslan T., 1998. Hızlı Katılaştırılmış Al-(2,5-5-7,5) Mg Alaşımlarının Üretilmesi ve Üretilen Numunelerin Yapı, Fiziksel, Elektriksel ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erciyes Üniversitesi, Kayseri
- Kılınç Y., 1999. Demir Bazlı Süperalaşımların Mekanik Alaşımlama Metodu İle Üretilmesi ve Özelliklerinin Araştırılması, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara
- Kınikoğlu, N. G., 2001. Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Literatür Yayıncılık, Üçüncü basım, İstanbul (William F.Smith'in kitabının üçüncü basımdan çevirisi)

- Kilicaslan M. Fatih, Lee Woo-Ram, Lee Tae-Haeng, Sohn Yongho, Hong Soon-Jik, 2012. Effect of Sc on the microstructure and mechanical properties of as-atomized and extruded Al-20Si alloys, *Materials Letters* 71, 164-167
- Kim T.S., Suryanarayana C., 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
- Kim M., Hong Y., 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
- King R.B., 1987. Elastic analysis of some punch problems for a layered medium. *Int. J. Solids Structures*, 23, 1657-64
- Klement W., Willens, R.H., And Duwez, P., 1960. Non-Crystalline Structure in Solidified Gold-Silicon Alloys, *Nature*, 4740, 869-70
- Koch C. C., 1988. Rapid Solidification Of Intermetallic Compounds, *Int. Mat. Rev.*, 33, 201 - 218
- Kuhrt C., Schroph H., Schultz L., Arzt E., 1993. Mechanical alloying for structural applications, *Materials Park, OH: ASM International*, p. 269-273.
- Lawley A., 1977. An overview of powder atomization processes and fundamentals, *Int. J. Powder Met. & Powder Tech.*, 113, 169-182
- Lisboa Sa R.D., Perdigao M.N.V.R., Kiminami C.S., Botta W.J.F., 2002 *Mater. Sci. For.* 386-388, 59-64
- Lohar A.K., Moda B., Rafaja D., Klemm V., 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., Li Z., 2007. Refinement of Primary Si in Hypereutectic Al-Si Alloy by Electromagnetic Stirring, *Journal Of Material Preccessing Technology*, 189, 13-18
- Lu L. and Dahle A.K., 2005., Iron-Rich Intermetallic Phases And Their Role In Casting Defect Formation In Hypereutectic Al-Si Alloys, *Metallurgical And Materials Transactions A*, Volume 36a, March - 819 -835,
- Ma Z.. Samuel E., Mohamed A.M.A., Samuel A.M., Samuel F.H, Doty H.W., 2010. Parameters Controlling The Microstructure Of Al-11Si-2.5Cu-Mg Alloys, *Materials And Design* 31, 902-912

- Mulazimoglu M.H., Zaluska A., Gruzleski J.E., Paray F., 1996. Electron microscope study of Al-Fe-Si intermetallics in 6201 aluminum alloy, *Matellurgical and Materials Transactions A*, Volume 27A, 929
- Nafisi S., Emadi D., Shehata M.T., Ghomaschi R., 2006. Effects of electromagnetic stirring and superheat on the microstructural characteristics of Al-Si-Fe alloy, *Materials Science And Engineering A* 432, 71-83
- Oliver W.C. and 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. and Pethica, J.B., 1986. *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*. ASTM International. 889 s, West Conshohoken, PA.
- Özyürek, D., 2002. *Mekanik Alaşımlama Yöntemi ile Titanyum ve Titanyum Alaşımı Matrisli Metal Matris Kompozit Malzemelerin Üretimi ve Karakterizasyonu*, Gazi Üniversitesi, Ankara
- Pathak B.N., Kumar A., Sahoo K.L., 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
- Pharr G.M., Oliver, W.C. and 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. and 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., Limmaneevichitr C., 2007. Influence of Sc Modification on Fluidity of A356 Aluminium Alloy, *Journal of Alloys And Compounds*, 487, 453-57
- Rajabi M. Simchi A., Vahidi M., Davami P., 2008a. Effect of Particle Size on the Microstructure of Rapidly Solidified Al-20Si-5Fe-2X (X= Cu, Ni, Cr) Powder, *Journal of Alloys and Compounds* 466, 111-118
- Rajabi M. Simchi A., Davami P., 2008b. Microstructure and Mechanical Properties of Al-20Si-5Fe-2X (X= Cu, Ni, Cr) Alloys produced by Melt-spinning, *Materials Science and Engineering A* 492, 443-449
- Rajabi M., Vahidi M., Simchi A., Davami P., 2009. Effect of Rapid Solidification on the Microstructure and Mechanical Properties of Hot-Pressed Al-20Si-5Fe Alloys, *Materials Characterization*, 60 1370-81

- Rao A.G, B.R.K. Rao, V.P. Deshmukh, A.K.Shah, B.P.Kashyap, 2009, Microstructural refinement of a cast hypereutectic Al–30Si alloy by friction stir processing, *Materials Letters* 63, 2628-2630
- Rongde GE., 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. And 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., 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, December, p. 5-6
- Sahoo K.L., Das S.K., Murty B.S., 2003. Formation of Novel Microstructure in Conventionally Cast Al-Fe-V-Si Alloys, *Materials Science And Engineering A*, 355, 193-200
- Seok H.K, Lee J.C., Lee H.I., 2005. Extrusion Of Spray-Formed Al-25Si-X Composites And Their Evaluation, *Journal Of Material Processing Technology* 160, 354-360
- Shek C.H., He G., Bian Z., Chen G.L., 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., 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
- Sneddon I.N., 1965. 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, Ghosal P., 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. and Tabor, D., 1961. Elastic recovery of conical indentations. *Phys. Proc. Soc.*, 78 (2), 169–79
- Stoichev, N., Petrov, K., Yaneva, S., Kovachev, P. and Tzvetanova, N., 2002. Microstructural development in Al–Si microcrystalline alloys, *Mater. Sci. and Eng. A*, 337, 12–6
- Suryanarayana C., 1998. In: Powder metal technologies and applications. ASM Handbook, vol. 7. Materials Park, OH: ASM International, p. 80–90

- Suryanarayana C., 1999. Non-equilibrium Processing of Materials, Pergamon, An Imprint of Elsevier Science, Amsterdam- Lausanne- New York- Oxford- Shannon- Singapore- Tokyo, S:23
- Suryanarayana C., 2001. 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
- 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., 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
- Upadhyaya G.S., 2002. Powder Metallurgy Technology, Cambridge International Science Publishing England, p:96-99
- Uzun O., Güçlü N. and Kölemen U., 2010. Work of Indentation Approach to Load Penetration Depth Data in Bulk BSCCO Superconductor Optoelectronics and Advanced Materials–Rapid Communications, 4, 3, 332 – 335
- Uzun O., Yılmaz F., Kölemen U., Başman N., 2011. Sb effect on micro structural and mechanical properties of rapidly solidified Al-12Si alloy, Journal of Alloys and Compounds 509, 21-26
- Wang F., Zhang J., Xiong B., Zhang Y., 2009. Effect of Fe and Mn additions on microstructure and mechanical properties of spray-deposited Al–20Si–3Cu–1 Mg alloy , Materials Characterisation 60, 384-388
- Ward P.J, Atkinson H.V., Kirkwood D.H., 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, 1992.pp. 440-46
- Woolfson, M.M., 1996. An introduction to X-Ray crystallography. Cambridge University Press, 402, London
- Xu C.L., Jiang Q.C., Yang Y.F., Wang H.Y., Wang J.G., 2006. Effect of Nd on primary silicon and eutectic silicon in hypereutectic Al-Si alloy, Journal of Alloys and Compounds 422, L1-L4
- Yamagata H., 2005. The Science And Technology Of Materials In Automotive Engines, Woodhead Publishing Limited, Cambridge England, Pp:31

- Yılmaz F., 2008. Nanokristal Al-Si-Sb Alaşımlarının Enerji Yaklaşımı İle Mikromekanik Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Tokat
- Zhang Q., Liu X., Dai H.,2006. Re-formation of AlP Compound in Al-Si melt, Journal Of Alloys And Compounds 480 376-381
- Zhang Y., Liu Y., Han Y., Wei C. And 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
- Zhou J., Duszczyk J., Korevaar B.M., 1991. Microstructural features and final mechanical properties of the iron-modified Al-20Si-3Cu-1 Mg alloy product processed from atomized powder, Journal Of Material Science 26 ,3041-3050

ÖZGEÇMİŞ**Kişisel Bilgiler**

Adı Soyadı : Seyit ÇAĞLAR
Doğum Tarihi ve Yer : 13.02.1986 Yozgat
Medeni Hali : Bekar
Yabancı Dili : İngilizce
Telefon : ___
e-mail : caglar.s@yandex.com

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	Gaziosmanpaşa Üniversitesi- Fizik ABD	2013
Lisans	Gaziosmanpaşa Üniversitesi- Fizik Bölümü	2010

Yayınlar ;

1- Uzun O., Çağlar S., Kılıçaslan M.F. and Yılmaz F., “ **Characterization of Al-20Si-5Fe Alloys Produced by Conventional Casting, Melt-Spinning and High Energy Ball-Milling Techniques**”, **Turkish Physical Society 29th International Physics Conference**, Bodrum/Turkey, P. 144 (2012) (sözlü).

Projeler;

1-Yüksek Silisyum İçerikli Yeni Nesil Alüminyum-Esaslı Alaşımların Üretimi ve Karakterizasyonu, TÜBİTAK (Proje No: 110M517) , Bursiyer, Yürütücü: Prof. Dr. Orhan UZUN, 2011-2013

Eđitim Seminerleri ve Sertifikalar ;

1. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) kullanıcı eđitim sertifikası, 26 Eylül 2012
2. Bilyeli Öğütme Cihazı (RETSCH-PM400 Milling) kullanıcı eđitim sertifikası, 13-14 Kasım 2011
3. X-ışını difraktometresi (XRD) kullanıcı eđitim sertifikası, 13-17 Şubat 2012
4. X-ışını difraktometresi (XRD) Temel Eđitimi ve Rietveld Metodu ile Miktersal Tayin, 6-7 Kasım 2012 Bilecik
5. X-ışını difraktometresi (XRD) Temel Eđitimi ve İnce Film Analizi 8 Kasım 2012 Unam/ Ankara
6. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ve Diferansiyel termal analiz (DTA) kullanıcı eđitim sertifikası, Şubat 2012
7. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanıcı eđitim sertifikası, 21-25 Nisan 2012
8. AFM/SPM Temel Eđitimi 05-06 Şubat 2013 Unam/Ankara