

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

**ALUMİNYUM MATRİSLİ Al_2O_3 PARÇACIK TAKVİYELİ KOMPOZİTLERİN
MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Şaban ERTOK

TEMMUZ 2011

TRABZON

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ALUMİNYUM MATRİSLİ Al_2O_3 PARÇACIK TAKVİYELİ KOMPOZİTLERİN
MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ

Şaban ERTOK

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünce
"YÜKSEK LİSANS (METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ)"
Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 20.06.2011
Tezin Savunma Tarihi : 25.07.2011

Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Aykut ÇANAKÇI

Trabzon 2011

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında
Şaban ERTOK tarafından hazırlanan

ALUMİNYUM MATRİSLİ Al_2O_3 PARÇACIK TAKVİYELİ KOMPOZİTLERİN
MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ

başlıklı bu çalışma, Enstitü Yönetim Kurulunun 24 / 05/ 2011 gün ve 1406 sayılı
kararıyla oluşturulan jüri tarafından 25 /07 / 2011 tarihinde yapılan sınavda

YÜKSEK LİSANS TEZİ
olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Başkan : Yrd. Doç. Dr. Aykut ÇANAKÇI

Üye : Yrd. Doç. Dr. Hamdullah ÇUVALCI

Üye : Yrd. Doç. Dr. M. Vefa AKPINAR

Prof. Dr. Sadettin KORKMAZ

Enstitü Müdürü

ÖNSÖZ

Alüminyum matrisli alaşımlarla ona eşdeğer monolitik alaşımları karşılaştırdığımızda, alüminyum matrisli alaşımlar yüksek mukavemet yoğunluk oranı, sıcaklığa bağlı özelliklerinde iyileşme, aşınma direncinde iyileşme gibi özellikler sunar. Bu kompozitler özellikle yapı, ulaşım, uzay endüstrilerinde kullanımı mevcuttur.

Al-Al₂O₃ kompozit üretimi takviye ve matris arasındaki ergime sıcaklıkları farkından dolayı sıvı yöntemlerle üretim oldukça güçtür. Ancak toz metalürjisi yöntemi kullanarak oksit takviyeli kompozit üretilebilmektedir. Toz metalürjisi ile üretimde ise matris içersinde oksit tozlarının homojen dağılımında problemler ortaya çıkmaktadır. Bu tarz problemlerden kaçınmak amacıyla mekanik alaşımlama yöntemi kullanılmaktadır.

Çalışmamda yardımlarını hiç eksik etmeyen sayın Aykut ÇANAKÇI'ya, deneysel ve teorik çalışmalarda bana destek olan Temel VAROL arkadaşına ve Makine mühendisliği bölümünde malzeme laboratuvarında yapmış olduğum deneylerde yardımlarını esirgemeyen hocalarıma çok teşekkür ederim.

Eğitim hayatım boyunca maddi ve manevi desteklerini esirgemeyerek hep yanımda olan sevgili aileme teşekkürlerimi sunarım.

Şaban ERTOK

Trabzon 2011

TEZ BEYANNAMESİ

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “Aluminyum Matrisli Al_2O_3 Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Mekanik Alaşımlama Yöntemi ile Üretimi” başlıklı bu çalışmayı baştan sona kadar danışmanım Yrd. Doç. Dr. Aykut ÇANAKÇI’ın sorumluluğunda tamamladığımı, verileri/örnekleri kendim topladığımı, deneyleri/analizleri ilgili laboratuarlarda yaptığımı/yaptırdığımı, başka kaynaklardan aldığım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma sürecinde bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim. 20/06/2011

Şaban ERTOK

İÇİNDEKİLER

Safta No

ÖNSÖZ	III
TEZ BEYANNAMESİ.....	IV
İÇİNDEKİLER.....	V
ÖZET	VIII
SUMMARY	IX
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	X
TABLolar DİZİNİ.....	XIII
1. GENEL BİLGİLER.....	2
1.2.1. Metal Matrisli Kompozitler.....	3
1.2.2. MMK Tipleri	4
1.2.2.1.1. Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Sınıflandırılması.....	5
1.2.2.1.2. Parçacık Takviyeli MMK’ lerde Üretim Yöntemleri.....	5
1.4.1. Mekanik Alaşımlama	6
1.4.1.1. Kullanılan Öğütücü Türleri	7
1.4.1.2. Mekanik Alaşımlamada İşlem Parametreleri	9
1.4.1.2.1. Giriş	10
1.4.1.2.2. Öğütme Tipi.....	11
1.4.1.2.2. Öğütücü Kap.....	12
1.4.1.2.3. Alaşımlama Enerjisi/Hızı	12
1.4.1.2.4. Öğütme Zamanı	16
1.4.1.2.5. Aşındırıcı Ortam	16
1.4.1.2.6. Bilye/Toz Ağırlık Oranı.....	17

1.4.1.2.7.	Kap Doluluk Oranı	19
1.4.1.2.8.	Öğütme Atmosferi	19
1.4.1.2.9.	İşlem Kontrol Katkıları.....	20
1.4.1.2.10.	İşlem Kontrol Katkılarının Seçimi	22
1.4.1.2.11.	İşlem Kontrol Katkılarının Yapısı	23
1.4.1.2.12.	İşlem Kontrol Katkılarının Miktarı	23
1.4.1.2.13.	Öğütülmüş Tozların İçeriği	25
1.4.1.2.14.	Öğütme Sıcaklığı	27
1.4.2.	Alaşımlama Mekanizması	27
1.4.2.1.	Giriş.	27
1.4.2.2.	Bilye-Toz-Bilye Çarpışmaları	27
1.4.2.3.	Mekanik Alaşımlamanın Farklı Safhaları	28
1.4.2.4.	Parçacık Boyutunun Değişimi.....	32
1.4.2.4.1.	Sünek-Sünek Bileşimler	35
1.4.2.4.2.	Sünek-Gevrek Bileşimler	37
1.4.2.4.2.	Gevrek-Gevrek Bileşim.....	38
1.5.	Literatür Araştırması	40
2.	DENEYSEL ÇALIŞMALAR	45
2.1.	Kullanılan Malzemeler	45
2.2.	Deney Numunelerinin Hazırlanması.....	45
2.2.1.	MA sonrası tozların preslenmesi ve sinterlenmesi.....	45
2.2.2.	Metalografik İncelemeler	46
2.2.3.	Kompozitlerin Fiziksel ve Bazı Mekanik Özelliklerinin Belirlenmesi.....	46
2.2.4.	Sertlik Ölçümü	46
3.	BULGULAR.....	47
3.1.	Toz Tane Boyutu ve Şekli.....	47

3.2.	Mekanik Alaşımlama Süresinin Toz Morfolojisine Etkisinin İncelenmesi ...	47
3.2.1.	Al Alaşım Tozları.....	47
3.2.2.	Al- Al ₂ O ₃ Takviyeli Kompozit tozları	50
3.2.3.	Toz Boyutu.....	55
3.3.	Al alaşımı ve Al-Al ₂ O ₃ Kompozitlerinin Fiziksel Özellikleri	56
3.3.1.	Al alaşımı ve Al-Al ₂ O ₃ Kompozitlerin yoğunlukları	56
3.4.	Metalografik incelemeler	61
3.4.1.	Toz Metalürjisi ve Mekanik Alaşımlama Prosesinin Karşılaştırılması.....	61
3.5.	Bazı Mekanik Özelliklerin İncelenmesi	67
3.5.1.1.	Mikro Sertlik İncelemeleri	67
3.5.1.2..	Makro Sertlik İncelemeleri	69
3.5.2.	XRD sonuçları.....	71
4.	İRDELEME.....	72
5.	SONUÇLAR	76
6.	ÖNERİLER	77
7.	KAYNAKLAR.....	78
	ÖZGEÇMİŞ	85

Yüksek Lisans Tezi

ÖZET

ALUMİNYUM MATRİSLİ Al_2O_3 PARÇACIK TAKVİYELİ KOMPOZİTLERİN MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ

Şaban ERTOK

Karadeniz Teknik Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Aykut ÇANAKÇI
2011

Bu çalışmada mekanik alaşımla yöntemi kullanılarak farklı oranlarda Al_2O_3 takviyeli alüminyum matrisli kompozit tozlar üretilmiştir. Mekanik alaşımlama işleminin kompozit tozu üzerindeki etkisi incelenmiştir.

Al alaşım ve hacimce %5,10 ve 15 Al_2O_3 takviye oranına sahip Al toz karışımları mekanik alaşımlama işlemiyle üretilmişlerdir. Elde edilen Al alaşım ve kompozit tozları preslenerek ham numuneler elde edilmiştir. Numuneler 600 C° sıcaklıkta 3 saat süre ile Argon gazı ortamında sinterlenmişlerdir. Farklı alaşımla sürelerinde hazırlanan kompozit tozları morfolojik ve yapısal incelemeleri SEM ve XRD ile gerçekleştirilmiştir.

Sonuçlar, planet tipi bilyalı değirmende mekanik alaşımlama süresinin artmasıyla Al_2O_3 parçacıklarının Al matris içerisinde daha homojen olarak dağıldığını göstermiştir. Ayrıca parçacık hacim oranı arttıkça yoğunluk, gözenek ve sertlik değerleri artmıştır.

Anahtar Kelimeler: Mekanik Alaşımlama , Al_2O_3 , Metal matrisli Kompozitler

Master Thesis

SUMMARY

THE PRODUCTION OF AL BASED COMPOSITES REINFORCED WITH Al_2O_3 BY
MECHANICAL ALLOYING

Şaban ERTOK

Karadeniz Technical University
The Graduate School of Natural and Applied Sciences
Metallurgy and Materials Engineering
Supervisor: Asst. Assoc. Dr. Aykut ÇANAKÇI
2011

ABSTRACT

In this study, Al_2O_3 particle-reinforced Al based metal matrix composites (MMC's) were produced by mechanical alloying (MA) technique. The effect of mechanical alloying process on properties of composite materials was investigated. In the produced composites, the ratio of reinforcing material of Al_2O_3 particle was chosen as 5%, 10% and 15% by volume ratio. Mechanical alloyed Al alloy and Al- Al_2O_3 composite powders were cold compacted at 200, 300, 500 and 700 MPa, respectively. Specimens were then sintered at 600°C for 3 h under Ar atmosphere in a tube furnace. The morphology and the structure of the prepared powder, which change with milling time, were evaluated using scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD) techniques, respectively.

The results showed that, more homogenous dispersion of Al_2O_3 particles was obtained in Al matrix with increasing the milling time in planetary type ball mill. However, the density of composites decreased with increasing reinforcement volume fraction but the porosity and hardness increased with increasing particle content.

Keywords: Mechanical Alloying, Al_2O_3 , Metal Matrix Composites,

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

Şekil 1.1.	Mekanik alaşımlama değirmenin şematik görünüm.	6
Şekil 1.2.	SPEX tipi karıştırıcı (a) SPEX bilyeli değirmen, (b) SPEX 8000 tipi Karıştırıcının öğütme seti.	8
Şekil 1.3.	Planeter tipi bilyeli değirmen.	8
Şekil 1.4.	Atritör tipi (dikey) bilyeli değirmen.	9
Şekil 1.5.	Bilye/Toz ağırlık oranı ve öğütme zamanı ile kristal boyutunun değişimi	18
Şekil 1.6.	Polietilen glikol miktarına bağlı olarak alüminyumun partikül boyutundaki değişimi	24
Şekil 1.7.	YMK yapı Al-3Fe-2Ti-2Cr alaşımının, öğütme zamanına bağlı olarak kristal boyutunun değişimi	26
Şekil 1.8.	Mekanik alaşımlamada başlangıç tozlarının tipik bileşenlerinin deformasyon karakteristikleri.	28
Şekil 1.9.	Mekanik alaşımlama boyunca bilye-toz-bilye çarpışması	29
Şekil 1.10.	(a) Sürecin ilk safhası (b) Sürecin orta safhası:.....	31
Şekil 1.11.	(c) Sürecin son aşaması	32
Şekil 1.12.	2 saat mekanik alaşımlama uygulanmış %30 magnezyum içeren Al alaşımının geniş partikül boyut dağılımı	33
Şekil 1.13.	% Bağlı hacim ile partikül boyutunun değişimi.	34
Şekil 1.14.	Kristal boyutunun öğütme zamanı ile değişimine öğütme enerjisi ve bilye/toz ağırlık oranının etkisi.	35
Şekil 1.15.	SEM’de, sünek-sünek bileşim sisteminin öğütülmesi süresince sarmal yapı oluşumunun gösterimi (Ag-Cu)	36
Şekil 1.16.	Sünek-gevrek toz bileşimlerin öğütülmesi boyunca mikroyapı iyileşmesinin ematik gösterimi	37
Şekil 1.17.	TEM’de, mekanik alaşımlanmış α 2-titanyum alüminit alaşım matrisi içinde Er ₂ O ₃ ün üniform şekilde dağılımının gösterimi	38
Şekil 1.18.	Katı Si partiküllerinin, sünek Ge matrisine kaynaklanmasının TEM’de gösterimi	39

Şekil 3.1.	Tozların morfolojik görüntüleri, (a) Al alaşımı tozları (b) Al_2O_3 seramik tozları	47
Şekil 3.2.	Mekanik alaşımlamaya sırasında oluşan Sünek-sünek sisteminin aşamaları	48
Şekil 3.3.	Al alaşım tozlarının morfolojisinin farklı mekanik alaşımlama süresi ile değişimi	49
Şekil 3.4.	Sünek-gevrek mekanik alaşımlama sisteminin aşamaları	50
Şekil 3.5.	Al-%5 Al_2O_3 kompozit tozlarının morfolojisinin farklı mekanik alaşımlama süreleriyle değişimi	52
Şekil 3.6.	Al-%10 Al_2O_3 kompozit tozlarının morfolojisinin farklı mekanik alaşımlama süreleriyle değişimi	53
Şekil 3.7.	Al-%15 Al_2O_3 kompozit tozlarının morfolojisinin farklı mekanik alaşımlama süreleriyle değişimi	54
Şekil 3.8.	Al alaşımı ve Al_2O_3 kompozit tozlarının mekanik alaşımlama süresi ile toz boyutunun değişimi	56
Şekil 3.9.	Al alaşım ve Al- Al_2O_3 kompozitlerin farklı presleme basınçlarında ham yoğunluklarının alaşımlama süresi ile değişimi	57
Şekil 3.10.	Al alaşım ve Al- Al_2O_3 kompozitlerin farklı presleme basınçlarında sinterlenmiş yoğunluklarının alaşımlama süresi ile değişimi	58
Şekil 3.11.	Al alaşım ve Al- Al_2O_3 kompozitlerin farklı presleme basınçlarında ham gözenek miktarlarının alaşımlama süresi ile değişimi	59
Şekil 3.12.	Al alaşım ve Al- Al_2O_3 kompozitlerin farklı presleme basınçlarında sinterlenmiş gözenek miktarlarının alaşımlama süresi ile değişimi	59
Şekil 3.13.	Al alaşım ve Al- Al_2O_3 kompozitlerinin presleme basıncı ile ham yoğunluk miktarının değişimi	60
Şekil 3.14.	Al alaşım ve Al- Al_2O_3 kompozitlerinin presleme basıncı ile ham gözenek miktarının değişimi	61
Şekil 3.15.	Al matrisi içersinde Al_2O_3 takviyesinin dağılım süreci	62
Şekil 3.16.	Al- %5 Al_2O_3 kompozitlerinin farklı mekanik alaşımlama süreleriyle oluşan genel ve ayrıntılı iç yapı görüntüleri	64
Şekil 3.17.	Al- %10 Al_2O_3 kompozitlerinin farklı mekanik alaşımlama süreleriyle oluşan genel ve ayrıntılı iç yapı görüntüleri	65

Şekil 3.18.	Al- %15 Al ₂ O ₃ kompozitlerinin farklı mekanik alaşımlama süreleriyle oluşan genel ve ayrıntılı iç yapı görüntüleri	66
Şekil 3.19.	Al alaşım Al-Al ₂ O ₃ kompozitlerin mikro sertlik değerlerinin mekanik alaşımlama süresi ile değişimi.....	68
Şekil 3.20.	Mekanik alaşımlama süresine göre kompozitlerin farklı basınçlarda elde edilen mikro sertlik değerleri.....	69
Şekil 3.21.	Al alaşım Al-Al ₂ O ₃ kompozitlerin makro sertlik değerlerinin mekanik alaşımlama süresi ile değişimi.....	70
Şekil 3.22.	%15Al ₂ O ₃ -Al takviyeli kompozit tozunun 0, 0.5, 2, 5 ve 7 saat mekanik alaşımlama süreleri sonrasında elde edilen XRD sonuçları.....	77

TABLÖLAR DİZİNİ

Sayfa No

Tablo 1.1. İşlem kontrol katkısı ve işlem kontrol katkısının farklı araştırmalarda kullanılan miktarları.....	21
Tablo 1.2. Mekanik alaşımlamada kullanılan çeşitli işlem kontrol katkılarının ergime ve kaynama noktaları.....	21

SEMBOLLER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Al : Alüminyum

Al₂O₃ : Alumina, alüminyum oksit

TM : Toz metalürjisi

MA : Mekanik alaşım

AMK : Alüminyum matrisli kompozit

XRD : X-ışınları difraktometresi

İKK : İşlem kontrol katkısı

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Kompozit malzeme iki yada daha fazla malzemenin yalnız başlarına taşıdıkları özelliklerin çok daha üstüne taşıyabilmek amacıyla belirli şartlar ve oranlarda fiziksel olarak , makro yapıda bir araya getirilerek elde edilen malzemeye denilmektedir.

Kompozit aslında karışım anlamına gelmekle birlikte çözünen ve çözen bileşenlerden oluşmaz. Bileşenler arasında atom alışverişi bulunmamaktadır. Geleneksel malzemelerde mevcut olmayan ya da sınırlı olan bazı özellikleri geliştirmek amacıyla birbiri içerisinde çözünemeyen farklı özelliklere sahip en az iki bileşenden oluşan malzemelere kompozit malzemeler denir. Kompozit bileşenleri kimyasal olarak birbirlerini etkilemezler ve özellikle insan tarafından dizayn edilerek üretilirler. Kompozit bileşenlerinin atom boyutu 300 nano altında ise bu tür kompozitlere nano kompozit denir. Malzemeler birbiri içerisinde çözünürse bu tür malzemeler kompozit değil alaşım olur Kompozit malzemelerde yapıyı oluşturan bileşenler birbiri içinde çözünmeleri istenmez, özellikle metalik sistemlerde bir miktar çözünme bileşenler arasında güçlü bağlanımların oluşmasına katkı sağlar.

Mühendislik malzemelerinin değişik uygulamalar da belirli özelliklere sahip olması istenir. Bunlar çekme, basma, eğme, sürünme, akma, yorulma mukavemeti, sertlik, tokluk gibi mekanik özellikler, elektriksel iletkenlik gibi manyetik özellikler, yoğunluk gibi fiziksel özelliklerle birlikte kararlılık, korozyon direnci gibi kimyasal özelliklerdir.

1.2. Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması

Kompozit malzemelerin sınıflandırılmasında birçok sınıflandırma şekli kullanılmıştır .

Matris malzemelerine göre kompozitler üçe ayrılmaktadır.

- Seramik matrisli kompozitler,

- Polimer matrisli kompozitler,
- Metal matrisli kompozitler.

1.2.1. Metal Matrisli Kompozitler

MMK' ler tüm kompozitlerde olduğu gibi fiziksel ve kimyasal özellikleri farklı en az iki bileşenden oluşmaktadır. Genel olarak bu fazlar fiber veya parçacık olarak metal matris içinde dağılırlar. MMK' ler takviyesiz metallere ve diğer polimer matrisli kompozitlere göre önemli avantajlara sahiptir.

MMK' ler metallerle karşılaştırıldığında;

- Yüksek dayanım ağırlık oranından dolayı ağırlıktan önemli derecede kazanç sağlanır.
- Yüksek sıcaklıklar da kararlılığını korur.
- Yorulma özellikleri önemli ölçüde artar

PMK'ler ile karşılaştırıldığında;

- Yüksek çalışma sıcaklığı
- Yüksek elektrik iletkenliği
- Yüksek termal iletkenliği
- Az yada hiç kirlenme olmaması(gaz çıkışı veya nem emilimi problemi olmaması)

1.2.2. MMK Tipleri

Tüm metal matrisli kompozitler de matris olarak metal veya metalik alaşım kullanılmaktadır. Takviye malzemesi olarak seramik veya metalik kullanılabilmektedir.

Genel olarak MMK'ler 3 türe ayrılır.

I. Parçacık Takviyeli Kompozitler

Bu tür kompozitlerde ilave edilen takviye malzemesinin boyutu 1 mm.'den büyüktür ve ilave matris-parçacık hacim oranları % 5-40 arasındadır.

II. Fiber veya Whisker Takviyeli Kompozitler

Fiber takviyeli kompozit malzemelerde fiber uzunlukları 0.1 mm. ve 250 mm. aralığında olabilmektedir. Sürekli fiberlerle takviye edilmiş metal matris kompozit malzemelerde takviye malzemesinin matrise hacim oranı % 70'lere kadar artabilmektedir [1]

III. Levhasal Takviyeli Kompozitler

Uzay araçlarında, otomotiv endüstrisinde ve spor ekipmanlarında kullanılmaktadır. Levhasal takviye olarak SiC, alümina, tungsten fiberler kullanılmaktadır.

1.2.1.2.1. Parçacık Takviyeli Kompozitler

Makroskobik veya mikroskobik boyutlu parçacıklar kompozit malzeme özelliklerini farklı şekilde etkilerler. Parçacık takviyeli kompozitler de parçacıklar matris içersin de rastgele dağılırlar ve bu sebepten dolayı malzeme izotropik özellik gösterir.

Parçacık seçiminde göz önünde bulundurulması gereken hususlar şunlardır.

1. Parçacık sert ve kararlı bir oksit olmalı ve kaymaya karşı engel oluşturmalıdır.
2. Parçacık optimum boyut, şekil, dağılım ve miktarda olmalıdır.
3. Parçacığın matris içindeki çözünürlülüğü düşük olmalıdır.
4. Parçacıkla matris arasında iyi bir bağ oluşmalıdır.

1.2.2.1.1. Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Sınıflandırılması

Parçacık takviyeli kompozitler parçacıklarının büyüklüklerine göre ikiye ayrılırlar. Küçük parçacıklarla ($0,01\mu\text{m}$ - $0,1\mu\text{m}$) takviyelendirilmiş kompozitler ve iri parçacıklarla takviyelendirilmiş kompozitler olarak sıralanabilir. Bu tip kompozitler genel olarak eş eksenli ve nispeten homojen büyüklükteki seramik parçacıkları ihtiva etmektedir. Seramik parçacıkları genel olarak oksit, karbür veya bor bileşenleri olabilir ve yapısal ve aşınmaya dayanıklı uygulamalarda katkı miktarı %30 civarındadır. Genelde Al-MAK'ların üretimi fiber takviyeli kompozitlere göre daha ekonomik olmasının yanında fiber takviyeli kompozitler daha üstün mekanik özelliklere sahiptir. Kompozitler izotropik özellik gösterir ve ekstrüzyon, haddeleme ve dövme işlemleri gibi ikincil operasyonlara maruz kalabilirler.

İri parçacık takviyeli kompozitler yüksek oranada iri taneli parçacıklara sahiptir. İri parçacıklı kompozitler de yük matris ve parçacık tarafından ortak taşınır.

1.2.2.1.2. Parçacık Takviyeli MMK' lerde Üretim Yöntemleri

Parçacık takviyeli kompozit üretimi endüstriyel üretimi iki şekilde olur. Bunların ilki sıvı fazda üretim ikincisi ise katı fazda üretimdir.

1.3. Sıvı Halde Üretim Tekniği

Sıvı halindeki üretim metodu kolay ve hızlı olmasından dolayı metal matrisli kompozitlerin üretiminde sıkça kullanılmaktadır. En yaygın olarak kullanılan sıvı alde üretim metotları, ergimiş metal emdirme,eriyik içerisine takviye elemanı karıştırma, plazma püskürtme v.b. dir.

1.4. Katı halde Üretim Tekniği

Metal matrisli kompozitlerde katı üretim tekniği değişik yöntemlerle yapılmaktadır. Bunlardan en yaygın olanları toz metalurjisi ile üretim, haddelenerek difüzyon bağı oluşturma, sıcak presleme metodu v.b. gibi üretim metotlarıdır.

1.4.1. Mekanik Alaşımlama

Mekanik alaşımlama (MA) metodu, ilk önce 1960 yıllarında geliştirilen bir toz malzeme yapım metodudur. 1966'lı yıllarda John S. Benjamin ve meslektaşı, uluslararası nikel şirketinin Paul D. Merica araştırma laboratuvarında (INCO) bu işlemi geliştirdi. 1980li yıllarda tam ticari şekle dönüşmüştür.

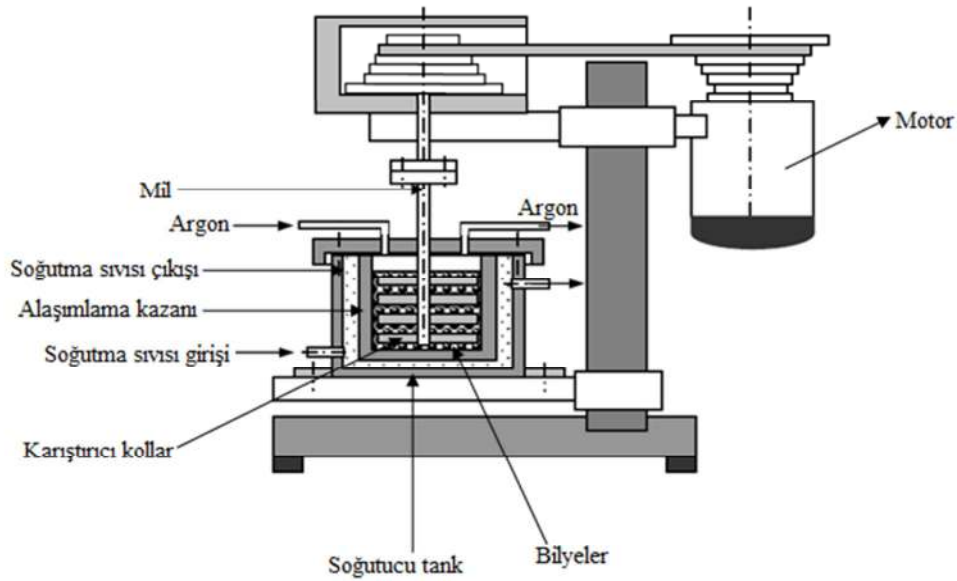
Orjinal olarak MA metodu, nikel esaslı süper alaşımlar ve oksitle dayanımı arttırılmış malzemeler üretmek için geliştirilmiştir. Fakat şimdilerde Al ve Cu alaşımlarında, bilhassa termoelektrik uygulamalar için uygun görülmektedir.

MA işleminde tozlar gerekli olan yüksek enerji ile ufalanır ve ilk karışımda oluşan toz parçacıklar soğuk olarak yeniden kaynak olur. Son tozun mikroyapısı, genellikle atomizasyonla elde edilen tozlardan daha incedir. Mikroyapı hızlı soğutma teknikleri kullanılarak elde edilenler benzer tane boyutu seviyesine sahiptir. Bunun dışında, toz

parçacıkları, bilyeler arasına tuzaklanır ki mikroyapının uzamasına yola açar ve bu da mekanik özelliğini artırır.

MA tekniği özellikle metal matrisli kompozit malzemelerin üretimi için uygun bir metottur. Çünkü diğer metotlarla elde edilen özelliklerden daha iyi özelliklerin eldesine müsaade eder. Bu metotla, takviye parçacıklarının yığılmasından kaçınılır ve matris içinde takviye parçacıklarının homojen dağılması sağlanır. Bunun ötesinde, bu sürekli çarpma, takviye elemanın içinde hata mevcutsa onu yok eder ve kompozit malzemenin ani kırılmasını geciktirir.

Bu tekniğin kullanımı ile ve bu tozlarla, sadece hammadde değil, diğer tekniklerle oluşan problemler elemine edilmektedir. Fakat daha iyi toz üretimi nedeniyle iyileştirilmiş özellikli malzemelerin elde edilmesine müsaade eder. Düşey bir MA değirmeni, deney düzeneğinin iki boyutlu şematik durumu şekil 1’de gösterilmiştir. Bunların başlıca önemli parçaları; karıştırıcı şaft ve kollar, öğütme kazanı, soğutucu tank, mil, bilyeler ve motordan oluşmaktadır.



Şekil 1.1. Mekanik alaşımlama değirmenin şematik görünüm[1].

Öğütme tankı en önemli parçalardan birisi olup iki kısımdan oluşur. Dış kap Al dökümden iç kap ise paslanmaz çelikten yapılır. Karıştırma işlemi iç kapta gerçekleştirilir. Diğer bir elemanda, öğütme bilyelerini karıştırmayı sağlayan veya toz malzemelerin

mekanik alaşımlanmasını gerçekleştiren kolların takılı bulunduğu karıştırma mili olup genellikle, yüksek hız çeliğinden yapılır ve sertleştirilir. Fakat bilye ile karıştırıcıların sertliği birbirine yakın olmalıdır. Öğütme işleminin kontrollü olması isteniyorsa, öğütme kabına argon gazı gönderilir [1].

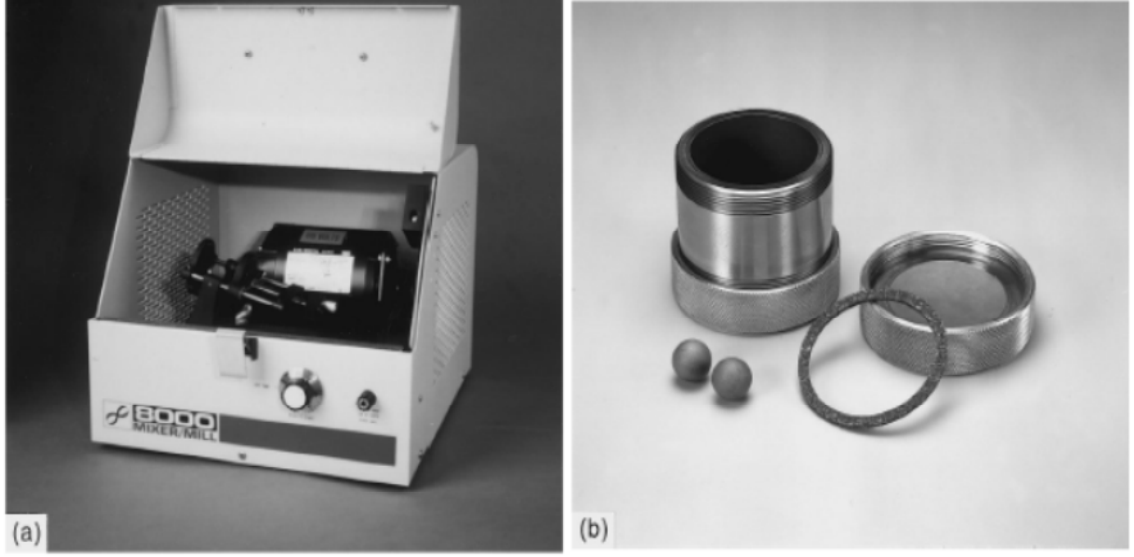
1.4.1.1. Kullanılan Öğütücü Türleri

MA'nın önemli bir kısmını teşkil eden öğütme işlemi, tane boyutunu küçültme, harmanlama ve alaşımlama gibi evreleri kapsar. Bu aşamalarda amaca yönelik çok çeşitli öğütücüler kullanılır. Öğütücüler ve/veya değirmenler kapasiteleriyle, öğütme verimlilikleriyle, soğutma ve ısıtma gibi ek üniteleriyle farklılık gösterirler. SPEX tipi çalkalayıcı değirmenler bir kerede yaklaşık 10-20 gr arasında toz öğütebilen laboratuvar çalışmaları amacı ile kullanılmaktadırlar. Sahip oldukları hazne, tozu ve öğütme bilyelerini tutar ve dakikada birkaç bin defa ileri-geri ve sağa-sola hareket ile çalışır.

Haznenin her bir salınımla bilyeler tozlara çarpar ve haznedeki tozu hem öğütür hem de karıştırır. Bilyelerin vuruş kuvveti anormal büyüktür. Bu yüzden, bu değirmenler yüksek enerjili tür olarak düşünülebilir. En son tasarlanan değirmenler, öğütülen miktarı artırmak için tozu eşzamanlı olarak iki haznede öğütme imkânına sahiptirler. SPEX türü değirmenlerin yüksek enerjisinden kaynaklanan sıcaklık artışı ve koruyucu atmosfer karşılaşılan temel problemlerdir.

Bu tip MA cihazlarının yeni tiplerinde öğütme zamanını uzatmak için basınçlı soğutma kullanılmaktadır. Şekil 6'da SPEX değirmen ve öğütme kabı, kapak, conta ve bilyelerden oluşan öğütme seti görünmektedir. MA deneylerini yapmak için diğer bir öğütücü de "planetary" bilyeli değirmendir (şekil 7). Bu değirmende birkaç yüz gram toz bir defada öğütülebilir. Bu değirmenler haznelerinin gezegen gibi hareket etmesinden dolayı "planetary" ismini alırlar. Bunlar dönen bir destek diski üzerine yerleştirilirler ve kendi eksenleri etrafındaki hareketlerini, özel bir mekanizmadan alırlar. Kendi eksenleri etrafında dönen hazneler tarafından oluşan merkezkaç kuvveti ve dönen destek disk tarafından oluşturulan ilave kuvvetle beraber, hazne içinde öğütülen malzeme ve öğütme bilyelerine etki ederler. Hazne ve destek diski zıt yönlerde döndüğü için merkezkaç kuvvetler sırası ile benzer ve zıt yönde etkir. Bu öğütme, bilyelerinin haznenin iç duvarlarından aşağıya doğru kaymasına neden olur. Sürtünme etkisi, öğütülen malzeme ve öğütme bilyelerinin serbest kalıp hazne içerisinde, serbest dolaşması ve karşı duvara çarpmasıyla devam eder. ,

Bu tür değirmendeki bilyelerin doğrusal hızı, SPEX değirmenlerinkinden daha fazla olsa bile, vuruş frekansı, SPEX değirmenlerinde çok daha fazladır. Bu yüzden, SPEX değirmenlere göre daha düşük enerjili değirmenler olarak düşünülebilir.



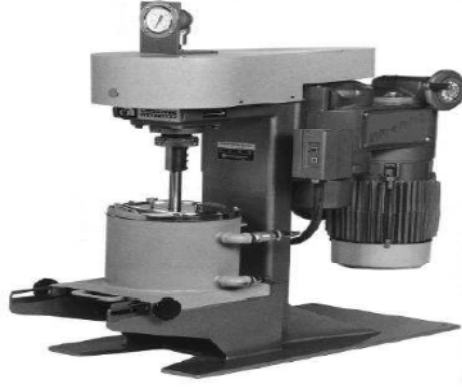
Şekil 1.2. SPEX tipi karıştırıcı (a) SPEX bilyeli değirmen, (b) SPEX 8000 tipi karıştırıcının; öğütme kabı, kapak, conta ve bilyelerden oluşan öğütme seti[5].



Şekil 1.3. Planeter tipi bilyeli değirmen[5].

Bir diğ er MA değ irmeni  eşidi olan atrit r, i erisinde bir seri karıřtırıcılar bulunan dikey bir silindirden oluřur. Biri diğ erine dik yerleřtirilen karıřtırıcılar, kazan i erisindeki bilyelere enerji verir. Bilyelerin, kap duvarıyla, birbirleriyle ve karıřtırıcı mil arasındaki  arpıřmalarıyla toz boyutunun k   lmesine neden olur. G  l  bir motor karıřtırıcıyı  evirir ve bu  evrilen karıřtırıcı da sabit silindir i erisindeki  elik bilyeleri ve tozları hareket ettirir. Atrit rler, i erisinde bir seferde  ok miktarda tozun (0,1 kg.’dan 40 kg’a kadar)    t lebildiđi değ irmenlerdir (řekil 8).

MA iřlemi farklı atmosferlerde yapmak m mk nd r. Aynı zamanda, dıř kazan etrafında dolařan sođutma sıvısı yardımı ile iřlem sırasında sıcaklıđın kontrol  m mk nd r [5].



řekil 1.4. Atrit r tipi (dikey) bilyeli değ irmen[5].

   tme tankının paslanmaz  elik, al minyum oksit, silisyum karb r, silisyum nitr r, zirkon, lastik ve poli retanla kaplı paslanmaz  elikten olanları da mevcuttur.

1.4.1.2. Mekanik Alařımlamada İřlem Parametreleri

1.4.1.2.1. Giriř

Mekanik alařımlama (MA) istenilen fazı, mikroyapıyı ya da  zellikleri elde edebilmek i in uygulanan,  ok sayıda deđiřken i eren komplike bir iřlemdir. Bununla beraber toz karıřımının i eriđi ve yapısı bu deđiřkenler arasında dikkate alınmayacaktır. Bunlarla    t lm ř tozlarda, faz oluřumunun(intermetalik, katı   zelti, amorf) yapısı belirlenecek

ve sonraki bölümlerde gösterilen bu konular tartışılacaktır. Belirli bir toz içeriği için, öğütülmüş tozun son haline gelmesinde, aşağıdaki bazı önemli değişkenler büyük bir etkiye sahiptir.

1. Öğütme tipi
2. Öğütücü kap
3. Öğütme enerjisi/hızı
4. Öğütme zamanı
5. Aşındırma ortamının boyut dağılımı, boyutu ve tipi
6. Bilye/toz oranı
7. Kap doluluk oranı
8. Öğütme atmosferi
9. İşlem kontrol katkısı (İKK)
10. Öğütme sıcaklığı

Bu işlem değişkenleri tamamen bağımsız değildir. Mesela uygun öğütme zamanı, öğütücü tipine, aşındırıcı boyutuna, öğütücü sıcaklığına ve bilye/toz oranı gibi değişkenlere bağlıdır. Ayrıca öğütülmüş tozlara, bilye/toz oranı artırılarak veya uzun süre öğütülerek, fazla enerji uygulanabilir. Benzer olarak diğer kısımlarda birbiri ile ilişkilidir. MA sonrası elde edilen son ürünlere bu değişkenlerin etkisi sonraki bölümlerde tartışılacaktır.

1.4.1.2.2. Öğütme Tipi

Öğütücü tipleri altında tartışıldığı gibi, mekanik alaşımlama ve mekanik öğütme için farklı öğütücü tipleri mevcuttur. Toz tipine, toz miktarına ve istenen içeriğe göre öğütücü tipi seçilebilir. Alaşımın bilgilerini görüntülemek amacıyla SPEX titreşimli öğütücü yaygın olarak kullanılır. Frisch Pulverisette planet, toplu öğütücü veya atritör büyük miktarda öğütülmüş tozları üretmek için kullanılır.

Kirlenme derecesi, amorf faz oluşum miktarı, kristalleşme sıcaklığı, amorf fazın kristalleşmesi için aktivasyon enerjisi, kullanılan öğütücü tipine bağlıdır. Örneğin; araştırmacılar Zox simoloyer ve SPEX 8000D öğütücülerinde Ni- %47 Mo toz karışımında

Mekanik alaşımlama deneyi yapmışlardır. Farklı yapıli amorf faz oluşumu ile sonuçlanmıştır. Örneğın SPEX öğütücüde öğütülen tozların, öğütme zamanının artması ile kristalleşme sıcaklığı azalmıştır ve kristalleşme için gerekli aktivasyon enerjisi Zoz simoloyer öğütücüde, öğütölmüş tozdan daha düşüktür. Bu etkilerin her ikisi de uzun öğütme zamanları boyunca oksijen seviyesindeki artış nedeni ile açıklanabilir.

1.4.1.2.2. Öğütücü Kap

Aşındırıcılar kabın iç duvarlarından bazı malzemeler çıkartarak tozlarla birleşebilirler. Bu durumu engellemek için öğütücü kap için kullanılan malzeme çok önemlidir. Kap aşınması tozu kirlitebilir ya da kimyasını değıştirebilir. Eğer aşındırma kanalının malzemesi tozdan farklı ise; toz bu malzeme ile kirlenebilir. Diğer bir deyişle kap ile tozun malzemesi birbirine yakın ise üretilen tozun kimyası değışebilir. Örneğın; bakır kap içerisinde Cu-In-Ga-Se toz karışımının öğütölməsi boyunca, üretilen tozun içindeki bakır miktarı, başlangıçtaki miktardan daha yüksektir. Bu durum kap ve aşındırıcı bilyelerden dolayı tozun içine bakırın birleşmesinden kaynaklanır. Bu olay kirlenme olarak görölmese de, öğütölmüş tozun kimyası, arzu edilen toz içeriğinden farklı olur. Bu sorun; başlangıç toz karışımına düşük bir miktar bakır içeriğı alınarak çözülmüş olur.

Sertleştirilmiş çelik, takım çelik, tavlannmış krom çelik, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, WC-CO, yatak çeliğı aşındırıcı kap olarak kullanılan yaygın malzemelerdir. Bazı özel malzemeler özel çalışmalar için kullanılır. Bunlar bakır, titanyum, sinterlenmiş korundum, yttria-stabilized zirkonya(YSZ) , kısmen stabilize edilmiş zirkonya+yttria [3], safir, akik, sert porselen, Si₃N₄, ve Cu-Be' dir.

Kabın yüzeyi özellikle iç yüzeyi çok önemlidir. Yassılaştırıcı ve küreselleştirici SPEX öğütücü kapları kullanılmıştır. Alaşımlama küreselleştirici kaba oranla yassılaştırıcı kapta daha yüksek değerlerde oluşmuştur. Si-Ge karışımının XRD piklerin (111) yüzeyine ve sabit yoğunluğā ulaşması için yassılaştırıcı kapta 9 saat, küreselleştirici kapta 15 saat sürmüştür. Küreselleştirici kapta bu problemin çıkış nedeni, topların çarpışması yerine, kap uçlarında yuvarlanmasıdır ve bundan dolayı öğütmenin şiddeti azaltılır.

Toplar kap yüzeyi içinde sekiz yüzeyli şekilde tekrarlı olarak dönerler. Öğütücünün ulaşamadığı yerlerde tozlar öğütölemez bu yerler öğütölmeyen tozların bulunduğu kör nokta adı verilir ve bu alanlardan kaçınmak öğütme kabının doğru şekilde dizayn edilmesi için önemlidir [6].

1.4.1.2.3. Alaşımlama Enerjisi/Hızı

Değirmenin dönüşü daha hızlı olduğunda tozdaki enerji girişi daha yüksek olur. Bunun nedeni aşındırıcının kinetik enerjisi ($E=1/2 mV^2$, m =kütle, V =aşındırıcı hızı) öğütülen toza uygulanır. Bu nedenle maksimum hızda çalışabilmenin seviyesi değirmen tasarımına bağlıdır. Örneğin; geleneksel toplu değirmende, dönme hızı artışı ile topların hareket hızları da artar. Kritik hızın üzerinde toplar kabın iç yüzeylerine yapışarak, herhangi bir çarpma etkisi oluşturmada düşerler. Bu yüzden maksimum hız, kritik değerlerin altında tutularak, maksimum çarpma enerjisi üretimi için maksimum yükseklikten düşmeleri sağlanmış olur.

Maksimum hızı belirleyen diğer faktör ise değirmenin sıcaklığının maksimum değere ulaşmasıdır. Bu, bazı durumlarda tozların alaşımlanmasında veya homojenizasyon yönetimi için gerekli difüzyon için avantaj sağlayabilir. Ancak bazı durumlarda sıcaklığın artması, prosesin hızlanmasına neden olur, aşırı doymuş katı çözeltinin bozulmasına yol açması veya yarı kararlı fazların öğütme sırasında oluşmasına da yol açabilir.

Nanokristalleşme oluşumu sırasında, dinamik yönden kristalleşme ve termal etkinin artmasından dolayı yüksek öğütme şiddetlerinde iç gerilim azalır, ortalama tane boyutunun arttığı da rapor edilmiştir.

Farklı öğütme tiplerinde öğütme, geniş değer aralığında maksimum sıcaklığa ulaşır. Artan öğütme hızının bir diğer dezavantajı, öğütücü aletlerinin aşırı aşınmasına yol açar ve bu da tozun kirlenmesine neden olur. Yüksek deformasyonun oluşturduğu soğuk birleşmedeki artıştan dolayı öğütücü kabın iç duvarlarına tozlar yapışarak, oluşan ürün azalır.

Tüm değirmenlerde öğütme hızını değiştirmek mümkün olmayabilir. Mesela SPEX genelde sabit hızda çalışırken, Fristch Pulverisette değirmenin, kabın ve diskin hızı değişebilir. Buna benzer olarak uni-ball değirmende, mıknatıs şiddet, konum değişimi, kesme, basma ve bunların birleşim kuvvetleri ile birlikte öğütme şiddetleri de değiştirilebilir.

2. bölümde bahsedildiği gibi disk ve kap normal yönde döndüğü gibi ters yönde de dönebilirler. Diskin ve kabın dönme yönüne bağlı olarak, değişik yönde giden toplardan çarpma enerjisi oluşur,

Mio ve arkadaşları, Diskin dönme hızının etkisini ve kabın, diskin, topların özel çarpma enerjileri üzerine oranını ve planet bilyeli değirmende öğütücü pudrasının etkisini

araştırmıştır. Artan disk dönme hızında (300-600 devir/dak. aralığında) özel çarpma enerjisi de artmıştır. Normal yönde döndüğünde en yüksek değer 15 kJ/s.kg, ters yönde döndüğünde en yüksek değer 80 kJ/s.kg elde edilmiştir. Bunun nedeni; kap ile diskin ters yönde dönmesi ve mekanokimyasal aktivasyon ile birlikte malzemelerin daha ince öğütülmesinde etkili olmasıdır. Örneğin ters yönde öğütmede iki dakikada toz amorflaşır. Normal yönde öğütmede sekiz dakikadan fazla sürer. Kabin ve diskin dönme hızları oranı ve topların çarpma enerjisi, ters yönde öğütme olduğunda hızlı şekilde artarken, normal yönde yavaş olarak artar.

Bilyelerin enerjilerinin kritik hız oranı yüksek değere ulaştığında, istenilen toz öğütme değeri elde edilir. Bu oran diskin dönme yarıçapına bağlıdır.

Bazı araştırmacılar alaşımlarda faz değişimlerinin meydana gelmesini açıklarken; öğütme hızı ya da öğütme enerjisi demek yerine, öğütme şiddeti demeyi tercih etmişlerdir. Chen ve arkadaşları, Bilye/toz oranının bilyelerin hızı ve frekansının öğütme şiddetine oranını tanımlamıştır.

$$I = \frac{M_b V_{\max} f}{M_p}$$

M_b = bilyenin ağırlığı

$V_{\max}$ = bilyelerin maksimum hızı

f = Çarpma frekansı

M_p = Kap içindeki tozun ağırlığı

Bundan dolayı öğütme şiddeti, bilyeleri ağırlığı, hızı ve çarpma frekansı ile beraber hızlıca artar. Bu parametreler kullanılarak Pochet ve arkadaşları, bozulma, yenilenmenin indirgenmesine bağlı olarak öğütme sıcaklığı ve öğütme şiddeti üzerine çalışmıştır.

Gonzalez ve arkadaşları, 1000-3500 Hz. aralığında değişik titreşim frekanslarında çalışabilen SPEX öğütücü modifiye edilmiştir. 3000 devir/dak. yüksek çarpma frekanslarında bir saat sonra Fe-%15 Al toz karışımı katı yapı oluşturmuştur. Ancak düşük frekanslarda 5 saatlik öğütme sonrası alaşım oluşmamıştır. Benzer özellikteki yüksek enerjili bilyeler ve değirmenlerde mekanik alaşımlama kısa öğütme sürelerinde elde edilir.

Calka ve arkadaşları, Vanadyum ve karbon tozları farklı enerji seviyelerinde öğütülmüşlerdir ve tozların son bileşiminin farklı olduğu gözlenmiştir. Örneğin; çok düşük

öğütme hızlarında nanoboyutlu vanadyum taneler ve amorf karbon tozları, V_2C ya da $V+VC$ karışımı içerir.

Orta derece enerji seviyesinde önceden öğütülmüş tozlar tavlanarak VC ye dönüşmüş nanoyapılar içerir. Yüksek derece enerji seviyesinde karbür fazından öğütülerek doğrudan VC oluşur. Benzer olarak yüksek öğütme enerjilerinde tam amorf fazdan; Ni-Zr toz karışımı oluşurken, kristal karışımı ve amorf fazı oluşumu düşük ve orta dereceli enerji seviyelerinde oluşur.

1.4.1.2.4. Öğütme Zamanı

Öğütülen tozlarda öğütme zamanı en önemli parametrelerden biridir. Normalde zaman, toz parçacıklarının arasında parçalanmanın ve soğuk birleşmenin dengeye ulaşmasını sağlamak için seçilir. Zaman; kullanılan değirmen tipine, öğütme şiddetine, bilye/toz oranı gibi çeşitli durumlara bağlıdır. Gerekli zaman üstteki parametreler göz önüne alınarak itinalı bir şekilde ayarlanır. Eğer gerekli zamandan fazla alaşımlama yapılırsa kirlilik seviyesi ve bazı istenmeyen fazlarda artış görülebilir. Örnek: Titanyum ve zirkonyum gibi reaktif metaller. Bu yüzden istenilen süre içerisinde tozlar öğütülmelidir. Genel olarak yüksek enerjili öğütmelerde kararlı hal şartlarını sağlamak amacıyla kısa tutulurken, düşük enerjili öğütmelerde süre daha uzun tutulur. Ayrıca bilye/toz oranı daha yüksek ise zaman kısa tutulurken, düşük olduğunda öğütme süresi uzun tutulur.

1.4.1.2.5. Aşındırıcı Ortam

Bu bölümde boyut ve boyut dağılımı ile birlikte aşındırıcı ortamın alaşımlama üzerine etkisi tartışılmıştır. Sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş krom çeliği, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, WC-Co malzemeleri aşındırıcı ortamda en çok kullanılan malzemelerdir. (Amorf faz oluşumu süresince kullanılan aşındırıcı ortamın yoğunluğu sonraki konularda verilmiştir.). Aşındırıcı ortamın yoğunluğu tozların alaşımlanmasını etkileyen bilyelerin çarpma enerjilerine dayanabilecek yeterlilikte olmalıdır. Bu yüzden aşındırma kabında aşındırıcı ortam için bazı özel malzemeler kullanılır. Bu malzemeler bakır, titanyum, niobyum, zirkonyum, akik taşı, zirkonyum oksit, safir, silisyum nitrat (Si_3N_4) ve Cu-Be'dir. Aşındırma kabı ve aşındırıcı ortam öğütülen tozun kirlenmesini önlemek amacıyla bunlara benzer malzemelerden yapılır. Aşındırıcı aracın malzemesi önemli bir değişkendir. Aşındırıcı ortamın aşındırıcılığı daha

yüksek olduğunda öğütme sırasında daha fazla kinetik enerji sağlar ve bu da tozları dağıtabilir. WC bilyeleri yüksek çarpma etkisinden dolayı çelik bilyelerin yerine sıklıkla kullanılır. Gonzoles ve arkadaşları, %50 ağ Co+Fe tozlarının öğütülmesi sırasında WC ve çelik aşındırıcı ortamlarının öğütmeye etkisini karşılaştırmıştır. Her iki durumdaki öğütmede Fe içinde karbonun katı çözeltisi beş saat sonra oluşmuştur. Ancak üretilen kompozit tozların mikro yapılarında bazı değişiklikler olduğu tespit edilmiştir.

Aşındırıcı ortamın büyüklüğü öğütme etkenleri üzerinde etkiye sahiptir. Genel olarak yüksek boyutlu(yüksek yoğunluklu) aşındırıcı ortam kullanılışlıdır. Çünkü ağır olan bilyeler, toz parçacıklarına çok daha yüksek çarpma enerjisi ile hareket ederler. Tozların son durumdaki bileşimi öğütmede kullanılan aşındırıcı ortamın boyutuna bağlıdır. Örneğin; Ti-Al toz karışımı 15 mm ölçülerindeki bilyeler kullanılarak öğütüldüğünde titanyum içinde alüminyum katı çözeltisi oluşmuştur. 20 ve 25 mm ölçülerinde bilye kullanıldığında ise öğütme sürelerinde bile titanyum alüminyum alaşımlaması olmamıştır, ayrı bir faz karışımı olmuştur. Diğer araştırmalarda rapor edildiğine göre, amorf faz 3/16'lık çelik bilyeler kullanılarak 3/4 ölçülerindeki bilyelerin kullanıldığı Ti-Al alaşımını daha hızlı üretmiştir.

Çoğu araştırmacılar benzer aşındırıcı ortamları kullanmasına rağmen benzer deneylerde farklı boyutlarda bilyeler kullanmışlardır. Daha yüksek çarpışma enerjileri farklı ölçülerde bilyeler kullanıldığında elde edilebilirler. Bu durumda farklı ölçülerdeki bilyeler arasındaki etkileşimden kaynaklandığı belirtilmiştir. Öğütmenin ilk safhalarında tozlar aşındırıcı ortamın yüzeyine yapışırlar ve soğuk kaynama olurlar. Bu durum aşındırıcı ortamın aşırı aşınmasına engel olur ve aşındırıcı ortamın aşınmasından dolayı oluşan kirlenmeyi engeller. Ancak bu tabakanın kalınlığı heterojen ürün oluşumundan kaçınmak için minimum tutulur.

Tozların yapışmasının dezavantajı parçalanması zor olmasından dolayı ürün miktarı düşer. Küçük ve büyük bilyeler karıştırılarak kullanıldığında öğütme sırasında bilyelerin yüzeyine yapışan tozun miktarı ve soğuk birleşme miktarı minimum olur. Bu koşullar altındaki verim artışı için özel bir açıklama yoktur fakat farklı kesme kuvvetleri oluşturulan farklı boyutlardaki bilyeler kullanarak bilyelerin üzerine yapışan tozların parçalanmasına yardımcı olabilir.

Farklı boyutlardaki bilyelerin farklı etkiler sahip olduğu belirtilmiştir. Farklı deneysel koşullar altında Mg ve Si temel karışımından Mg_2Si sentezi araştırılmış 10 mm ölçülerinde sertleştirilmiş çelik bilyelerle öğütülmesiyle en iyi sonuçlar elde edilmiştir. Daha büyük

ölçekli bilyelerin kullanımında demir kirliliğinde artış olurken küçük ölçülü bilyelerin kullanımında alaşımlama elde edebilmek için kinetik enerji üretilmedi.

Farklı boyutlardaki bilyeler kullanılan öğütme işleminde artış olmamıştır. Aralarındaki boyut farkı fazla olan bilyelerin kullanılması durumundaki şartlarda büyük bilyeler küçük bilyeleri yok edebilir. Düz veya küresel tabanlı kaplarda benzer boyutlu bilyeler kullanıldığında, kap içerisinde üretim izlerini bırakırlar. Bilyeler rastgele yüzey noktalarına çarpmaları gerekirken belirli bir yörüngede dönerler. Bilyelerin rastgele hareket etmeleri için büyük ve daha küçük bilyelerin karışımı kullanılması gerekir.

1.4.1.2.6. Bilye/Toz Ağırlık Oranı

Bazen doldurma oranı olarak adlandırılan bilye/toz ağırlık oranı öğütme işlemi için önemli bir parametredir. Farklı araştırmacılar en düşük 1:1 en yüksek 1000:1'e kadar farklı değerleri kullanmışlardır. 220:1 ya da 1000:1 gibi yüksek bilye/toz ağırlık oranları yaygın olmamakla beraber sadece etkileri hızlandırmak veya istenilen belirli özellikleri elde edebilmek için belirli özel işlemlerde kullanılmışlardır.

Öğütme tozu küçük miktarlarda olduğunda genel olarak 10:1 bilye/toz oranı kullanılırken, SPEX değirmen gibi yüksek enerjili değirmende, genel olarak 4:1 ve 30:1 arası bilye/toz oranı değerleri kullanılmıştır. Ancak atritör gibi yüksek kapasiteli değirmende uygun zamanda istenilen alaşımlamayı elde edebilmek için 50:1 ve 100:1 arası bilye/toz oranları kullanılmıştır. Bilye/toz oranının artışı için ya bilye ağırlığının artması ya da toz ağırlığının artması gerekir. Daha yüksek bilye/toz oranı artan bilye boyutuyla veya kullanılan bilyenin malzemesinin yoğunluğunun daha yüksek olmasıyla elde edilebilir.

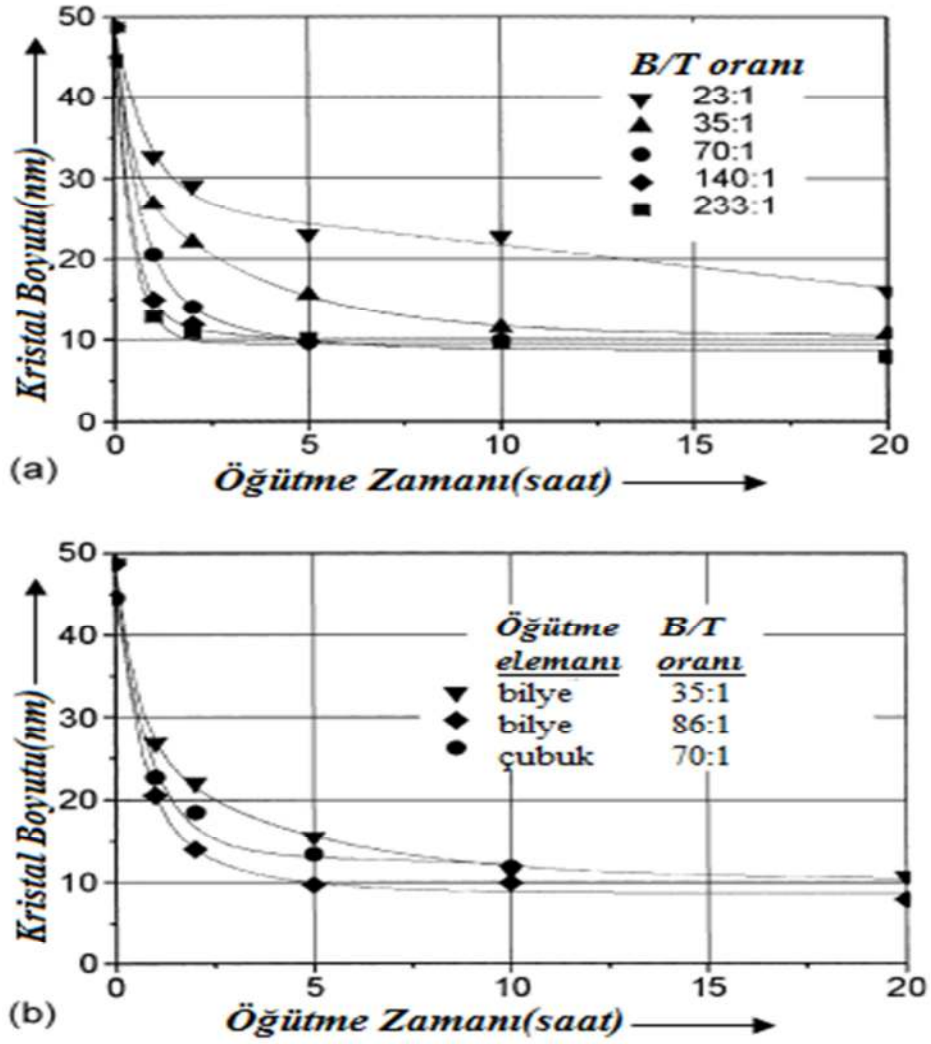
Öğütülen tozlarda belirli fazları istenilen zamanda elde edebilmek için bilye/toz oranı önemli bir etkiye sahiptir. Daha yüksek bilye/toz oranı, gereken zamanı daha da azaltır. Örneğin; SPEX değirmende öğütülen Ti-%33 ağ Al toz karışımında amorf faz oluşumu bilye/toz oranı 10:1 iken 7 saatte, 50:1 iken 2 saatte ve 100:1 iken 1 saatte tamamlanmıştır. Benzer olarak $Al_{50}Si_{30}Fe_{15}Ni_5$ toz karışımının bilye/toz oranı 15:1 olan ve 40 saat öğütülen toz benzer olarak bilye/toz oranı 10:1 olan sistemde 95 saatte elde edilmiştir. Bilye/toz oranı 1:1 olduğunda çelik veya WC aşındırıcı ortamlarının her ikisinde de Fe-Al toz karışımı alaşımlama olmamıştır. Alaşımlama, çelik aşındırıcı ortamda bilye/toz oranı 8:1 iken 3 saatte, WC aşındırıcı ortamda bilye/toz oranı 8:1 iken 5 saatte olmuştur. Bilyelerin ağırlık oranlarının artmasından dolayı bilye/toz oranı yüksek olur. Yani aşındırıcı bilyeler

arası boşluklar azaldıkça birim zamandaki çarpışma sayısı artacaktır. Sonuç olarak toz parçacıklarına daha fazla enerji taşınmasıyla alaşımlama da orantılı olarak hızlı şekilde oluşacaktır.

Sıcaklığın artması tozun bileşiminin değişimine neden olur. Ekstrem durumlarda amorf faz, sıcaklığın önemli bir şekilde artmasıyla kristalleşebilir veya aşırı doymuş katı çözelti oluşumu dönüşüm ya da kararlı fazlardan birinin çökeltilmesiyle bozulabilir veya tamamen denge elde edilebilir.

Öğütme sırasında kristal boyutu zamanla düşer. Sıklıkla belirtildiği üzere bilye/toz oranı kristal boyutunun azalışı üzerinde önemli etkiye sahiptir. Şekil 9 (a)'da öğütme zamanıyla kristal boyutunun azaldığını ve daha yüksek bilye/toz oranlarında bu azalmanın arttığı gösterilmiştir. Aşındırıcı ortamın şeklinin kristal boyutunun azalması üzerinde önemli bir etkiye sahip olmadığı görülmüştür.

Şekil 9 (b)'de bilye ya da çubuk kullanılmadığında bilye/toz oranı arttıkça kristal boyutunda düşme meydana gelir. Yüksek bilye/toz oranında tane boyutunda daha hızlı küçülme olmamasına rağmen sentezlenen toz miktarı küçük olur. Diğer bir deyişle bilye/toz oranı düşük olduğunda sentezlenen toz miktarı artarken, istenilen boyuta ulaşabilmek için gerekli olan zaman daha uzun olmaktadır. Bu yüzden bilye/toz oranı ve öğütme zamanının ayarlanması ile uygun zamanda istenilen kristal boyutu elde edilir.



Şekil 1.5. (a) Bilye/Toz ağırlık oranı ve öğütme zamanı ile kristal boyutunun değişimi. (b) Öğütme tipi ve öğütme zamanı ile kristal boyutunun değişimi [6].

Düşük öğütme şiddetlerinde (düşük öğütme toz oranı, düşük dönme hızı vb.) yarı kararlı fazlar üretilirken şiddetli öğütme değerlerinde kararlı ya da kararlıya yakın fazlar oluşmuştur. Bilye/toz oranının SHS (self propagating high temperature synthesis) (kendi ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi) reaksiyonlarının oluşumunda önemli etkilere sahiptir. Düşük bilye/toz oranlarında kısa zamanda Al-Zr toz karışımında SHS reaksiyonu indüklenmiştir. Hâlbuki daha yüksek toz oranlarında SHS reaksiyonu oluşmamıştır.

Bilye/toz oranının iyi belirlenmesi gerekir. Genel olarak yüksek bilye/toz oranlarında MA işlemi daha hızlı oluşur. Ancak yüksek işlem hızlarında tozların kirlenmesi artar ve bu durum mekanik alaşımlama istenmeyen ya da çok az düzeyde oluşması istenen bir durumdur [6].

1.4.1.2.7. Kap Doluluk Oranı

Toz parçacıkları arasındaki çarpma enerjisinden dolayı, arasında alaşımlama meydana gelir. Bilyeler için yeterli boşluk, tozlar içinse öğütme kabında serbestçe hareket etmeleri gerekir. Bundan dolayı kap doldurma aralığı toz ve bilyeler için önemlidir. Bilye ve toz miktarı düşükse üretim miktarı da düşük olur. Diğer bir deyişle miktar büyükse, bilyelerin hareketi için yeterli alan olmayacak ve çarpma enerjisi daha düşük olacaktır. Sonuç olarak alaşımlama oluşmayabilir ve oluşsa da gereğinden uzun sürer. Bu yüzden kabın fazla doldurulmamasına dikkat edilmelidir ve genel olarak kabın %50 si ya da daha fazlası boş olmalıdır.

1.4.1.2.8. Öğütme Atmosferi

MA işlemi öğütülen tozların kirlenmesini engellemek ya da minimum oksitlenmeyi sağlamak amacıyla vakum ya da inert gaz ortamında yapılır. Tozların yapısı ve kirlenmesi üzerine öğütme atmosferinin büyük bir etkisi vardır. Bundan dolayı tozlar; kabın helyum ya da argon gibi inert gazlarla doldurulması ile ya da temizlenmesi ile üretilirler. (Azot gazı metal tozları ile nitrür fazı oluşturmamasından dolayı kullanılmaz fakat nitrür üretimi yapılacaksa kullanılabilir.)

Tozların kap içerisine alınıp koyulması, genelde atmosfer kontrolü altında yapılmaktadır. Bu koruyucu ortamlar da genellikle argon gibi inert gazlarla doldurulup boşaltılması ile sağlanır. Bazı araştırmacılar öğütme işlemini koruyucu ortamlarda yapmışlardır. Bu öğütme sırasında kaptaki tozların kirlenmeleri engellenmiştir.

Diğer bir yöntem ise tozların kabın içerisine doldurulmadan önce inert gazla temizlenmesi ve daha sonra hava ortamında öğütme işleminin yapılmasıdır. Bu yöntem diğer yöntemlere nazaran daha düşük koruma sağlar ve her zaman işe yaramayabilir.

İnert gaz ortamı olarak genelde yüksek saflıktaki argon gazı ortamı kullanılır. Azot ortamında oksitlenme engellenmiş ya da minimum olmuştur. Ama bu ortam titanyum ve alaşımlarının öğütülmesi sırasında kullanılmamaktadır. Oksijen ortamında Ti- %48Al – 2W tozlarının oksijen oranı 20 saat öğütme sonrası % 1,5 artmıştır. Azot ortamı kullanıldığında benzer sürede oksijen oranı % 4,7 oranında artmıştır.

1.4.1.2.9. İşlem Kontrol Katkıları

Toz parçacıkları arasında soğuk birleşme olur. Eğer toz parçacıkları sünek ise öğütme sırasında yüksek plastik deformasyondan dolayı bazen fazla soğuk birleşme oluşur.

Bu yüzden toz parçacıkları arasında doğru alaşımlama oluşması için, toz parçacıklarının kırılması ve soğuk birleşmenin dengede olması gerekir. Bir işlem kontrol katkısı (İKK) aşırı soğuk birleşme etkisini azaltmak amacıyla öğütme süresince toz karışımına eklenir. İKK'ler katı, sıvı veya gaz olabilir. İKK'leri çoğunlukla aktif yüzey faktörü olarak hareket eden organik bileşimlerdir ama şart değildir. İşlem kontrol faktörleri toz parçacıklarının yüzeyleri tarafından emilerek toz parçacıkları arasındaki soğuk birleşmeyi minimize ederler. Dolayısıyla topaklanmaları engeller. Aktif yüzey faktörü parçacık yüzeyi tarafından emilerek katı malzemelerin yüzey gerilimini düşürür ve soğuk birleşmeyi yavaşlatır. Boyut azalması için gerekli olan enerji E;

$$E = \gamma \cdot \Delta S \quad \gamma = \text{yüzey enerjisi} \quad \Delta S = \text{artan yüzey alanı}$$

Yüzey enerjisinin azalması ve kısa süreli öğütme zamanı ile özel parçacık boyutları elde edilir. Alternatif olarak belirlenmiş öğütme süresi içinde daha ince toz parçacıkları oluşturulabilir.

1.4.1.2.10. İşlem Kontrol Katkılarının Seçimi

İKK seçimi, üretimi istenen tozun saflığı ve öğütülmüş olan tozun yapısıyla ilişkilidir. İKK'nın miktarı ve tipi öğütme sırasında kullanılan üretilen toz parçacıklarını ve toz ürününü belirler. MA sonrası toz ürünü üzerindeki İKK'nın etkisini belirlemenin bir yolu daha vardır. Toz kalitesi yüksekse İKK'nın etkisi fazladır, düşükse İKK miktarı yeterli değildir ya da doğru İKK kullanılmamıştır. 15 saat öğütmeden sonra eğer %2 ağ polietilen glikol kullanıldığında tozun %50'si dönüşür. Ancak stearik asit kullanıldığında tozlar hemen hemen %100 oranında dönüşmüş olur. Genel bir İKK kullanımı yoktur. İKK miktarı, toz parçacıklarının soğuk birleşme özelliği, İKK'nın termal ve kimyasal kararlılığı, toz miktarı ve aşındırma kabına bağlıdır. Eğer İKK'nın ve tozun oranı kritik değerin altında ise toz parçacık boyutu artma, üstünde ise azalma eğilimindedir. Kullanacağımız İKK'ya karar verirken, İKK'nın bileşimi ve toz arasındaki olası etkileşimlere dikkat etmek

gerekir. Al-Cu toz karışımının öğütülmesinde İKK'nın etkisinin değerlendirilmesi Ref.136'da verilmiştir [6].

1.4.1.2.11. İşlem Kontrol Katkılarının Yapısı

İşlem kontrol faktörlerinin birçok çeşidi araştırmalarda toplam toz ağırlığının ortalama %1-5 seviyelerinde kullanılmışlardır. En önemli İKK'lar stearik asit, hekzan metanal ve etanoldür. Farklı araştırmalarda kullanılan İKK'ların ve miktarlarının kısmi listesi Tablo 1'de verilmiştir. Buna ek olarak; sodyum-1, 2-bisetan -1-sülfat, lityum-1, DDAA, DDAB vs. ve polietilen glikol, etilasetat, dodesin, borik asit, boraks ve alümina gibi İKK'lar da kullanılmaktadır. Bu bileşimler düşük ergime ve buharlaşma sıcaklığına sahiptirler. Bu yüzden öğütme sırasında sıcaklı yükseldikçe ergirler ve buharlaşırlar.

Tablo 1.1. İşlem kontrol katkısı ve işlem kontrol katkısının farklı araştırmalarda kullanılan miktarları [6].

İşlem Kontrol Katkısı	Kimyasal Formül	Miktar	Seçili Referans
Alkol	-	---	79
Benzen	C ₆ H ₆	-	80,81
C wax	H ₃₅ C ₁₇ CONHC ₂ H ₄ NHC OC ₁₇ H ₃₅	1,5 %ağ	82
Didodesil dimetil amonyum sülfat	C ₂₈ H ₅₉ NO ₂		84
Dihegzatil dimetil amonyum asetat	C ₃₆ H ₇₅ NO ₂	--	84
Dodesin	CH ₃ (CH ₂) ₁₀ CH ₃	-	85
Etanol	C ₂ H ₅ OH	4 %ağ	86
Etil asetat	CH ₃ CO ₂ C ₂ H ₅	-	87,88
Etilenbisdistearamid Nopcowax-22 DSP	C ₂ H ₂ -2(C ₁₈ H ₃₆) ₁₀	2 %ağ	89
Grafit	C	0,5 %ağ	87,90
Heptan	CH ₃ (CH ₂) ₅ CH ₃	0,5 %ağ	91,92
Hekzan	CH ₃ (CH ₂) ₄ CH ₃	-	80,84, 93-95
		5 %ağ	96,97
Lityum-1,2 bisdodecyloxy carbonyl sulfasuccinate	-	-	84
Metanol	CH ₃ OH	-	98-103
		1 %ağ	104
		3 %ağ	105

Tablo 1.'in devamı

		4 %ağ	106
Oktan	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6 \text{CH}_3$	1 %ağ	107
Parafin	-	-	108
Petrol	-	3 damla	111
Polietilen glikol	$\text{HO}(\text{CH}_2\text{CH}_2)_n\text{OH}$	0,5-2 %ağ	109,110
Slikon gres	-	-	108
Sodyum klorit	NaCl	2 %ağ	112
Sodyum-1,2 bis(dodesilcarbonly) etan-1-sulfonate	-	-	84
Stearik asit	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$	1 %ağ	113-116
		4 %ağ	117
		0,5-3 %ağ	110
Tetrahidrofuran	-	-	80
Tolüen	$\text{C}_6\text{H}_5 \text{CH}_3$	5 ml	118-122
Vakum gres	-	-	13

Bu yüzden C ve H içeren hidrokarbonlar ve H,C,O içeren karbonhidratlar, toz parçacıkları içerisine O veya C girmesiyle, matris içerisinde üniform şekilde dağılmış olan karbon ve oksijenin oluşumu ile sonuçlanır.

Tablo 1.2. İşlem kontrol katkısı ve işlem kontrol katkısının farklı araştırmalarda kullanılan miktarları [6].

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

Bunlar alaşım sistemi için pek gerekli değildir. Çünkü bunlar; malzemenin sertlik dağılımına katkıda bulunabilirler. Hidrojen daha sonra gaz olarak kaçır ya da sinterleme ya da ısıtma ile metal kafesi içerisine absorbe edilir. Hidrojen gazı başlıca yağlayıcı olarak

kullanılması ve alaşımlama sürecine pek katkıda bulunmamasına rağmen, titanyumca zengin alaşımlarda amorf faz oluşumu için katalist olarak hidrojen görev yapabilir.

Bazı durumlarda hidrojen gevrekleşmeye yardımcı bulunarak; ince parçacıkların üretilmesine katkıda bulunur. Son faz oluşumunda işlem kontrol katkısının; katı çözelti seviyesinin, camsı oluşum oranının, ve kirlenme seviyesinin yükselmesinde etkileri olduğu belirtilmiştir. Öğütme haznesinde havanın bulunmasıyla ya da düşük sıcaklıklarda tozların öğütülmesi sırasında düşük birleşme gözlenir. Bunun sebebi düşük sıcaklıklarda toz parçacıklarının gevrekliğinin artmasından dolayıdır. Hidrojen atmosferi altında öğütülen (YMK yapılı) metal tozları, gevrekleşir ve birbirine yapışmaz ya da kaba yapışmaz ki bu da muhtemelen hibrit fazının oluşumundan kaynaklanır.

Kullanılan İKK miktarı ve öğütülmüş toz tipi, toz parçacıklarının son toz boyutunu, saflığını ve şeklini belirler. Zhang ve ark, toz ağırlığının %0,5-4 aralığındaki ağırlıktaki polietilen glikol ve stearik asit olarak iki farklı İKK kullanılarak planet bilyeli öğütmede mekanik alaşımlanmış magnezyum ve alüminyum toz parçacıklarının boyutlarındaki etkiyi incelemiştir. Bu çalışma sonucunda, İKK miktarı ve öğütme süresi arttıkça dönüşen toz oranı da artmıştır. Bu da İKK kullanılmasından dolayı soğuk birleşmenin azalmasına sebep olmuş ve kırılan toz parçacıklarının artmasına neden olmuştur. Parçacık boyut azalımında; stearik asitin polietilen glikolden daha etkilidir. Aynı oranda daha küçük parçacık boyutu elde etmek için polietilen glikol miktarı stearik asit miktarından fazla olmalıdır.

İKK miktarı önemli bir değişkendir. İKK küçük miktarlarda kullanıldığında parçacık boyutunda artış olur. Ama çok miktarda İKK kullanıldığında parçacık boyutunda düşme olur. Büyük miktarda İKK kullanıldığında parçacık boyutu düşer [6].

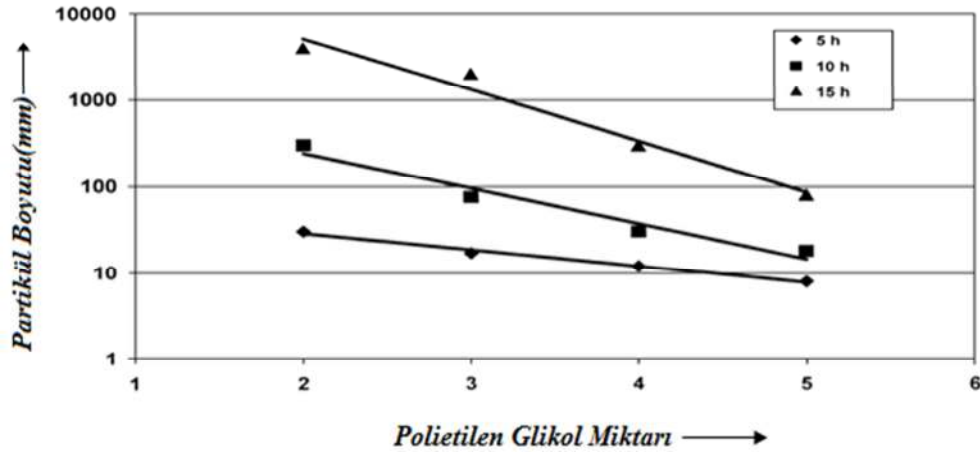
1.4.1.2.12. İşlem Kontrol Katkılarının Miktarı

Zhang ve arkadaşları, Mesela İKK olarak %1 ağırlıkta Stearat oksit kullanıldığında 5 saat öğütme işleminden sonra Al tozları 500 µm boyutlarında üretilmiştir. %50 bağ stearik asit kullanıldığında parçacık boyutu sadece 10 µm olur. Polietilen içeriğine bağlı olarak Al parçacık boyutu değişimi Şekil 10'da verilmiştir. Benzer sonuçlar diğer İKK'lar içinde verilmiştir. İKK içeriği arttıkça; öğütme boyunca parçacık boyutunda azalma görülür. Örneğin; İKK'sız toz boyutu 1000 µm ulaştığında, %2,3 ağırlıkta İKK kullanıldığında toz parçacık boyutu 18 µm kadar düşer. Alternatif olarak toz parçacık boyutu öğütme zamanın

azalmasıyla giderek artar ve büyük miktarda İKK kullanılırsa toz parçacık boyutu giderek daha da azalır.

Üstte anlatılan sonuçlar gevrek malzemelerde benzer sonuçlar göstermeyebilir. Düşük miktarlarda İKK kullanılmış olsa bile iri parçacıklar gözlemlenmiştir. Aslında İKK kullanımı gevrek malzemeler için gerekli değildir. Niu, belirttiğine göre parçacık boyutunun homojen dağılımında İKK'nın sıvı hali (etil asetat), katı halden (stearik asit) çok daha etkilidir. Metal tozlarının öğütülmesi sırasında İKK'nın etkisinin detayları kaynak 48 de mevcuttur.

Lee ve Kwun Al tozlarında %48 ağı Ti mekanik alaşımlama içeriğindeki İKK miktarı ve yapısı üzerine araştırmalar yapmışlardır. İKK'sız 300 saatlik öğütme sonrası amorf faz oluşumu gözlenmiştir ve 500 saat öğütme sonrası yarı kararlı YMK yapıda oluşmuştur ama %3 ağı metanol kullanıldığında 300 saatlik öğütme sonrası yarı kararlı faz bozularak Ti_3Al fazı oluşur ve 1000 saatlik öğütme sonrasında amorf faz oluşur.



Şekil 1.6. Polietilen glikol miktarına bağlı olarak alüminyumun partikül boyutundaki değişimi [6].

Diğer bir deyişle 3 ml benzen kullanıldığında 1000 saatlik öğütme sonrası yarı kararlı faz oluşur. Lee ve Kwun'un bu gözlemlerinden, kafesteki çatlak bölgelerden Hidrojen ya da Karbon atomlarının atomik ayrışmasıyla yarı kararlı YMK yapısı oluştuğu sonucuna varmışlardır. Ayrıca amorf fazın kristalleşme aktivasyon enerjisinin (İKK' sız 281 KJ/mol %3 ağı metanol kullanıldığında 411 kJ/mol) İKK artışıyla, özellikle oksijen gibi imprute atomlarının sayısı artmaktadır.

1.4.1.2.13. Öğütülmüş Tozların İçeriği

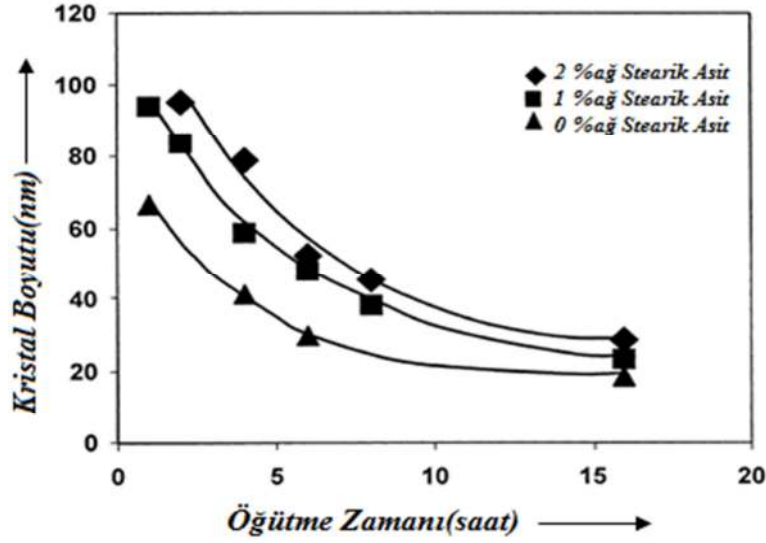
İKK kullanımı öğütülmüş tozların son yapıya ulaşmasını hızlandırır. 220 saat öğütlen ve İKK olarak cyclohexane kullanılan gaz atomizeli $\text{Fe}_{82}\text{Nb}_6\text{B}_{12}$ tozları amorf faz oluşturur. Bundan dolayı öğütülmüş amorf tozlarda karbon içeriği en fazla %11 ağırlıktadır. Sonuç olarak cyclohexane (karbon kirliliğinden kaçınmak için) kullanmaksızın öğütme yapıldığında sadece demir katı fazı elde edilmiştir. Malzemede amorf faz belirlenmemiştir.

Alaşımlama kinetiği üzerinde İKK miktarının etkisi üzerine sonuçlar tutarlı değildir. Bazı araştırmacılara göre alaşımlama hızlı meydana gelirken diğerlerine göre alaşımlama kinetiği azalmıştır. Sadece küçük miktarda İKK kullanıldığında toz parçacıklarının yüzey alanında kısıtlı bir kaplama olur. Bundan dolayı aşırı soğuk birleşme meydana gelerek alaşımlama oluşmaz. Diğer bir deyişle toz parçacıklarının tüm yüzeyleri yeterli İKK ile örtülü ise; aşırı soğuk birleşme meydana gelmez, birleşme ve kırılma esnasında dengeye ulaşarak, alaşımlama işlemi hızla gerçekleşir.

Bazı durumda küçük miktarlarda İKK kullanıldığında toz parçacıklarının tüm yüzeyini kaplamayabilir. Bu yüzden aktif parçacıklar arasından direkt temas olmasından dolayı alaşımlamanın daha hızlı meydana gelmesi muhtemeldir. Burada alaşımlama daha hızlıdır. Yüksek miktarda İKK bileşenler arasında doğrudan teması engelleyerek olası hızlı alaşımlamayı engellemiş olur.

Planet bilyeli öğütmede Al-Mg tozlarının öğütülmesi sırasında oluşan Al_3Mg_2 fazının kırılımı %1 İKK kullanıldığında 0.3, %2 İKK kullanıldığında 0.28, %4 İKK kullanıldığında 0.07 olmuştur. Bu yüzden İKK miktarı önemli bir değişkendir.

Çok küçük miktarlarda İKK kullanıldığında toz parçacıkları büyük olur. Sadece %5 ağ stearik asit kullanıldığında 10 saat, MA sonrasında Al parçacık boyutu en fazla 3-6 mm olduğu belirtilmiştir. Alaşımlama süresi boyunca kritik düzeyde İKK konsantrasyonu gereklidir. Bu değer altı parçacık boyutu büyük olur ve bu değer üstünde parçacık boyutu küçük olur.



Şekil 1.7. YMK yapılı Al-3Fe-2Ti-2Cr alaşımlarının, öğütme zamanına bağlı olarak %0, %1, %2 stearik asit miktarlarında kristal boyutunun değişimi [6].

Shaw ve arkadaşları, Nanoyapılı Al-3Fe-2Ti-2Cr (%at) alaşım tozlarının MA'da metanol ve stearik asitin etkileri üzerine çalışmıştır. Onlar, İKK miktarının ve tipinin toz parçacık boyutunu, tane boyutlarında, atomik kısım geriliminde, kafes parametrelerinde, katı çözelti oluşumunda ve mikroyapı gelişiminde etkisini araştırmışlardır. %2 stearik asit öğütmenin ilk safhalarında aşırı soğuk birleşmeyi tamamen engellemiştir ve toz içindeki İKK kristal boyutu daha küçük olmuştur. Örneğin şekil 11'de öğütme zamanına ve stearik asit miktarına göre yüzey merkezli kübik-Al tane boyutu değişimi gösterilmektedir.

Buradan tüm İKK konsantrasyonunda ve artan öğütme zamanı ile kristal boyutunun düştüğü söylenebilir ama gerçek kristal boyutunun, İKK miktarı arttıkça arttığı söylenebilir.

İKK olarak metanol ve stearik asit arasında Shaw ve arkadaşları, stearik asitin kristal boyutunu düşürmesi daha etkilidir. Bu parçacıkların aşırı soğuk birleşmesini engelleme noktasında, küçük miktardaki metanol stearik asitten daha etkilidir. Bu farklılık iki molekül yapısıyla alakalıdır. Metanol benzer ağırlıktaki İKK için daha küçük molekül boyutlu stearik asitten daha fazla molekül tabakasına metanol sağlar ve bu yüzden metanol soğuk birleşmeyi engellemede daha etkilidir. Burada en önemli sonuç ise İKK kullanımı; aşırı soğuk birleşmeyi azaltırken, tane boyutundaki düşüş aralığı; katı çözeltinin oluşum hızında mikroyapı iyileşme hızı gibi durumlar MA süreci için istenen durumlardır.

İKK olarak katılan polietilen glikol, stearik asitli Al ve Mg tozları işlemlerinin deneysel gözlemlerinde back-propagation neural network kullanılarak minimum İKK miktarı tahmin

edilmeye çalışılmıştır. Deneysel bilgiler ve back-propagation neural network arasında çok iyi bir uyuma olduğunu sonuçlar göstermiştir [6].

1.4.1.2.14. Öğütme Sıcaklığı

Öğütülmüş tozların yapısını karar verebilmek için öğütme sıcaklığı önemli bir değişkendir. Difüzyon işlemi katı çözelti, intermetalik, amorf faz, nanoyapılı son üretim fazını ve alaşım fazının oluşumunu içermektedir. Her alaşım siteminde öğütme sıcaklığının önemli bir etkisinin var olduğu kabul edilir. Mesela 1800 C de 48 saat süre susuz amonyak içerisinde öğütülmüş silisyumun XRD verileri ile oda sıcaklığında 168 saat öğütülmüş tozun XRD verileri benzerdir.

1.4.2. Alaşımlama Mekanizması

1.4.2.1. Giriş

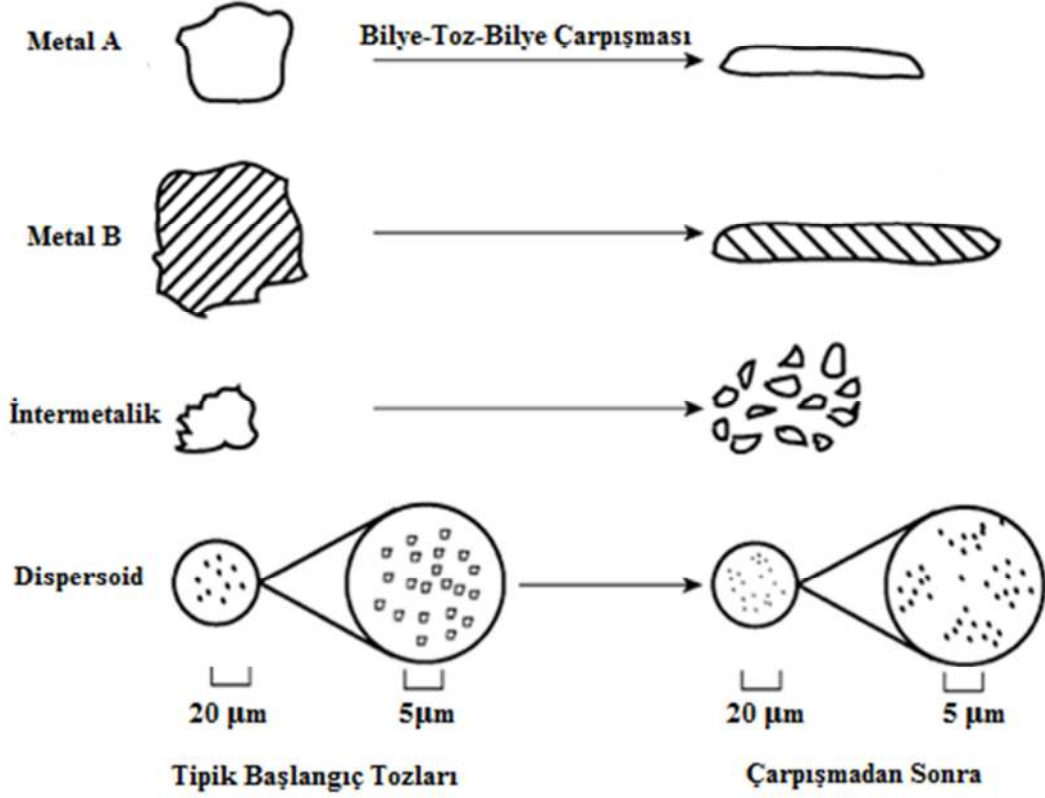
Farklı içerikli alaşım türleri mekanik alaşımlama kullanılarak sentezlenebilir. Bu alaşım fazlarını katı çözeltiler ((kararlı ya da yarı kararlı) orta fazlar (yarı kristal, kararlı yada yarı kararlı kristal fazları)) ve amorf alaşımları içermektedir. Polimer, kompozit, metal ve seramik içeren malzeme tipleri araştırılabilir. Farklı alaşım sitemlerinde oluşan fazların sayıları çok fazla değildir. Özellik değerlendirilmesi sadece bazı durumlar için yapılmıştır ve alaşımlama mekanizmalarını anlamak için çok sayıda araştırma yapılmıştır.

1.4.2.2. Bilye-Toz-Bilye Çarpışmaları

Mekanik alaşımlama ve mekanik öğütmede karışmış tozlar ya da ön alaşımlı tozlar, aşındırıcı ile birlikte aşındırma kabına yüklenir ve ağır deformasyona maruz kalırlar. Bu süreç içerisinde toz parçacıkları döngü halinde düzleşirler, soğuk kaynakla kırılırlar ve tekrar kaynarlar. Kırılma ve kaynama süreci ile birlikte onların hızları ve baskın halleri çoğunlukla başlangıçtaki tozun deformasyon özelliklerine bağlıdır.

Her bir toz tipinin çarpışma etkileri şekil 13’de gösterilmektedir. Aşındırıcı bilyelerin ilk çarpmaları sünek metal tozlarının düzleşmesine ve soğuk deformasyonuna neden olurlar. Şiddetli plastik deformasyonla parçacıkların yüzey hacim oranları ve absorbe

edilen kirlenmelerin yüzeylerindeki çatlakları arttırır. Gevrek ara metal tozlar parçalanırlar ve boyutları küçülür. Oksit dağılımlı parçacıklar çok daha şiddetli parçalanırlar [6].



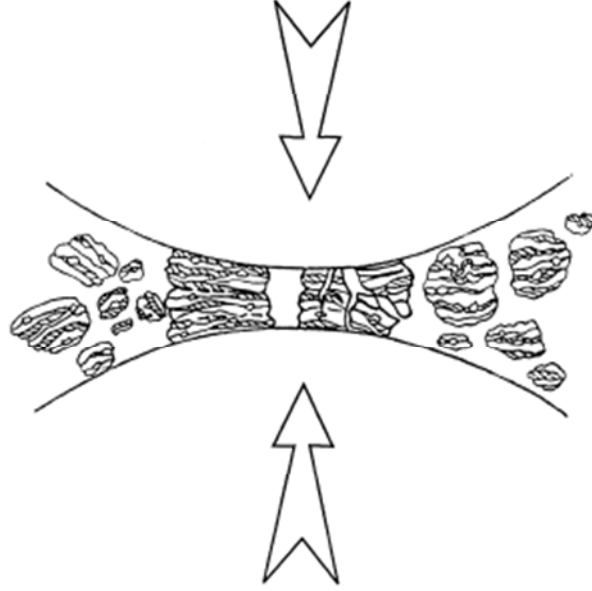
Şekil 1.8 . Mekanik alaşımlamada başlangıç tozlarının tipik bileşenlerinin deformasyon karakteristikleri. Sünek metal tozları (Metal A ve Metal B) yassılaşıır. Buna karşın gevrek intermetalik ve dispersoid parçacıkları daha küçük partiküller şeklinde malzeme içerisinde kırılırlar [6].

1.4.2.3. Mekanik Alaşımlamanın Farklı Safhaları

İki aşındırıcı bilye çarptığında, iki bilye arasında küçük miktarlarda toz kalır. Genellikle her bir çarpışma sonrasında ortalama 0,2 mg ağırlığında 1000 dolayında parçacık bilyeler arasında kalır (şekil 14). Bu süre sırasında toz yüzeyleri iki farklı yolla değişir. Başlangıçtaki yumuşak metal toz parçacıkları ise düz tabaka haline gelir ve soğuk kaynama oluşur. Bu başlangıçtaki içeriğin değişik kombinasyonlarını içeren tabakalı kompozit parçacıklarının oluşumuna yol açar. Daha fazla gevrek içerik sünek içeriğin oluşumunu engeller ve kompozit içerisinde sıkışırlar.

Temel ya da kompozit toz parçacıklarının soğuk deformasyon geçirmiş halleri benzer sürede parçalanırlar. Soğuk kaynama ve plastik deformasyon ve topaklanma ve parçalanma (boyut küçülmesi) öğütme işlemi süresince devam eder. Sonunda incelmış ve homojen bir mikro yapı elde edilir ve toz parçacıklarının içerik miktarı başlangıçtaki toz içeriğinin miktarı ile benzerdir.

Üstte açıklanan soğuk kaynama olayında bazı tozlar aşındırıcılara ya da değirmen kabına yapışırlar. İnce film şeklindeki bu yapışma aşındırıcıların zamanla aşınmasını engelleme ve ayrıca öğütülmüş tozların parçacıklarla kirlenmesini engellemekte yardımcı olur. Ancak çok kalın tabakalar tozun homojen şekilde dağılımını yol açar ve bu durumdan kaçınılmalıdır.



Şekil 1.9. Mekanik alaşımlama boyunca bilye-toz-bilye çarpışması ile tozların karıştırılması [6].

Oksit dağılımla sertleştirilmiş malzemelerin üretim süreci farklı bölümlerde incelenecektir. 2 ya da daha fazla oksit dağılımı içeren metal tozlarından malzeme üretimi yapılacaktır.

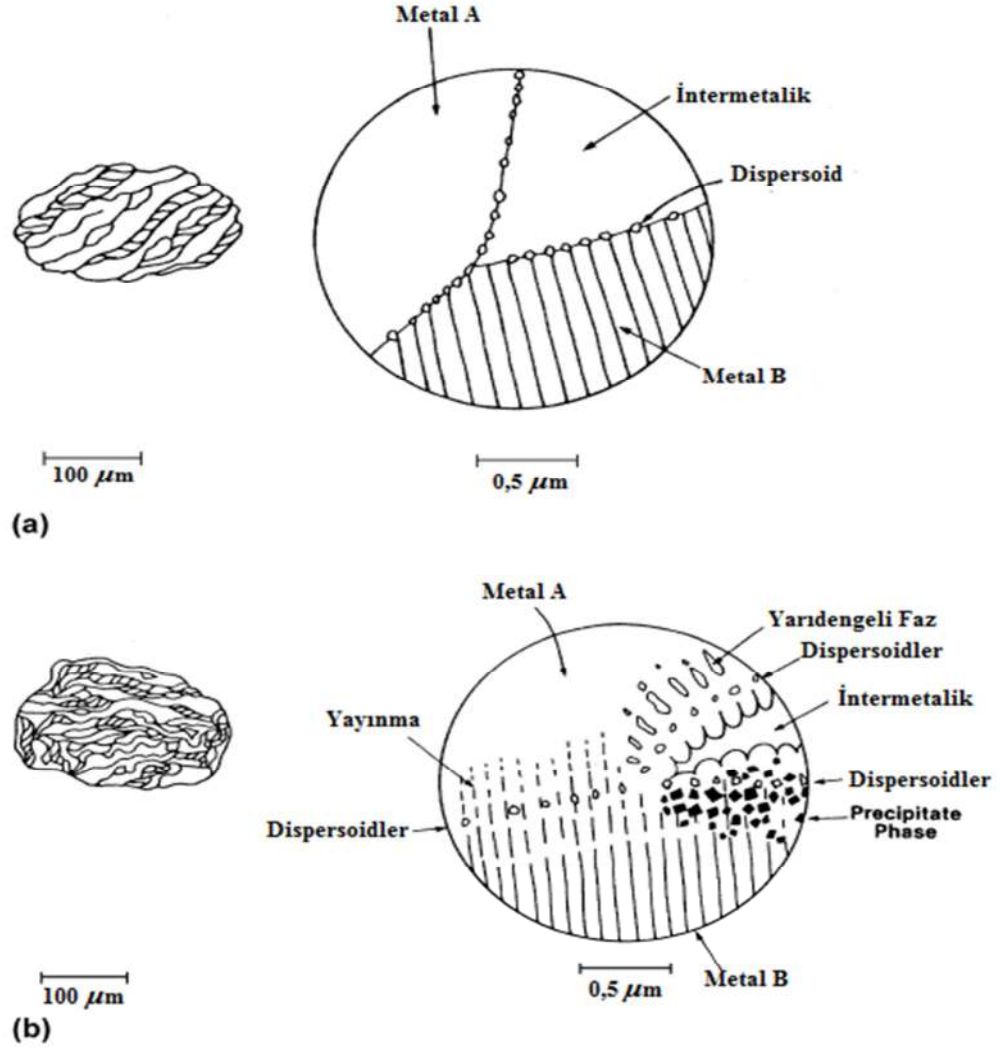
Sürecin İlk Safhası

Sürecin ilk safhasında yumuşak metal toz partiküllerinin her biri yassılaştırılır (Şekil 15 (a)). Bu, mekanik alaşımlama kaynaklarında katmanlı yapı olarak adlandırılır. Bu kompozit partiküllerin boyutu önemli ölçüde değişime uğrar. Bu değişim birkaç

mikrometreden birkaç yüz mikrometreye kadardır. Ayrıca bu katmanlı boşluklar büyüktür. Sadece sürecin başlangıcında, bütün bağımsız toz partikülleri yassılaşmaz ve kompozit halini alır. Bu nedenle, bazı birleşmeyen, orijinal başlangıç metal toz partikülleri meydana gelebilir. Bu takviye elemanları katmanlı tane sınırları boyunca aralıklı olarak dizilirler. Ayrıca, farklı kompozit partiküllerin kimyasal partiküllerin içinde bileşimi, miktarına ve boyutuna bağlıdır.

Sürecinin Orta Safhası

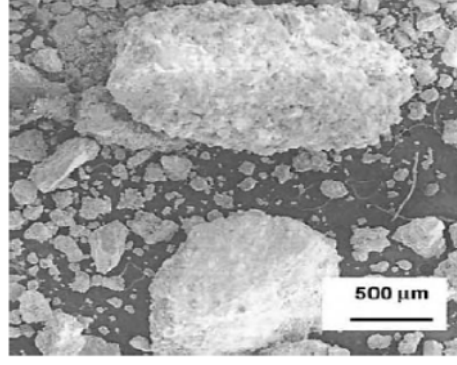
Öğütme devam ettikçe soğuk kaynama ve kırılma olayları devam eder ve mikroyapı iyileşmesine yol açar. Bu safhada parçacıklar sarmal lameller içerir (şekil 15 (b)). Soğuk deformasyon miktarının artmasından dolayı kristal hataları, boşluklar, tane sınırlarının sayısı zamanla artar ve bunlar kısa döngülü difüzyon yoluyla sağlanır. Bilye-bilye, bilye-toz ve bilye-duvar çarpışmalarının etkisi tozun sıcaklığının artışına neden olur ve difüzyonu kolaylaştırır. Alaşım oluşumu (kararlı ya da yarı kararlı fazlar) tüm bu etkilerin karışımından dolayı oluşur. Bu safhada mikroyapı iyileşmesi devam eder ve oksit dağılımı daha ünitiformdur.



Şekil 1.10. (a) Sürecin ilk safhası: bireysel toz partikülleri ile başlangıç elementlerinden katmanlaşmış kompozit oluşturulur. (b) Sürecin orta safhası: bireysel toz partikülleri sarmal lamellerden meydana gelir. Bileşenlerin bazı kısa döngülü yayınımlarından dolayı küçük bir miktar yeni faz oluşumu meydana gelir [6].

Sürecin Bitiş Safhası

Bu safhada lameller daha ince ve daha karmaşık hale gelir (şekil 15 (c)). Toz parçacıklarının miktarı başlangıçtaki tozun miktarı ile benzerdir. Lamel aralığı ve dağılım aralığı 1 μm den daha azdır ve parçacıkların mikro sertliği doygunluk seviyesine ulaşır. Kafes gerilimlerinin toplanmasından dolayı sürecin tamamında lameller optik mikroskop altında uzun süre çözülmemezler. Sonraki süreçte oksitlerin dağılımı artmayacaktır ve yalnız tozların içerikleri başlangıç toz karışımındaki eşeksensiz bu duruma kararlı hal safhası olarak adlandırılmaktadır.

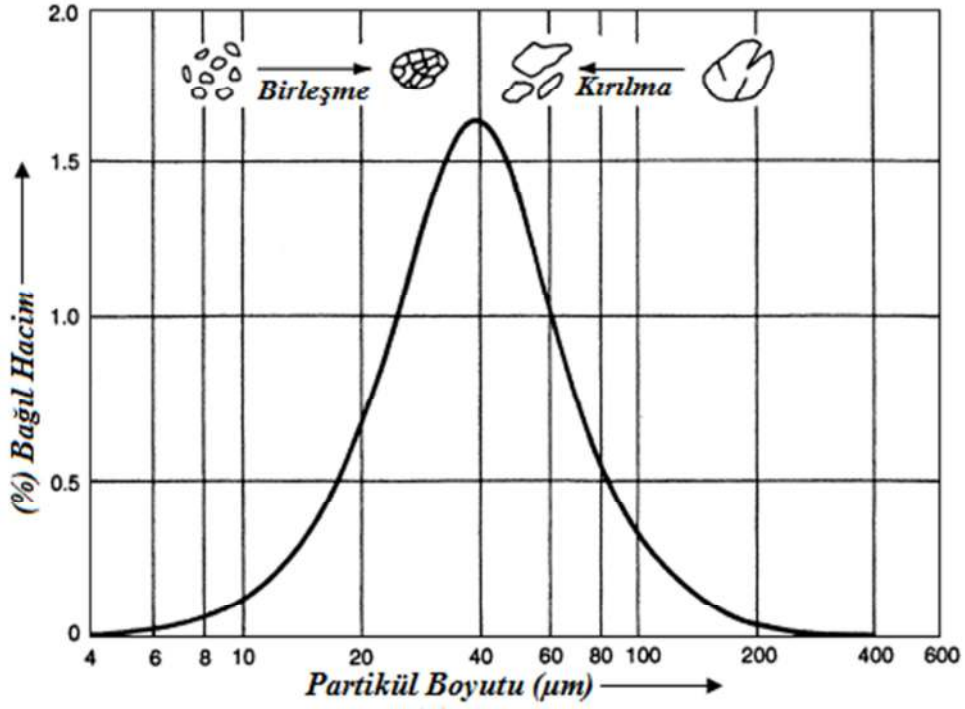


Şekil 1.12. 2 saat mekanik alaşımlama uygulanmış %30 magnezyum içeren Al alaşımlarının geniş partikül boyut dağılımı [6].

Bu safhada kırılma mekanizması soğuk birleşme mekanizmasından daha baskındır. Aşındırıcı bilyelerin çarpışmalarının devam etmesi sırasında parçacıkların yapısının incilmesi stabil hale gelir ancak parçacık boyutunda pek değişme olmaz. Sonuç olarak parçacıklardaki tabakaların sayısı artar ve tabakaların arasındaki boşluklar azalır.

Ancak, parçacık boyut azalımında etkisi çok küçüktür (genel bilyeli değirmende %0,1 civarı). Bu etki belki yüksek enerjili değirmende daha yüksek olmasına rağmen %1 in altındadır. Enerjinin çoğu ısının meydana gelmesi ile kaybolur ancak çok küçük miktarı toz parçacıklarının elastik ve plastik deformasyonunda kullanılabilir.

Belirli süre öğütme sonrasında, ortalama tane boyutunu arttıran soğuk birleşme mekanizması ve parçalanma mekanizması arasında denge oluştuğunda kararlı safhaya ulaşılır. Küçük parçalar parçalanmaksızın soğuk deformasyona maruz kalırlar ve büyük parçacıklarla birleşmeye yatkın olurlar. Bu büyük ve küçük parçacıklar birleşerek ortalama boyutu oluştururlar. Bu safhada parçacık boyut dağılımı birbirine yakındır çünkü ortalamanın üstündeki parçacıklarda boyut düşer, altındaki parçacıklarda topaklanma oluşur ve ortalama boyuta ulaşılmış olur (şekil 17) [6].



Şekil 1.13. % Bağlı hacim ile partikül boyutunun değişimi. Küçük partiküllerin birleşmeye eğilim göstermesi sınırlı partikül boyut dağılımına sebep olur. Kararlı durumda olan büyük partiküller ise kırılırlar [6].

MA sırasındaki işlemleri daha açık söylersek parçacıklarda ağır deformasyonlar oluşur. Bu durum dislokasyonlar, boşluklar, toplanma hatası oluşumuna ve tane sınırlarının artışına neden olur. Bu hata yapılarının bulunması matris içindeki katı elementlerin difüzyonunu arttırır. Buna ek olarak incelmış mikroyapı özelliklerinde difüzyon mesafesi azalır. Öğütme sırasında sıcaklığın artışı difüzyona geçici bir katkıda bulunur. Sonuç olarak içerik elementleri arasında doğru alaşımlama meydana gelir. Oda sıcaklığında çok düşük alaşımlama meydana gelirken bazen alaşımlama elde etmek için sıcaklığın bir parça arttırılarak mekanik alaşımlanmış tozun tavlanması gerekebilir. Bu durum intermetalik oluşum için uygun bir seçimdir.

Herhangi bir sistemde gerekli bir zamanda yapı elde etmek için, başlangıç boyutunun fonksiyonu ve bileşenlerin mekanik özellikleri ile birlikte MA'da üretim için özel ekipmanların kullanımı ve ekipmanların parametreleri ile çalışılması gereklidir. Ancak bazı durumlarda içyapının incelenmesi parçacık boyutu, kristal boyutu, tabaka boşlukları değeri, işlem süresinin logaritmasının ortalamasıdır ve bu yüzden başlangıçtaki toz parçacıklarının boyutu genelde önemsizdir. Bir saate kadar tabakasal boşluklar genelde küçük oluşurlar ve kristal (tane) boyut nanometrik ölçülerde incilir ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$ ya da 1 Å) (şekil 18).

Nanokristal malzemelerin üretiminde yaygın olarak MA yönteminin kullanılmasının nedeni nanoyapılı malzemelerin sentezlenmesinin daha kolay olmasıdır.

Üstte de bahsedildiği gibi MA yönteminin 3 farklı metal ve alaşımların kombinasyonu:

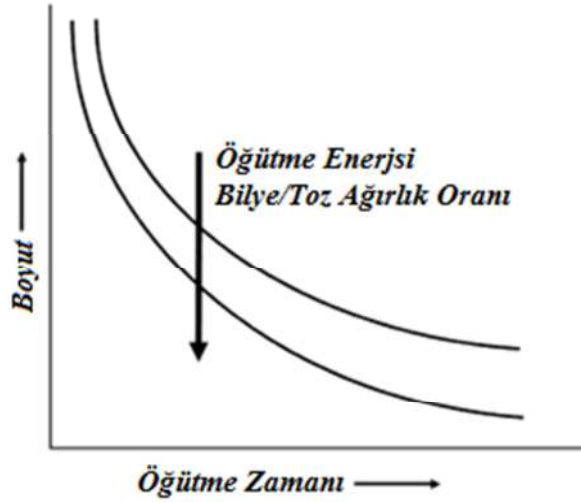
1-Sünek-sünek

2)Sünek-gevrek

3) Gevrek-gevrek şeklindedir.

1.4.2.4.1. Sünek-Sünek Bileşimler

MA'da sünek-sünek kombinasyonu ideal bir malzeme kombinasyonudur. Benjamin, Alaşımlamanın oluşması için en az %15 sünek malzeme olması gerektiğini belirtmiştir. Çünkü doğru alaşımlama toz parçacıklarının soğuk birleşmesi ve tekrar kırılması ile olur. Eğer parçacıklar sünek değilse tekrar soğuk kaynak olmayabilir



Şekil 1.14. Kristal boyutunun öğütme zamanı ile değişimine öğütme enerjisi ve bilye/toz 7 ağırlık oranının etkisi. Öğütme enerjisi ve bilye/toz ağırlık oranı artarsa kristal boyutu da artar [6].

MA'nın ilk safhalarında sünek bileşenler mikro dövme işleminden dolayı yassılaştı ve pul şeklini almışlardır. Küçük miktarda toz, bir ya da iki parçacık kalınlığında bilye yüzeylerine soğuk kaynak olmuşlardır.

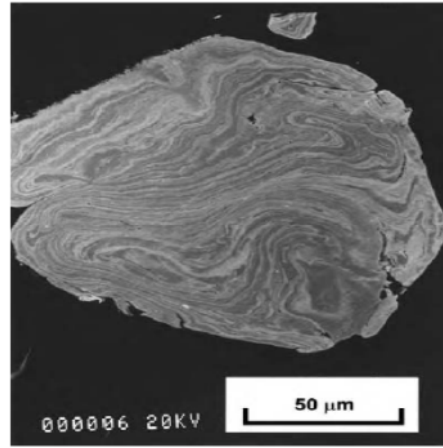
Aşındırıcı bilyelerin üzerine yapışan tozlar aşındırıcıların aşırı aşınmasını engellediklerinden dolayı yararlıdır ancak aşındırıcıların üzerindeki toz kalınlığı heterojen dağılımlı üretimden kaçınmak amacıyla minimum miktarda olmalıdır. Bir sonraki safhada,

bu düz haldeki parçacıklar birbiri ile soğuk birleşmeye uğrarlar ve bileşen malzemelerden lamel yapılı kompozitler oluştururlar.

Bu safhada parçacık boyutunda artma gözlemlenmiştir. MA süresi artmasıyla kompozit toz parçacıkları soğuk deformasyona uğrayarak sertliği ve gevrekliği artar ve tozları parçalayarak daha eşeksenli parçacıkların oluşmasını sağlarlar.

Daha sonraki öğütmede birleşmiş tabakaların temel kısımları, kaba ve ince tozlar doğrusaldan ziyade kıvrık şekilde oluşurlar (şekil 19). Bu durum eşeksenli parçacıkların belirli bir yön izlemeksizin rastgele şekilde kaynamasından oluşmuştur. Artan kafes hata yoğunluğu ve öğütme işlemi sırasındaki herhangi bir ısının oluşumuyla ve difüzyon mesafelerinin azalmasıyla lameller arası boşlukların birleşmesinden dolayı bu safhada alaşımlama işlemi başlamaktadır.

Bu safhada sertlik ve parçacık boyutu en üst seviyeye ulaşır. Bu işlem safhasına “kararlı işlem safhası” da denilir. Daha sonraki öğütme süresinde, amorf fazların, intermetaliklerin ve katı çözeltilerin oluşumu atomik seviyede doğru alaşımlama ile oluşmuştur. Bu safhada tabaka boşlukları çok incelmıştır ve optik ya da taramalı elektron mikroskopunda görülmeleri zorlaşmıştır.

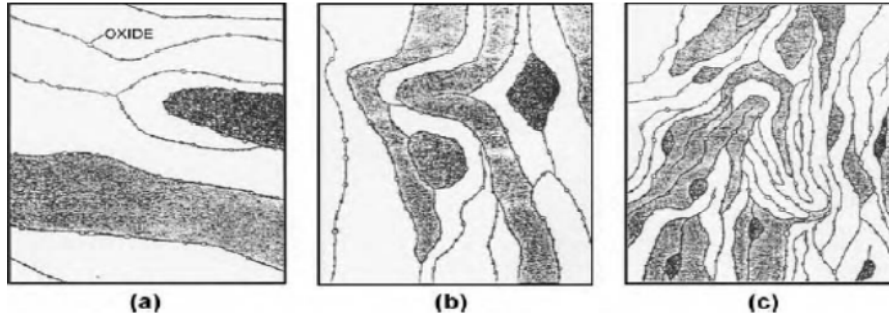


Şekil 1.15. SEM’de, sünek-sünek bileşim sisteminin öğütülmesi süresince sarmal yapı oluşumunun gösterimi (Ag-Cu) [6].

Özellikle MA’nın başlangıç safhasında çok çeşitli yapıların aynı oluşmasından ötürü yapının düzgün olması, mekanik enerjinin yükselmesine ve işlem içerisinde malzemeye uygulanan soğuk deformasyon miktarına bağlıdır.

1.4.2.4.2. Sünek-Gevrek Bileşimler

Geleneksel ODS alaşımları; sünek matris içerisine gevrek oksit parçacıkları dağıtıldığı için bu kategoride yer almaktadır. Benjamin ve diğerleri bu sistem tipinde mikroyapı gelişimini açıklamamıştır. Öğütmenin başlangıç safhalarında sünek-metal toz parçacıkları bilye-toz-bilye çarpışmalarından dolayı yassılaşımlar, oksit veya intermetalik parçacıkları parçalamışlardır (şekil 13). Bu kırılmış gevrek parçacıklar sünek içerikçe tutulmaya yatkındırlar ve bu sünek parçalar gömülürler. Gevrek içerik lameller arası boşluklara yakındırlar (şekil 20 (a)). Öğütmenin sonraki safhasında sünek toz parçacıkları soğuk deformasyona uğramışlardır ve tabakalar kıvrılmışlardır ve incelmışlerdir (şekil 19 (b)).



Şekil 1.16. Sünek-gevrek toz bileşimlerin öğütülmesi boyunca mikroyapı iyileşmesinin şematik gösterimi [6].

Bu oksit dağılımı destekli yapıya bir örnektir. (a) Bu oksit partikülleri ilk olarak kompozit partikülleri arasına tuzaklanır.

Aynı parçacık içeriği; ilk toz karışımının içeriğinin tümüyle birleşirler. Öğütmenin devamında eğer sünek matris içinde çözülüyorlarsa ODS alaşımdaki gibi lameller daha inceler, lameller arası boşluklar azalır ve gevrek parçacıklar üniform şekilde dağılırlar (şekil 19 (c)).

Şekil 21'de mekanik alaşımlanmış α_2 -Titanyum-Alüminit matrisinde Er_2O_3 dağılımı TEM görüntüleri verilmiştir. Diğer bir deyişle eğer gevrek faz çözünürse gevrek ve sünek malzeme arasındaki alaşımlama oluşur ve kimyasal homojen dağılım elde edilir.

Saf Zr(sünek) ve NiZr_2 intermetalik (gevrek) toz parçacıkları karışımı öğütülerek amorf faz oluşumu bu sistem için tipik bir örnektir. Gevrek-Sünek sistemde alaşımlama oluşur ya

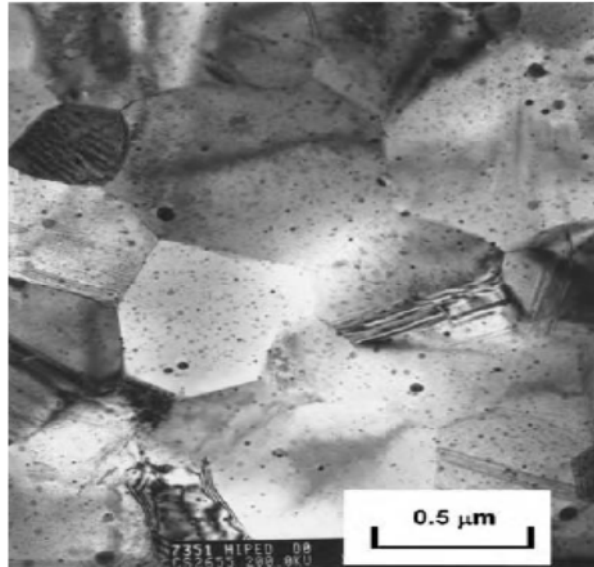
da oluşmaması, sünek matris içinde gevrek malzemenin katı çözeltisine bağlıdır (eğer bileşimde katı çözelti ihmal edilirse, demir içinde bor gibi bileşimde alaşımlama meydana gelmesi imkânsızdır). Bu yüzden MA sırasında sünek-gevrek bileşimlerin alaşımlanmasında gevrek parçacıkların parçaları kısa mesafedeki difüzyonunu kolaylaştırmakla beraber, sünek matris içinde uygun katı çözünebilirliğin oluşması da gerekir.

1.4.2.4.2. Gevrek-Gevrek Bileşim

Kırılma ve soğuk birleşme arasında karşılıklı etkilerden dolayı toz parçacıklarının karışımı oluşur. Bundan dolayı, sünek malzemenin bulunmadığı iki ya da daha fazla gevrek bileşeni içeren sistemde alaşımlamanın meydana gelmeyeceği düşünülebilir. Bunun sebebi ise sünek bileşimin yokluğunun soğuk birleşmeyi engellemesi ve alaşımlamanın olmayacağı beklentisidir.

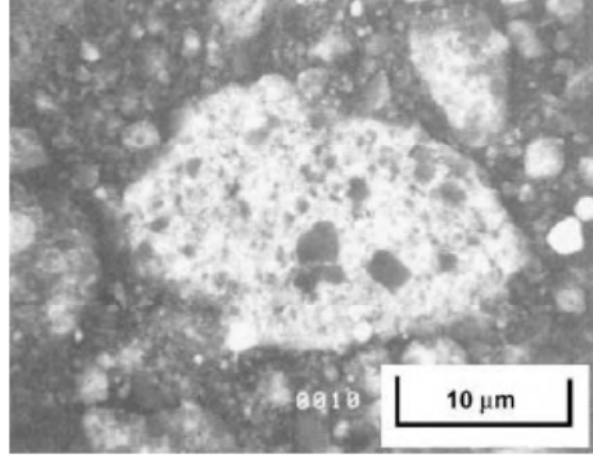
Ancak Si-Ge ve Mn-Bi gibi gevrek-gevrek bileşenli sistemlerde alaşımlama oluşmuştur. Gevrek intermetalik karışımların öğütülmesinde amorf fazlar ortaya çıkmıştır.

Üstte bahsedildiği üzere, öğütme sırasında gevrek bileşenler parçalanarak, parçacık boyutları sürekli düşmüştür. Ancak çok küçük boyutlu parçacıklar sünek davranış göstermişler ve daha sonrasında boyut azalması mümkün olmamıştır, bu duruma “*Ufalanma Sınırı*” denilmektedir.



Şekil 1.17. TEM’de, mekanik alaşımlanmış α_2 -titanyum alüminit alaşım matrisi içinde Er_2O_3 ün üniform şekilde dağılımının gösterimi [6].

Gevrek-gevrek bileşim sistemlerinin öğütülmesi sırasında sert bileşen(daha çok gevrek) parçalanır ve (diğer bileşene göre daha yumuşak) gevrek malzeme içerisine gömülür. Bu yüzden sert Si parçacıkları, daha yumuşak olan Ge matrisi içerisine gömülürler.



Şekil 1.18. Si-Ge toz karışımının 12 saat boyunca mekanik alaşımlanması sonucu, katı Si partiküllerinin, sünek Ge matrisine kaynaklanmasının TEM’de gösterimi [6].

İki bileşenin karışımı elde edildikten sonra alaşımlama difüzyon prosesi tarafından elde edilir. Bu yüzden sıvı azot sıcaklığı gibi çok düşük sıcaklıklarda gevrek-gevrek sistemlerde alaşımlama meydana gelmediği rapor edilmiş olmasına rağmen oda sıcaklığı altındaki sünek-sünek ve sünek-gevrek sistemlerinde alaşımlama meydana gelmiştir.

Bu olay sünek-sünek sistemde dislokasyonlardan, tane sınırları ve diğer hatalardan oluşan şiddetli plastik deformasyonlarla sağlanan difüzyon yolu artışı, sünek-sünek lamel geometrisinin gevrek-gevrek sisteme göre daha uzun difüzyon yolu olmasından kaynaklanmaktadır.

Gevrek malzemelerin öğütülmesi sırasında, malzeme transferine katkıda bulunan olası mekanizmalar, sıcaklık artışı, hatasız yapıda olan mikro deformasyonu, yüzey deformasyonunu ve/veya öğütme sırasında tozlarda hidrostatik gerilim ve yüksek sıcaklık gibi durumlardan oluşabilecek plastik deformasyonu içerir.

1.5 Literatür Araştırması

Metal matrisli kompozitlerin endüstriyel uygulamalarda kullanımı gün geçtikçe artmaktadır. Metal matrisli kompozitler gelişen teknolojinin ihtiyaç duyduğu yüksek elastik modül, aşınma dayanımı ve düşük yoğunluk gibi malzeme özelliklerini karşılayabilecek malzemelerden olduğu için, üzerinde en çok çalışılan kompozitlerden biridir [7,8,9].

Bu kompozitler arasında Al matrisli kompozitler yüksek termal iletkenlik ve düşük yoğunluğa sahip olmalarından dolayı büyük öneme sahiptirler[10]. Ancak Al ve Al alaşımlarının ergime sıcaklıklarının düşük olması yeni malzemelerin(MMK) ortaya çıkarılmasını zorunlu kılmıştır [11]. Bu yüzden SiC, Al₂O₃, MgO, B₄C, AlN, Al₄C₃ gibi çeşitli seramik malzemeler alüminyum matrisle kullanılmaktadır [12].

Parçacık takviyeli alüminyum matrisli malzemeler monolitik alaşımlarla karşılaştırıldığında termal ve ileri yapısal uygulamalarda, düşük yoğunluk, yüksek dayanım, yüksek elastik modülü, iyi aşınma, sürünme ve korozyon direnci sağlamaktadırlar [13]. Parçacık takviyeli metal matrisli kompozitlerin üretimi sıvı faz, sıvı-katı faz ve katı faz olmak üzere 3 farklı yöntemle gerçekleştirilir. Parçacık takviyeli MMK'lerin üretiminde yaygın olarak toz metalürjisi ve döküm yöntemi kullanılmaktadır..Alüminyum esaslı MMK'lerin katı fazla üretiminde kullanılması özelliklerinde elde edilen artılar son yıllarda dikkat çekicidir. Katı faz üretim tekniklerinde diğer yöntemlerde MMK'lerde karşılaşılan problemler önemli ölçüde giderilmektedir [14,15,16].

Sıvı faz yöntemiyle üretilen MMK'lerin özelliklerinin iyileştirilmesini sınırlayan problemler olarak;

Katılan takviye parçacık miktarının ağırlıkça %30' un üzerine çıkarılamaması,

takviye parçacıklarının sıvı metal tarafından ıslatılamaması,

yeterli homojen dağılımının sağlanamaması,

kompozit özelliklerini olumsuz anlamda etkileyen ve istenmeyen ara yüzey reaksiyonları,

üretim sonrasında bazı mekanik özelliklerin (çekme mukavemeti,akma mukavemeti, sünek değerleri...vb) iyileştirilememesi olarak sıralanabilir [17,18,19].

Toz metalürjisi ile üretim maliyetli olmasına rağmen, bu yöntemle istenilen oranda ve boyutta tozların, aralarında arayüzey reaksiyonları olmaksızın kompozit üretimi gerçekleştirilir [20]. Bu yüzden TM yöntemi kullanarak kompozit üretimine karar verilmiştir.

Toz metalürjisi Al matrisli kompozit üretiminde genel olarak tercih edilmesine rağmen toz metalurjisiyle üretim sonrasında sinterlenme sıcaklığının yüksekliği, artan sinterleme süresi, tam yoğunluk elde edebilmek amacıyla (ekstrüzyon) gibi ikincil işlemlere ihtiyaç duyulmaktadır. TM yönteminde karşılaşılan takviye parçacıklarının matris taneleri çevresinde yığılması gib problemeler bu yöntemin en önemli yetersizlikleridir. Ancak bu sorunları azaltan veya yok eden TM'nin gelişen bir yöntemi olan mekanik alaşımlamayla kompozit üretiminin sağlanması son yıllarda artmıştır [21,22].

Sıvı yöntemle göre maliyeti biraz fazla olsa da MA yöntemi, oda sıcaklığında daha homojen parçacık dağılımlı kompozit üretiminde mikro yapının iyileştirilmesinde başarılı bir şekilde kullanılmaktadır. Bu yöntemin önemli avantajlarından biri de takviye edilen matris malzemesinin özelliklerini iyileştirilebilmesi ve ayarlanabilir olmasıdır. Sıvı faz üretimi üzerine yoğun çalışmaları olan tez danışmanımın önceki çalışmalarında belirlemiş olduğu yetersizlikler ve problemlerin çözüm noktasında en iyi çözümün MA olduğuna karar vermiştir.

Mekanik alaşımlama işlemi farklı alaşımlama mekanizmasına sahiptir. Alaşımlama için kullanılan tozun sünek veya gevrekliğine bağlı olarak mekanik alaşımlama süreci farklı şekilde meydana gelir. Bunlardan ilki ele alındığında iki sünek malzemenin mekanik alaşımlama işlemine tabii tutulmasına sünek-sünek mekanizması, seramik parçaları ve sünek matris tozlarının katılmasıyla meydana gelen gevrek-sünek sistemi ve son olarak iki gevrek seramik tozun mekanik alaşımlama işlemine tabii tutulmasına gevrek-gevrek mekanizması olarak değerlendirilir [23]. Araştırmamızda sünek Al alaşım tozlarıyla sünek-sünek ve Al-Al₂O₃ kompozit tozları ile gevrek-sünek mekanizmaları üzerine çalışmıştır.

Mekanik alaşımlama yöntemiyle üretilen kompozit tozlarına etki eden bir çok faktör mevcuttur. MA süresi , biye/toz ağırlık oranı, öğütme hızı, değirmen tipi, İKK oranı gibi bir çok faktör mekanik alaşımlama sonrası elde edilen kompozit tozunu etkilemektedir

[24,25,26]. Mekanik alaşımlama süresinin artmasıyla birlikte kompozit tozunun homojen boyut dağılımına etkisi olmaktadır. Artan öğütme süresi elde edilen kompozit tozların mekanik ve fiziksel özelliklerinde büyük oranda değişikliklere neden olmaktadır [27,28]. Öğütme hızının artışıyla birlikte elde edilecek kompozitin oluşum sürecinde kısalarak kararlı hal safhası olarak adlandırılan son safhaya daha kısa sürede ulaşılmış olur. Ayrıca MA mekanizması soğuk kaynak-kırılma döngüsünün tekrarlanması öğütme hızının artışıyla birlikte hızlandığı ve buna bağlı olarak da daha kısa sürede kompozit tozu elde edilmektedir. Öğütme süresi ve hızıyla birlikte bilye toz ağırlık oranı da diğer önemli parametrelerden biridir [29,30]. Literatürde genel olarak 1:1,1:5,1:10,1:20 gibi farklı bilye toz oranların da mekanik alaşımlama gerçekleştirilmesine rağmen optimum koşullar 1:10 toz/bilye ağırlık oranı ile sağlandığı belirlenmiştir [31]. Araştırmalarda kullanılan 1:10 toz/bilye ağırlık oranının bizim çalışmamızda da kullanılmasına karar verilmiştir. İki farklı alaşımlama mekanizması üzerinde çalışma olmasından dolayı değirmen ve bilye malzemesi MA işleminde oluşturulacak kompozit için önemli etkiye sahiptir. Değirmen ve bilyelerin öğütülen tozdan daha sünek olması durumunda öğütme elemanlarındaki aşınmalardan dolayı elde edilecek kompozit tozunda kirlenmeler meydana gelmektedir. Bu problemlerin oluşmasını engellemek amacıyla WC (Tungsten Karbür) malzemesinden üretilen bilye ve öğütücü kapları kullanılmıştır [32].

MA süreci boyunca bilyelerin çarpışma etkilerinden dolayı öğütücü ortama ısınma ve bunun sonucunda sünek Al tozlarının öğütücü kap yüzeylerinde ve bilyelerde soğuk kaynama meydana gelir. Bu durumu engellemek amacıyla alaşımlama sistemine işlem kontrol katkısı(İKK) eklenmektedir. Eklenen İKK tozların bilyelere ve öğütücü kaba yapışmasını engelleyerek mekanik alaşımlamanın uygun şekilde gerçekleştirilmesini sağlar [33]. Farklı oranlarda ve tiplerde İKK'ların kullanımı mevcuttur. Genel olarak grafit, stearik asit, metanol kullanılmaktadır [34]. Çalışmamızda soğuk kaynamayı engellemek amacıyla toplam %ağırlıkça 1,75 metanol kullanılmıştır [35].

MA etkisiyle matris tozu plastik deformasyona uğrayarak gevrekleşir ve gevrekleşen matris tozu ve seramik tozları kırılarak toz boyutlarında azalma gerçekleşir. Matris toz boyutunun azalmasında öğütme etkinliğine katkı yaparak takviye tozlarında rol alarak, sünek tozlarının kırılmasına ve iç gerilimlerinin artışına neden olur[36]. Takviyenin artışıyla birlikte kompozit toz boyutunun azalma hızı artar. Soğuk deformasyondan ve takviyenin etkisinden dolayı iç gerilimleri artan kompozit tozlarının sertliği artar. Bu

durum kompozit tozların sıkıştırılma özellikleri azaltması ham yoğunluklarında bir miktar azalmayla açıklanabilmektedir [37]. Ham yoğunluk değerlerinin düşmesiyle birlikte ham gözenek miktarında doğrudan artış olur. Ancak artan presleme basıncıyla birlikte kompozit tozların ham yoğunluklarında artış elde edilerek buna bağlı olarak gözenek miktarlarında azalma elde edilir.

Ham numunelerin sinterleme sonrasında yoğunluk değerlerinde artış elde edilir. Burada sinterleme esnasında tozların MA ve presleme esnasında oluşan gerilmelerin ve soğuk deformasyonun azalması ve tanelerin birbirlerine yaklaşarak gözeneklerin doldurulması ve yoğunluk değerlerinin artması olarak açıklanabilir [38,39].

MA süresiyle birlikte Al alaşım ve takviyeli toz karışımlarının boyutlarında düşüş ve içyapılarında plastik deformasyon sonucu oluşan dolayı gerilmelerin arttığı gözlenmiştir. Tane içerisinde oluşan dislokasyonlardan dolayı tozların sertlik değerlerinde artış elde edilir [40,41]. Takviye miktarının artışıyla birlikte matris içerisinde takviye oranının artması sertlik değerlerinin artmasına neden olur. Presleme kuvvetinin artmasıyla daha sıkı paketlenen ham numunelerin yüzeylerinden rastgele alınan makro sertlik değerleri birbirine yakın oluşmaktadır.

Bu çalışmada son yıllarda Al, Al alaşım ve kompozitleri gibi hafif malzemelere karşı giderek artan ihtiyaç araştırmaların bu malzemelerin geliştirilmesi üzerine yoğunlaştırmıştır. Düşük yoğunluklu Al malzemesi ($\rho_{Alalaşım}=2,708$) içersine çeşitli takviye malzemeleri eklenerek fiziksel ve mekanik özellikleri iyileştirilebilmektedir. Ancak geleneksel yöntemlerde rastlanan bazı üretim zorlukları, Al matrisli kompozit üretiminin gelişmesini sınırlamıştır. Son yıllarda toz metalürjisinin gelişmekte olan bir yöntemi olan mekanik alaşımlama sistemiyle kompozit üretimi, sıvı ve döküm yöntemlerinde karşılaşılan problemleri (sıvı metalin ıslatamaması vb.) yok ederek, oda sıcaklıklarında elde edilebilmektedir. Mekanik alaşımlama sisteminde üretim süreci çeşitli parametrelerle (bilye/toz oranı, İKK, dönme hızı..vb.) kontrol edilebilmektedir. Mekanik alaşımlamayla üretilen tozların boyutlarında azalmaktadır. bu durum nano boyutlu kompozit tozların elde edilebilmesinde ve nano yapıli malzemelerin geliştirilmesine önemli katkı sağlayacaktır. Genel olarak Al-Al₂O₃ kompozitlerin üretimi üzerine literatürde birçok çalışma mevcuttur. Ancak mekanik alaşımlama yöntemiyle üretilen Al-Al₂O₃ kompozitlerin mekanik alaşımlamayı etkileyen parametreler ve kompozitlerin özelliklerinin incelendiği çalışmalar çok az sayıdadır. Mekanik alaşımlama yöntemi

kullanılarak Al ve Al₂O₃ kompozitleri üretilecektir. Üretilecek malzemelerin özelliklerine üretim parametrelerinin etkilerinin incelenmesi, fiziksel ve bazı mekanik özelliklerinin belirlenmesi yapılacaktır.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Kullanılan Malzemeler

Al-Al₂O₃ kompozit malzemesini üretmek için; matris malzemesi olarak Al alaşımı ($\int_{Al}$ alaşım=2,708) tozları Gündoğdu Exotherm Sanayinden (GES) ve takviye malzemesi olarak kullanılan Al₂O₃ tozları ($\int_{Al_2O_3}$ =3,96) ise Wacker Ceramic GmbH'de şirketinden temin edilmiştir. Al alaşımı tozlarının spektral analizle bileşimi % 96,264 Al, % 0,71 Cu, % 0,0496 Mg, %0,1163 Mn, % 1,23 Fe, % 1,00 Si, %0,53Zn, %1,00 Pb, % 1,23 ve % 0,071 Ti olarak belirlenmiştir. Al alaşım tozlarının Al tozları 250-355µm boyut aralığındaki elekten geçirilmiş olup ortalama tane boyutu mastersizer da 376 µm olarak bulunmuştur. Takviye malzemesi olarak Wacker Ceramics firması tarafından üretilen FEPA standard 42-1984 R 1992'e göre parçacık boyut aralığı 5-25mm (F500) olan Al₂O₃ tozları kullanılmış olup kimyasal bileşimi Tablo 2.1 'de verilmiştir.

Tablo 2. 1. Al₂O₃ tozlarının kimyasal bileşimi [42].

Malzeme	Al ₂ O ₃	Na ₂ O	SiO ₂	Fe ₂ O ₃
Kimyasal bileşimi [%]	99,68	0,19	0,02	0,01

2.2. Deney Numunelerinin Hazırlanması

2.2.1. MA sonrası tozların preslenmesi ve sinterlenmesi

Mekanik alaşımlamaya tabi tutulan Al-Al₂O₃ tozları Ø30-20mm boyutlarında blok numuneler üretmek için farklı basınçlar (200, 300, 500, 700 MPa) kullanılmıştır. Farklı sürelerde öğütülen takviyesiz ve farklı takviye oranlarındaki karışım tozları preslenmişlerdir. Preslenme öncesi kalıp yüzeylerine yağlayıcı olarak grafit tozu sürülmüştür. Ham numuneler 600 C° de argon gazı altında 3 saat sinterlenmişlerdir.

2.2.2. Metalografik İncelemeler

Üretilen kompozit numuneleri mekanik yöntemlerle parlatıldıktan sonra optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu ile mikroyapıları incelenmiştir.

Mekanik alaşımlanmış Al alaşımı ve kompozit tozlarından elde edilen numunelerin parçacık dağılımları, gözeneklerin miktarları ve oluşan mikro yapıların incelemesinde K.T.Ü. Metalürji Malzeme Mühendisliği Bölümündeki Zeiss Evo LS10 markalı taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır.

2.2.3. Kompozitlerin Fiziksel ve Bazı Mekanik Özelliklerinin Belirlenmesi

Üretilen kompozitler ham ve sinterlenmiş yoğunlukları belirlenmiştir. Numunelerin gözenek oranının belirlenmesinde de, kompozitin teorik ve üretilmiş durumdaki yoğunluklarından yararlanıldı. Gözenek miktarı Al_2O_3 parçacık hacim oranına bağlı olarak karışımlar kuralına yardımıyla aşağıdaki eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\% \text{ gözenek oranı} = \frac{\rho_t - \rho_d}{\rho_t} \times 100 \quad (2.1)$$

Burada; ρ_t : kompozit malzemenin teorik (karışımlar kuralına göre) yoğunluğu, ρ_d : deneysel olarak ölçülen yoğunluk değerleridir.

2.2.4. Sertlik ölçümü

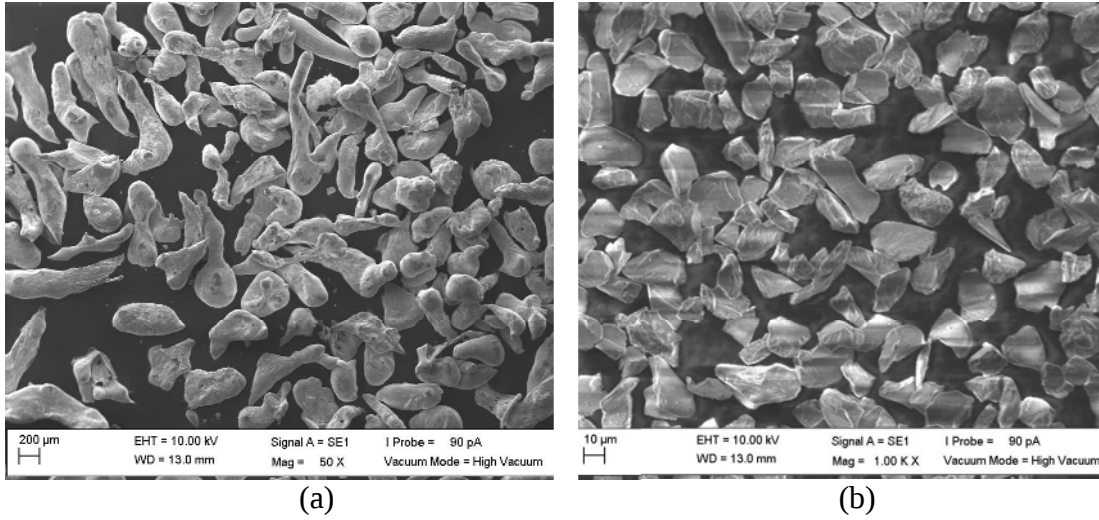
MA yöntemiyle üretilmiş hacimce farklı oranlardaki Al_2O_3 parçacıklarıyla takviye edilmiş Al MMK ve Al alaşım malzemelerinin mikro ve makro sertlik ölçümleri yapılmıştır.

Mikro sertlik ölçümleri K.T.Ü Makine Mühendisliği Malzeme Laboratuvarında bulunan Instron marka mikro sertlik cihazında gerçekleştirilmiştir. Ölçümler esnasında numuneler üzerine 1kg yük uygulanarak her bir numuneden 5 farklı ölçüm alınmış ve ortalaması alınarak mikro sertlik değerleri belirlenmiştir. Numunelerin makro sertlik ölçümleri ise; universal sertlik ölçme cihazında Brinell sertlik ölçme yöntemiyle 32.5kg yük altında ve 2.5mm bilya çapındaki uç kullanılarak yapılmıştır. Sertlik ölçümlerinde alınan numuneler üzerinde 5 ölçüm yapılarak elde edilen değerlerin ortalaması alınmıştır.

3. BULGULAR

3.1. Toz Tane Boyutu ve Şekli

Matris malzemesi olarak kullanılan Al alaşımı ve takviye malzemesi olarak kullanılan Al_2O_3 seramik partiküllerinin yapılan SEM incelemelerinde; Al alaşımı tozlarının ligament şeklinde, Al_2O_3 seramik toz parçacıklarının ise çok köşeli oldukları görülmüştür (Şekil 3.1). Elek analizinden boyut aralığı 255-355 μm aralığında belirlenmesine rağmen mastersizer analizinden elde edilen ortalama toz boyutu 376 μm bulunmuştur. Bu boyutun verilen elek aralığında bulunmamasının nedeni tozların ligament(çubuksu) olmasından kaynaklanmaktadır.

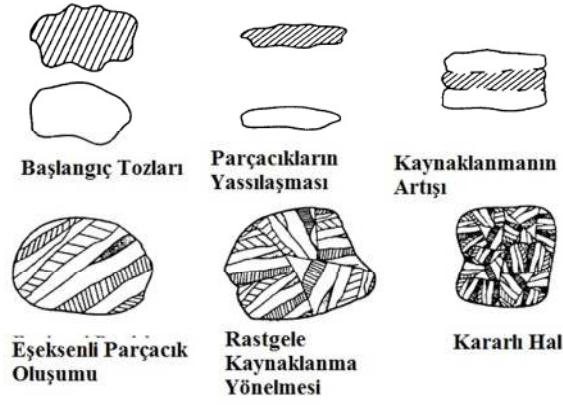


Şekil3.1. Kullanılan tozların SEM görüntüleri; (a) Al alaşımı tozları ve (b) Al_2O_3 seramik tozları

3.2. Mekanik Alaşımlama Süresinin Toz Morfolojisine Etkisinin İncelenmesi

3.2.1. Al Alaşımı Tozları

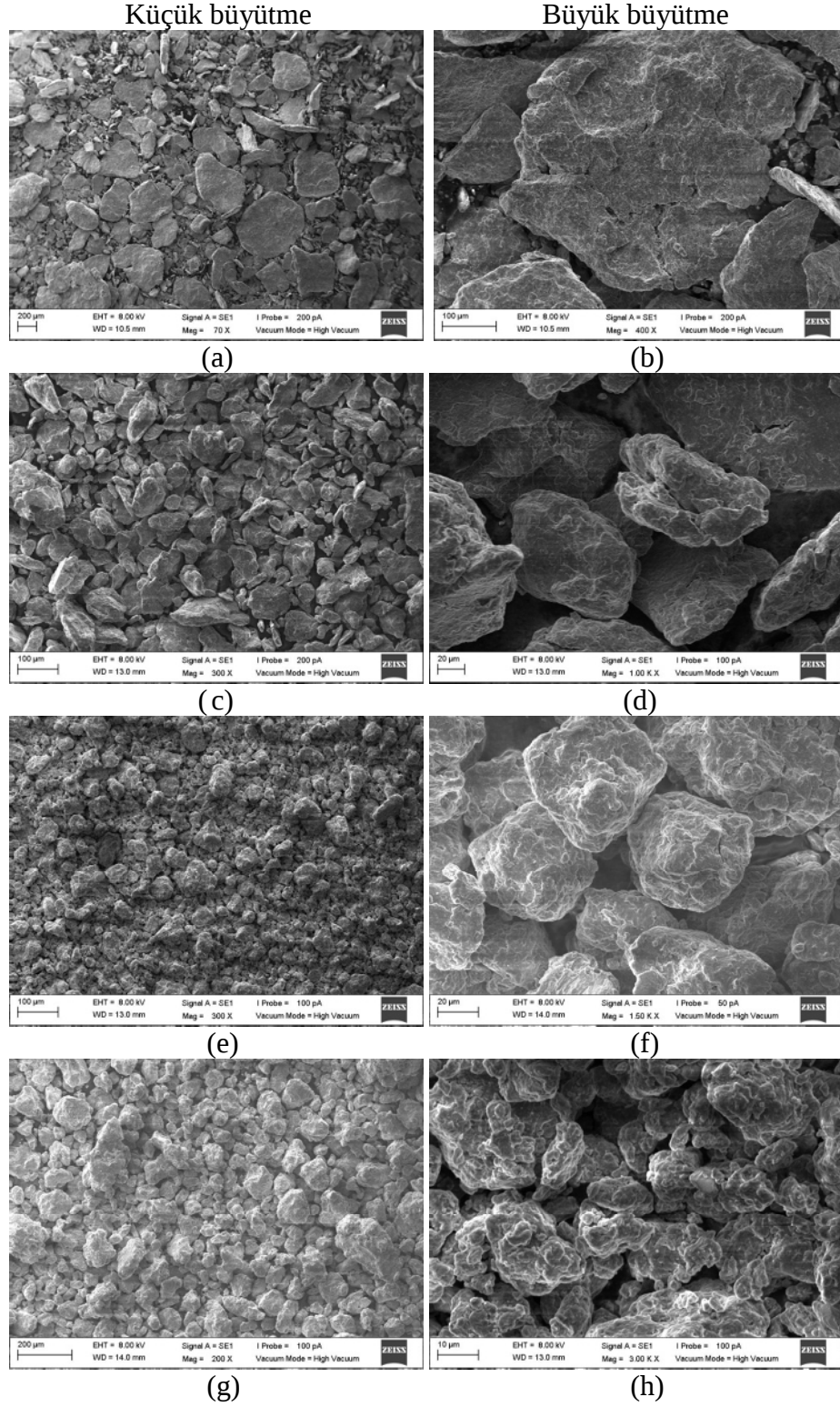
Mekanik alaşımlama yöntemiyle Al alaşım tozlarının öğütülmesi sürecinde sünek-sünek öğütme sistemi gerçekleştirir. Şekil 3.1’de sünek-sünek öğütme sistemi verilmiştir.



Şekil 3.2. Mekanik alaşımlama sırasında oluşan Sünek-sünek öğütme sisteminin aşamaları [43].

Al alaşım tozlarının boyutu artan mekanik alaşımlama süresiyle azalmaktadır. Al alaşım tozlarının yüksek enerjili öğütülmesi esnasında oluşan sünek-sünek mekanik alaşımlama sistemi gerçekleşmektedir. Bu sistemde sünek Al alaşım tozları yüksek enerjili öğütmeden dolayı birbirleri ile soğuk kaynak ve deformasyona bağlı kırılmalara uğrarlar (Şekil 3.3). Şekil 3.3(a-b)'de görüldüğü üzere soğuk kaynak işlemi daha etkindir. Mekanik alaşımlamanın ilk aşamasında tozlar birbiri üzerine kaynak olmasıyla tabakalı pulsu bir yapı oluşumu gerçekleşir (Şekil 3.3 a-b)(0,5saat). Artan mekanik alaşımlama süresiyle yassılaştıran toz parçacıkları soğuk kaynama ve kırılma şeklinde olaylar tekrarlanarak devam eder. MA süresinin artmasıyla, Al alaşım tozlarında deformasyon sertleşmesi, sertlik ve sonuçta da kırılabilirlik artar. Soğuk kaynakla birbiri üzerine geçmiş bu tozlar öğütme süresinin artışıyla birlikte soğuk deformasyona uğrayarak pulsu şekilden yarı eş eksenli tane şeklinde oluşumlara geçişler gerçekleşir. Soğuk deformasyon etkisiyle tanelerde artan iç gerilimlerin sonucu olarak sünek alaşım tozları gevrekleşmeye başlar. Gevrekleşen toz parçacıkları çarpma etkisiyle birlikte daha küçük parçacıklar halinde kırılmaya başlar. Bu aşamada kırılma soğuk kaynak prosesinden daha baskındır (Şekil 3.3c-d)(2saat). 2 saatlik alaşımlama süresi sonrasında tozların morfolojisi pulsu yapıdan eşeksenli şekle dönüşmeye başlar ve daha küçük boyutlarda toz oluşumu sağlanır. Artan öğütme süresi ile birlikte kırılma etkisi soğuk kaynağa göre daha baskındır. İri taneler kırılarak daha küçük parçacıklar oluşumu ve tozların gevrekliği artmaya devam eder (Şekil 3.3e-f)(5saat). 5 saatlik öğütme işlemi sonrasında tozlarda kırılma ve soğuk kaynak etkinliği azalmış ve tozlarda yakın bir boyut dağılımı sağlanmıştır. Eş eksenliye benzer bir boyut oluşumu gerçekleşmiştir (Şekil 3.3g-h)(7saat). Diğer bir deyişle sistem kararlı hale ulaşmıştır. Al alaşım toz boyutları ilk safhadaki boyutlara göre oldukça küçülmüş ve toz boyutu

aralığında da birbirine yakın bir dağılım göstermiştir. Literatürde de yapılan çalışmalarda da benzer sünek-sünek sistem aşamalarında görülmüştür [44,45,46,47].



Şekil 3.3. Al alaşım tozlarının morfolojisinin farklı mekanik alaşımlama süreleriyle değişimi(a-b) 0,5 saat, (c-d) 2 saat, (e-f) 5 saat, (g-h) 7 saat

3.2.2. Al- Al₂O₃ Takviyeli Kompozit Tozları

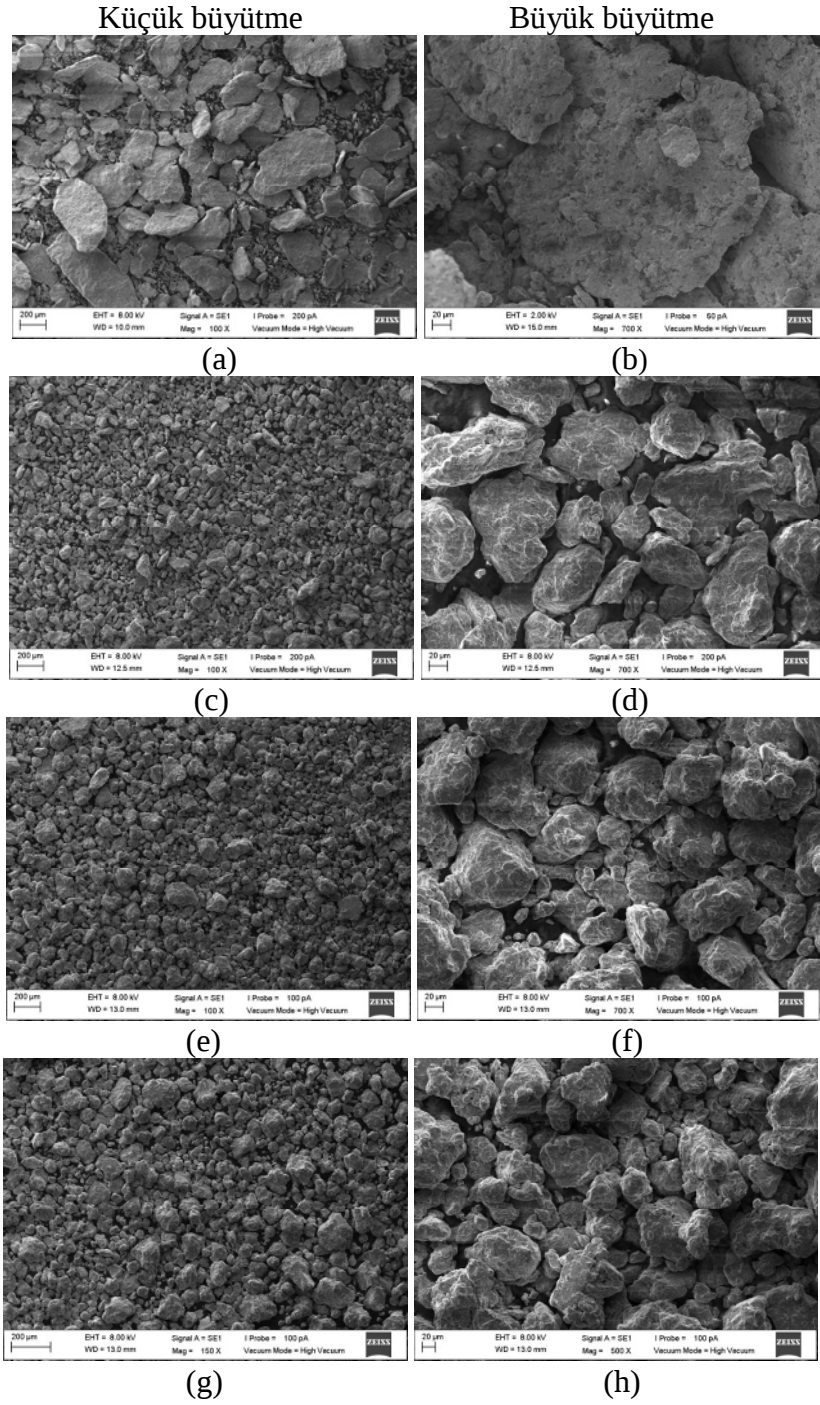
Mekanik alaşımlama yöntemiyle öğütülen Al-Al₂O₃ kompozit tozlarının boyut değişimiyle ilgili sünek-gevrek sisteminin aşamaları Şekil 3.4’de verilmiştir [9].



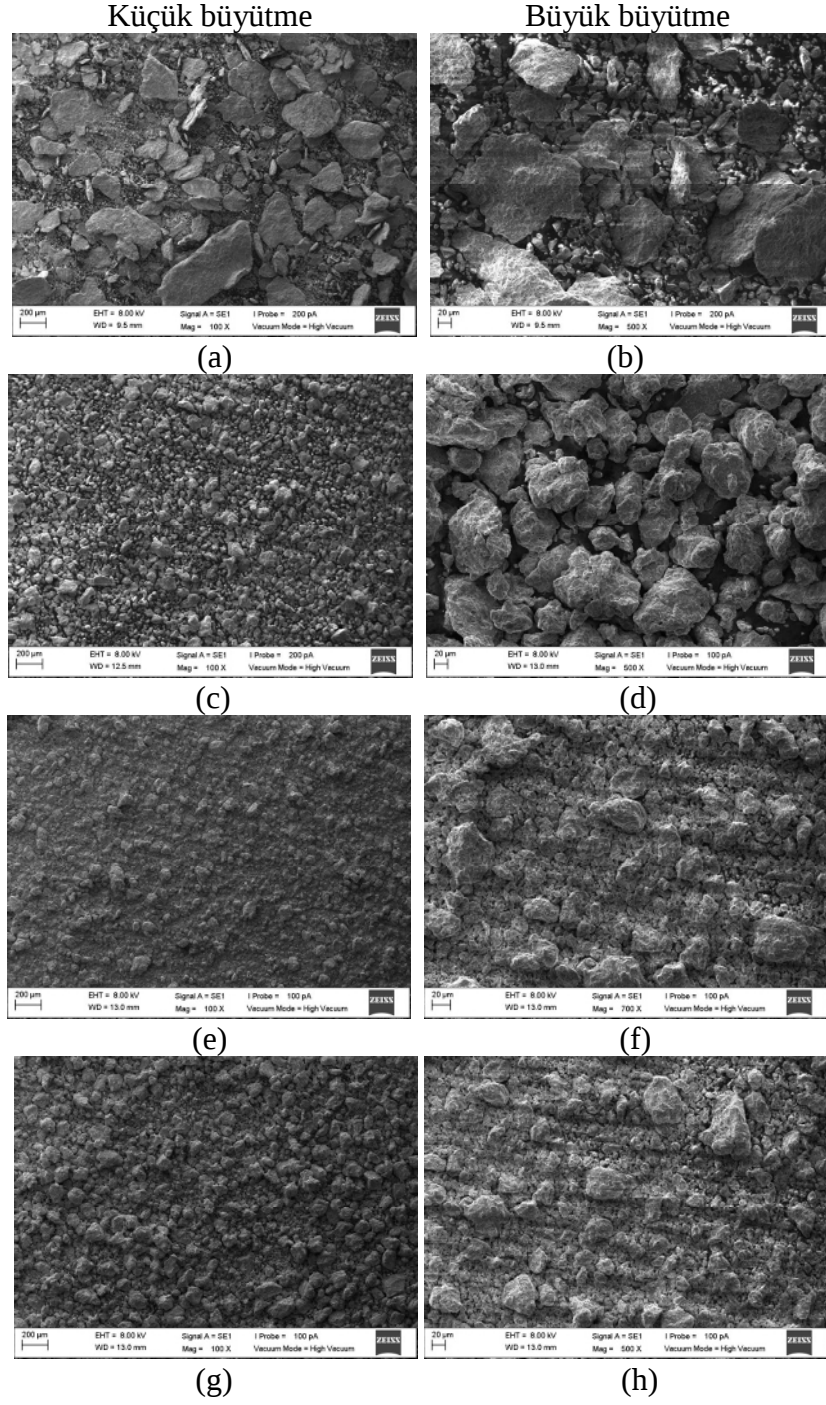
Şekil 3.4. Sünek-gevrek mekanik alaşımlama sisteminin aşamaları[9].

Geleneksel ODS(*Oxide dispersion strengthened*) alaşımları bu kategoriye girer. Çünkü kırılğan oksit parçacıkları sünek bir matris içerisine dağıtılmıştır. Al₂O₃ parçacık takviyeli alüminyum kompozit toz karışımı mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulmuştur. Şekil 3.4’ te Al alaşımı+%5Al₂O₃ kompozit tozlarının morfolojisine MA süresinin etkisi gösterilmiştir. Kompozit toz karışımının yüksek enerjili öğütme esnasında oluşan sünek-gevrek bileşenli alaşımlama sistemidir. Sürecin ilk aşamasında sünek Al tozları bilya-toz-bilya çarpışma etkisinden dolayı pulsu bir şekle dönüşmüşlerdir(Şekil3.5 a-b)(0,5saat). Gevrek olan Al₂O₃ tozları kırılarak daha küçük parçacıklar olarak sünek Al pulsu tozlar çevresinde birikmişlerdir. Al₂O₃ parçacıkları, katmanlar arası boşluklara ve yakın boşluklara yerleşmişlerdir. 0,5 saat alaşımlama süresinden sonra Al₂O₃ parçacıkları Al matrisine batmalar göstermiştir. Artan öğütme süresiyle deformasyon sertleşmesine uğramış alüminyum tozlarındaki kırılmanın artması ve sert Al₂O₃ tozlarının da kesme etkinliğinden dolayı tabakalar arasındaki mesafeler azalmıştır. 2 saatlik MA dan sonra Al₂O₃ tozlarının tamamen matris alaşımı içersine gömüldüğü görülmüştür (Şekil 3.5 c-d). Matris içersine gömülerek dağılan oksit parçacıkları, matrisin soğuk deformasyonu artırarak; toz parçacıklarının kırılmalarını ve sertleşmelerini arttırmasına neden olur. Buda Al₂O₃ parçacıklarının öğütücü bilyeler gibi görev yapmasıyla mekanik alaşımlama süresinin azalmasına sebep olmuştur. J.B.Fogonolo ve arkadaşları mekanik alaşımlama yönteminin Al matrisli kompozitin morfoloji ve mikro yapı üzerindeki etkisini

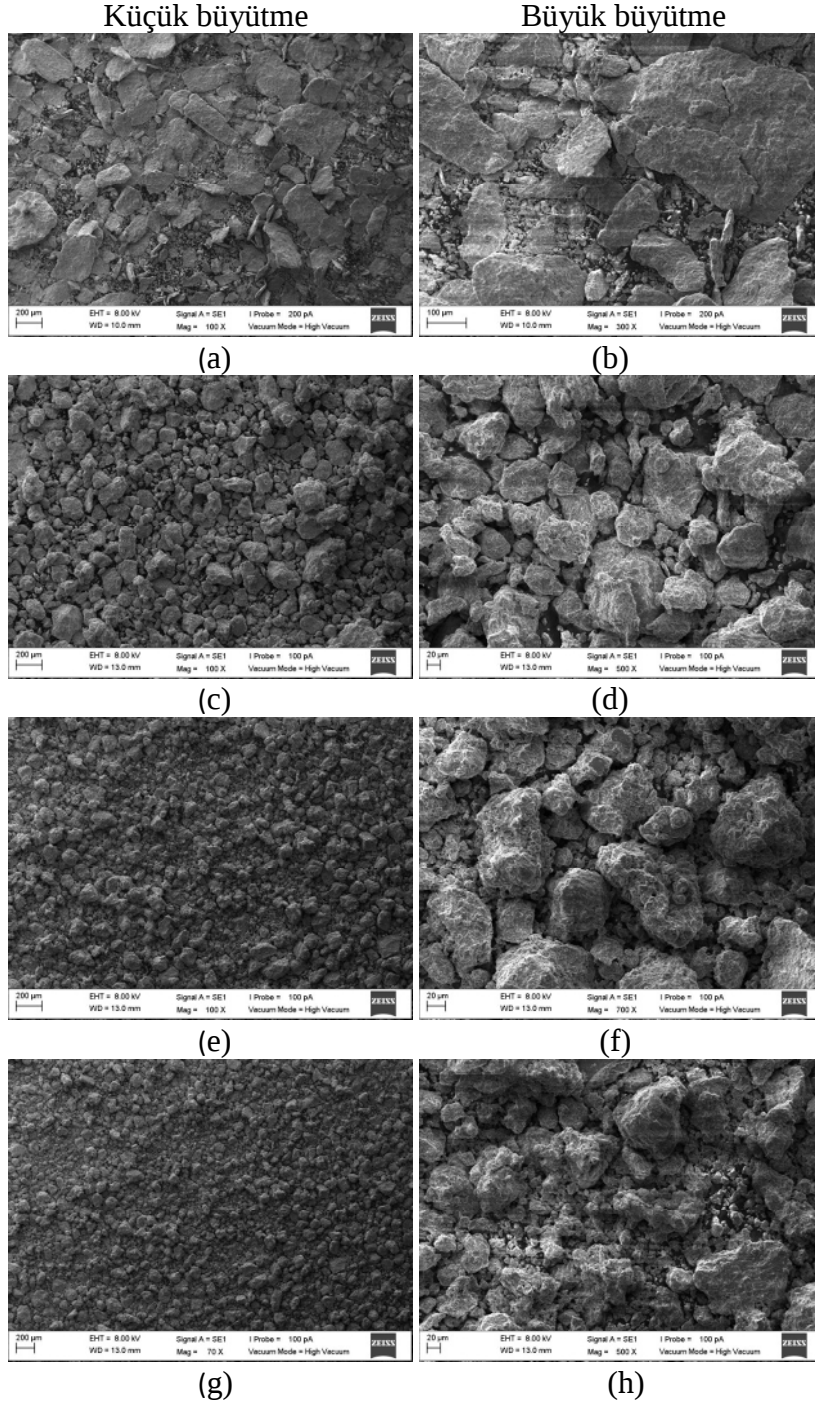
incelemelerinde ve Lu ve arkadaşları mekanik alaşımlama ile hazırlanan Al matrisli kompozitlerin mekanik özelliklerini iyileştirme üzerine yaptıkları çalışmalarda benzer sonuçları gözlemlemişlerdir. 5 saatlik MA süresinden sonra toz morfolojisinin eş eksenli yapıya yakınlaştığı görülmüştür (Şekil3.5e-f). 7 saatlik MA'dan sonra boyut aralığının da kararlı yapıya ulaşılmıştır (Şekil3.5g-h). Al alaşımı+%10Al₂O₃ ve Al alaşımı+%15Al₂O₃ kompozit tozlarının morfolojisindeki değişim de Al alaşımı+%5Al₂O₃ kompozitinkine benzer olmuştur. Ancak takviye miktarındaki artış matrisin soğuk deformasyonun sertleşmeyi artırarak toz parçacıklarının kırılma etkinliklerini iyileştirmiştir (Şekil 3.6 ve Şekil 3.7). Buda takviye elemanının etkinliğinden kaynaklanmaktadır ve benzer sonuçlarda başka çalışmalarda bulunmuştur [48,49].



Şekil 3.5. Al-5Al₂O₃ kompozit tozlarının morfolojisinin farklı mekanik alaşımlama süreleriyle değişimi (a-b) 0,5 saat, (c-d) 2 saat, (e-f) 5 saat, (g-h) 7 saat



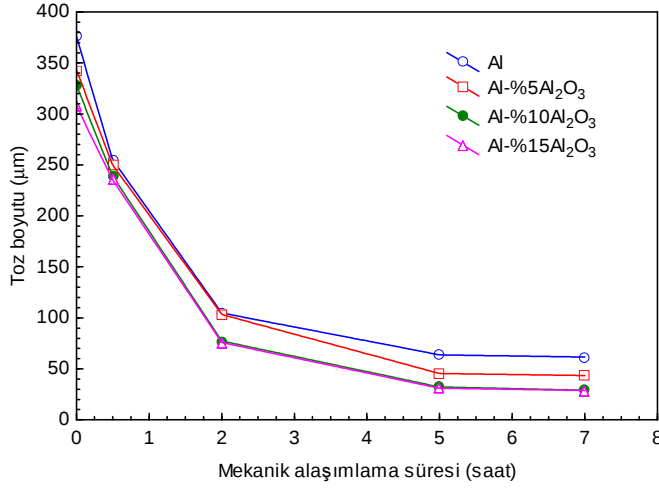
Şekil 3.6. Al-%10Al₂O₃ kompozit tozlarının morfolojisinin farklı mekanik alaşımlama süreleriyle değişimi (a-b) 0,5 saat, (c-d) 2 saat, (e-f) 5 saat, (g-h) 7 saat



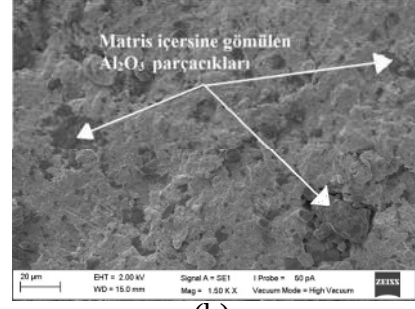
Şekil 3.7. Al-15Al₂O₃ kompozit tozlarının morfolojisinin farklı mekanik alaşımlama süreleriyle değişimi(a-b) 0,5 saat, (c-d) 2 saat, (e-f) 5 saat, (g-h) 7 saat

3.2.3. Toz Boyutu

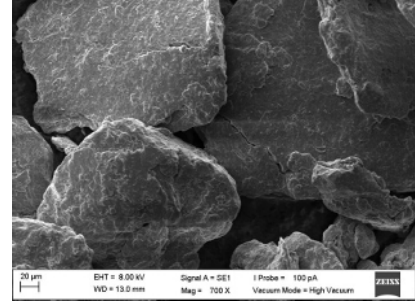
Al alaşımları ve kompozit tozlarının mekanik alaşımlanmasında toz karışımlarının boyutları alaşımlama süresinin artmasıyla azalmaktadır. Şekil 3.8a’da görüldüğü üzere alaşımlama süresinin artmasıyla her iki sistemde de (sünek-sünek ve sünek-gevrek) toz boyutunda küçülme olmakta ancak bu küçülme miktarı takviye miktarının artmasıyla daha da artmaktadır. Mekanik alaşımlamanın ilk aşamalarında sünek matris tozları yassılaşılarak, takviye tozlarında daha küçük parçacıklar şeklinde kırılarak ve matris tozuna batarak toz boyutunun küçülmesinde etkin rol oynarlar (Şekil 3.8b). Birbiriyle soğuk kaynama gerçekleştiren sünek tozların aralarına giren gevrek takviye tozları, alaşımlamanın ilerleyen safhalarında matris içersine gömülmeye devam ederek matris parçacıkların soğuk deformasyonuna katkıda bulunarak gevrekleşmelerini ve kırılabilirliklerini arttırmıştır (Şekil 3.8c). Buda artan öğütme süresi içerisinde kompozit tozlarının boyut düşüşünü önemli ölçüde artırmıştır. Kırılmanın daha etkin olduğu bu aşamalarda oksit parçacıkları matris içersinde dağılmaya devam ederken matris tozlarının öğütülmesi sırasında bilyenin etkinliğine benzer şekilde rol alırlar. 5 saat süreli mekanik alaşımlama sonrası tozlarda kırılma ve soğuk kaynak oluşma hızları birbirine yakın olur. 7 saatlik alaşımlama süresi sonuna yaklaşıldığında toz boyutunda kararlı hale ulaşılır (Şekil 3.8a). Bu aşamada tozların kırılma ve soğuk kaynaklanmaları tamamen yavaşladığı için tozların boyut değişimi durma noktasına gelmiştir. Şekil 3.8a’da da görüleceği üzere takviye oranındaki artış toz boyutunun azalmasında ve kararlı bir boyuta ulaşmada pozitif yönde etkilemektedir.



(a)



(b)



(c)

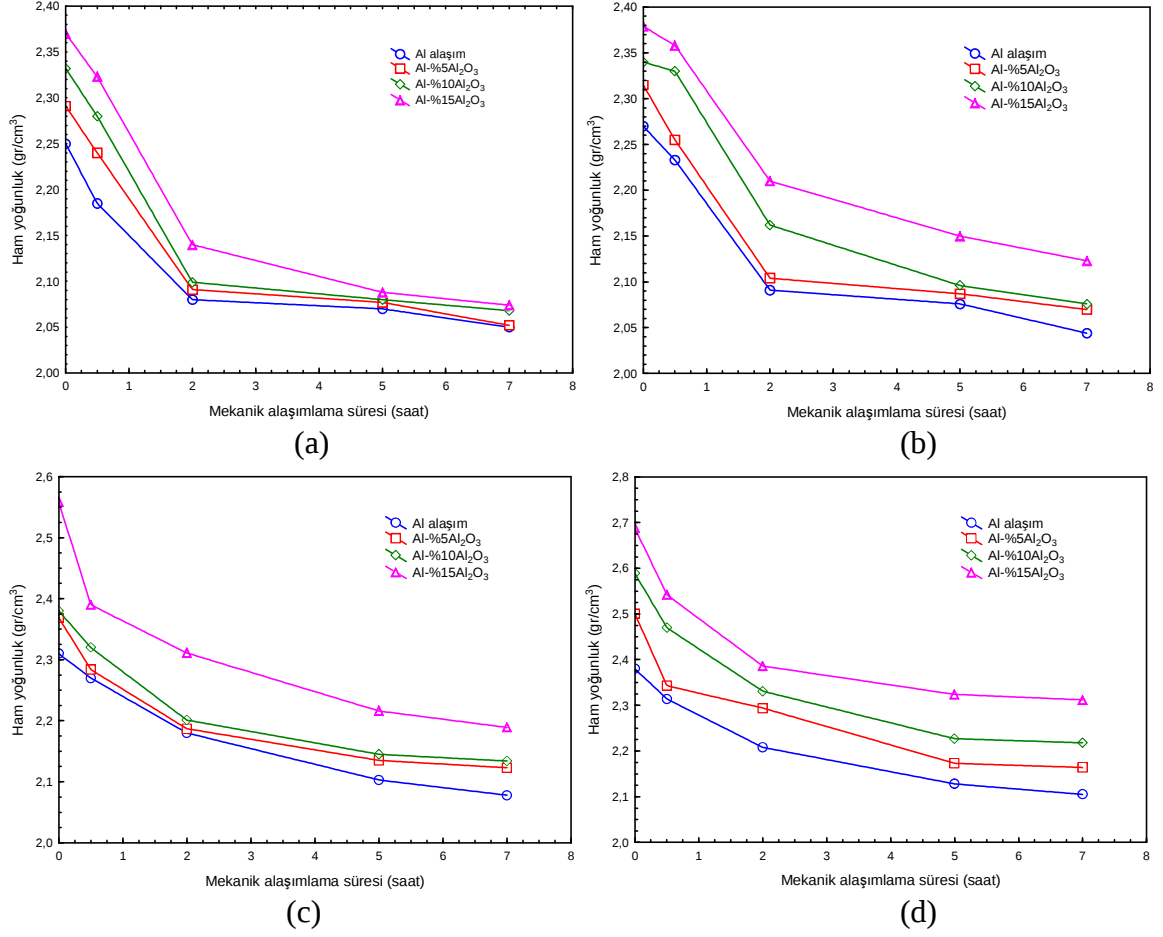
Şekil 3.8. (a) Al alaşımı ve Al₂O₃ kompozit tozlarının mekanik alaşımlama süresi ile toz boyutunun değişimi, (b) Matris tozu içersine Al₂O₃ tozlarının gömülmesi(0,5saat), (c) soğuk deformasyon sonucu tozların kırılması (0,5saat).

3.3. Al alaşımı ve Al-Al₂O₃ Kompozitlerinin Fiziksel Özellikleri

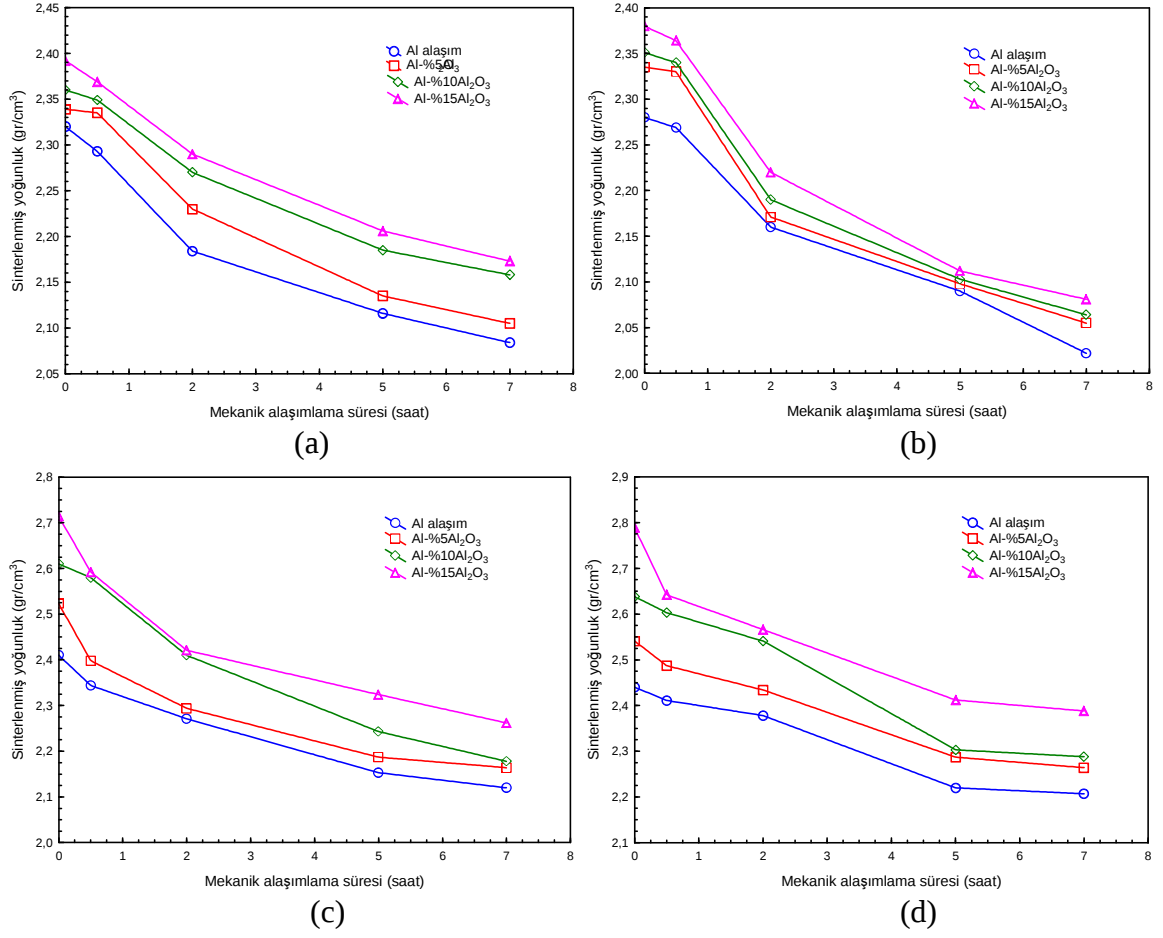
3.3.1. Al Alaşımı ve Al-Al₂O₃ Kompozitlerinin Yoğunlukları

Kompozit numunelerde takviye oranının artmasıyla birlikte yoğunlukları artmaktadır (Şekil 3.9, Şekil 3.10). yoğunluk artışının Al matrisine göre yüksek yoğunluklu Al₂O₃ takviye miktarının artmasındandır. Mekanik alaşımlama süresi arttıkça boyut küçüldüğü (Şekil 3.8) için hacim artarak yoğunluğun azalmasına sebep olmaktadır. Ayrıca farklı presleme basınçlarında (200,300,500 ve 700MPa) artan presleme basıncıyla ham yoğunlukları artmıştır (Şekil 3.9). Artan presleme basıncıyla tozların daha iyi paketlenmeleri ve gözeneklerin azalması basınç etkisiyle belirli oranda yoğunluklarında iyileşme sağlanmıştır. Sinterlenen numunelerde difüzyonun ve sıcaklığın malzeme taşınımına sebep olduğu için boyut küçülmelerine(hacim) sebep olması nedeniyle sinterlenen numunelerin yoğunluklarında bir artış görülmüştür (Şekil 3.10). Mekanik alaşımlama sürecinde Al alaşımın ve Al₂O₃ takviyeli kompozitin toz boyutlarındaki düşüş ve değirmen içersinde maruz kaldığı çarpışma etkisinden dolayı tozlarda soğuk deformasyonun oluşması tozların sıkıştırılabilme özelliğini kötü yönde etkileyerek yoğunluğu azaltmaktadır. Ayrıca

kompozit tozlarında bulunan Al_2O_3 parçacıkları yoğunluk artışında önemli etkisi olmasına karşın yüksek orandaki kırılmalar Al_2O_3 parçacıkların topaklanmalarına ve sinterleme sırasında Al_2O_3 yüzeylerinin düşük ergimeye sebep oldukları bildirilmiştir [50,51,52].

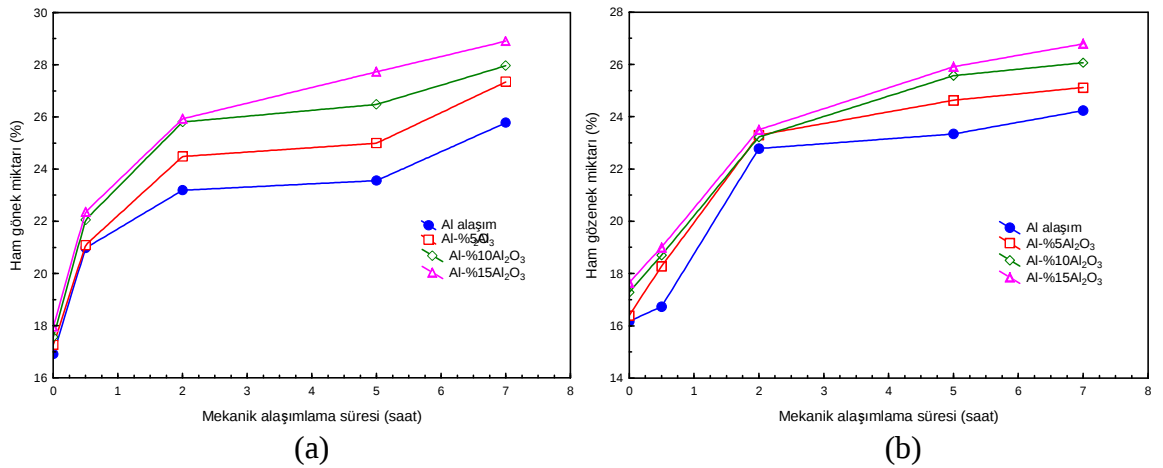


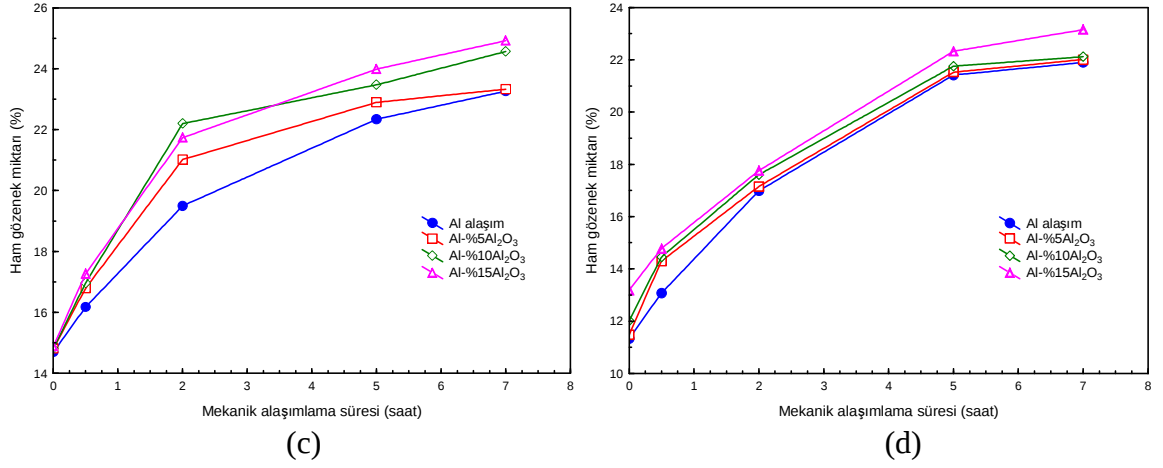
Şekil 3.9. Al alaşım ve Al- Al_2O_3 kompozitlerin farklı presleme basınçlarında ham yoğunluklarının alaşımlama süresi ile değişimi (a) 200MPa, (b)300MPa, (c)500 MPa, (d)700 MPa



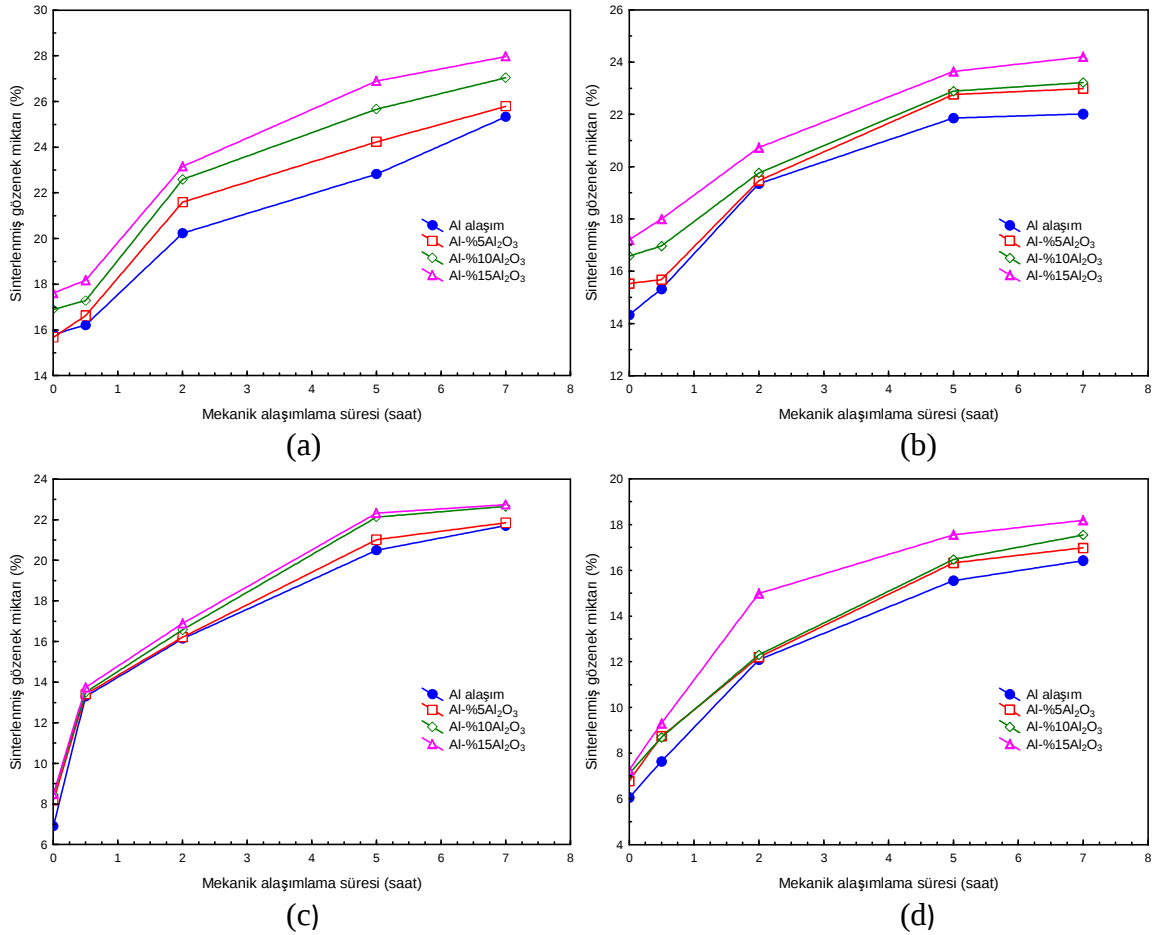
Şekil 3.10. Al alaşım ve Al-Al₂O₃ kompozitlerin farklı presleme basınçlarında sinterlenmiş yoğunluklarının alaşımlama süresi ile değişimi (a) 200MPa, (b)300MPa, (c)500 MPa, (d)700 MPa

Presleme basıncının artmasıyla ham yoğunluklarda artış elde edilmiştir. Tozlar birbirleriyle daha iyi paketlenmeleri için tozlar arası gözeneklerde azalmıştır (Şekil3.11). Sinterlenmiş numunelerin gözenek miktarı ham gözenek miktarından daha azdır (Şekil 3.12).

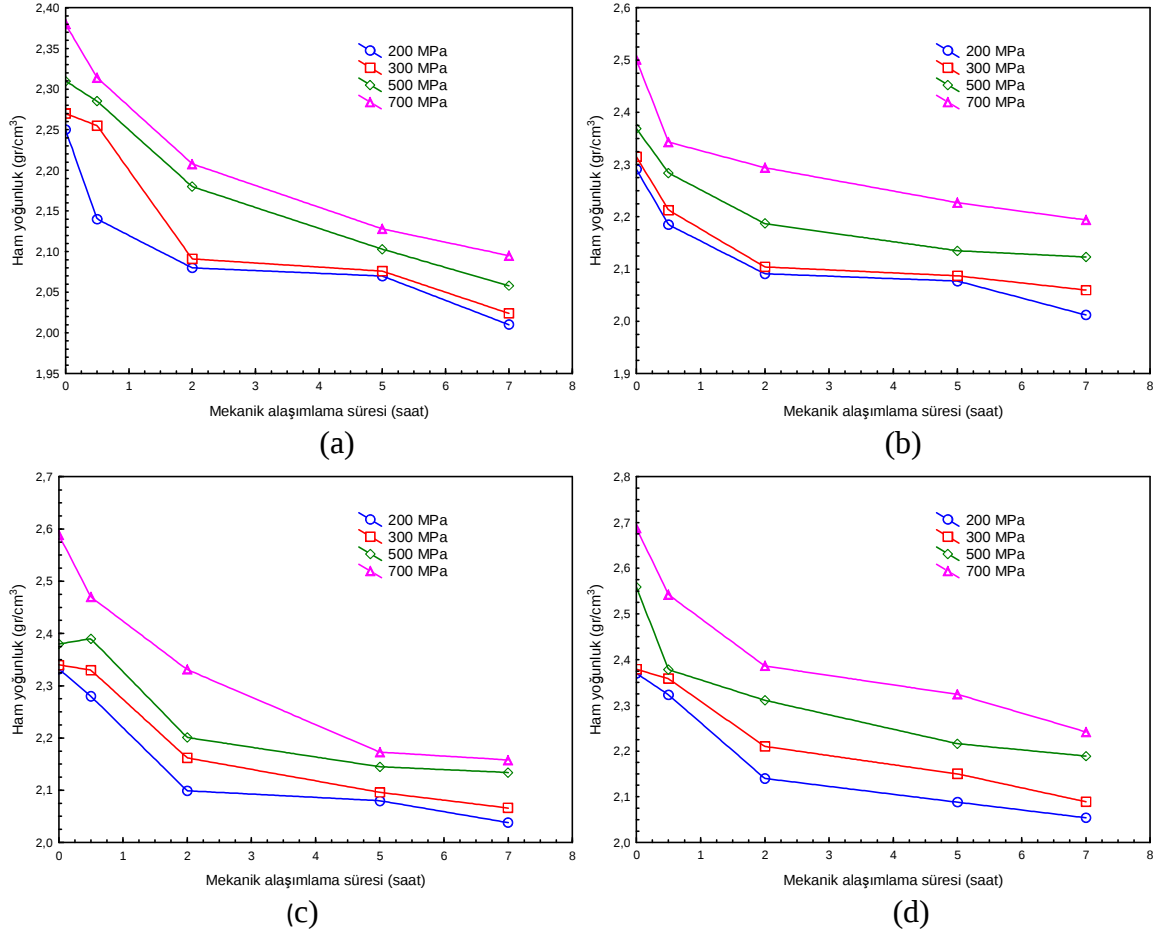




řekil 3.11. Al alařım ve Al-Al₂O₃ kompozitlerin farklı presleme basınçlarında ham gözenek miktarlarının alařımlama süresi ile deęiřimi (a) 200MPa, (b)300MPa, (c)500 MPa,(d)700 MPa

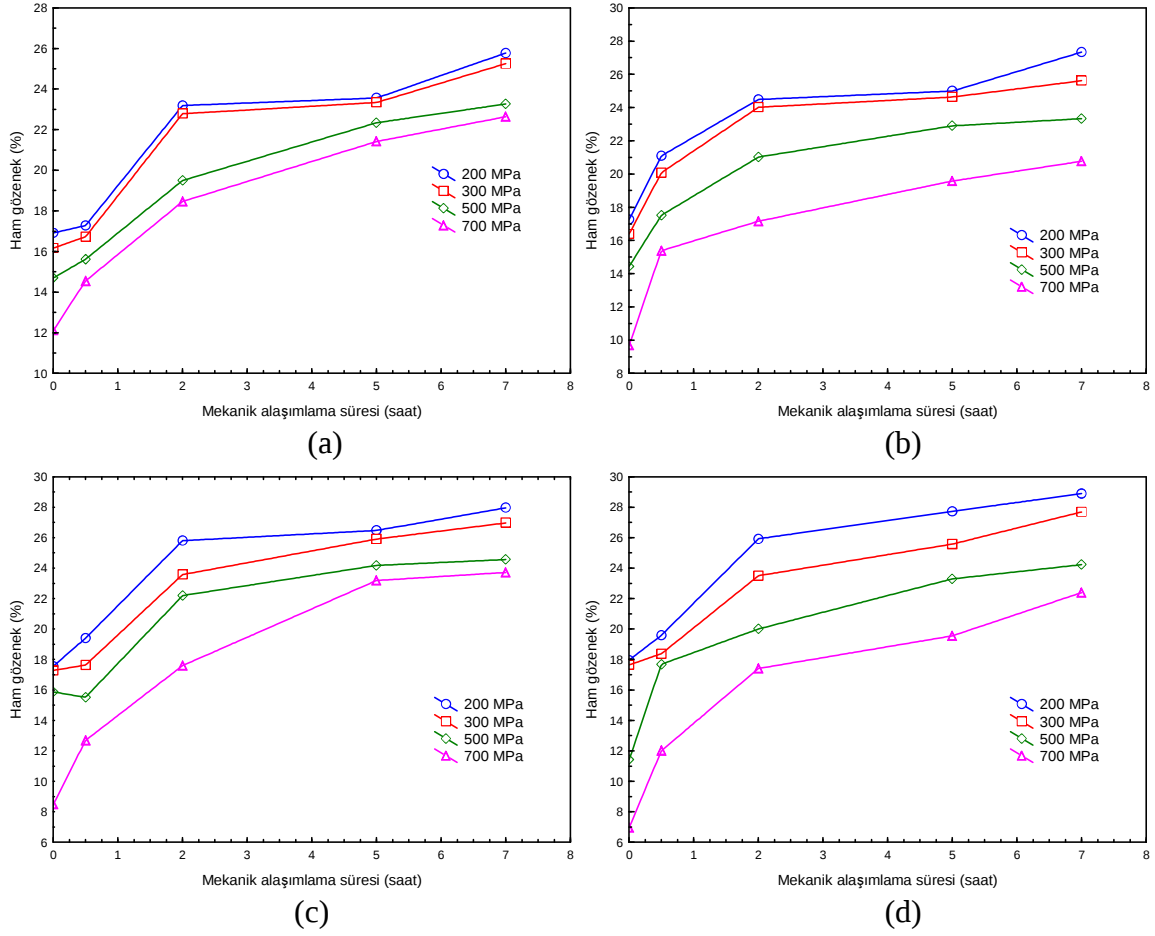


řekil 3.12. Al alařım ve Al-Al₂O₃ kompozitlerin farklı presleme basınçlarında sinterlenmiř gözenek miktarlarının alařımlama süresi ile deęiřimi (a) 200MPa, (b)300MPa, (c)500 MPa, (d)700 MPa



Şekil 3.14. Al alaşım ve Al-Al₂O₃ kompozitlerin presleme basıncı ile ham yoğunluğun değişimi (a) Al alaşım, (b) Al-%5Al₂O₃, (c) Al-%10Al₂O₃, (d) Al-%5Al₂O₃

Presleme basıncının artırılmasıyla toz iç gerilimlerine karşı koyan basıncın artması ham yoğunluk değerlerinin bir miktar artışına sebep olmuştur (Şekil 3.13). Gözenek miktarında da düşüş görülmüştür (Şekil 3.14). Takviye oranının artışı teorik anlamda ($\rho_{\text{Al}_2\text{O}_3}=3,95 \text{ gr/cm}^3$) yoğunluk değerlerinde bir miktar artışa eğilim göstermiş olsa bile sıkıştırılabilirliğe kötü yönde etkileyerek yoğunlukları azaltmıştır (Şekil 3.13).



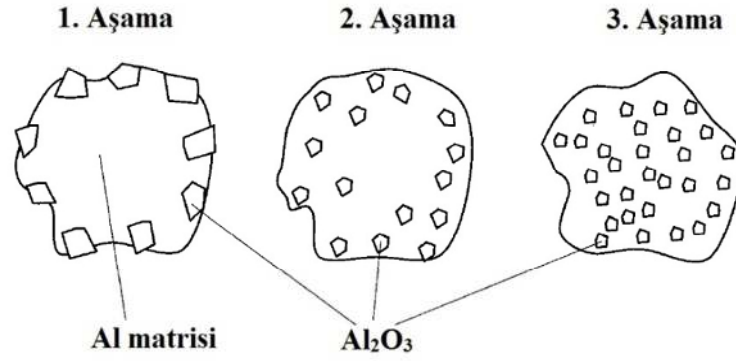
Şekil 3.14. Al alaşım ve Al-Al₂O₃ kompozitlerin presleme basıncı ile ham gözenek miktarının değişimi (a) Al alaşım, (b) Al-%5Al₂O₃, (c) Al-%10Al₂O₃, (d) Al-%15Al₂O₃

3.4. Metalografik İncelemeler

3.4.1. Toz Metalürjisi ve Mekanik Alaşımlama Prosesinin Karşılaştırılması

Mekanik alaşımlamanın uygulama sistematığı ve aşamaları Şekil 3.15’de verilmiştir. Birinci aşamada mekanik alaşımlama yapılmazsa geleneksel yöntem olan TM yöntemin de olduğu gibi takviye tozları matris alaşımlarının boyutuna göre, matris alaşımı tozlarının kenarlarında ve toz tabakalarının arasında yığılarak topaklanmaya sebep olurlar. Bu şekilde oluşacak kompozit malzemede istenmeyen bir durum olup oluşan malzemenin özelliklerini kötü yönde etkilerler. İkinci aşamada mekanik alaşımlama süre arttıkça sert takviye parçacıkları matris alaşımlarına batarak, kırılarak ve matrisin kırılmasında pozitif etki ederek homojen yapının oluşması için matris tozlarının dışında (toz tabakaları arasında) iç

kısımlara doğru hareket ederler. Bu esnada hem matrisin boyutunun küçültülmesine yardımcı olur hem de öğütme elemanlarının kendi kendilerine çarpmaları sonucu kırılmalara sebep olarak boyutları da küçülmektedir. Mekanik alaşımlama süresi arttıkça bu kırılmalar devam ederek daha homojen kompozitlerin üretilmesi sağlanır. Yeterli süre mekanik alaşımlama yapıldığı da tamamen homojen bir yapı elde edilecektir.

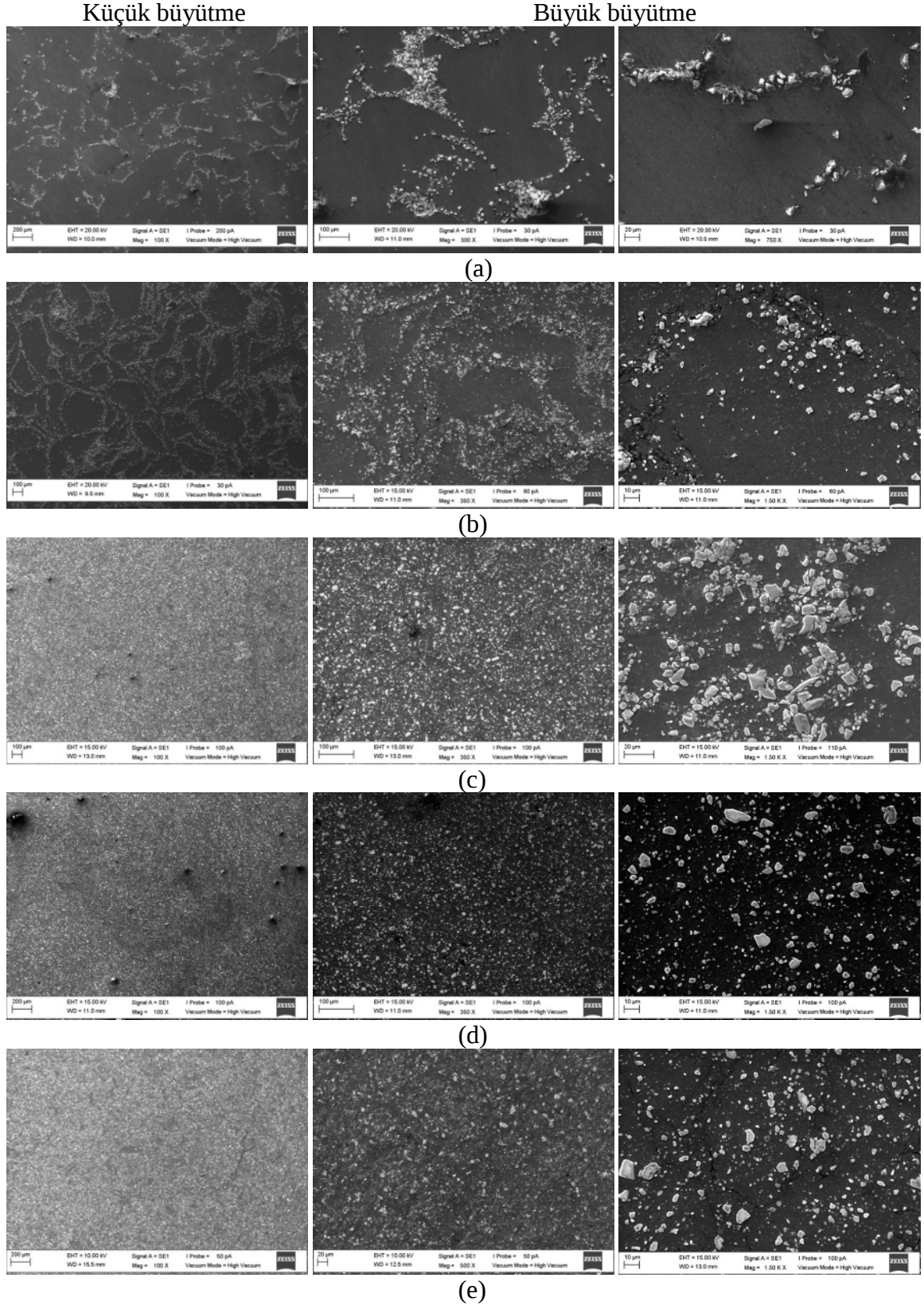


Şekil 3.15. Al matrisi içinde Al_2O_3 takviyesinin dağılım süreci [53].

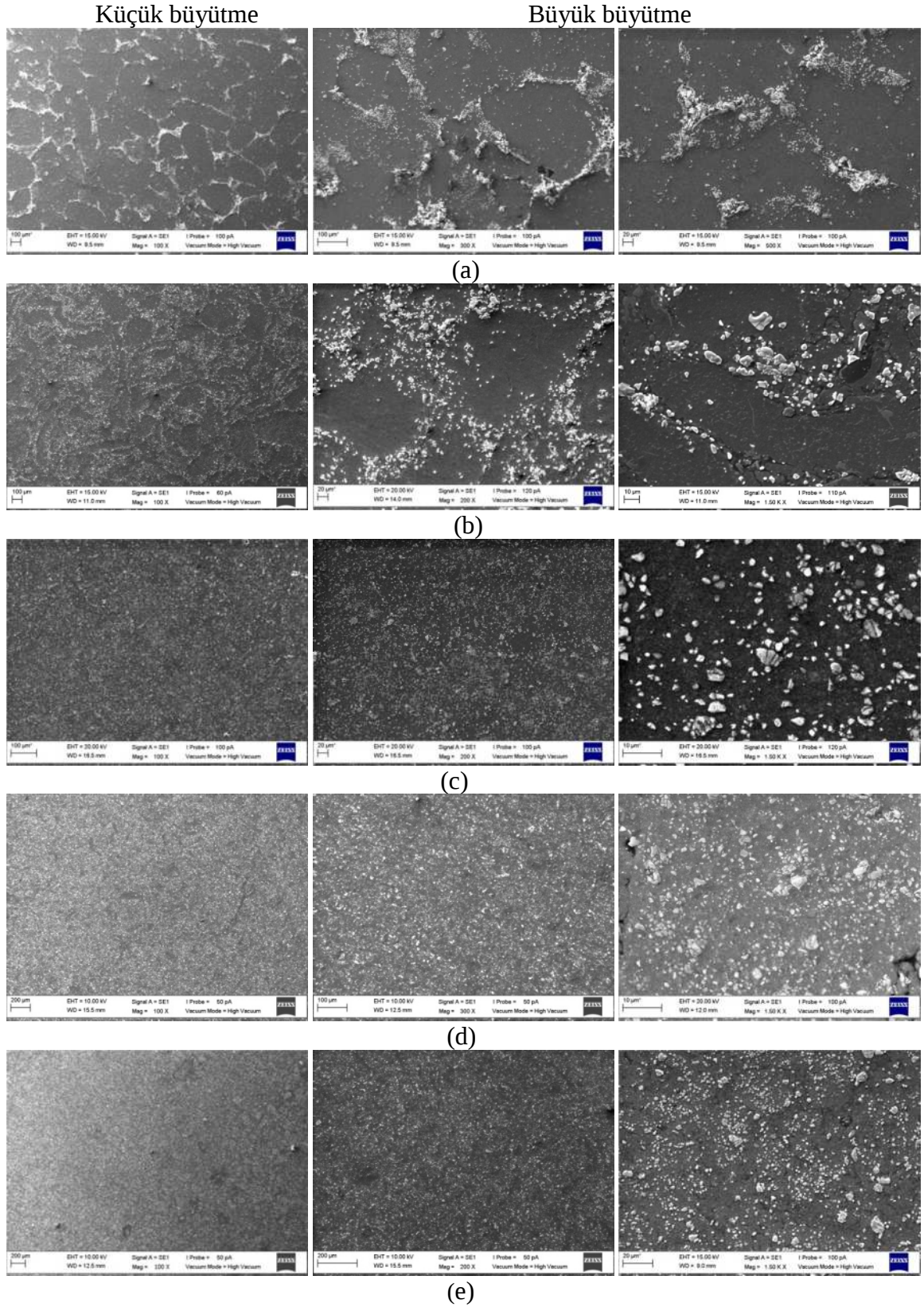
Kompozit üretimi için toz metalürjisi yöntemi kullanıldığında, takviye ve matris arasında geleneksel karışım yöntemiyle karıştırılır ve sonra soğuk presle basıldıktan sonra sinterlenerek farklı takviye oranlarına sahip kompozit numuneler elde edilir. Ancak toz metalürjisiyle üretiminde en önemli sorun matris ve takviye arasındaki ergime sıcaklıkları farklılıklarından dolayı tozlar sinterleme esnasında tane sınırlarında sinterleme için gerekli ergimeler oluşmaz. Ayrıca gevrek Al_2O_3 tozları Al toz tanelerinin sınırlarında toplanarak homojen bir dağılım elde edilemez (Şekil 3.16,17,18a,).

Sürecin ilk aşamalarında matris yüzeylerinde toplanan oksit parçacıklarından dolayı, 0,5 saat MA süresi sonrası tozların preslenmesinden sonra elde edilen numunelerin yüzeylerinde bu durum açıkça görülmektedir (Şekil 3.16a-b). Oksit parçacıklarının alaşımlama süresinin artışıyla beraber matris içersinde homojen dağılıma gidişi hızlandırmıştır (Şekil.3.16c-d). Çarpma etkisiyle kırılan ve daha küçük parçacıklara ayrılan oksit parçacıkları matris tozunun da kırılmasına katkıda bulunmuştur. MA yönteminde takviye ve matris tozları arasındaki boyut farkı azaltıldıkça takviye parçacıklarının matris içersinde homojen dağılımının oluşması sağlanmış olur (Şekil.3.18a-b). Aksi takdirde şekilde görüldüğü gibi Al_2O_3 takviyelerinin bir araya gelerek toplanması(homojen olmayan

durum) olayı gerçekleşir. Bu sorunda mekanik alaşımlama süresinin artırılması ile giderilmeye çalışılmıştır. Mekanik alaşımlama uygulaması farklı kompozit grupları ve farklı alaşımlama süreleri için Şekil 3.16, Şekil 3.17 ve Şekil 3.18’de verilmiştir. Şekillerde görüldüğü gibi mekanik alaşımlama süresi arttıkça takviye malzemelerinin Al matris içersinde homojenitesi artmaktadır.



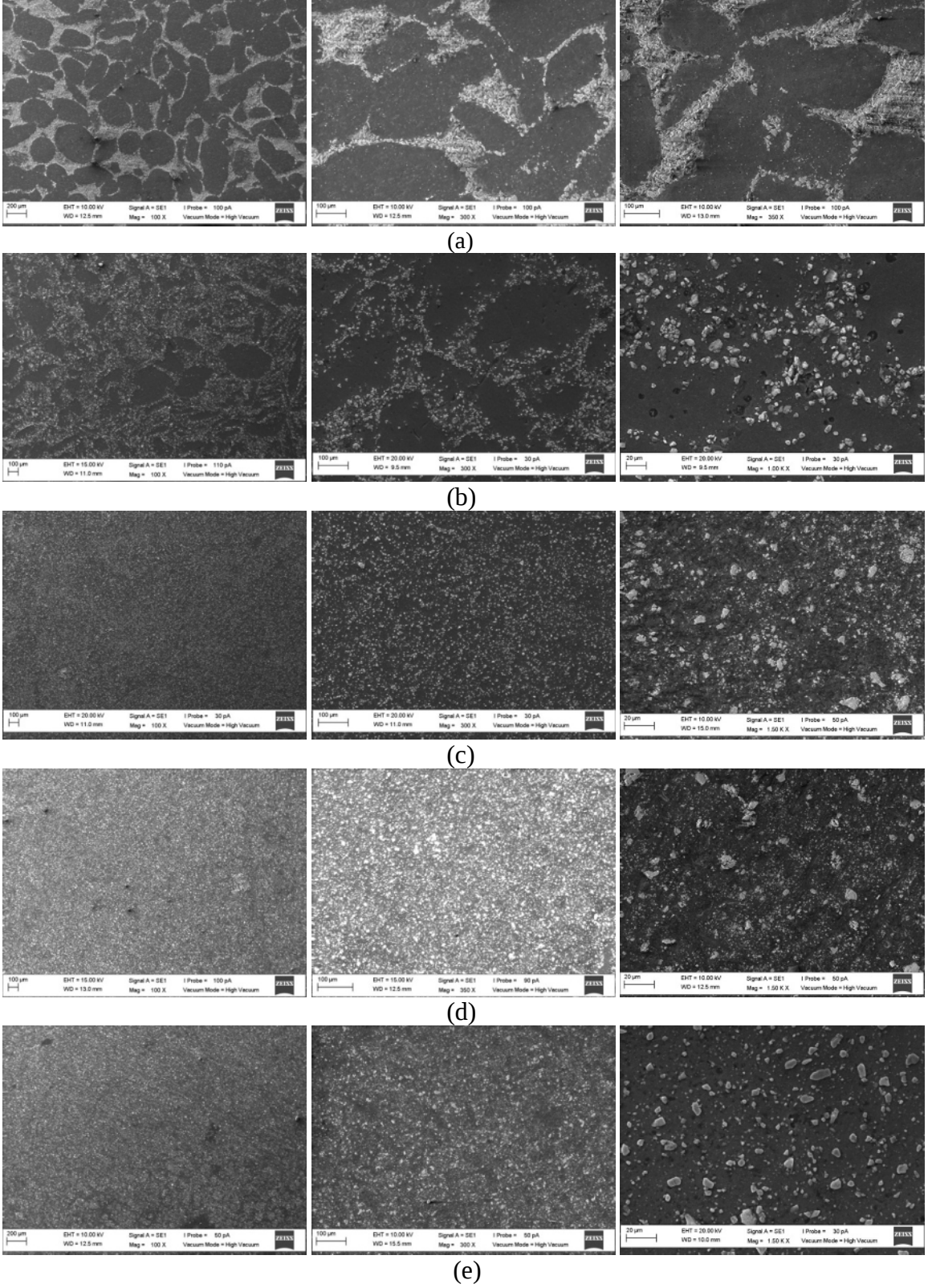
Şekil 3.16. Al- %5 Al₂O₃ kompozitlerinin farklı mekanik alaşımlama süreleriyle oluşan genel ve ayrıntılı iç yapı görüntüleri, (a) TM (0 saat), (b) 0,5 saat, (c) 2 saat, (d) 5 saat, (e) 7 saat



Şekil 3.17. Al- %10 Al₂O₃ kompozitlerinin farklı mekanik alaşımlama süreleriyle oluşan genel ve ayrıntılı iç yapı görüntüleri, (a) TM (0 saat), (b) 0,5 saat, (c) 2 saat, (d) 5 saat, (e) 7 saat

Küçük büyütme

Büyük büyütme



Şekil 3.18. Al- %15 Al₂O₃ kompozitlerinin farklı mekanik alaşımlama süreleriyle oluşan genel ve ayrıntılı iç yapı görüntüleri, (a) TM (0 saat), (b) 0,5 saat, (c) 2 saat, (d) 5 saat, (e) 7 saat

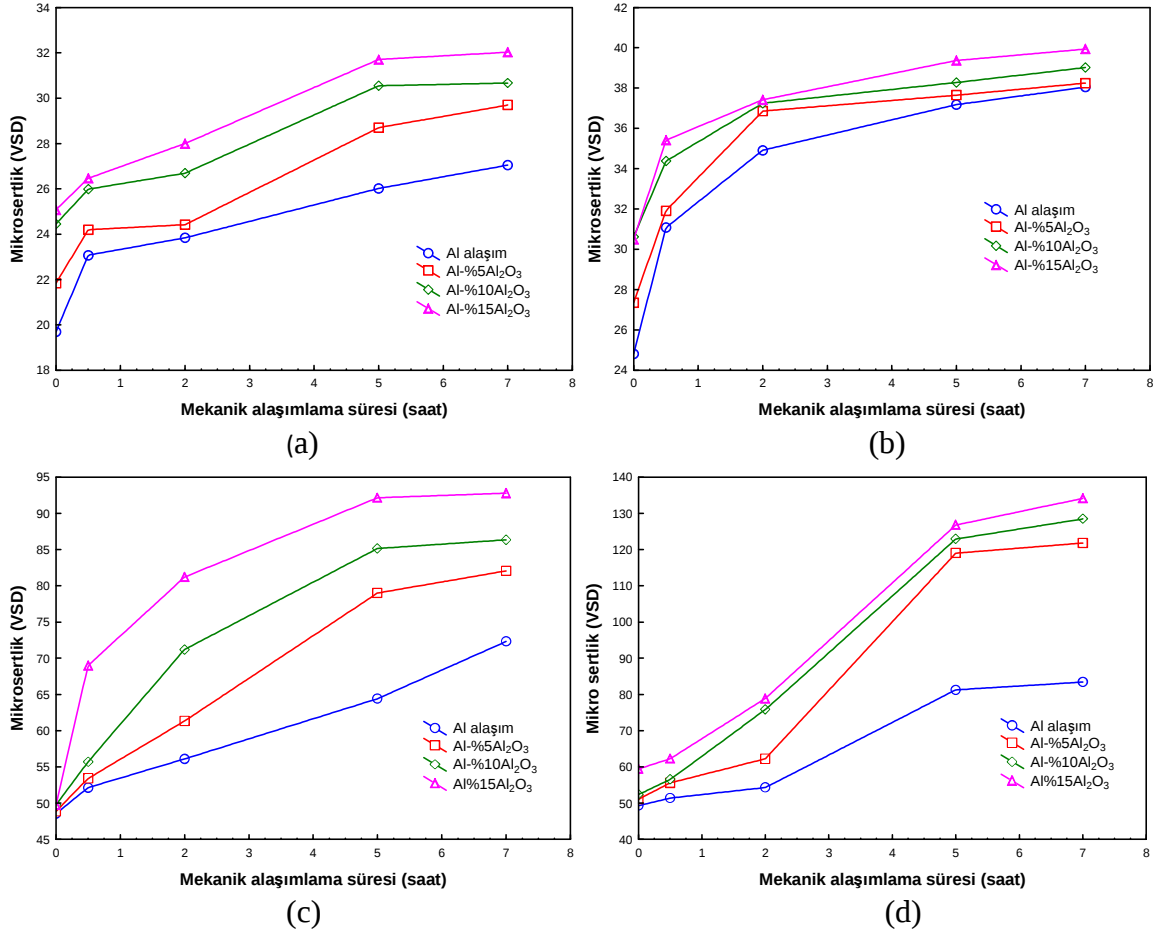
3.5. Bazı Mekanik Özelliklerin İncelenmesi

3.5.1. Sertlik Değerlerinin İncelenmesi

Mekanik alaşımlama işlemi gerçekleştirilen tozlarda soğuk deformasyondan dolayı meydana gelen mukavemet artışının belirlenmesi için mikrosertlik deneyleri, makro anlamda numunelerin içeriğine bağlı olarak (takviye miktarı, presleme basıncına göre) makro sertliğin belirlenmesine karar verilmiştir. Mekanik özelliklerin makro ve mikro anlamda değerlendirilmesinin malzemenin mukavemeti için önemli olduğu düşünülmektedir.

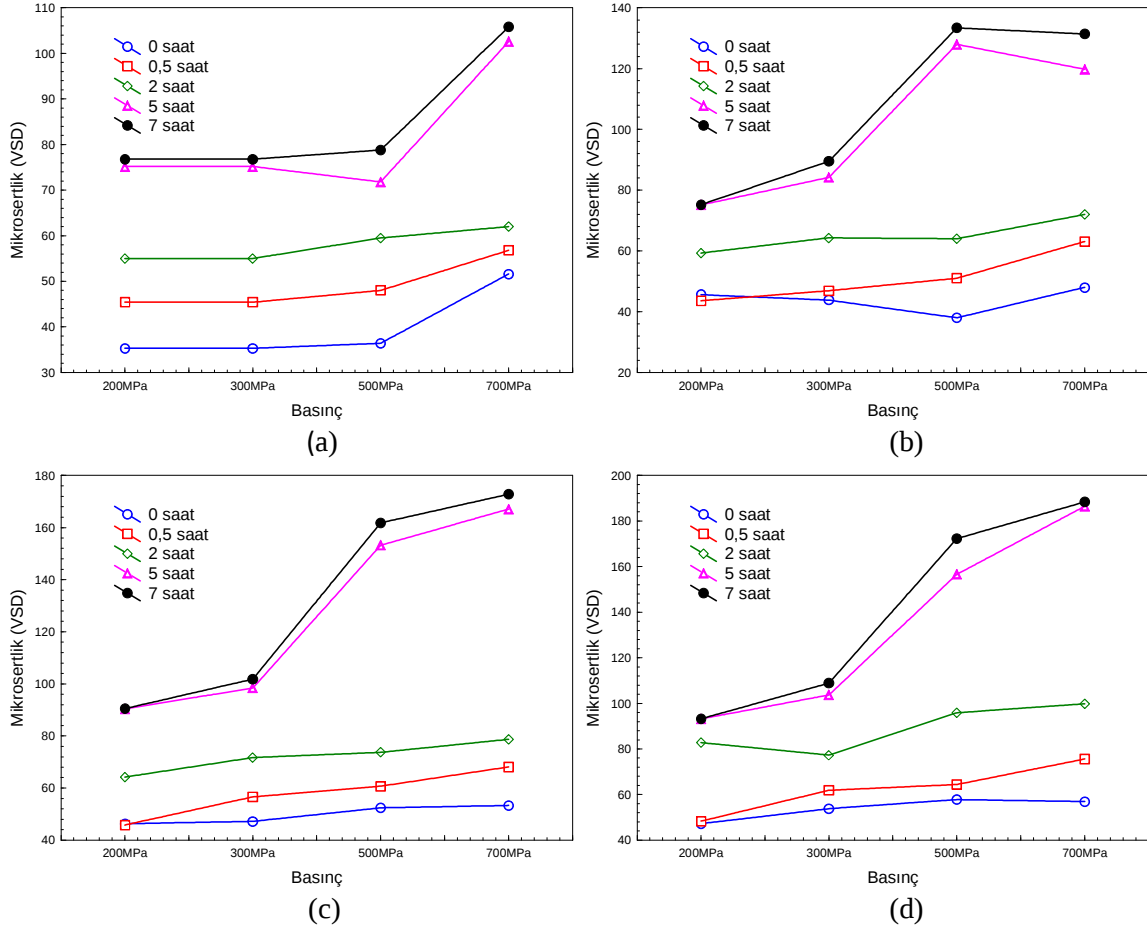
3.5.1.1. Mikro Sertlik İncelenmeleri

Değirmen içerisinde bulunan tozların bilye-toz-bilye çarpma etkisinden dolayı boyutlarında küçülme ve yapılarında dislokasyonlar oluşmuştur. Öğütme süresinin artışıyla sert alümina tozlarının kırılarak sünek Al alaşım tozları içersine gömülmüştür. Mekanik alaşımlama ve oksit tozlarının öğütme etkinliğinin artmasıyla Al alaşım tozlarının soğuk deformasyonu sonucu gevrekliğin artmasına ve kırılmasına neden olmaktadır. Ayrıca öğütme süresi artışıyla alümina parçacıkları arası mesafe kademeli olarak azalarak, matris içersinde homojen dağılım sergilerler. Al matris içersinde Al_2O_3 takviyesinin homojen dağılımı kompozit malzemenin sertlik değerlerinde artışına neden olmuştur (Şekil 3.19a,b). Presleme basıncının artışına paralel olarak kompozit numunelerinin sertliklerinde de artış belirlenmiştir (Şekil 3.20c,d). Kompozit numunelerde takviye oranının artışı ile birlikte sertlik değerleride artmıştır. Mekanik alaşımlanarak üretilmiş kompozitlerin sertlikleri ile TM'yle arasında belirgin farklar oluşur. Buradan, MA işlemi süresince tozların boyutsal ve şekilsel değişimi önemli derecede etkili olduğu belirlenmiştir [54].



řekil 3.19. Al alařım Al-Al₂O₃ kompozitlerin mikro sertlik deęerlerinin mekanik alařımlama süresi ile deęiřimi, (a)200MPa, (b) 300MPa, (c) 500MPa, (d) 700MPa.

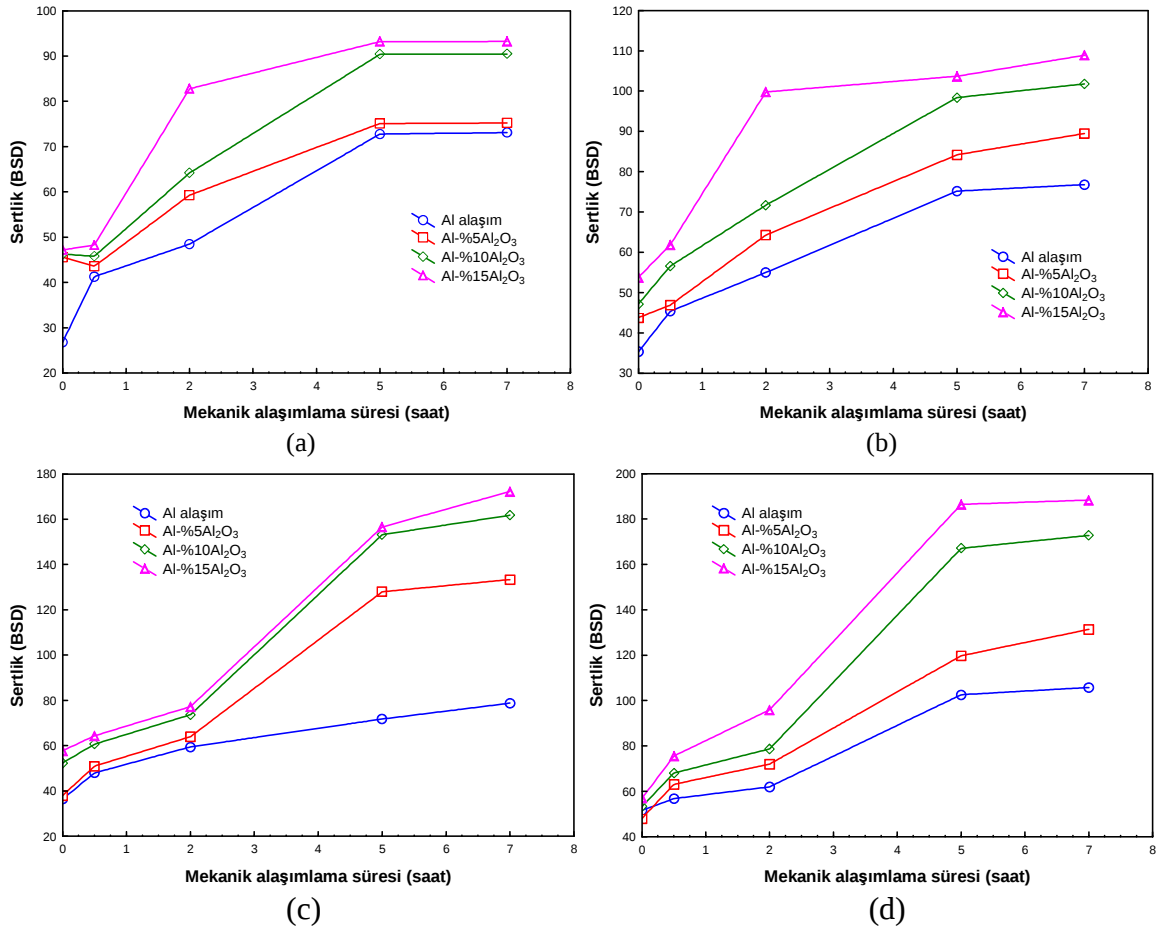
Farklı mekanik alařımlama sürelerinde elde edilen Al alařım ve Al₂O₃ takviyeli kompozit tozları 200, 300, 500 ve 700 MPa basınçlarda preslenerek ham numuneler elde edilmiřtir. Mekanik alařımlama iřleminin etkisiyle soęuk deformasyona uęrayarak iç gerilimleri artan tozlar ve Al₂O₃ oksit tozları preslenmeye karřı direnç kuvveti oluřturarak sıkıřtırılabilme özellikleri kötü yönde etkilenmiřtir. Ancak artan presleme basınçları tozlar arası gözeneęi azaltmıř ve buda malzemelerin mikro sertlik deęerlerini artırmıřtır. presleme kuvvetinin etkisiyle birlikte numuneler soęuk deformasyona uęramıřlardır. Pres kuvvetinin artıřıyla birlikte numunelerin sertliklerinde orantılı olarak artıř elde edilmiřtir (řekil.3.20).



Şekil 3.20. Mekanik alaşımlama süresine göre kompozitlerin farklı basınçlarda elde edilen mikro sertlik değerleri (a) Al alaşım, (b)Al-%5 Al₂O₃,(c)Al-%10 Al₂O₃, (d)Al-%15 Al₂O₃

3.5.1.2. Makro Sertlik İncelemeleri

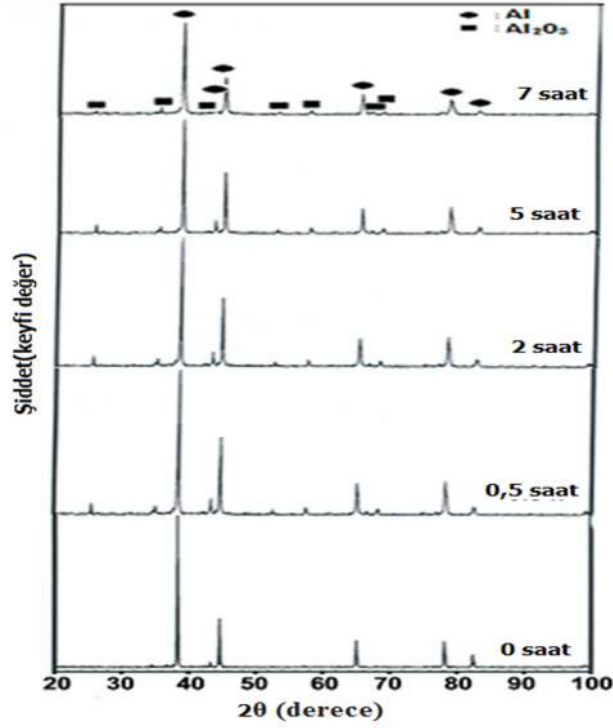
Al alaşım ve kompozit tozları mekanik alaşımlamayla boyutları düşmüş ve soğuk deformasyondan dolayı iç gerilmeler artmıştır. Ayrıca mekanik alaşımlama işleminin son aşamalarına doğru bu kararlı durum makro sertlik değerlerinde de görülmektedir safhasına ulaşılmış ve bu süreç sonunda homojen bir toz boyut dağılımı sağlanmıştır (Şekil 3.21). Farklı presleme basınçlarında soğuk preslenen alaşım ve farklı takviye oranlarına sahip kompozit tozlarında, presleme basıncının artışıyla birlikte daha iyi bir paketleme elde edilmiş ve ortalama makro sertlik değerlerinin birbirine yakın olduğu gözlemlenmiştir.



řekil 3.21. Al alařım Al-Al₂O₃ kompozitlerin makro sertlik deęerlerinin mekanik alařımlama süresi ile deęiřimi, (a)200MPa, (b) 300MPa, (c) 500MPa, (d) 700MPa

3.5.2. XRD sonuçları

Yapılan X-ışınları kırınımı deneylerinde elde edilen karakteristik pikler Şekil.3.22’de verilmiştir. Mekanik alaşımlama süresi arttıkça elde edilen XRD piklerinin genişliklerinin arttığı ve pik şiddetlerinin azaldığı gözlemlenmiştir. Ancak yapı içerisinde farklı yeni fazların oluşmadığı görülmüştür. XRD’de bize yapı içerisinde Al ve Al_2O_3 ‘ün piklerinin bulunduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 3.22. %15 Al_2O_3 -Al takviyeli kompozit tozlarından 0, 0.5, 2, 5 ve 7 saat mekanik alaşımlama sürelerine bağlı olarak elde edilen XRD deney sonuçları

4. İRDELEME

Mekanik alaşımlama yöntemiyle öğütülen Al alaşım tozlarının süreç içerisinde ki değişimi sünek-sünek sistemiyle edilir (Şekil 3.1). Sünek Al alaşım tozları bilyelerin çarpışma etkisiyle toz şekli pulsu şekle dönüşür (Şekil 3.2a,b). Mekanik alaşımlama süresinin ilk aşamalarında oluşan bu yapı bilyelerin çarpışmalarında aralarında kalan sünek Al alaşım tozlarının ezilerek yassı hale gelmesinden kaynaklanmaktadır. MA'ya etki eden parametrelerden biri olan işlem kontrol katkısı (İKK), sünek Al alaşım tozlarının MA sırasında aşırı soğuk deformasyondan dolayı bilyelere ve değirmen yüzeyine sıvanmasını engellemek amacıyla sisteme eklenmiştir. İKK olarak seçilen metanol, stearik asit, etanol gibi diğer İKK'lara göre daha etkili olduğu literatürdeki çalışmalarda bildirilmiştir [55]. İKK'lar çeşitli çalışmalarda farklı oranlarda eklenmişlerdir. Genel olarak toplam toz ağırlığının % 1-4 arası sisteme katılan İKK'ların çalışmamızda ağırlıkça %1,75 olarak belirlenmiştir. İKK oranının fazla olması durumunda mekanik alaşımlama süreci kötü yönde etkilendiği çalışmalarda belirlenmiştir [56]. Çünkü MA sürecinde oluşan kırılma ve soğuk kaynama tekrarlı döngülerini kısıtlayarak MA sonrası elde edilen tozların kalitesini düşürmüş ve kirlenmelere nede olduğu farklı çalışmalarda bildirilmiştir [57].

MA'nın ilk yarım saatlik aşamasında yassılaştan tozlar birlikte soğuk kaynamaya uğrayarak lameler kompozit görünümü almışlardır (Şekil 3.3a). Literatürde yaygın olarak elde edilen sonuçlara göre mekanik alaşımlamanın ilk safhalarında toz boyutunda artma gözlemlenmesine rağmen, araştırmamız da kullanmış olduğumuz Al alaşımın toz şekli ligament olmasından dolayı, bu çalışmada toz boyutunda artış belirlenmemiştir. Artan öğütme süresiyle birlikte bilya-toz çarpışmaları sonucu tozlar soğuk deformasyona uğrayarak iç gerilmeleri artar ve gevrekleşirler [58,59]. Gevrekleşen tozlar kırılarak daha küçük boyutlara sahip olmuşlardır (Şekil 3.1e,f).

MA'da sünek-gevrek sistemiyle elde edilen %5Al₂O₃-Al kompozitleri MA'nın ilk yarım saatlik öğütme süresi boyunca gevrek alümina parçacıkları bilye çarpışmalarının etkisiyle kırılarak daha küçük parçacıklara kırılırken, sünek alaşım tozları birbiriyle soğuk kaynamaya uğrayarak pulsu hale dönüşmüşlerdir (Şekil 3.5 a,b). Artan öğütme süresiyle birlikte alümina tozları sünek Al matris tozlarını dış yüzeylerine gömülmeye

başlamışlardır. Alümina tozu sünek Al matris tozu içerisinde hareket ederek, Al tozunda soğuk deformasyon ve kesme kuvveti etkilerini arttırarak Al tozunun kırılmasını hızlandırmıştır [60]. 2 saat MA süresi sonrasında Al tozları kırılarak daha küçük boyutlara sahip olmuştur (Şekil 3.5c,d). İlerleyen alaşımlama süresince kırılma işlemi etkin hale gelmiştir. 5 saat süren MA işlemi sonrasında alümina tozları matris tozları içersine tamamen gömülmüşlerdir(Şekil 3.5e,f). SEM görüntülerinden 5 saat öğütme sonrası elde edilen toz boyutunun, başlangıçtaki toz boyutlarına göre önemli oranda düştüğü gözlemlenmiştir. Mekanik alaşımlamanın 7 saatlik öğütme süresi sonrasında kompozit tozlarının daha eşeksizli halde oluştukları belirlenmiştir. Bu safhada soğuk kaynama ve kırılmanın azalmış ve kararlı hal safhasına ulaşılmıştır. Bu aşamada alümina tozları homojen bir boyut dağılımına sahip olduğu belirlenmiştir (Şekil 3.5 g,h).

Al matris içersinde takviye oranının artışıyla toz boyutunun azalması hızlanmıştır. Bu durum gevrek alümina tozlarının sünek Al matris tozu içersinde oluşturduğu soğuk deformasyon ve kesme etkisinden kaynaklandığı çalışmalarda bildirilmiştir [61].

Sünek-sünek ve sünek-gevrek sistemleri karşılaştırıldığında boyut değişimi arasındaki farklılıklar belirgin olarak görülmektedir (Şekil 3.8a). Boyut düşüşünde MA sistemi oldukça etkilidir. Al alaşım ve Al_2O_3 takviyeli kompozitin MA sonrası elde edilen toz boyut değerleri, MA öncesi toz boyutuna göre oldukça düşük olduğu belirlenmiştir (Şekil 3.8a). kompozit tozları içersinde bulunan takviye parçacıklarının boyut değişimi üzerindeki etkisi lüiteratürdeki çeşitli yayınlarda da belirlenmiştir [62,63,64]. MA'da üretilen farklı hacim oranlarına sahip(%5,10,15) Al_2O_3 takviyeli kompozit tozlarında, takviye oranının artmasıyla toz boyutu azalmasında iyi yönde etkisi olduğu gözlemlenmiştir. Takviye oranının artması sünek-gevrek siteminde oluşan kesme ve soğuk deformasyon şiddetinin artışına neden olarak kompozit tozlarının daha kısa MA sürelerinde kararlı hal safhasına ulaşmasını sağlamıştır.

Kompozitin takviye oranının artışıyla yoğunluklarında artış olmuştur. Takviye olarak eklenen Al_2O_3 tozunun yoğunluğunun Al alaşımından fazla olmasından dolayı takviye oranının artışı kompozitlerin yoğunluk değerlerini etkilemiştir (Şekil 3.9). ayrıca artan presleme basıncıyla birlikte Al alaşım ve Al- Al_2O_3 takviyeli kompozitlerin ham yoğunluklarında artış elde edilmiştir. Farklı presleme basınçlarında(200,300,500,700MPa) paketlenen alaşım ve kompozit tozlarının ham yoğunluklarında artış elde edilirken ham gözenek oranlarında azalma belirlenmiştir.(Şekil 3.9a,b,c,d).

Farklı Mekanik alaşımlama süreleriyle elde edilen kompozit tozlarının , alaşımlama süresinin artışıyla soğuk deformasyon ve kesme etkilerinden dolayı iç gerilimleri artmıştır ve buda kompozit ve alaşım tozlarının sertliğini arttırmıştır. Sertliği artan kompozit ve alaşım tozlarının paketlenebilme özellikleri azalmıştır. Bundan dolayı MA işlemi kompozit ve alaşım tozlarının paketlenebilme özelliklerini kötü yönde etkileyerek ham yoğunluklarını azaltmış ve buna bağlı olarak gözenek oranını arttırmıştır (Şekil 3.11). Ham numuneler sinterlenme işlemi sonrasında yoğunluk değerlerinde artış olduğu belirlenmiştir. Buda sinterleme esnasında sıcaklık ve difüzyonun malzeme taşınımına sebep olmasından dolayı yoğunluklarında artış olmuştur (Şekil 3.10). Malzeme taşınımından dolayı, numune bulunan gözenek miktarında da azalma belirlenmiştir(Şekil 3.12).

Al alaşım ve kompozit tozları MA süresi boyunca toz boyutu azalmıştır (Şekil 3.8a). toz boyutunda azalma takviye miktarı arttıkça hızlanmıştır. Bunun sebebi olarak matris içersine dağılan oksit parçacıkları matrisin soğuk deformasyonunu arttırarak tozların kırılma şiddetlerin arttırmalarını matris tozlarının kırılmalarına katkıda bulunmuştur. MA sürecinin ilk(0,5saat) ve orta safhalarında (2 ve 5 saat) önemli oranda bir boyut azalması meydana gelirken, son safhada tozlar da (7saat) kırılma şiddetinin azaldığı ve ortalama toz boyutunun homojen dağılımı elde edilmiştir. Kararlı hal safhasına ulaşıldığında tozlarda boyut azalışı çok azdır. Bu safhada tozlar eşekslenli bir morfolojiye sahip olmaktadırlar. Kararlı hal safhasının bitirerek daha düşük toz boyutu elde edebilmek amacıyla MA parametrelerinin değiştirilebilmesi gereklidir .

TM yöntemiyle üretilmiş Al_2O_3 takviye parçacıkları sünek Al matris tanelerinin sınırları boyunca toplanmışlardır (Şekil 3.16a). TM yöntemiyle üretilen kompozit deki dağılıma benzer bir yapı 0,5 saatlik MA sonrası elde edilmiştir (Şekil 3.16b). Ancak daha ayrıntılı büyütme incelendiğinde TM bulunan oksit parçacıklarında kırılmaların dolayı boyut değişimi yada sünek matris içersine bir batma meydana gelmemiştir. MA ile saatte üretilen kompozit numunesinde ise Al_2O_3 takviye tozlarında kırılmalar olduğu ve Al matris içersine batmaların meydana geldiği açıkça gözlemlenmiştir. Artan MA süresi boyunca gevrek oksit parçacıkları kırılarak sünek Al matrisi içersine dağılmışlardır. MA nın 2 saatinde ilk safhasında gözlemlenen sünek Al tozları boyunca toplanmış olan Al_2O_3 takviye parçacıkları kırılarak daha küçük boyutlara ulaşmış ve Al matris içersine dağılmışlardır (Şekil 3.16c). Sünek Al matris içersine bulunan takviye tozları arası mesafe oldukça

fazladır ve oksit dağılımında homojenlik sağlanamamıştır. 5 saatlik mekanik alaşımlama süresi sonrasında Al_2O_3 parçacıkları daha küçük boyutlara ulaşmış ve matris içerisinde homojen bir boyut dağılımı sağlanmıştır (Şekil 3.16d). kararlı hal safhası ulaşıldığında Al matris boyunca Al_2O_3 homojen bir dağılım elde edilmiştir (Şekil 3.16e).

Hacimce %10 ve 15 oranlarında takviye edilmiş Al matrisli kompozitlerin üretim mekanizmasında takviye oranının artışıyla oksit parçacıklarının matris içerisinde dağılımı artar. Matris içerisinde bulunan Al_2O_3 parçacıkları arası mesafe takviye oranının artması sonucunda azalmıştır (Şekil 3.17,18).

Artan MA süresiyle birlikte tozların Al alaşım ve Al_2O_3 parçacık takviyeli kompozitlerin mikro sertliklerinde artış belirlenmiştir. Bunun sebebi olarak öğütücü elemanlarının matris tozu üzerinde soğuk deformasyon ve kesme etkisiyle birlikte sünek matris tozun sertleşmesine neden olmuştur (Şekil 3.19). Artan öğütme süresiyle birlikte matris içerisinde Al_2O_3 parçacıklarının homojen dağılımının sağlanarak kompozit tozların sertlik değerlerinde artış sağlanmıştır. Artan presleme basınçlarında sertlik değerlerinde artış elde edilmiştir. Buna sıkıştırılan tozların presleme basınçlarının etkisiyle tozlar arasında gözenek miktarının azalması ve daha sıkı bir yapının elde edilmesinden kaynaklanmaktadır.

Kompozit numunelerin artan presleme basınçlarında makro sertlik değerlerinin arttığı belirlenmiştir. Presleme esnasında tozların daha iyi paketlenerek gözenek miktarının azalmasından dolayı elde edilen sertlik değerlerinin birbirine yakın olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 3.20). Takviye oranının kompozitlerin preslenme özelliğini kötü yönde etkilemesinden dolayı düşük presleme basınçlarında yeterli sıkıştırılamayan kompozit tozların sertliklerindeki kötü yönde etkilemiştir. Farklı çalışmalarda mekanik alaşımlama işleminin artan öğütme süresi ile birlikte tozlar üzerinde meydana gelen soğuk deformasyon ve kesme etkisinin kompozit tozlarının sertlik değerlerinin artışında daha etkin olduğu belirlenmiştir (Şekil 3.21) [65].

Artan öğütme zamanıyla piklerin genişlikleri kademeli olarak artarken şiddetleri azalmıştır. Tozların XRD analizi öğütme esnasında herhangi bir yapısal değişimin olmadığını göstermiştir (Şekil 3.22).

5. SONUÇLAR

1. Hem Al alařımı hemde Al-Al₂O₃ tozları 5 saatlik mekanik alařımlama süresi sonunda hemen hemen kararlı toz boyutuna erişilmiştir.
2. Mekanik alařımlama süresi arttıkça . Al₂O₃ takviye parçacıklarının Al alařım matris içerisinde homojenitesi artmıştır. Özellikle 5 saat sonunda homojenite de kararlı hale ulařılmıştır. Ayrıca MA süresi arttıkça hem matris hem takviye toz boyutları azalarak daha ince boyutta takviyenin matris içerisinde homojen dağılımı sağlanmıştır.
3. Takviye oranındaki artış mekanik alařımlamanın etkinliğini arttırmış ve boyutunun azalmasını sağlamıştır.
4. MA gerçekleştirilirken takviye miktarının artması teorik anlamda ($\rho_{Al_2O_3}=3,95$) yoğunlukları bir miktar arttırsa da yine de MA süresi arttıkça yoğunluk değerleri azalmaktadır.
5. Presleme basıncı arttıkça Al alařım ve Al-Al₂O₃ kompozitlerinin yoğunluk ve sertlik değerleri artarken gözenek değerleri azalmıştır.
6. Takviye miktarının artmasıyla sertlik ve gözenek değerleri artmıştır.

6. ÖNERİLER

1. Mekanik alaşımlama süresi arttırılarak nano boyutlarda kompozit üretilebilir.
2. Takviyelerin farklı boyutlardaki takviye parçacıkları, benzer boyutlardaki sünek tozları ile MA işlemi uygulanarak takviye-matris boyu oranının fiziksel özelliklerine etkisi incelenebilir.
3. Sünek-sünek ve sünek-gevrek öğütme sistemlerinin incelendiği bu çalışma sonrasında gevrek-gevrek öğütme sistemi üzerinde çalışabilir.
4. Mekanik alaşımlama sistemine aşırı soğuk deformasyonu engellemek amacıyla eklenen İKK'ların farklı tipleri üzerinde çalışabilir.
5. Mekanik alaşımlama sistemiyle parçacık oranı daha yüksek olan kompozitler üretilerek özellikleri incelenebilir.
6. Farklı parçacık boyutu ve miktarda parçacık içeren kompozitlerin farklı sinterleme sıcaklıklardaki yoğunluk ve gözenek oranları incelenebilir.
7. Üretilen kompozitlerin çekme, çentik darbe, yorulma ve sürünme deneyleri yapılabilir.

7. KAYNAKLAR

1. Şahin, Y., Kompozit Malzemelere Giriş, 2. Baskı, Seçkin Yayıncılık, Ankara, 2006.
2. Betteridge, W., The Nimonic Alloys, Edward Arnold, London, 1959.
3. Ansell, G.S., Oxide Dispersions Strengthening, Gordon and Breach, New York
4. Suryanarayana, C., Bibliography on Mechanical Alloying and Milling, Cambridge International Science Publishing, Cambridge, 1995.
5. Aktaş, H., Alüminyum Matrisli Al_2O_3 Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Mekanik Alaşım Yöntemiyle Üretimi ve Kuru Aşınma Davranışlarının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eylül, 2007.
6. Suryanarayana, C., Mechanical Alloying and Milling, New York, 2004.
7. Padmavathi, C. and Upadhyay, A. Densification, Microstructure and Properties of Supersolidus Liquid Phase Sintered 6711Al-SiC Metal Matrix Composite, Science of Sintering, 42 (2010) 363-382
8. Development of a new aluminium matrix composite reinforced with iron oxide (Fe_3O_4), Bayraktar, E. And Katundi, D. , Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 38 , 1,(2010), 7-14
9. Lu,L., Lai,O.M. ve Zhang, S., Preparation of Al-Based Composite Using Mechanical Alloying, Key Engineering Materials Vols. 104-107 (1995) ,111-124
10. Włodarczyk, A., Fligier, L., Dobrzański,A , Kremzer,M. ve Adamiak, M., Manufacturing of aluminium matrix composite materials reinforced by Al_2O_3 particles, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 27 , 1,(2008), 99-102
11. Abdoli, H.,Salahi, E., Farnoush, H. ve Pourazrang, K., Evolutions during synthesis of Al–AlN-nanostructured composite powder by mechanical alloying, Journal of Alloys and Compounds 461 (2008) 166–172
12. Brian, R., Yuen, C.H. ve Lee, B.W, The processing of metal matrix composites, Journal of Materials Processing Technology 63 (1997) 339-353

13. Arik, H., Aydin, M., Kurt, A. ve Turker, M., Weldability of Al_4C_3 -Al composites via diffusion welding technique, *Materials and Design* 26 (2005) 555–560
14. Cambronero, L.E.G., Sanchez, E., Ruiz-Roman, J.M., Ruiz-Prieto, J.M., Mechanical Characterisation of AA7015 Aluminium Alloy Reinforced With Ceramics, *Journal of Materials Processing Technology*, (2003) 378-383.
15. Okura, T., Nomura, S., Shikakura, S., “Solid state powder processing”, The Minerals, Metal and Materials Society (1990).
16. Wang, H., Zhang, R ., Hu, X., Wang, C. A., Huang, Y., “Characterization of a powder metallurgy SiC/Cu-Al composite”, *Journal of Materials Processing Technology*, 1-16 (2007).
17. Keçeli, Z., Ögünç , H., Boyraz, T., Gökçe, H., Addemir, O. Ve Öveçoğlu Lütfi M., Effects of B_4C addition on the micro-structural and thermal properties of hot pressed SiC ceramic matrix composites,(2009) 37 2 428-433.
18. Ozcatalbas, Y., Investigation of the machinability behaviour of Al_4C_3 reinforced Al-based composite produced by mechanical alloying technique, *Composites Science and Technology* 63 (2003) 53–61
19. Gilman, P.S. and Nix, W. D., The structure and properties of aluminium alloys produced by mechanical alloying: powder processing and resultant powder structures, *Met. Trans. A.*, 12A: 813-823 (1981).
20. Wang H, Zhang R, Hu X, Wang C A and Huang Y Characterization of a Powder Metallurgy SiC/Cu-Al Composite, *Journal of Materials Processing Technology*, (2007) 1-16.
21. Zhao, N., Nash, P. ve Yang, X., The effect of mechanical alloying on SiC distribution and the properties of 6061 aluminum composite, *Journal of Materials Processing Technology* 170 (2005) 586–592.
22. C. B. Wang,B.C., Wang, X Q. Shen, Q. ve Zhang M.L., Preparation of Fe-Si Composite Powders by Mechanical Alloying, *Key Engineering Materials* Vol. 249 (2003) 311-314.

23. Suryanarayana, C., Mechanical alloying and milling”, Progress in Materials Science, 46: 1-184 (2001).
24. Zhang, F.Y., Lu, L. ve Yap, M.S., Prediction of the amount of PCA for mechanical milling, Journal of Materials Processing Technology 89±90 (1999) 260±265.
25. Zebarjad, S.M.ve Sajjadi, A.S., Microstructure evaluation of Al–Al₂O₃ composite produced by mechanical alloying method, Materials and Design 27 (2006) 684–688
26. Adamiak, M., Mechanical alloying for fabrication of aluminium matrix composite powders with Ti-Al intermetallics reinforcement, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, (2008) vol. 31,2 191-196.
27. Dewidar, M., Abdel-Jaber, T.G., Bakrey, M. ve Badry, H., Effect of Processing Parameters and amount of additives on the Mechanical Properties and Wear Resistance of Copper-based Composite, International Journal of Mechanical & Mechatronics IJMME-IJENS Vol: 10 No: 03.
28. E. Salahinejad, E., R. Amini, R., Askari Bajestani, E. Ve Hadianfard, J. H., Microstructural and hardness evolution of mechanically alloyed Fe–Cr–Mn–N powders, Journal of Alloys and Compounds 497 (2010) 369–372.
29. Zoz, H., Reichardt, R. Ve Ren, H., Energy Balance during Mechanical Alloyin, Measurement and Calculation Method supported by the MALTOZ – software.
30. Aktaş, H., Alüminyum Matrisli Al₂O₃ Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Mekanik Alaşımlama Yöntemiyle Üretimi ve Kuru Aşınma Davranışlarının İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, GAZİ, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2007.
31. Zhong, Z. Ve Hung, P. N., Grinding of alümina/aluminum composites, Journal of Materials Processing Technology 123, (2002) 13-17
32. Kwon, Y., Gerasimov, K. Ve Yoon, S., Ball temperatures during mechanical alloying in planetary mills, Journal of Alloys and Compounds 346 (2002) 276–281.

33. Dörtbölük, C., Alüminyum Matrisli Kompozit Malzemelerin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretilmesi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi , ZKÜ , Fen bilimleri Enstitüsü, Zonguldak, 2006.
34. Shaw, L., Zawrah, M., Villegas, J., Luo, H. ve Miracle, D., Effects of Process-Control Agents on Mechanical Alloying of Nanostructured Aluminum Alloys, Metallurgical and Materials Transactions, (2003), 34A, 159-170
35. Lu, L. ve Zhang, F. Y., Influence of process control agent on interdiffusion between Al and Mg during mechanical alloying, Journal of Alloys and Compounds 290 (1999) 279–283
36. Zhao, N., Nash, P. Ve Xianjin Yang, X., The effect of mechanical alloying on SiC distribution and the properties of 6061 aluminum composite, Journal of Materials Processing Technology 170 (2005) 586–592.
37. Keçeli, Z., Ögünç, H. Boyraz, T., Gökçe, H., Addemir, O. ve Öveçoğlu, M., Effects of B₄C addition on the microstructural and thermal properties of hot pressed SiC ceramic matrix composites, Journal of Achievements in Material and Manufacturing Engineering, vol 37,(2009),428-433.
38. Gan, K. Ve Gu, M., The compressibility of Cu/SiCp powder prepared by high-energy ball milling, journal of materials processing technology 199 (2008) 173–177
39. Besterçi, M.,Ivan, I. ve Kovac L., Influence of Al₂O₃ particles volume fraction on fracture mechanism in the Cu–Al₂O₃ system, Materials Letters 46 _2000. 181–184.
40. Machio, C., Nyabadza, D., Chikwanda, H. K., Phasha, M., ve Sibanda, V. M. Mechanical Alloying, and Sintering of Ti-10wt.%Mg powders, 4th International Light Metals Technology Conference.

41. Fogagnolo, B. , Navas , M., Robert, H., Torralba, M., The effects of mechanical alloying on the compressibility of aluminium matrix composite powder, *Materials Science and Engineering A355* (2003) 50_55.
42. Katalog, (2000).
43. Fogagnolo, B.J., Velasco. F , Robert , H.M., ve Torralba, M.J., Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders, *Materials Science and Engineering A342* (2003) 131_ 143.
44. Arik, H., Effect of mechanical alloying process on mechanical properties of a-Si₃N₄ reinforced aluminum-based composite materials, *Materials and Design* 29 (2008) 1856–1861.
45. Corrochano, J., Lieblich , L. Ibáñez, J., On the role of matrix grain size and particulate reinforcement on the hardness of powder metallurgy Al–Mg–Si/MoSi₂ composites, *Composites Science and Technology* 69 (2009) 1818–1824.
46. E.M. Ruiz-Navas, M.E., Fogagnolo, B. J., Velasco, F., Ruiz-Prieto, J.M. ve Froyen, L., One step production of aluminium matrix composite powders by mechanical alloying, *Composites: Part A* 37 (2006) 2114–2120.
47. Abdoli, H., Salahi, E., Farnoush, H. ve Pourazrang, K., Evolutions during synthesis of Al–AlN-nanostructured composite powder by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds* 461 (2008) 166–172.
48. Keçeli, Z., Ögünç, H., Boyraz, T., Gökçe, H., Addemir, O., Öveçoğlu, L.F., Effects of B₄C addition on the micro-structural and thermal properties of hot pressed SiC ceramic matrix composites, *Journal of Achievements in Material and Manufacturing Engineering* ,(2009)vol 37, 2, 428-433.

49. Yu, H.S. ve Shin, S. K., Fabrication of Aluminum/Aluminum Nitride Composites by Reactive Mechanical Alloying, Materials Science Forum Vols. 534-536 (2007) 181-184.
50. Padmavathi, C. ve Upadhyaya, A., Densification, Microstructure and Properties of Supersolidus Liquid Phase Sintered 6711Al-SiC Metal Matrix Composites, Science of Sintering, 42 (2010) 363-382.
51. Mondal, A., Upadhyaya, A. and Agrawa, D., Comparative study of densification and microstructural development in W-18Cu composites using microwave and conventional heating, Materials Research innovations, (2010), vol.14.
52. Kim, C.J., Ryu, S.S., Kim D.Y. ve Moon, H. , Densification behaviour of mechanical alloyed W-Cu composite powders by the double rearrangement process, Scripta Materialia, Vol. 39, No. 6, 1998, 669-676.
53. Zebarjad, M.S. ve Sajjadi, A.S., Dependency of physical and mechanical properties of mechanical alloyed Al-Al₂O₃ composite on milling time, Materials and Design 28 (2007) 2113-2120.
54. Candido, M.G., Guido, V., Silva, G., Cardoso, R.K., Effect of the Reinforcement Volume Fraction on Mechanical Alloying of AA2124 -SiC Composite, Materials Science Forum Vols. 660-661 (2010) 317-324.
55. Juárez, R., Suñol, J.J., Berlanga, R., Bonastre, J., Escoda, L., The effects of process control agents on mechanical alloying behavior of a Fe-Zr based alloy, Journal of Alloys and Compounds 434-435 (2007) 472-476.
56. Lu, L. , Zhang, F.Y., Influence of process control agent on interdiffusion between Al and Mg during mechanical alloying, Journal of Alloys and Compounds 290 (1999) 279-283.
57. A. Arias, Chemical Reactions of Metal Powders With Organic and Inorganic Liquids During Ball Milling, NASA TN D-8015, 1975.

58. Besterçi, M., Jozef Ivan, J. ve Kovac, L., Influence of Al_2O_3 particles volume fraction on fracture mechanism in the Cu– Al_2O_3 system, *Materials Letters* 46 _2000. 181–184.
59. Lu, L. Lai, O.M. ve Ng, W.C., Enhanced mechanical properties of an Al based metal matrix composite prepared using mechanical alloying, *Materials Science and Engineering A252* (1998) 203–211.
60. Abdoli, H. Salahi, E. Farnoush, H., Pourazrang, K., Evolutions during synthesis of Al–AlN-nanostructured composite powder by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds* 461 (2008) 166–172.
61. Parvin, N., Assadifard, R., Safarzadeh, P., Sheibani, S., Marashi, P., Preparation and mechanical properties of SiC-reinforced Al6061 composite by mechanical alloying, *Materials Science and Engineering A* 492 (2008) 134–140.7
62. Zebarjad, M.S., Sajjadi, A.S., Microstructure evaluation of Al– Al_2O_3 composite produced by mechanical alloying method, *Materials and Design* 27 (2006) 684–688.
63. Zhao, N., Nash, P. ve Yang, X., The effect of mechanical alloying on SiC distribution and the properties of 6061 aluminum composite, *Journal of Materials Processing Technology* 170 (2005) 586–592.
64. Keçeli, Z., H. Ögünç, H., Boyraz, T., Gökçe, H., O. Addemir, O. ve Öveçoğlu, L.M., Effects of B C addition on the micro-structural and thermal properties of hot pressed SiC ceramic matrix composites, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 37/2 (2009) 428–433.
65. Dalya, R., M. Khitouni, M. ve Njeh, N., Effect of high energy mechanical milling on the properties of CuAl1 copper, *Physics Procedia* 2 (2009) 685–691.

ÖZGEÇMİŞ

Şaban ERTOK 1984 yılında Kütahya’da doğdu. 2002 yılında Kütahya Anadolu Lisesi’nden Mezun oldu. 2003 yılında Zonguldak Karaelmas Üniversitesi Karabük Teknik Eğitim Fakültesi’nde Metal Öğretmenliği Bölümü’nde lisans eğitime başladı. 2007 yılında mezun oldu ve aynı yıl Karayolları 10. Bölge Müdürlüğün’de devlet memuru olarak işe başladı.2008 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi, Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü’nde yüksek lisans eğitime başladı.