T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Fe-W-B İN-SİTU KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Mustafa DURMAZ

Enstitü Anabilim Dalı	**:**	**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ**
Tez Danışmanı	**:**	**Prof. Dr. Şaduman ŞEN**

Aralık 2015

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Fe-W-B İN-SİTU KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Mustafa DURMAZ

Enstitü Anabilim Dalı : Metaluri ve Malzeme Mühendisliği

Bu tez 31.12.2015 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Şaduman ŞEN	**Doç. Dr. Sakıp KÖKSAL**	**Yrd. Doç. Dr. Özkan ÇEĞİL**
Jüri Başkanı	**Üye**	**Üye**

BEYAN

Tez içindeki tüm verilerin akademik kurallar çerçevesinde tarafımdan elde edildiğini, görsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uygun şekilde sunulduğunu, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezde yer alan verilerin bu üniversite veya başka bir üniversitede herhangi bir tez çalışmasında kullanılmadığını beyan ederim.

Mustafa DURMAZ

31/12/2015

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca değerli bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım, her konuda bilgi ve desteğini almaktan çekinmediğim, araştırmanın planlanmasından yazılmasına kadar tüm aşamalarda yardımlarını esirgemeyen, teşvik eden, aynı titizlikle beni yönlendiren değerli danışman hocam Prof. Dr. Şaduman ŞEN'e ve Prof. Dr. Uğur ŞEN'e teşekkürlerimi sunarım.

Tez ile ilgili çalışmalarım süresince her zaman manevi desteğini gördüğüm eşim Rabia Tuba DURMAZ'a ve deneysel çalışmaların yürütülmesi sırasında her türlü desteği için Öğr. Gör. Özkan KON'a sonsuz teşekkür ve şükranlarımı sunarım.

Ayrıca bu çalışmanın maddi açıdan desteklenmesine olanak sağlayan Sakarya Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Komisyon Başkanlığına (Proje No: 2015-50-01-032) teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR i
İÇİNDEKİLER ii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ vi
ŞEKİLLER LİSTESİ vii
TABLOLAR LİSTESİ xviii
ÖZET xix
SUMMARY xx

BÖLÜM 1.
GİRİŞ 1

BÖLÜM 2.
TOZ METALURJİSİ 4
2.1. Giriş 4
2.2. Toz Üretimi ve Özellikleri 4
2.2.1. Toz üretim yöntemleri 4
2.2.1.1. Mekanik yöntemler 5
2.2.1.2. Atomizasyon yöntemleri 6
2.2.1.3. Fiziko-kimyasal yöntemler 7
2.2.1.4. Kimyasal tepkimelerle toz üretimi 7
2.2.1.5. Elektrolitik yöntemler 8
2.2.2. Toz özellikleri 8
2.2.2.1. Fiziksel özellikler 9
2.2.2.2. Kimyasal özellikler 12
2.3. Toz Şekillendirme ve Sinterleme 12
2.3.1. Toz şekillendirme 12

2.3.1.1. Tek eksenli presleme 13
2.3.1.2. Soğuk izostatik presleme (CIP) 14
2.3.1.3. Sıcak izostatik presleme (HIP) 14
2.3.2. Sinterleme 14
2.3.2.1. Katı hal sinterlemesi 15
2.3.2.2. Sıvı faz sinterlemesi 17
2.3.2.3. Gözenek-yapı gelişimi 18
2.3.2.4. Ham yoğunluğun sinterlemeye etkileri 19

BÖLÜM 3.
MEKANİK ALAŞIMLAMA 20
3.1. Giriş 20
3.2. Mekanik Alaşımlama Mekanizması 21
3.2.1. Mikroyapı 28
3.2.2. Mekanik alaşımlama teknikleri 29
3.3. Öğütme Parametreleri 30
3.3.1. Öğütme tipi 31
3.3.2. Öğütme haznesi 31
3.3.3. Öğütme hızı 32
3.3.4. Öğütme süresi 33
3.3.5. Öğütme ortamı 33
3.3.6. Bilye-toz ağırlık oranı (BTO) 35
3.3.7. Kabın doluluk oranı 36
3.3.8. Öğütme atmosferi 36
3.3.9. İşlem kontrol kimyasalları 37
3.4. Mekanik Alaşımlama Kinetikleri 38
3.4.1. Difüzyon süreci 39
3.4.2. Kontak alanları boyutu 39
3.4.3. Reaksiyon ve kimyasal kinetikler 40
3.5. Mekanik alaşımlamanın avantajları 41

BÖLÜM 4.
DENEYSEL ÇALIŞMALAR 43
4.1. Giriş 43
4.2. Kullanılan Tozlar 43
4.3. Ön Alaşımlandırılmış Tozların Üretimi 44
4.4. Kompozit Malzemelerin Üretimi 47
4.5. Yoğunluk Ölçümleri 48
4.6. Mikroyapı İncelemeleri 49
4.7. Faz Analizleri 49
4.8. Sertlik Ölçümleri 50
4.9. Aşınma Deneyleri 50

BÖLÜM 5.
DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEME 52
5.1. Giriş 52
5.2. Yoğunluk Değerleri 52
5.2.1. Başlangıç tozlarının yoğunluk değerleri 52
5.2.2. Ön alaşımlandırılmış tozların yoğunluk değerleri 53
5.2.3. Kompozit malzemelerin yoğunluk değerleri 54
5.3. Mikroyapı İncelemeleri 58
5.3.1. Başlangıç tozlarının mikroyapı incelemeleri 58
5.3.2. Ön alaşımlandırılmış tozların mikroyapı incelemeleri 60
5.3.3. Kompozit malzemelerin mikroyapı incelemeleri 68
5.3.4. Kompozit malzemelerin kırık yüzey incelemeleri 92
5.4. Faz Analizleri 128
5.4.1. Başlangıç tozlarının faz analizleri 128
5.4.2. Ön alaşımlandırılmış tozların faz analizleri 129
5.4.1. Kompozit malzemelerin faz analizleri 131
5.5. Sertlik Değerleri 134
5.6. Aşınma Özellikleri 135

BÖLÜM 6.
SONUÇLAR VE ÖNERİLER 164
6.1. Sonuçlar 164
6.2. Öneriler 169

KAYNAKLAR 171
ÖZGEÇMİŞ 174

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

BTO : Bilye-toz ağırlık oranı
CIP : Soğuk izostatik presleme
d : Yoğunluk
d_b : Bulk yoğunluk
EDS : Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi
HIP : Sıcak izostatik presleme
HV : Vickers Sertlik
MA : Mekanik Alaşımlama
ODS : Oksit dağılımla sertleştirilmiş
PCA : İşlem kontrol kimyasalları
Pg : Görünür yoğunluk
Ph : Ham yoğunluk
Pt : Teorik yoğunluk
SEM : Taramalı Elektron Mikroskobu
T/M : Toz Metalurjisi
TEM : Geçirimli elektron mikroskobu
V_1 : Sıkıştırma öncesi hacim
V_2 : Sıkıştırma sonrası hacim
X : Kayma mesafesi
XRD : X-ray Difraksiyon Analizi
W : Ağırlık
Å : Angstrom
λ : Dalga Boyu
μ : Sürtünme Katsayısı
ΔW : Ağırlık kaybı

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Küresel, pul ve karmaşık toz şekilleri 9
Şekil 2.2. Sinterleme sırasında tozlarda meydana gelen boyun oluşumunun SEM görüntüleri 16
Şekil 2.3. (a) Katı hal sinterlemesi, (b) Sıvı faz sinterlemesi sonrası elde edilen mikroyapılar 18
Şekil 3.1. Bilye-bilye çarpışması esnasında arada kalan toz parçacıkları 22
Şekil 3.2. Öğütme süresiyle partikül ve tane boyutunun küçülmesi 22
Şekil 3.3. MA işlemi boyunca toz boyutu değişimi 24
Şekil 3.4. Ag-Cu sünek-sünek bileşim sisteminin öğütülmesi süresince sarmal yapının SEM görüntüsü 24
Şekil 3.5. MA'da kullanılan başlangıç tozlarının ve deformasyon karakteristiklerinin şematik gösterimi 25
Şekil 3.6. Sünek–kırılgan tozların bir bileşimini öğütme süresince meydana gelen mikro yapısal değişiklikler 26
Şekil 3.7. Mekanik olarak öğütülmüş α2-titanyum alüminit matriste Er2O3 partiküllerinin homojen dağılımını gösteren TEM görüntüsü..... 26
Şekil 3.8. Si-Ge toz karışımının 12 saat mekanik olarak alaşımlanması sonucu SEM görüntüsü 28
Şekil 4.1. Deneysel çalışma programı 44
Şekil 4.2. Fe-W-B üçlü denge diyagramının 1050 °C'de izotermal bölgesi..... 45
Şekil 4.3. Mekanik alaşımlamada kullanılacak toz bileşimlerinin denge diyagramı üzerinde gösterimi (%at.) 46
Şekil 4.4. Mekanik alaşımlama işlemlerinde kullanılan atritörün görüntüsü ... 46
Şekil 4.5. Deneylerde kullanılan çelik kalıpların şematik gösterimi..... 47
Şekil 4.6. Sinterleme işleminin şematik gösterimi 47

Şekil 4.7. Aşınma deneylerinin gerçekleştirildiği ASTM G99 standardına uygun aşınma deney cihazı fotoğrafı 51
Şekil 5.1. Mekanik olarak alaşımlandırılmış toz karışımlarında W/B oranı - yoğunluk arasındaki ilişki 53
Şekil 5.2. MD1 bileşimine sahip numunelerin bulk yoğunluk değerlerine sinterleme sıcaklığı ve süresinin etkisi 55
Şekil 5.3. MD2 bileşimine sahip numunelerin bulk yoğunluk değerlerine sinterleme sıcaklığı ve süresinin etkisi 56
Şekil 5.4. MD3 bileşimine sahip numunelerin bulk yoğunluk değerlerine sinterleme sıcaklığı ve süresinin etkisi 56
Şekil 5.5. MD4 bileşimine sahip numunelerin bulk yoğunluk değerlerine sinterleme sıcaklığı ve süresinin etkisi 56
Şekil 5.6. Sinterleme süresinin 1200 °C'de sinterlenen MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimine sahip numunelerin bulk yoğunluğu üzerine etkisi 57
Şekil 5.7. Sinterleme süresinin 1250 °C'de sinterlenen MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimine sahip numunelerin bulk yoğunluğu üzerine etkisi 57
Şekil 5.8. Ferro-tungsten tozunun (a) SEM görüntüsü, (b) EDS analizleri 59
Şekil 5.9. Ferro-bor tozunun (a) SEM görüntüsü, (b) EDS analizleri 59
Şekil 5.10. Demir tozunun (ASC 100.29) (a) SEM görüntüsü, (b) EDS analizleri 60
Şekil 5.11. MD1 bileşimine sahip tozların (a) 5 saat, (b) 10 saat, (c) 15 saat ve (d) 20 saat mekanik alaşımlama sonrası SEM görüntüleri 62
Şekil 5.12. MD2 bileşimine sahip tozların (a) 5 saat, (b) 10 saat, (c) 15 saat ve (d) 20 saat mekanik alaşımlama sonrası SEM görüntüleri 63
Şekil 5.13. MD3 bileşimine sahip tozların (a) 5 saat, (b) 10 saat, (c) 15 saat ve (d) 20 saat mekanik alaşımlama sonrası SEM görüntüleri 64
Şekil 5.14. MD4 bileşimine sahip tozların (a) 5 saat, (b) 10 saat, (c) 15 saat ve (d) 20 saat mekanik alaşımlama sonrası SEM görüntüleri 65
Şekil 5.15. MD1 bileşimine sahip tozların 20 saat mekanik alaşımlama sonrası EDS analizleri 66
Şekil 5.16. MD2 bileşimine sahip tozların 20 saat mekanik alaşımlama sonrası EDS analizleri 66

Şekil 5.17. MD3 bileşimine sahip tozların 20 saat mekanik alaşımlama sonrası EDS analizleri 67
Şekil 5.18. MD4 bileşimine sahip tozların 20 saat mekanik alaşımlama sonrası EDS analizleri 67
Şekil 5.19. 1200 °C'de 2 saat sinterlenen MD1 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri ve (c) EDS analizleri 70
Şekil 5.20. 1200 °C'de 4 saat sinterlenen MD1 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri ve (c) EDS analizleri 71
Şekil 5.21. 1200 °C'de 6 saat sinterlenen MD1 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri ve (c) EDS analizleri 72
Şekil 5.22. 1250 °C'de 2 saat sinterlenen MD1 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 73
Şekil 5.23. 1250 °C'de 4 saat sinterlenen MD1 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 74
Şekil 5.24. 1250 °C'de 6 saat sinterlenen MD1 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 75
Şekil 5.25. 1200 °C'de 2 saat sinterlenen MD2 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 76
Şekil 5.26. 1200 °C'de 4 saat sinterlenen MD2 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 77
Şekil 5.27. 1200 °C'de 6 saat sinterlenen MD2 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 78

Şekil 5.28. 1250 °C'de 2 saat sinterlenen MD2 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 79
Şekil 5.29. 1250 °C'de 4 saat sinterlenen MD2 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 80
Şekil 5.30. 1250 °C'de 6 saat sinterlenen MD2 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 81
Şekil 5.31. 1200 °C'de 2 saat sinterlenen MD3 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 83
Şekil 5.32. 1200 °C'de 4 saat sinterlenen MD3 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 84
Şekil 5.33. 1200 °C'de 6 saat sinterlenen MD3 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 85
Şekil 5.34. 1250 °C'de 2 saat sinterlenen MD3 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 86
Şekil 5.35. 1250 °C'de 4 saat sinterlenen MD3 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 87
Şekil 5.36. 1250 °C'de 6 saat sinterlenen MD3 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri 88
Şekil 5.37. 1200 °C'de 2 saat sinterlenen MD4 bileşimine sahip malzemelerin (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri..... 89
Şekil 5.38. 1200 °C'de 4 saat sinterlenen MD4 bileşimine sahip malzemelerin (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri..... 89

Şekil 5.39. 1200 °C'de 6 saat sinterlenen MD4 bileşimine sahip malzemelerin (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri..... 90
Şekil 5.40. 1250 °C'de 2 saat sinterlenen MD4 bileşimine sahip malzemelerin (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri..... 90
Şekil 5.41. 1250 °C'de 4 saat sinterlenen MD4 bileşimine sahip malzemelerin (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri..... 91
Şekil 5.42. 1250 °C'de 6 saat sinterlenen MD4 bileşimine sahip malzemelerin (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri..... 91
Şekil 5.43. 1200 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD1 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 94
Şekil 5.44. 1200 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD1 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 95
Şekil 5.45. 1200 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD1 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 96
Şekil 5.46. 1250 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD1 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 97
Şekil 5.47. 1250 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD1 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 98
Şekil 5.48. 1250 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD1 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 99
Şekil 5.49. 1200 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 100
Şekil 5.50. 1200 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 101

Şekil 5.51. 1200 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 102
Şekil 5.52. 1250 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 103
Şekil 5.53. 1250 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 104
Şekil 5.54. 1250 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 105
Şekil 5.55. 1200 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD3 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 107
Şekil 5.56. 1200 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD3 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 108
Şekil 5.56. 1200 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD3 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 108
Şekil 5.57. 1200 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD3 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 109
Şekil 5.58. 1250 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD3 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 110
Şekil 5.59. 1250 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD3 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 111

Şekil 5.60. 1250 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD3 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 112
Şekil 5.61. 1200 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD4 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 113
Şekil 5.62. 1200 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD4 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 114
Şekil 5.63. 1200 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD4 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 115
Şekil 5.64. 1250 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD4 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 116
Şekil 5.65. 1250 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD4 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 117
Şekil 5.66. 1250 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD4 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri 118
Şekil 5.67. MD1 bileşime sahip 1200°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi 120
Şekil 5.68. MD1 bileşime sahip 1250°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi 121
Şekil 5.69. MD2 bileşime sahip 1200°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi 122

Şekil 5.70. MD2 bileşime sahip 1250°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi 123
Şekil 5.71. MD3 bileşime sahip 1200°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi 124
Şekil 5.72. MD3 bileşime sahip 1250°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi 125
Şekil 5.73. MD4 bileşime sahip 1200°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi 126
Şekil 5.74. MD4 bileşime sahip 1250°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi 127
Şekil 5.75. Demiz tozu (ASC 100.29) x-ışını difraksiyon paterni 128
Şekil 5.76. Ferro-tungsten tozu x-ışını difraksiyon paterni 128
Şekil 5.77. Ferro-bor tozu x-ışını difraksiyon paterni 129
Şekil 5.78. MD1 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların x-ışını difraksiyon paterni 129
Şekil 5.79. MD2 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların x-ışını difraksiyon paterni 130
Şekil 5.80. MD3 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların x-ışını difraksiyon paterni 130
Şekil 5.81. MD4 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların x-ışını difraksiyon paterni 131
Şekil 5.86. 0,5 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında AISI M50 pin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri 137
Şekil 5.87. 1 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında AISI M50 pin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri 138
Şekil 5.88. 2 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında AISI M50 pin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri 139

Şekil 5.89. 0,5 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında 1200 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri..... 141
Şekil 5.90. 1 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında 1200 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri..... 142
Şekil 5.91. 2 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında 1200 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri..... 143
Şekil 5.92. 0,5 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında 1250 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri..... 144
Şekil 5.93. 1 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında 1250 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri..... 145
Şekil 5.94. 2 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında 1250 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri..... 146
Şekil 5.95. 5N yük altında ve 0,5 m/sn hızda aşındırılan 1200 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin aşınma yüzeyinin (a) SEM mikroyapısı ve (b) EDS analizleri 147
Şekil 5.96. 10N yük altında ve 0,5 m/sn hızda aşındırılan 1200 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin aşınma yüzeyinin (a) SEM mikroyapısı ve (b) EDS analizleri 148
Şekil 5.97. 15N yük altında ve 0,5 m/sn hızda aşındırılan 1200 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin aşınma yüzeyinin (a) SEM mikroyapısı ve (b) EDS analizleri 149
Şekil 5.98. 5N yük altında ve 0,5 m/sn hızda aşındırılan 1250 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin aşınma yüzeyinin (a) SEM mikroyapısı ve (b) EDS analizleri 150

Şekil 5.99. 10N yük altında ve 0,5 m/sn hızda aşındırılan 1250 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin aşınma yüzeyinin (a) SEM mikroyapısı ve (b) EDS analizleri 151
Şekil 5.100. 15N yük altında ve 0,5 m/sn hızda aşındırılan 1250 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin aşınma yüzeyinin (a) SEM mikroyapısı ve (b) EDS analizleri 152
Şekil 5.101. AISI M50 çeliğinin 0,5 m/s hız ve farklı yüklerde sürtünme katsayısı - kayma mesafesi değişimi 154
Şekil 5.102. 1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemenin 0.5 m/s hız ve farklı yüklerde sürtünme katsayısı - kayma mesafesi değişimi 155
Şekil 5.103. 1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemenin 0.5 m/s hız ve farklı yüklerde sürtünme katsayısı - kayma mesafesi değişimi 155
Şekil 5.104. AISI M50 çeliğinin farklı kayma hızlarında yüke bağlı olarak sürtünme katsayısı değişimi 156
Şekil 5.105. 1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemenin farklı kayma hızlarında yüke bağlı olarak sürtünme katsayısı değişimi 156
Şekil 5.106. 1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemenin farklı kayma hızlarında yüke bağlı olarak sürtünme katsayısı değişimi 157
Şekil 5.107. AISI M50 çeliğinin aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin değişimi 157
Şekil 5.108. 1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip kompozit malzemenin aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin değişimi 158
Şekil 5.109. 1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip kompozit malzemenin aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin değişimi 158
Şekil 5.110. AISI M50 çeliğinin farklı kayma hızlarında yüke bağlı olarak aşınma oranı değişimi 160

Şekil 5.111. 1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemenin farklı kayma hızlarında yüke bağlı olarak aşınma oranı değişimi 161
Şekil 5.112. 1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemenin farklı kayma hızlarında yüke bağlı olarak aşınma oranı değişimi 161
Şekil 5.113. AISI M50 çeliğinin aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin değişimi 162
Şekil 5.114. 1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip kompozit malzemenin aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin değişimi..... 162
Şekil 5.115. 1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip kompozit malzemenin aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin değişimi..... 163

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2.1. Üretim metodlarına göre toz tane şekilleri 10
Tablo 2.2. Farklı malzemeler için uygulanan sıkıştırma basınçları 13
Tablo 2.3. Sinterlenebilirliği ve mikroyapıyı etkileyen değişkenler 15
Tablo 4.1. Başlangıç tozlarının bileşimi 43
Tablo 4.2. Hazırlanan kompozit tozların bileşim oranları (% atomik oran) 45
Tablo 5.1. Başlangıç tozlarının yoğunluk değerleri 52
Tablo 5.2. Kompozit tozların yoğunluk değerleri 53
Tablo 5.3. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmiş in-situ kompozit malzemelerin yoğunluk değerleri 55
Tablo 5.4. Kompozit malzemelerin sertlik değerleri 135
Tablo 5.5. AISI M50 çeliği ve MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerin farklı kayma hızı ve yüklerde sürtünme katsayısı değerleri 154
Tablo 5.6. AISI M50 çeliği ve MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerin farklı kayma hızı ve yüklerde aşınma oranı değerleri .. 160

ÖZET

Anahtar Kelimeler: Toz metalurjisi, Fe-W-B, in-situ kompozit, mekanik alaşımlama, sinterleme, aşınma

Toz metalurjisi birçok endüstriyel alanda uygulama imkânı bulan yöntemlerden biridir. Bu çalışmada toz metalurjisi ve mekanik alaşımlama yöntemleri kullanılarak Fe-W-B in-situ kompozit malzemelerin üretimi ve özelliklerinin incelenmesi hedeflenmiştir. Bu amaçla ilk aşamada karakterizasyonları yapılan ferro-tungsten, ferro-bor ve demir tozları farklı oranlarda karıştırılarak attritörde koruyucu atmosfer altında 20 saat süreyle mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulmuştur. Farklı bileşimlerde hazırlanan ön alaşımlandırılmış toz karışımları Ø15x~5mm boyutlarda 115MPa basınç altında preslenerek şekillendirilmişlerdir. Numuneler 1200 ve 1250 °C'de 120, 240 ve 360 dakikayla kontrollü atmosferde sinterlenmek suretiyle kompozit karakterdeki Fe-W-B esaslı in-situ malzemeler üretilmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin karakterizasyonları, mikroyapı (optik ve elektron mikroskobu (SEM-EDS), faz analizi (XRD), yoğunluk (Archimed), sertlik (Vickers mikrosertlik) ve aşınma özellikleri incelenerek gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda MD2 (%20W+%30B+%50Fe, atomik olarak) bileşiminde üretilen in-situ kompozit malzemenin yoğun, sert, aşınmaya dirençli ve Fe, Fe_2B ve FeWB fazlarına sahip bir malzeme olduğu belirlenmiştir.

PRODUCTION OF Fe-W-B IN-SITU COMPOSITE MATERIALS AND INVESTIGATIONS OF THEIR PROPERTIES

SUMMARY

Keywords: Powder metallurgy, Fe-W-B, in-situ composite, mechanical alloying, sintering, wear

Powder metallurgy is one of the methods which is used in many industrial areas. In this study, it is aimed that production of Fe-W-B in-situ composite materials via powder metallurgy and mechanical alloying. In the first step, ferro-tunsgten, ferro-boron and iron powders are mixed in different ratios and subjected to mechanical alloying process under protective atmosphere for 20 hours using a Attritor. Pre-alloyed powder mixtures are shaped as cylindrical coupons (ø15-5mm in size) under the pressure of 115 MPa. And that coupons are sintered at 1200 °C and 1250 °C for 120, 240 and 360 minutes under the argon atmosphere. And, characterization of the produced in-situ composite materials are realized by using optical and scanning electron microscope, energy dispersive spectroscopy, x-ray diffraction analysis, Vickers micro-hardness and density measurement and wear tests. As a results of studies, in-situ composite materials produced with MD2 (20%W+30%B+50%Fe, by atomic) composition are dense, hard, wear-resistant and it consist of Fe, Fe_2B and FeWB phases.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Toz metalurjisi (T/M), çeşitli metal isleme teknolojileri arasında en farklı üretim tekniğidir. Yüksek kaliteli ve karmaşık parçaların ekonomik olarak üretilebilmesi, toz metalurjisini cazip kılmaktadır [1]. Toz metalurjisi (TM) küçük ve ince parçaların, farklı yöntemlerle üretilmiş metal tozlarının presleme sonrasında sinterleme ile üretimidir. Bu yöntemde, dökümlerde olduğu gibi segregasyonlar söz konusu değildir ve takviye elemanının matris içerisinde homojen dağılımı sağlanır. Maliyet ve malzeme tasarrufu açısından bakıldığında ön alaşımlama ve elementel harmanlama teknikleri ön plana çıkmaktadır. Özellikle havacılık ve uzay endüstrisinde kullanılan malzemeler ön alaşımlama metoduyla üretilmektedir [2].

Borür esaslı kompozit malzemelerin ferro alaşımlardan üretimi son derece sınırlıdır. Bununla birlikte, Fe, Ti, Nb, Cr, V ve W elementlerinin karbürleri ile sınırlıda olsa çalışmalar mevcuttur. Roberta Licheri ve arkadaşları, Fe-TiC kompozitler konusunda çalışmalar yapmıştır. L. Contreras ve arkadaşları Fe-Ti-TiC esaslı kompozit seramik malzemeler üzerine çalışmıştır. Bu çalışmada elde edilen kompozit malzemenin kesici takım uygulamaları ve aşınma uygulamalarında kullanılabileceğini açıklamışlardır. Benzer olarak demirin TiB_2 ile olan kompozitlerinde de son derece yüksek aşınma direnci ve sertlik değerlerine ulaşıldığı görülmektedir. Bu konuda yapılan çalışmalar sınırlıdır [1].

Döküm, plastik şekillendirme gibi geleneksel yöntemlerle üretilemeyen parçaların üretiminde yaygın olarak toz metalurjisi yöntemleri kullanılmaktadır ve bu yöntemler son yıllarda teknolojinin de gelişmesiyle hızlı bir gelişme göstermiştir. Özellikle son yıllarda nano teknolojiye olan ilginin artması ve nano teknolojideki hızlı gelişme toz metalurjisini, özellikle de toz metalurjisinin yeni yöntemlerin den biri olan Mekanik Alaşımlama (MA) yöntemini çok önemli hale getirmiştir [3]. Mekanik

alaşımlama/öğütme (MA/MÖ) 1960 yılı sonlarında INCO Alloys International'da J.S. Benjamin tarafından geliştirilerek geleneksel yüksek sıcaklık uygulamaları için oksit-dağılımla mukavemetlendirilmiş (ODS) süper alaşımların üretiminde kullanılmıştır. Yapılan çalışmalar sonucunda MA uygulamaları son 30 yılda oldukça gelişmiştir. Günümüzde MA işlemi ODS alaşımlar üretmenin yanında hem bileşim hem de mikroyapı bakımından yeni malzeme üretiminde kullanılan bir katı-hal işlemi olarak kabul edilmektedir. Geleneksel yöntemlerle yüksek ergime noktalı metal ile düşük ergime noktalı metalin alaşımlandırılması zordur. MA, diğer yöntemlerle üretimleri zor olan metal ve metal alaşımların üretimlerinin daha kolay yapılabildiği bir işlemdir [4]. Klasik alaşımlama işlemleri sırasında karşılaşılan ergime problemleri, heterojenlik, işlemler sırasında meydana gelen istenmeyen reaksiyonlar, mekanik alaşımlama ile ortadan kaldırılabilir. Aynı zamanda ekonomik ve uygulama alanın geniş olması büyük avantaj sağlar. Bunların başında alaşımlandırılması mümkün olmayan elementlerin MA ile birbiri ile alaşımlandırılması gelir. Oksitlenmeyi önlemek için öğütme sırasında genellikle argon gazı kullanılır. Eğer nitrürleme gibi işlem de varsa atmosfer olarak azot gazı (N_2) kullanılabilir. Kullanılan tozlar yumuşak ise değişik türde işlem kontrol kimyasalları kullanılabilir [5].

Bu çalışmada, ferro-tungsten, ferro-bor ve saf demir tozu kullanılarak Fe-W-B esaslı kompozit malzemelerin üretimi hedeflenmiştir. Ferro-tungsten, ferro-bor ve demir tozları farklı oranlarda karıştırılarak MA işlemine tabi tutulmuştur ve üretilen kompozit karakterdeki ön alaşımlandırılmış tozların faz analizleri, yoğunluk ölçümleri, SEM ve EDS analizleri yapılmıştır. Üretilen MA tozları şekillendirildikten sonra farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmiştir ve üretilen im-situ kompozit malzemelerin mikroyapı incelemeleri, faz analizleri, SEM ve EDS analizleri, yoğunluk, sertlik ölçümleri ve aşınma deneyleri yapılarak karakterizasyon çalışmaları tamamlanmıştır. Mikroyapı incelemeleri sonucunda yapının kompozit karakterde olduğu ve demir borür esaslı matris (gri renkte) ve FeWB intermetaliğinden (beyaz renkte) oluştuğu belirlenmiştir. İn-situ kompozit malzemelerin yoğunluk değerlerinin 5,92 gr/cm^3 ile 9,98 gr/cm^3 arasında, sertlik

değerlerinin ise 625,47±70,28 $HV_{0.05}$ ile 2565,50 ± 74,26 $HV_{0.05}$ arasında değiştiği tespit edilmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin Fe, W, FeB, Fe_2B, Fe_2W, Fe_7W_6 ve FeWB fazlarını içerdiği görülmektedir. MD2 bileşimine sahip malzemelerin ASTM G99 standardına göre 5 N, 10 N ve 15 N yük, 0,5 m/s, 1 m/s ve 2 m/s hız ve 1000 m kayma mesafesinde AISI 52100 çeliğine karşı gerçekleştirilen aşınma deneyleri sonucunda sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değerlerinin sırasıyla 0,52±0,03 – 0,59±0,03 ve $1,65x10^{-5}$ – $7,05x10^{-5}$ mm^3/m olduğu belirlenmiştir.

BÖLÜM 2. TOZ METALURJİSİ

2.1. Giriş

Toz metalurjisi (T/M) en basit tanımıyla, ortalama tane boyutu 150 mikrondan daha küçük, katı ve toz formundaki metal, alaşım veya seramiğin, şekli ve özellikleri önceden belirlenmiş bir parçaya dönüştürülmesi işlemidir. Toz metalurjisi, toz malzemelerden hızlı, ekonomik, büyük miktarlarda ve istenilen hassasiyette parça üretimini sağlayan bir yöntemdir. Üretilen parçalara ikincil işlemler uygulanabilir, örneğin, haddelenerek sac haline getirilebilir, ekstrüzyon ile çubuk haline getirilebilir veya izostatik presleme ile daha kompleks geometride parçalar üretilebilir. Toz metalurjisi işlemi üretim sonrası işlem gereksiniminin minimum düzeyde olması, birim maliyetin düşük olması, parçanın kimyasal kompozisyonunun dolayısıyla mekanik ve fiziksel özelliklerinin homojen olması, istenilen kompozisyonlarda üretim yapılabilmesi gibi avantajları nedeniyle günümüzde en çok rağbet gören imal yöntemlerinden biridir [2].

2.2. Toz Üretimi ve Özellikleri

2.2.1. Toz üretim yöntemleri

Metal tozların üretiminde kullanılan birçok yöntem bulunmaktadır ve tozlara ait fiziksel ve kimyasal özellikleri tayin etmektedir [6]. Tozun geometrik şekli üretim yöntemine bağlı olarak küreselden, karmaşık şekle kadar çok farklı olabilmektedir. Tozun yüzey durumu da üretim yöntemine göre değişiklik göstermektedir. Malzemelerin çoğu, özelliklerine uygun bir teknik kullanılarak toz haline getirilebilir. Birçok toz üretim tekniği arasından;

1. Mekanik yöntemler,
2. Atomizasyon yöntemleri,
3. Fiziko-kimyasal yöntemler
4. Kimyasal tepkimelerle toz üretimi
5. Elektrolitik yöntemler

ticari olarak kullanılmaktadır [7].

2.2.1.1. Mekanik yöntemler

Mekanik olarak toz üretimi için talaş kaldırma, değirmende döndürme, mekanik alaşımlama ve darbe yöntemi gibi yöntemler kullanılmaktadır.

Talaş kaldırma yöntemi ile yüksek karbonlu çelik tozları üretilir. Metali tornalama, planyalama, frezeleme ve eğeleme ile üretilen metal talaşı kırma ve öğütme gibi işlemlerle inceltilip sonradan reaksiyona sokularak tozlar üretilir. Üretilen tozlar, öğütülerek ince tozlar haline getirilebilir. Toz özelliklerinin kontrolündeki zorluk, oksitlenme, yağlanma, kir tutma ve diğer malzeme hurdaları ile karışarak kirlenme problemleri olabilir [7].

Değirmende döndürme bir metal tozu üretim tekniği olmakla birlikte, diğer tekniklerle üretilmiş tozların kırılması için de kullanılan öğütme, en çok bilyeli değirmenlerde yapılmaktadır. Kırılgan malzeme tozlarının üretiminin yapıldığı bu yöntemde, temel prensip parçalanacak malzeme ile sert bir cisim arasında bir darbe meydana gelmesini sağlamaktır. Değirmende öğütme işleminde, değirmen içerisine konulacak malzeme miktarı ve değirmenin hızı belli sınırlar dâhilinde olması gerekir. Öğütücü değirmen içerisine konulacak malzeme miktarı fazla olursa öğütme işlemi gerçekleşmez. Eğer değirmenin dönme hızı fazla ise merkezkaç kuvvetlerinin etkisiyle değirmen içerisindeki malzeme, değirmen iç yüzeylerine yapışacağından dolayı öğütme işlemi tam olarak gerçekleşmez. Eğer öğütülen malzeme gevrek ise, bilyelerle çarpışmanın etkisiyle çok küçük tozlara bölünür. Öğütülen malzeme sünek parçacıklardan oluşuyor ise, çarpışma sonucunda şekil değiştirerek yassılaşırlar. Homojen bir karışım için kaba konulacak bilyelerin hacmi ve öğütülecek malzeme

miktarı çok önemlidir. Bilyelerin hacmi kap hacminin yaklaşık yarısı ve öğütülecek malzeme miktarı kap hacminin yaklaşık % 25'i oranında olmalıdır. Demir alaşımları, demir – krom, demir – silisyum vb. kırılgan malzemeler mekanik olarak bilyeli değirmenlerde öğütülürler [6,7].

Darbe yöntemi, diğer yöntemlerle elde edilen iri taneli tozların tane boyutunu inceltmek amacıyla kullanılır. Bu yöntemlerde iri taneli tozlar yüksek bir basınç (700 MPa) altında sert bloğa (WC) çarptırılmak suretiyle toz tane boyutu inceltilir. Çarpma etkisiyle meydana gelecek ısıdan dolayı tozlarda oksitlenme olacağı dikkate alınarak, bu işlem koruyucu gaz atmosferi altında yapılmalıdır [6].

Mekanik alaşımlama (MA) yüksek enerjili atritör kullanılarak yapılan bir düşük sıcaklık alaşım sentezleme yöntemidir. Mekanik alaşımlama yöntemi, kuru ve katı haldeki tozların birbirlerine periyodik olarak kaynaklanmasını ve tekrar bu kaynakların kırılmasını sağlayarak daha ince ve homojen bir mikroyapıya sahip yüksek dayanımlı kompozit malzemelerin üretilmesinde kullanılır [6,7]. Bu yöntem Bölüm 3'te detaylı bir şekilde incelenecektir.

2.2.1.2. Atomizasyon yöntemleri

Atomizasyon, bir sıvı demetininin farklı boyutlardaki çok sayıda damlacıklara ayrılmasıdır [8]. Atomizasyon yöntemi eritilebilen bütün metallerden toz üretiminde kullanılabilen bir yöntemdir. Atomizasyon yöntemi ile metal tozu üretiminde silindir atomizasyonu, su atomizasyonu ve gaz atomizasyonu teknikleri kullanılmaktadır. Bu yöntemin üretim tekniği; bir sıvı metalin pota dibindeki bir delikten akması sırasında; erimiş metalin üzerine basınçlı gaz veya sıvı gönderilmesi ile çok ince parçalara ayrılarak katılaşmasıdır. Günümüzde kullanılan bütün tozların %80'inden fazlası atomize tozlarıdır. Özellikle alaşım tozlarının üretiminde bu yöntem çok uygundur. Bu nedenle alaşımların tozları tamamen atomizasyonla üretilir. Bu yöntemde ergiyik metal üzerine gönderilen gaz basıncı arttıkça metal tozları da ince taneli olacaktır. Atomizasyon yöntemleriyle bir tozun ortalama boyutu, toz boyutu dağılımı, toz şekli, yüzey kompozisyonu da dâhil olmak üzere kimyasal bileşimi ve mikroyapısı kontrol

edilebilir. Bu temel özellikler, tozların ve bitmiş parçaların görünür yoğunluk, sıkıştırılabilirlik ve tokluk gibi özelliklerini belirler [9]. Bunların yanı sıra, atomizasyon yöntemlerindeki yüksek toz üretim hızı, ekonomik olarak bir üstünlüktür. Her atomize partikül bir ön alaşım veya küçük bir kütük gibidir ve her partikülde bileşim aynıdır [10].

2.2.1.3. Fiziko-kimyasal yöntemler

Bu yöntemde bileşenler organik bir bağlayıcı ile fiziksel olarak bir bağ oluşturacak şekilde karıştırılır. Sistemdeki solvent uçurularak kalan malzeme elekten geçirilir. Üfleme sırasında bağlayıcının yanması sağlanır. Bu yöntem daha çok NiAl ve AlSi polyester tozlarının üretilmesinde kullanılır. Püskürtme ile kurutma yöntemi tozların topak haline getirilmesinde yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır. Bu yöntem zirkonya gibi seramik malzemelerde ve WC-kobalt gibi malzemelerde kullanılır. Toz genellikle küreseldir, fakat püskürtme ile kurutma yapıldığından gözenekli ve kolayca ufalanabilir durumdadır. Malzeme genellikle sinterleme ile yoğunlaştırılır ve kararlı hale getirilir [11].

2.2.1.4. Kimyasal tepkimelerle toz üretimi

Kimyasal tepkimelerle toz üretiminde gaz fazı ile ayrıştırma, termal ayrıştırma, sıvı fazdan çökeltme ve gaz fazdan çökeltme yöntemleri kullanılmaktadır.

Gaz fazı ile ayrıştırma yönteminde oksitli malzemeler (demir, bakır, tungsten, molibden, vb. oksitler) indirgeyici gazlar ile indirgenerek metal tozu haline getirilirler. İndirgeyici gazların maliyetinin yüksek olması, toz saflığının oksit saflığına bağlı olması ve alaşım tozlarının üretim imkânsızlığı bu yöntemin dezavantajlarındandır [12].

Termal ayrıştırma yönteminde demir, nikel ve CO gazı etkisinde karbonillerini veren metallerin tozları yüksek saflıkta, düzgün dağılmış ve küresel olarak elde edilir. Fe,

Cu, Cr, Pt, Mg, Ni, Co uygun sıcaklıkta CO gazı etkisinde karbonille parçalanan ve tane boyları 2-10 μm olan yeterince ince tane şekilli tozlardır [6].

Sıvı fazdan çökeltme yöntemiyle çeşitli sıvılardan faydalanarak kimyasal yollarla metal tozları üretmek mümkündür. Metal iyonları kapsayan, nitratlar, klorürler ve sülfatlar gibi eriyiklerden daha az asal olan başka bir element ile kimyasal yer değiştirme suretiyle metal tozları üretilir. Reaktif metaller erimiş tuz eriyiklerinden çökelme ile de imal edilirler. Bu yöntemle toprak halinde, ince ve saflık oranı yüksek tozlar elde edilir [6].

Gaz fazdan çökeltme yöntemiyle çeşitli gazlardan faydalanarak kimyasal yollar ile metal tozları üretmekte mümkündür. Metal ihtiva eden buhar fazlı bir malzeme tozu üzerinden geçirerek esas malzeme buhar fazındaki metalin yerine geçerek metal tozun üzerine çökelir [6].

2.2.1.5. Elektrolitik yöntemler

Sıcaklık, bileşim, çözeltinin tazeliği, akım yoğunluğu gibi şartların uygunluğu sağlandığında metaller süngerimsi veya toz yapısında katotta biriktirilebilir. Daha sonra elde edilen metal yıkanır, kurutulur, redüklenir, tavlanır ve belki de öğütmek gerekebilir. Bakır bu yöntemle en çok üretilen metaldir, krom ve mangan tozları da elektroliz ile üretilen diğer tozlardır. Bu yöntemle elde edilmiş tozlar oldukça kırılgandır, bu nedenle öğütülmeleri gerekebilir. Demir de elektroliz ile üretilmiştir, diğer yöntemlerin daha ucuz olması nedeniyle pek tercih edilen üretim yöntemi değildir. Bu yolla üretilen tozların saflık derecesi oldukça yüksektir [13].

2.2.2. Toz özellikleri

Metal tozların üretim yöntemleri tozlara ait birçok özelliği tayin eder. Bu nedenle kullanım alanlarına göre değişik yöntemlerle üretilmiş tozlar, metal toz parçaların üretiminde kullanılabilir. Metal tozların karakteristik özelliklerini fiziksel ve kimyasal özellikler olmak üzere iki ana başlık altında toplayabiliriz [6].

2.2.2.1. Fiziksel özellikler

Tozların fiziksel özelliklerini; toz tane boyutu, toz tane şekli, tane yapısı, tozların özgül yüzey alanı, görünür yoğunluk ve akış hızı gibi özellikler belirler. Presleme ve sinterleme özellikleri de bu özelliklerle yakından ilgilidir [6].

Toz tane boyutu, toz tanelerinin eleme yöntemi, çökeltme yöntemi ve elektron mikroskobu altında inceleme vb. gibi tane boyutu ölçüm teknikleri ile elde edilen boyutudur. Tozların tamamının aynı boyutta olduğu söylenemez, ancak ortalama toz tane boyutundan bahsedilebilir. Toz taneciklerinin şekli karmaşık hal aldıkça toz tane boyut ölçüm teknikleri de değişir. Örneğin küresel tozlar için sadece çap ölçümü yeterli iken pul şeklindeki tozlar için hem kalınlık hem de boyunun ölçülmesi gerekir. Çok fazla karmaşık şekilli tozların tane boyutu yüzey alanından yola çıkılarak bulunabilir. Şekil 2.1'de küresel, pul ve karmaşık şekilli tozlar görülmektedir.

D – çap

t – kalınlık
M- genişlik

H - İzdüşümü yüksekliği
W- İzdüşümü genişliği
M- Maksimum boy

Şekil 2.1. Küresel, pul ve karmaşık toz şekilleri [6,12].

Tozların tane büyüklüğü genellikle elek analizi ile tespit edilir. Elek büyüklükleri delik büyüklükleri ile anılır ve meş (mesh) ile belirtilir. Elek delik büyüklükleri mikron cinsinden de belirtilebilir. Elek analizi sonrası toz tane boyutu belli değerler arasında sınıflandırılır. Toz tane şekli, toz üretim yöntemleri ile üretilen tozların şekilleri birbirinin aynı değildir. Üretim yöntemlerine göre toz tane şekilleri küresel, yüksek gözenekli, karmaşık, dendritik, pul ve iğnesel şekillerde olabilirler (Tablo 2.1) [6].

Tablo 2.1. Üretim metodlarına göre toz tane şekilleri [6].

Üretim Metodu	Toz Şekli	
Gaz Atomizasyonu		Küresel
Su Atomizasyonu		Karmaşık
Gaz Fazı ile Ayrıştırma		Gözenekli
Elektroliz Yöntemi		Dentritik
Değirmende Öğütme		Pul

Tozların şekli özellikle tozların akıcılığını etkiler. Küresel şekilli tozlar pul şeklindeki tozlara göre iyi akış özelliği gösterirken, genellikle düzgün olmayan şekilli tozlar ise hiç akmazlar. Toz şekli ayrıca tozların, görünür yoğunluk, sıkıştırılabilirlik, ham mukavemet, gerginlik, sinterlenebilirlik gibi özelliklerini etkiler. Görünür yoğunluğu en yüksek olan toz küresel tozdur. Köşeli ve yüksek gözenekli tozlar düşük yoğunluğa sahiptir. Düzgün şekilli tozlar kolay preslenirken, düzgün olmayan şekilli tozlar daha zor preslenirler. Düzgün şekilli olmayan tozlarda presleme sonrası daha fazla bir mekanik bağlanma meydana geleceğinden, sinterleme sırasında difüzyon daha hızlı olacak ve buna bağlı olarak mukavemet artacaktır [6].

Görünür yoğunluk, standart olarak hazırlanmış Hall akış hunisinden geçirilerek, 25 cm^3 hacmindeki bir kaba gevşek dolan toz kütlesinin ağırlığıdır. Bir başka ifade ile görünür yoğunluk, sıkıştırılmamış tozun ağırlığıdır. Görünür yoğunluk toz tane şekli, toz tane boyutu ve tozların yüzey alanı gibi faktörlere bağlı olarak değişir. Teorik yoğunluk ise ergitilerek dökülen malzemenin yoğunluğudur. Ayrıca metal tozlardan parça üretimi sırasında, tozların titreşime maruz kaldıkları düşünülürse, tozlara ait vurgu yoğunluğunun da bilinmesi gerekir. Vurgu yoğunluğu, 50 gram toz kütlesinin, bir kaba doldurularak titreşime maruz bırakılması sonucu elde edilen sıkışık toz kütlesinin, tozun kap içerisinde kapladığı hacme oranlamasıyla elde edilir. Tozların akış hızı, toz metal parça üretimi sırasında üretimin seri olarak yapılabilmesi için, tozların kalıp içerisine kolay akması önem arz eder. Görünür yoğunluğu yüksek olan

tozlar iyi akma özelliğine sahiptir. Dolayısıyla görünür yoğunluğu yüksek olan tozlar daha kısa sürede akar. Tozların akış hızı yine Hall akış hunisinden faydalanılarak bulunur. Akış hızı; 50 gram bir toz kütlesinin 100 °C'de 1 saat kurutulduktan sonra, Hall akış hunisinden geçmesi için gerekli olan süredir. Kütlenin zamana oranlamasıyla elde edilen değer tozların akış hızını (gr/s) verir. İyi akış özelliğine sahip olmayan tozların akış hızı ise şev açısından faydalanılarak bulunur. Şev açısı; Hall akış hunisinden geçen tozların oluşturduğu yığının taban açısıdır. Şev açısı küçük olan tozların akış hızı yüksek, şev aşısı büyük olan tozların akış hızı ise düşüktür [6].

Tozların sıkıştırılabilirliği, toz tanelerinin yoğunlaşma derecesidir. Tozların sıkıştırılabilirliği, toz tane şekli, toz tane boyutu ve dağılımı ile sertlik ve kullanılan yağlayıcılara bağlıdır. Ph, ham yoğunluk; Pg, görünür yoğunluk ve Pt, teorik yoğunluğu göstermek üzere yoğunlaşma parametresi aşağıdaki bağıntı ile bulunur (Denklem 2.1) [6].

$$\text{Yoğunlaşma parametresi} = \frac{(\text{Ph} - \text{Pg})}{(Pt - Pg)} \tag{2.1}$$

Yoğunlaşma parametresi tozların yoğunlaşma oranını tespit eder ve bu oran ham yoğunluk teorik yoğunluğa yaklaştıkça 1, ham yoğunluk görünür yoğunluğa yaklaştıkça 0'dır. Yoğunlaşma parametresi 1 olan tozların sıkıştırılabilirliği yüksek, 0 olan tozların ise düşüktür. Sıkıştırma oranı ise, tozların sıkıştırma öncesi hacminin, sıkıştırma sonrası hacmine oranıdır. V_1, sıkıştırma önceci hacim ve V_2, sıkıştırma sonrası hacim olmak üzere Denklem 2.2 kullanılarak bulunur [6].

$$Sıkıştırma\ oranı = \frac{V_1}{V_2} \tag{2.2}$$

Toz kütleleri küçük taneli olduklarından toplam yüzey alanları oldukça fazladır. Bu nedenle özellikle Al ve Mg tozlarında görüldüğü gibi tozlar çok kolay oksitlenirler ve yanarlar. Özellikle toz tane boyutu 50 mikronun altındaki tozlar çok kolay ateşlenme özelliğine sahiptirler [6].

2.2.2.2. Kimyasal özellikler

Tozların kimyasal özelliklerini berlirleyen en önemli faktörler bileşim ve saflık oranıdır. Tamamlanmamış indirgenme tepkimeleri tozlarda, kalıntı oksit parçacıklarına neden olur. Bu oksit parçacıkları, tane sınırlarında kırılgan bir film oluştururlar. Tozların hava ile teması sonucu çok kısa bir sürede dahi yüzey oksitleri oluşur. Bu da tozların preslenmesi sırasında istenmeyen bir durumdur. Ayrıca yabancı maddelerin tozlarda bulunmaması gerekir.

Tozları kimyasal özelliğini tespit edebilmek için birçok analiz yöntemi uygulanabilir. Örneğin tozlardaki oksijenin tespiti, belli ağırlıktaki kurutulmuş tozun, hidrojen gazı ile 550-1150°C sıcaklıkta 1 saat süreyle indirgenerek tartılması ile yapılabilir. $\%O_2$ miktarı, W_{ilk}, ilk ağırlık ve W_{son}, son ağırlığı göstermek üzere Denklem 2.3 kullanılarak hesaplanır [6].

$$\%O_2 = \frac{(W_{ilk} - W_{son})}{(W_{ilk})} x100 \tag{2.3}$$

2.3. Toz Şekillendirme ve Sinterleme

2.3.1. Toz şekillendirme

Toz metalurjisinde en önemli adımlardan bir tanesi şekillendirmedir. Toz karışımları özel olarak hazırlanmış kalıplar içerisinde basınç etkisiyle kompakt hale getirilirler. Endüstriyel olarak en çok kullanılan sıkıştırma teknikleri tek eksenli çift ve tek taraftan etkili preslemedir. Bunun yanı sıra izostatik presleme, enjeksiyon kalıplama, haddeleme ve dövme gibi çeşitli toz sıkıştırma yöntemleri de kullanılmaktadır [1].

Toz parçacıkları sıkıştırıldığında; hacim hareketi, parçacıkların yeniden düzenlenmesi, parçacık deformasyonu, kırılması veya bölünmesi gibi nedenlerden dolayı yoğunluk artışı gözlenir. Bu mekanizmalardan hangisinin önce çıkacağı kullanılan tozun özelliğine bağlıdır. Saf metal tozları genellikle daha kolay deforme

edilebilir ve bu deformasyon, şekillendirme sırasında gerçekleşir. Seramik tozları daha gevrek ve kırılgandır. Tablo 2.2'de farklı malzemeleri şekillendirmek için uygulanan basınç değerleri verilmiştir [14,15].

Tablo 2.2. Farklı malzemeler için uygulanan sıkıştırma basınçları [14,15].

Uygulama	Sıkıştırma Basıncı (MPa)
Gözenekli metaller	40 – 70
Refrakter metaller ve karbürler	70 – 200
Gözenekli mil yatakları	146 – 350
Orta yoğunluklu demir ve çelik	275 – 690
Yüksek yoğunluklu bakır ve alüminyum	250 – 275
Yüksek yoğunluklu demir ve çelik	690 – 1650

2.3.1.1. Tek eksenli presleme

Toz presleme teknikleri arasında en basit olanı tek eksenli preslemedir. Bu yöntemde rijit bir kalıp içine yerleştirilmiş tozlar bir zımba vasıtasıyla sıkıştırılır. Bu yöntemde tek yönden basınç uygulanabildiği gibi aynı eksende zıt yönlerde iki zımba yardımıyla da tozların sıkıştırılabilmesi mümkündür. Tek eksenli sıkıştırmada ilk olarak kalıp boşluğuna tozlar doldurulur daha sonra üst ve alt zımbalar tarafından sıkıştırılır son olarak elde edilen kompakt halindeki parça kalıptan çıkarılır. Sıkıştırma sonucu elde edilen ham parçalar kalıptan çıkarılma esnasında ve sinterleme öncesi işlemlerde parçalanmayacak kadar sağlam olmalıdır. Presleme sonucunda elde edilen yapı sinterleme sonrasındaki malzemenin mikroyapısal ve mekanik özelliklerini doğrudan etkiler [1,16].

Tek yönlü preslemede, toz üst zımbanın hareketi ile sabit olan alt zımbaya doğru preslenir. Bu yöntemde tozlar arası ve toz ile kalıp duvarı arasındaki sürtünme düzensiz bir basınç dağılımına neden olacağından, preslenen parçadaki yoğunluk, homojen bir dağılım göstermez. Çift yönlü preslemede, toz alt ve üst zımbaların birbirine doğru hareketi ile preslenir. Bu yöntemle preslenen parçadaki yoğunluk dağılımı, tek yönlü presleme ile elde edilen parçaların yoğunluk dağılımından daha homojendir [6].

2.3.1.2. Soğuk izostatik presleme (CIP)

Soğuk izostatik presleme (CIP), esnek kalıp içerisine doldurulan tozlara çevre veya oda sıcaklığında yüksek akışkan basıncının uygulandığı işlemdir. Basınç kaynağı olarak su ve yağ kullanılır. Bu yöntemde genellikle 210 MPa 'dan 410 MPa 'a kadar basınçlar kullanılmaktadır ancak bazı özel durumlarda 760 MPa 'a kadar basınçlar kullanılmaktadır [1,6].

2.3.1.3. Sıcak izostatik presleme (HIP)

Sıcak izostatik presleme (HIP), yüksek sıcaklıklarda ve yüksek basınçlarda aynı zamanda ve eşit olarak taneciklerin kuvvetli difüzyon bağları oluşturarak yoğunlaşması ile birlikte şekillendirilmesi yöntemidir. Başka bir ifade ile presleme ve sinterleme aynı anda gerçekleşir. Basınç kaynağı olarak en çok kullanılan yüksek yoğunluklu argon gazıdır. Fakat özellikle yüksek sıcaklıklarda helyum ve azot gazı kullanılmaktadır. Bu yöntemde, toz haline getirilmiş malzemeler esnek bir kalıp içerisine yerleştirildikten sonra basınç haznesi içerisindeki ısıtma bölgesine yerleştirilir. Önceden belirtilen sıcaklığa ısıtılır ve bir inert gaz ile basınç uygulanarak işlem tamamlanır [6].

2.3.2. Sinterleme

Şekillendirme işlemleri sonrasında toz veya toz karışımları birbirlerine sadece mekanik olarak bağlı durumdadır. Bu bağlar nihai üründen beklenilen mekanik özellikleri sağlayamamaktadır ve bu nedenle şekillendirilen parçalar yüksek sıcaklıklarda sinterlenerek partiküller arasında bağların oluşması amaçlanır.

Sinterleme, şekillendirilmiş bir toz metal parçanın kendisini oluşturan tozlar arasındaki bağların oluşması ve dolayısıyla daha mukavemetli bir yapı oluşturulması amacıyla ana bileşeni olan malzemenin ergime sıcaklığı altındaki bir sıcaklıkta ısıl işleme tabi tutulmasıdır. Sinterleme işlemi, oksit seramikler dışında genellikle koruyucu atmosfer altında ve karışımı oluşturan ana bileşenin ergime sıcaklığının

%60-90'ı arasında bir sıcaklıkta yapılır. Sinterleme sonrasında malzemenin mukavemeti ve yoğunluğunda bir artış ve gözenek miktarında düşüş meydana gelir. Bu yöntemde partiküller arasındaki gözenekler kapiler kuvvetler ve atomik difüzyon ile yok edilir. Ancak, malzeme içerisindeki kalıntı gözeneklerden dolayı toz metalurjisi ürünlerin dayanımı aynı bileşimdeki döküm veya işlenmiş parçaya göre daha düşük olabilir. Bir toz sisteminin sinterlenebilirliğini ve sinterlenmiş mikroyapısını belirleyen birçok değişken vardır. Bu değişkenler Tablo 2.3'te verilmiştir [14,17].

Tablo 2.3. Sinterlenebilirliği ve mikroyapıyı etkileyen değişkenler [14].

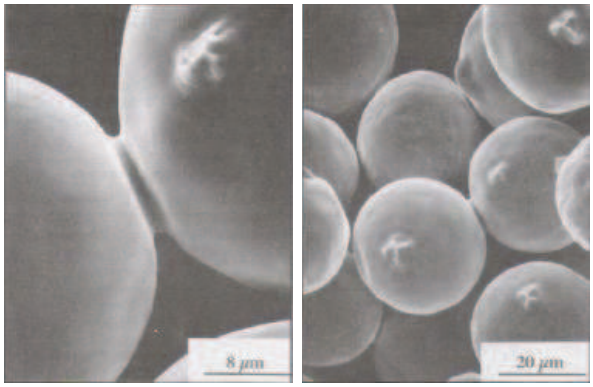
Başlangıç malzemeleri ile ilgili değişkenler	Toz şekli, boyutu, boyut dağılımı, aglomerasyon
	Bileşim, empürite, homojenlik
Sinterleme koşulları ile ilgili değişkenler	Sıcaklık, süre, basınç, atmosfer,ısıtma ve soğutma hızı

Sinterleme mekanizmaları genellikle yüzey, tane sınırı veya kristal kafesinde oluşan difüzyon işlemleridir. Partiküllerin yüksek sıcaklıklara çıkarılmasıyla, atomların hareketi sağlanır ve bu mikroyapıda gözenek giderilmesi ve tane büyümesi gibi geometrik değişimlere neden olur. Sinterleme sırasında boyun büyümesi ve yüzey alanı azalması gibi hacim değişimleri olur. Eş zamanlı olarak boyutsal çekme, yoğunlaşma, mukavemet, sertlik, elektrik ve ısıl iletkenlik, elastik modül değişimleri gerçekleşir. Yoğunluk artışı ve gözenek azalmasıyla sinterleme çekmesi gerçekleşir. Çekme ile parçanın kısmi ham yoğunluğu sinterlenmiş kısmi yoğunluğa ulaşır. Yüksek ham yoğunluklu malzemelerden küçük sinterleme çekmeleri ve yüksek son yoğunluklara ulaşılır [2,14]. Sinterleme prosesi temel olarak katı hal sinterlemesi ve sıvı faz sinterlemesi olmak üzere iki gruba ayrılır.

2.3.2.1. Katı hal sinterlemesi

Tek bileşenli sistemlerin katı hal sinterlenmesi, sinterlemeyi en iyi anlatan durumdur. Bu sistemler için dahi tozların ısıtılması ile geçilen adımlar oldukça karmaşıktır [18].

Yüzey enerjisinin azaltılması sinterlemenin itici gücüdür. Rastgele atom hareketleriyle mikroyapıdaki boşluklar doldurulur. Sinterlemenin başlangıç aşamasında boyun bölgesi oluşur. Boyun bölgesi eyer şeklindedir. Boyun bölgesinin yüzeyi iç bükey ve dış bükey kavislerden oluşur. Bu bölgedeki kavis gerilmeye neden olur ve bu sinterleme gerilmesidir. Partiküller, temas noktalarında herhangi bir dış basınç olmadan basma gerilmesi altındadır. Boyun bölgesinde bir gerilme gradyanı vardır. Küçük bir boyunda gerilme gradyanı oldukça büyük olabilir ve bunun sonucunda taneden boyun bölgesine kütle taşınımı olur. Bu nedenle küçük partiküller daha düşük sıcaklıklarda sinterlenir. Küçük partiküllerde boyun bölgesinin doldurulması için daha az sayıda atoma ihtiyaç vardır. Atomların hareket mesafesi daha kısadır ve gerilme daha büyüktür. Bu nedenle küçük partiküller hızlı sinterlenir [2]. Şekil 2.2'de sinterleme sırasında partiküller arasında meydana gelen boyun oluşumunu gösteren taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir [19].



Şekil 2.2. Sinterleme sırasında tozlarda meydana gelen boyun oluşumunun SEM görüntüleri [19].

Sinterlemenin ilk aşamasında her partikül üzerinde birkaç noktada, birbirinden bağımsız boyun büyümesi olur. Gözenekler düzensiz ve köşeli şekildedir. Boyun zamanla dış bükey bölgedeki atomlar tarafından doldurulur ve bu şekilde boyun büyür. İç bükeyliği azalır ve dolayısıyla işlem yavaşlar. Ara aşamada gözenekler yuvarlaklaşır fakat etrafındaki kavis kütle transferi için itici güç olmaya devam eder. Bu aşamada boyunlar birbiri ile etkileşir ve örtüşecek kadar büyür. Yuvarlaklaşmış gözenekler hala dışa açıktırlar. Son aşamada, gözenekler kapalı ve küreseldir. Gözenek sayısı azaldığından tane büyümesi hareketini zorlaştıramaz ve taneler hızla

büyür. Malzeme içinde gözeneklere hapsolmuş gaz varsa bu gözenekler tamamen kaybolmaz. Bu durumu önlemek için sinterleme işlemi vakumda yapılır [2].

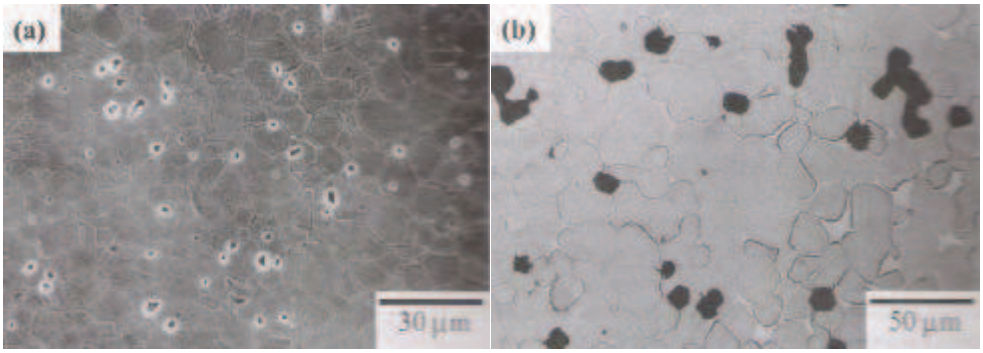
Taşınım mekanizmaları, itici güçlere karşılık kütle akışının nasıl olduğunu belirler. Yüzey taşınımı, çekme veya yoğunluk artışı olmayan boyun büyümesini içerir. Birçok malzemenin düşük sıcaklıkta yapılan sinterlemesinde yüzey difüzyonu baskındır. Hacim taşınım kontrollü sinterleme çekmeye neden olur. Hacim taşınım mekanizmaları; hacim yayınımı, tane sınırı yayınımı, plastik akış ve viskoz akıştır. Bu mekanizmalar genellikle yüksek sıcaklıklarda baskındır [2,14].

2.3.2.2. Sıvı faz sinterlemesi

Sıvı faz sinterleme; en az bir bileşenin solidüs sıcaklığının üzerinde sıvı oluşturduğu, preslenmiş tozların sağlamlaştırılması (consolidation) yöntemidir. Sıvı içerisindeki malzeme taşınımı daha hızlı olduğundan katı hal sinterlemesine göre daha hızlı bir süreçtir [14,17]. Sıvı faz sinterleme, endüstride birçok parçanın üretiminde kullanılır. İlk kullanımı kil esaslı minerallerden briket üretimidir. Daha sonra porselen, yalıtkan ve refrakterler gibi seramik malzemeler de üretilmiştir. Modern sıvı faz sinterleme teknolojisi, sementit karbür üretimiyle gelişmiştir. Demir, nikel ve kobalt gibi metaller bağlayıcı olarak kullanılmasıyla yüksek yoğunluklu, gözeneksiz karbürler sinterlenerek talaşlı üretim malzemeleri üretilebilmiştir [14,20].

Sıvı faz sinterleme ile daha hızlı atomik difüzyon sağlandığından, katı faza göre daha hızlı sinterleme yapılır. Dış basınca ihtiyaç duyulmadan kapiler etkiyle katı partiküllerin yüzeyinin sıvı faz ile ıslatılması sağlanır. Bu şekilde partiküller arası sürtünme de azaltıldığından katı parçacıkların daha hızlı düzenlenmesi sağlanır. Sıvı faz sinterleme ile yüksek ergime sıcaklıklı daha sert faz ile sıvı faz oluşturan düşük ergime sıcaklıklı metalden iki fazlı kompozit malzemeler üretilebilir [20]. Şekil 2.3'te katı hal sinterlemesi ve sıvı faz sinterlemesinde elde edilen mikroyapılar görülmektedir [14,17]. Toz partikülleri, ergime sıcaklığının yarısı civarında yüzey alanını azaltarak birbirlerine bağlanırlar. Sıvı faz sinterlemede sinterleme sıcaklığında katı partiküllerin yanı sıra sıvı faz oluşur ve bu durum partiküller arası

bağlanmayı artırır. Bunun dışında; gözenek yapısını değiştirir ve mukavemet, süneklik, iletkenlik ve korozyon direnci gibi özellikleri etkiler [14,20].



Şekil 2.3. (a) Katı hal sinterlemesi, (b) Sıvı faz sinterlemesi sonrası elde edilen mikroyapılar [17].

2.3.2.3. Gözenek-yapı gelişimi

Gözeneklerin tane sınırı ile bağlantılı olması iyi sinterleme için önemlidir. Sinterleme sırasında partiküller arasındaki temas noktaları büyüyerek boyun oluşturur. Bundan sonraki süreçte, sinterleme hızını kontrol eden mekanizma tane sınırı ve gözeneklerin düzenlenmesidir. Tane sınırlarının kesişme noktalarındaki girintili-çıkıntılı yapıdaki gözenekler silindirik hale gelir ve yoğunlaşma ile kapalı küre şeklinde gözeneklere dönüşür. Sinterleme ilerledikçe, gözenek-tane sınırı etkileşimi 3 şekilde gerçekleşebilir:

1. Gözenekler, tane sınırlarında kalarak tane büyümesini önler.
2. Gözenekler, hareket eden tane sınırları tarafından sürüklenerek tane büyümesini yavaşlatır.
3. Tane sınırları gözeneklerden koparak ayrılır.

Düşük sıcaklıklarda gözenekler düşük tane büyümesi hızından dolayı tane sınırına bağlı kalır. Sıcaklık yükseldikçe, tane sınırı hareketi gözenekten ayrılmaya neden olur. Yüzey yayınımı ve buharlaşma-yoğunlaşma ile gözenek hareketi gerçekleşir. Sinterlemede mikroyapı gelişiminin ana belirleyicisi sıcaklıktır [2,14]. Gözenekler, tane sınırlarında veya içlerinde yer alırlar. Tane sınırlarında bulunduklarında, gözenekler toplam tane sınır alanını ve enerjisini azaltır. Gözenek ile sınır ayrıldığında, sistemin enerjisi yeni oluşan tane sınırı alanına orantılı olarak artar.

Yoğunlaşmanın artmasıyla gözeneklerin yavaş hareketi ve kilitleme kuvvetinin azalması sonucunda gözenekler tane sınırlarından kurtulur. Bu durum, sinterleme ile ulaşabilecek son yoğunluğu kısıtlar. Bu nedenle, sıcaklığın uygun şartlarda artırılması gereklidir. Tam yoğunluğa ulaşmak için gözeneklerin tane sınırlarından ayrılması önlenmelidir. Karşılaşılabilecek en olumsuz durum, iri taneli ve iri gözenekli bir yapıdır [2,14].

2.3.2.4. Ham yoğunluğun sinterlemeye etkileri

Sinterleme öncesi tozların sıkıştırılması işlemi ham yoğunluğu artırır ve yüksek yoğunluğa ulaşılmasına yardımcı olur. Fakat yoğunluk gradyanları oluşmasına ve bunun sonucunda çarpılmaya neden olabilir. Çarpılma problemine, toz-kalıp yüzeyi sürtünmesinden kaynaklanan ham yoğunluk gradyanlarının sinterleme sonrası istenmeyen boyut gradyanlarına dönüşmesi sebep olur. Yüksek sıkıştırma basınçları ile yoğunluğun ve partiküller arası temas boyutunun artması sağlanır. Sinterlenmiş boyun boyutu dayanım ve süneklik gibi özellikleri etkiler. Dolayısıyla, yüksek sıkıştırma basıncı ile daha az sinterleme çekmesi sağlanacağından, daha iyi boyut kontrolü yapılabilir [2,14].

BÖLÜM 3. MEKANİK ALAŞIMLAMA

3.1. Giriş

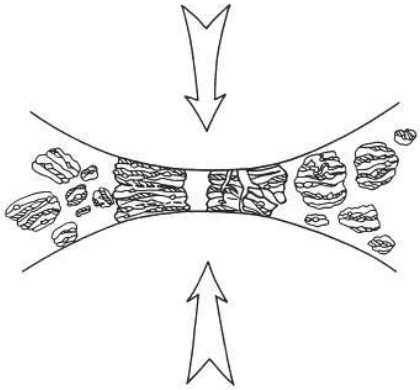
Mekanik alaşımlama (MA) yüksek enerjili bilyeli değirmende son derece homojen ve ince mikro yapılar elde etmek amacıyla toz parçacıklarının kuru, yaş, yüksek enerjili, bilyeli ve/veya çubuklu öğütme işlemleri ile soğuk kaynaklanması, kırılması ve tekrar kaynaklanmasını içeren bir toz metalürjisi (TM) tekniğidir. Bu metot ilk olarak oksit dağılımı ile sertleştirilmiş (ODS) nikel ve demir esaslı malzemelerin ticari olarak üretilmesi için International Nickel Company Paul D. Merice araştırma laboratuvarında 1966'lı yıllarda gaz türbini uygulamaları için geliştirilmiştir [5]. Mekanik alaşımlama esas olarak uzay sektöründe gelişmesiyle aranılan özellikte malzeme üretimi için geliştirilmiştir. Uzay sektöründe başarı ile kullanılan ilk mekanik alaşımlama alaşımı INCONEL alaşımı olan MA 754'tür. Bu alaşım askeri jetlerin motorlarında sıcak bölgelerde kullanılmaktadır. Metallerin yüksek sıcaklık ortamında mukavemetlerini geliştirmek için alaşıma takviye malzeme ilavesi ilk olarak 1910 yılında tungsten ile toryum ilavesi yapılarak sağlanmıştır [4,16,21–23].

Mekanik alaşımlama metodu gerçek değeri, ancak üretilmesi zor alaşımları veya bilinen metotlar ile üretilmesi imkânsız olan alaşımlar göz önüne alındığı zaman görülür. Basit karıştırma teknikleri yapıdaki oksitleri yeteri kadar homojen dağıtamamakta veya çok düzensiz bir yapı oluşturmaktadır. Uzay sanayi, gaz türbini gibi ortamlarda kullanılan alaşımların maksimum servis sıcaklığında çalışması istenir. Servis sıcaklığı artığında malzemenin mekanik dayanımı ve oksit dayanımı artırılması gerekir. Bu sebeple bu tür uygulamalar için MA ile elde edilen alaşım malzemesi istenir [16].

Ciddi mühendislik malzemeleri olan kompozit ve seramiklerin devreye girmesi ile metal ve alaşımlarının gelecekteki rolü işlem gelişiminin etkisine ve kalitesine bağımlı olacaktır. Alaşım gelişimi için mevcut çizgiler, yeni ve kaliteli bir teknoloji olan mekanik alaşımlama, normalde uyumsuz olan bileşenlerin elde edilmesinde önemli bir yeterlilik arz eder. İşlemin esnekliği, klasik alaşımların yanında yarı kararlı fazlar, amorf fazlar, intermetalikler ve hatta sermetler ve organik-seramik metalik malzeme sistemlerine uzanmaktadır. Kompozit ve seramik esaslı malzemelerin kullanım alanlarının gelişmesi MA yöntemi ile üretilen metal esaslı malzemeler üzerine yapılan araştırmaların yavaşlamasına neden olmuştur. Ancak halen özellikle hafif alaşımların takviye edilmesi, farklı üretim teknikleri ve ara işlem basamaklarının değiştirilmesiyle yeni geliştirilen alaşımların performansları arttırılmaktadır [3].

3.2. Mekanik Alaşımlama Mekanizması

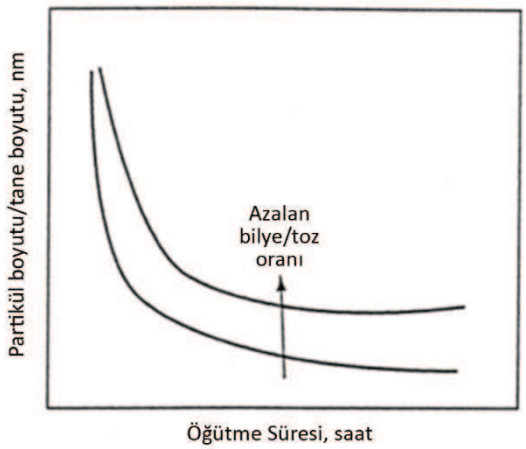
Birinci aşama: Mekanik alaşımlama esnasında öğütücü içerisine bilyelerle birlikte konan toz karşımınım bir kısmının iki bilyenin çarpışması esnasında bilyeler arsanda kalır. Tipik olarak her bir çarpışma sırasında yaklaşık 0.2 mg ağırlığında olan 1000 parçacık bilyeler arasında kalmaktadır. Çarpışma süreçleri, bilye-bilye, bilye-cidar ve karıştırıcılar-cidar şeklinde farklılık gösterir. Öğütmede bu süreçlerin tümü etkendir, ancak en etkilisi bilye-bilye çarpışmasıdır. Bu çarpışma esnasın da arada kalan toza bir miktar darbe enerjisi yüklenir. Yüklenen bu darbe enerjisi sebebiyle toz parçacıkları levhalaşır, birbiriyle kaynaklanır, kırılır ve tekrar kaynaklanır. Bu darbe kuvveti toz parçacıkların plastik deformasyona uğratarak, sertleşmelerine ve kırılmalarına sebep olur. Çarpışan iki bilye arasında kalan tozlar şematik olarak aşağıda da gösterilmiştir (Şekil 3.1). Koruyucu atmosfer altında oluşan yeni yüzeyler parçacıkların birbiriyle kaynaklanmasının mümkün olarak, parçacık boyutunun alaşımlamanın ilk aşamasın da büyümesine sebep olur. Öğütmenin ilk aşamalarında toz parçacıklar yumuşaktır (eğer sünek-sünek veya sünek-kırılgan toz kombinasyonu kullanılmıyorsa) ve birbirleriyle kaynaklanma ve büyük toz parçacıklar oluşturma eğilimleri yüksektir [4].



Şekil 3.1. Bilye-bilye çarpışması esnasında arada kalan toz parçacıkları [4,22,24].

Bu aşamada parçacık boyutu büyüyerek başlangıç parçacık boyutunun üç katına kadar ulaşabilir. Öğütmenin bu aşamasında kompozit parçacıklar başlangıç toz karışımının çeşitli kombinasyonlarını içeren tabakalaşmış bir yapıya sahiptir [4].

İkinci aşama: Devam eden deformasyonla birlikte, yorulma mekanizmasıyla ve/veya kırılgan levhalaşmış toz parçacıkların tekrar kırılmasıyla, sertleşme devam eder. Güçlü topaklanma kuvvetlerinin olmaması durumunda bu mekanizmanın oluşturduğu toz parçacıklarının boyutu azalmaya devam edebilir (Şekil 3.2). Bu aşamada kırılma soğuk kaynaklanmaya nazaran daha fazladır. Öğütücü bilyelerin devam eden darbe etkisinden dolay tozların sıcaklıkları artar. Bu sıcaklık artışı difüzyona yardımcı olur. Sonuçta parçacıkların yapısı kararlı ve başlangıç kompozisyonu açısından homojen bir hale dönüşür. Fakat toz parçacık boyutu aynı kalmaya devam eder.

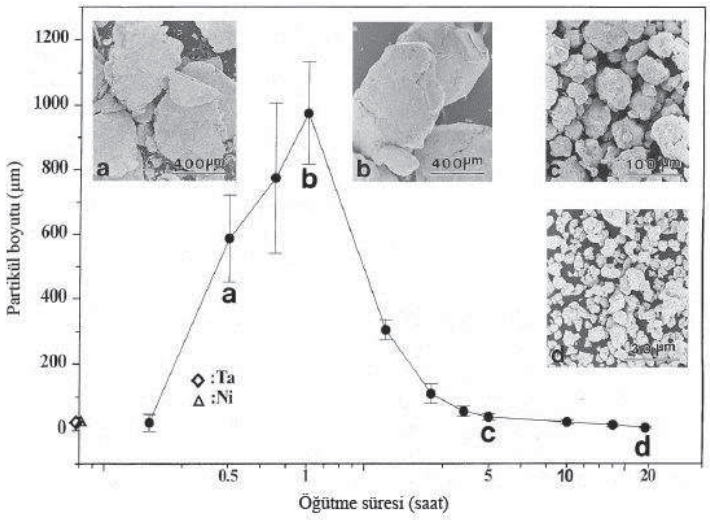


Şekil 3.2. Öğütme süresiyle partikül ve tane boyutunun küçülmesi [4].

Üçüncü aşama: Son aşamada, her bir toz parçacık içerisinde bulunan lameller arasındaki boşluklar azalırken, ayın zamanda bu alaşım tabakalarının sayısı artar. Parçacık içindeki katmanları arası mesafe azalırken, katman sayısı da artar. Bununla birlikte öğütme işlemi sırasında parçacıkların boyutlarındaki küçülme oldukça düşüktür (%1'den küçük). Belli bir süre öğütmenin ardından, ortalama parçacık boyutunu artıran kaynaklanma ve ortalama kompozit parçacık boyutunu azaltan kırılma, miktarları arasında bir denge yakalandığında kararlı hal dengesine ulaşılmıştır. Toz parçacıklarının her birinin kompozisyonu başlangıç karışım kompozisyonundan meydana gelir. Lameller arası mesafe ve dağılım mesafesi 1 mikrondan daha azdır. Ayrıca gerilme enerjisinin depolanmasından dolayı da parçacıkların mikro sertliği bir doyma noktasına ulaşır. İşlem tamamlandığında, lamelli yapı optik mikroskop da görülemez [4,24].

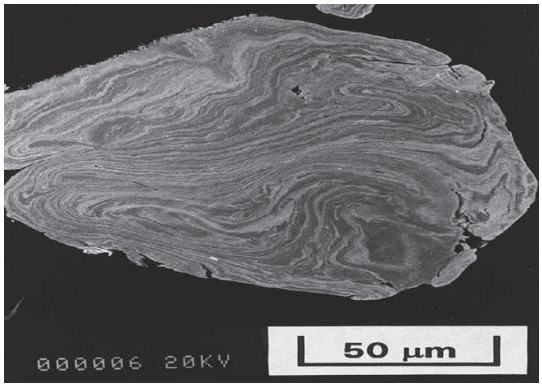
Sünek - Sünek Bileşenler: Sünek-sünek bileşenler MA için en ideal karışımlardır. Benjamin, başarılı bir alaşımlama elde etmek için kullanılan bileşenlerin en azından % 15'nin sünek olması gerektiğini bildirmiştir. Çünkü alaşımlama toz parçacıklarının tekrarlı olarak kırılması ve soğuk kaynaklanmasının sonucunda oluşur. Eğer parçacıklar sünek değilse soğuk kaynaklanma da meydana gelmez.

İlk olarak Benjamin ve Volin, iki farklı yumuşak bileşen içeren bir sistemdeki alaşımlama mekanizmasını incelemişlerdir. MA ilk safhasında, sünek bileşenler mikro dövme işlemleri neticesinde yassı formda düzleşir. Tozun küçük bir miktarı (genellikle bir veya iki parçacık kalınlığında olan toz) bilyenin üzerine kaynaklanır. Öğütme ortamının toz malzeme ile kaplanması avantajdır, çünkü söz konusu tabaka öğütme ortamının aşırı yıpranmasını önleyerek tozdaki kirlilik miktarını azaltır. Öte yandan, heterojen bir ürününün oluşmaması öğütme ortamındaki toz tabakasının kalınlığı için minimum tutulmalıdır. Bir sonraki safhada, yassılaşan parçacıklar birbirleri arasında soğuk kaynaklama yaparak katmanlı yapılar oluşur. Bu safhada parçacık boyutunda artış gözlenir. Öğütme süresinin artmasıyla parçacıklar sertleşir ve kırılganlıkları artar. Sonuç olarak eş eksenli boyutlara parçalanmış parçacıklar daha fazla meydana gelir (Şekil 3.3) [4,24].



Şekil 3.3. MA işlemi boyunca toz boyutu değişimi [4].

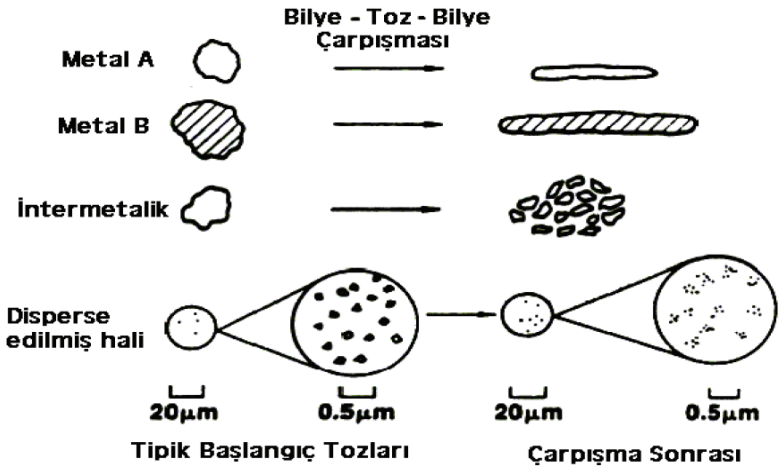
Daha fazla öğütmeyle birlikte, kaynaklanmış tabakalı taneler ile diğer tozlar, düz bir yapıdan daha çok kıvrımlı bir yapı oluştururlar. Bu durum eş eksenli toz parçacıklarının rastgele bir araya gelmesinden kaynaklanmaktadır. Kafes kusurlarının artığı, difüzyon mesafesinin azaldığı (katmanlar arası mesafe) ve öğütmeden kaynaklanan ısının arttığı bu safhada alaşımlama başlar. Parçacıkların sertlik ve boyutu, kararlı hal işlem safhası diye adlandırılan bu safhada doyma değerine ulaşma eğilimindedir. Daha fazla öğütmeyle birlikte, atomik seviyede katı çözünürlüğün, intermetaliklerin ve hatta amorf fazların oluşmasıyla doğru alaşımlama başlar. Bu safhada, taneler ve tabakalar arası mesafe o kadar küçüktür ki, artık bu yapıları optik mikroskopla görüntülemek mümkün değildir. Bir sünek – sünek Ag-Cu sisteminin öğütülme süresince oluşmuş kıvrık katmanlı yapı SEM görüntüsü Şekil 3.4'te verilmiştir [4].



Şekil 3.4. Ag-Cu sünek-sünek bileşim sisteminin öğütülmesi süresince sarmal yapının SEM görüntüsü [4].

MA işleminin başarılı olup olmadığı, öğütme ortamından çıkarılan toza uygulanan belli analizler neticesinde kolaylıkla anlaşılabilir. Benjamin, mekanik alaşımlanmış Ni-Cr tozunun manyetik özelliklerinin, eritme yöntemiyle üretilen Ni-Cr alaşımına benzer olduğunu ispatlayarak, mekanik alaşımlamanın istenen manyetik özelliklere sahip Ni-Cr tozlarının üretiminde etkin olarak kullanılabileceğini göstermiştir. Özellikle öğütmenin başlangıç safhalarında, çok çeşitli yapıların oluşması, yapısal incelt-menin istatistiksel bir süreç olduğu gösterir. Öte yandan, yapısal inceltme hızının, öğütülen malzemenin işlem sertleşmesi hızına ve öğütme işlemine aktırılan mekanik enerjiye doğrudan bağlı olduğu da iyi bilinmektedir [4].

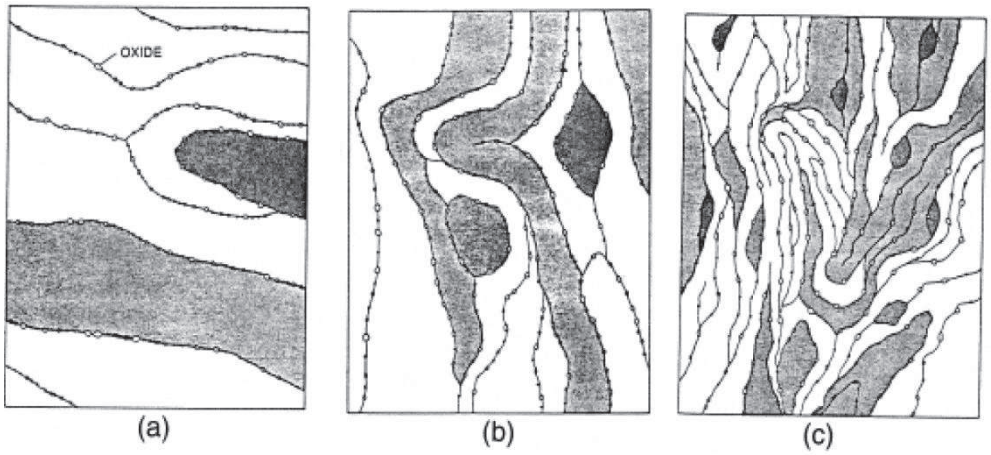
Sünek ve kırılgan Bileşenler: Geleneksel oksit-dağılımı ile sertleştirilmiş (oxide dispersion strengthened, ODS) alaşımlar, kırılgan parçaların sünek matris içinde dağılmasından dolayı bu kategori içerisine girer. Benjamin ve diğer araştırmacılar, öğütme esnasında bu sistemlerde meydana gelen mikroyapı gelişimini ayrıntılı olarak açıklamışlardır. Öğütmenin ilk safhasında, kırılgan oksit veya intermetalik parçacıklar parçalanırken/ufalanırken yumuşak metal toz parçacıkları bilye-toz-bilye çarpışmalarıyla yassılaşır (Şekil 3.5) [4,25].



Şekil 3.5. MA'da kullanılan başlangıç tozlarının ve deformasyon karakteristiklerinin şematik gösterimi [4].

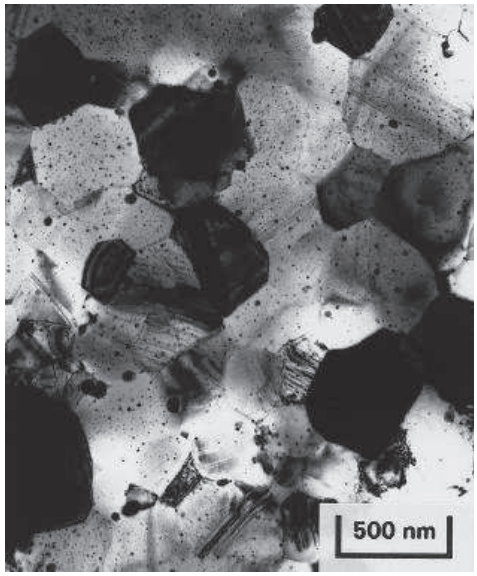
Parçalanmış kırılgan taneler, sünek parçalar arasına hapis olunarak, bu bileşenler tarafından absorbe edilme eğiliminde olurlar. Kırılgan bileşenler, katmanlar arası boşluklar boyunca birbirine yakın olarak yerleşirler (Şekil 3.6a). Daha fazla öğütmeyle, sünek toz parçacıkları işlem sertleşmesine maruz kalır, katmanlar kıvrılır

ve bunun neticesinde mikroyapı incelir (Şekil 3.6b). Bu safhada toz içerisindeki her bir parçacığın bileşimi, başlangıçta karıştırılan tozun bileşimine doğru yaklaşır. Öğütmeye devam edildiğinde, eğer kırılgan tozlar, sünek bileşen içerisinde çözünmüyorsa (ODS alaşımlarında olduğu gibi) katmanlar daha fazla incelir, katmanlar arası boşluklar azalır ve kırılgan parçacıklar sünek matris içerisinde homojen olarak dağılır (Şekil 3.6c) [4,25].



Şekil 3.6. Sünek–kırılgan tozların bir bileşimini öğütme süresince meydana gelen mikro yapısal değişiklikler [4].

Örnek olarak, mekanik olarak öğütülmüş α2-titanyum alüminit matrisi içerisinde homojen olarak dağılan Er_2O_3 parçalarının TEM fotoğrafı Şekil 3.7'de verilmiştir.



Şekil 3.7. Mekanik olarak öğütülmüş α2-titanyum alüminit matriste Er_2O_3 partiküllerinin homojen dağılımını gösteren TEM görüntüsü [4].

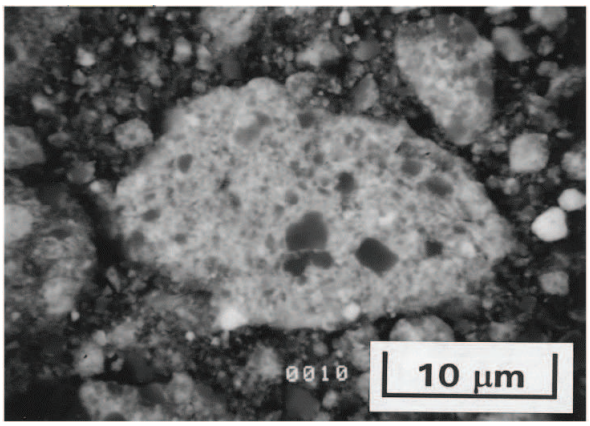
Diğer taraftan, kırılgan fazlar sünek bileşen içerisinde çözülürse, alaşımlama meydana gelir ve kimyasal bir homojenlik elde edilir. İntermetalik $NiZr_2$ (kırılgan) ile saf Zr (sünek) toz karışımının öğütülmesiyle meydana gelen amorf faz oluşumu bu tip bir sisteme örnektir. Sünek-kırılgan bir sistemde alaşımlamanın meydana gelip gelmediği, aynı zamanda kırılgan bileşenin sünek matris içerisindeki katı çözünürlük oranına da bağlıdır. Bir bileşim ihmal edilebilir bir katı çözünürlüğüne sahipse, demir-bor sisteminde olduğu gibi alaşımlamanın mey-dana gelmesi imkânsızdır. Bu yüzden, sünek-kırılgan bileşimlerin alaşımlanması, sadece kırılgan parçaların kısa-mesafe difüzyonunun kolaylaştıran ufalanmasına bağlı olmayıp aynı zamanda bu parçaların sünek matris içerisinde çözünebilme kapasitesine de bağlıdır.

Kırılgan-kırılgan Bileşenler: Mantıksal olarak bakıldığında, iki veya daha fazla kırılgan bileşiğin bir araya gelerek bir alaşım meydana getirmesi imkânsızdır. Çünkü sünek bir bileşenin yokluğunda, herhangi bir kaynaklanmanın olması ve dolayısıyla alaşımlamanın oluşması beklenemez. Bununla birlikte, Si-Ge ve Mn-Bi gibi bazı kırılgan-kırılgan sistemlerde alaşımlamanın gerçekleştiği bildirilmiştir. Dahası kırılgan intermetalik karışımlarının öğütülmesiyle amorf faz oluştuğu da gözlemlenmiştir. Öğütme boyunca kırılgan bileşenler parçalanır ve parçacık boyutu sürekli olarak küçülür. Ancak, tozların boyutu belli bir kritik değere ulaştığında yumuşak bir bileşen gibi davranır. Ufalanma limiti olarak adlandırılan bu durumda, tozları daha küçük boyutlara indirmek artık imkânsız hale gelir.

Kırılgan-kırılgan bileşen sistemlerinin öğütülmesi süresince, sertliği daha fazla olan bileşen (fazla kırılgan) ufalanır ve daha yumuşak (az kırılgan) olan bileşenlerin içerisine gömülür. Şekil 3.8'de görüldüğü üzere, daha sert olan silisyum (Si) parçacıkları daha yumuşak olan Ge matrisine gömülmüştür. Her ne kadar, bütün toz sistemlerinde alaşımlamanın oluşması için difüzyon mekanizmasına ihtiyaç duyulsa da, sıvı nitrojen sıcaklığında Si-Ge gibi kırılgan-kırılgan sistemlerde alaşımlama oluşmazken, diğer kırılgan-sünek ve sünek-sünek sistemlerde çok düşük sıcaklıklarda dahi alaşımlamanın oluştuğu gözlemlenmiştir. Bu durum, tabakalı geometriye sahip sünek-sünek sistemlerin, kırılgan-kırılgan tanelere nazaran daha kısa difüzyon mesafelerine ihtiyaç duymasıyla ve/veya sünek-sünek sistemlerin aşırı

plastik deformasyondan dolayı gelişmiş difüzyon yollarına sahip olmasıyla açıklanabilir.

Kırılgan bileşenlerde, malzeme transferine katkıda bulunan muhtemel mekanizmalar plastik deformasyonla ilgilidir. Öğütme esnasında bileşenlerin plastik deformasyonunu, (a) yerel sıcaklık artışı, (b) kusursuz bölgelerin mikro deformasyonu, (c) yüzey deformasyonu ve/veya (d) hidrostatik zor ile oluşturma mümkündür [25].



Şekil 3.8. Si-Ge toz karışımının 12 saat mekanik olarak alaşımlanması sonucu SEM görüntüsü [25].

3.2.1. Mikroyapı

Mekanik alaşımlama sırasında oluşan mikroyapı, katılan tozların özelliklerine, şekline, boyutlarına, sünekliğine ve benzeri birçok özelliklerine büyük ölçüde bağlıdır. Sünek toz parçacıkları kullanımı durumunda öğütmenin erken safhalarında kompozit tabakalı bir yapı oluşur. Bu tabakalar başlangıç öğelerinin çok çeşitli kombinasyonlarıdır. Bu işlem aşamalı olarak tozların kompozit tabakaları arasındaki difüzyon yoluyla maruz kaldığı mekanik yoğrulma ile inceltilir ve homojenleştirilir.

Mikro yapıya, bilye çarpışmalarının kinetik enerjisinin, sıcaklığın ve atmosferin etkili olduğu belirlenmiştir. MA işleminden önce ve sonra tozlarının karakterizasyonu gereklidir. Toz boyutlan, fazlar, yüzey alanları ve üretim şekilleri belirlenmelidir. Aynı işlemler presleme ve sinterleme sonrasında da tekrarlanmalıdır. Geleneksel toz karakterizasyon metotları MA sonrası tozlar için de kullanılabilir. Toz

boyut ve şekilleri için doğrudan ölçme, optik mikroskop veya SEM çalışması da yapılabilir. Toz boyutlan ölçülürken genellikle topaklanmış tozlara dikkat edilmelidir. Bir toz parçacığı birçok tozun birleşmesi (yapışması) şeklinde görülebilir. Hatta bu difüze olmuş aynı kristal diziliminde birkaç toz şeklinde de olabilir. Amorf yapıya sahip malzemelerde çok farklı metotlar-la analizi sonuçlandırmak mümkündür. Bunların belirlenmesinde diferansiyel termal analiz gibi (DTA) metotları da kullanılabilir. Nano fazlı yapıların tespit edilmesinde tane yapısının çok küçük olması gibi problemler yaşanabilir. Tek başına mikroyapı incelemelerinin yetersiz kaldığı durumlarda farklı analiz metotları kullanılabilir [26].

3.2.2. Mekanik alaşımlama teknikleri

Mekanik alaşımlama katı hal alaşımlamasının iyi neticeler verebilmesi için değişik işlem faktörleri dikkatli bir çalışma ve optimizasyon gerektirir. Bunlar kısaca aşağıda verilmiştir.

1. İlk katılan tozların özelliklerin M.A işlemi üzerinde belirgin bir etkisi vardır.
2. Katılan tozlardan biri çok yumuşak biri de çok sert olmalıdır. Sert tozlar matris içerisine homojen olarak dağılmalıdır.
3. Öğütücü tank iç kısımları, mil ve çelik bilye yüzeyleri, üretilen alaşımın tabakası ile kaplanacak bir özelliğe sahip olmamalıdır. M.A. işlemi bu tabaka üzerinde gerçekleştiğinden, bu tabakanın oluşturulması, birleşme- ayrışmanın dengelenmesinde ve bunun yanında toz yükünün bozulmasının engellenmesinde kritik bir öneme sahiptir.
4. Değirmen içindeki atmosfer ve sıcaklık, belli sıklıkta dikkatlice kontrol edilmelidir.
5. Mekanik alaşımlamanın klasik kullanımı, bir alaşımı onu oluşturan saf öğelerden üretmektir. Yani bakır ve çinko öğütüldüğünde pirinç oluşur.
6. Mekanik alaşımlama süreci oksidasyon/indirgenme reaksiyonlarını başlatmak için kullanılabilir ve böylece atritör bilyeli aktif bir kimyasal reaktöre çevrilmiş olur. Örneğin, Ca gibi bir indirgeyici ile CuO'nun mekanik alaşımlanması, Cu metalini oluşturmak için bakır ok-sitin indirgenmesi ile sonuçlanır.

7. Aşırı alaşımlama işleminin veya yetersiz öğütme süresinin önlenmesi için optimum öğütme zamanı seçilmelidir. Aşırı alaşımlama işlemi, tozun çok ince parçalanmasından kaynaklanan aşırı sertleşme ve dolayısıyla toza uygulanacak termomekanik işlem sırasında alınacak sonuçları aşırı derecede etkiler.
8. Tozların taşınmasında (şarj ve deşarjında) ham maddeden başlayarak, en son işlemden geçmiş toz kesinlikle temiz kaplar ve ekipmanlar ile taşınmalıdır, diğer yabancı maddelerle etkileşim olmamasına dikkat edilmelidir.

Laboratuvar şartları altında çok küçük miktarlarda mekanik alaşımlanmış tozların üretilmesi kolaydır. Ancak yapılması o kadar kolay olmayan işlem, ticari üretimde birkaç tonluk tozun ham maddesinin ve oluşan alaşım tozun kirletilmesinin engellenmesidir, öğütme ürününün kalitesi için karmaşık olarak geliştirilmiş üretim ve kalite garanti prosedürleri tatbik etmek gereklidir.

Mekanik alaşımlanarak elde edilmiş tozların soğuk preslenmesi ile yoğunlaştırılması veya kalıplanması kolay değildir. Bu nedenle mekanik alaşımlanmış tozların şekillenmesinde sıcak izostatik presleme (HIP), ekstrüzyon veya sıcak presleme (Hotforging) gibi sıcak birleştirme yöntemleri kullanılır. Sadece HIP ile teorik olarak tam yoğunluğa ulaşan tozlar daha sonra sıcak işlemlere tabi tutulmaz [16].

3.3. Öğütme Parametreleri

MA karmaşık bir üretim yöntemi olduğundan, istenilen faz ve/veya mikroyapı elde edebilmek için pek çok değişkenin optimizasyonunu zorunlu kılar. Üretilen tozlara etki eden bazı önemli parametreler aşağıda verilmektedir.

1. Öğütme tipi
2. Öğütme haznesi
3. Öğütme(işleme) hızı
4. Öğütme zamanı
5. Öğütme haznesinin tipi ve boyutu
6. Toz-bilye ağırlık oranı

7. Kabın doluluk oranı
8. Öğütme atmosferi
9. İşlem kontrol kimyasalları
10. Öğütme sıcaklığı

Bu işlem değişkenlerinin hepsi tamamen bağımsız değildir. Örneğin, en uygun öğütme zamanı optimize etmek için, öğütme tipi, öğütme haznesinin boyutu, öğütmenin sıcaklığı ve bilye - toz oranı gibi parametrenin birlikte kontrol edilmesi gerekir [4].

3.3.1. Öğütme tipi

Önceki bölümde de bahsedildiği üzere, farklı öğütme tipleri mevcuttur. Bu öğütme tipleri, öğütme hızlarına, sıcaklık değişimini kontrol etme kabiliyetine veya üretilen tozdaki kirlenme oranını en aza indirebilme kabiliyetlerine göre farklılaşır. Üretilecek olan tozun tipine, miktarına veya oluşturulmak istenen yapıya göre, en uygun öğütme tipi seçilebilir. Genel olarak kullanılan öğütücüler SPEX çalkalayıcılar, gezegensel biyeli öğütücüler ve atritör tipi öğütücülerdir. Örneğin, SPEX salınımlı öğütme karıştırıcıları çoğunlukla alaşımı ayırma amaçlı kullanılırken, Fritsch Pulverisette gezegensel veya atritör bilyeli öğütme sistemleri büyük miktarlarda toz üretmede kullanılır. SPEX çalkalayıcılar bir defada yaklaşık 10-20 gr toz öğütebilen laboratuvar tipi öğütücülerdir. Diğer bir ifadeyle, öğütme sistemleri özellikli uygulamalara göre tasarlanırlar [4,5,25,27].

3.3.2. Öğütme haznesi

Öğütme esnasında bilyeler, haznenin iç çeperlerine çarparak hazneyi aşındırır. Aşınmadan dolayı çeperlerden kopan parçalar ise, tozun kimyasal kompozisyonunun değişmesine sebep olur. Bu nedenle, öğütme haznesi yapımında kullanılacak malzeme seçimine dikkat edilmesi gerekir. Eğer öğütme kabının yapımında kullanılan malzeme, toz malzemesinden farklı ise, kabın iç çeperlerinden kopan parçacıklar tozu kirletir. Öğütme kabı yapımında kullanılan malzemeler çoğunlukla; sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş krom çeliği, tavlanmış çelik,

paslanmaz çelik, tungsten karbür (WC)-kobalt (Co), WC kaplı çelik ve yatak çeliği gibi aşınmaya karşı dayanıklı malzemelerdir. Belirli amaçlar için bakır (Cu), titanyum (Ti), sinterlenmiş korondum, yitriya stabilize zirkonya (YSZ), kısmi olarak kuvvetlendirilmiş zirkonya-yitriya, safir, akik taşı, sert porselen, silisyum nitrür (Si_3N_4) ve bakır (Cu)-berilyum (Be) gibi malzemeler de öğütme kabı yapımında kullanılmaktadır. Öğütme kabının yapımında kullanılan malzeme kadar kabın şekli ve özellikle kabın iç dizaynı da önemlidir. Hem düz tabanlı hem de oval tabanlı öğütme kapları mevcuttur. Alaşımlama işleminde, düz-tabanlı kaplar oval tabanlı kaplara göre daha fazla tercih edilmektedir [4,25].

3.3.3. Öğütme hızı

Daha hızlı ve daha yüksek enerjili öğütme sistemlerinde tozların alaşımlanması daha kolaydır. Fakat maksimum hıza ulaşabilmeyi, öğütme sisteminin dizaynına bağlı olarak belli sınırlamalar engel olur. Örneğin, geleneksel bir bilyeli öğütmede, döndürme hızının artması bilyelerin hareket hızını da artıracaktır. Kritik bir hızın üzerinde, bilyeler haznenin iç duvarlarına çivilenir ve aşağıya düşmediklerinden herhangi bir çarpma kuvveti oluşturmaz. Bu yüzden bilyelerin hızının, maksimum yükseklikten düşerek maksimum çarpışma enerjisi üretebilmesi için bu kritik hız değerinin altında olması gerekir. Maksimum hız için bir diğer sınırlama ise kabın sıcaklığının yüksek hızlara (veya öğütme şiddeti) çıkıldıkça artmasıdır. Bu sıcaklık artışı, tozların alaşımlanması veya homojenleştirilmesine katkıda bulunmak için difüzyonun gerekli olduğu durumlarda avantajlı olabilir. Fakat bazı durumlarda sıcaklıktaki bu artış, çökelmeyi veya kristallenmeyi tetiklediği için dezavantajlı olmaktadır. Bu durumda, öğütme esnasında oluşmuş olan aşırı doymuş katı çözeltiler veya yarı kararlı fazlar sıcaklığın etkisiyle bozunabilir. Ek olarak, yüksek sıcaklıklar da tozlardaki kirlenme oranı artabilir. Yüksek öğütme hızlarında, oluşan nano kristal yapıların kristal boyutunda artış ve kristal yapılarındaki iç zorlanmalarında azalma gözlenmiştir.

Calka ve arkadaşları farklı enerji seviyelerinde öğütülen vanadyum ve karbon tozlarının son bileşiminin farklı olduğunu bildirmişlerdir. Bu çalışmada, çok düşük

öğütme enerjisinde (hızında) öğütülen amorf karbon ve nano boyutlu vanadyum taneciklerinden oluşan tozlar, tavlama sonucunda ya V_2C ya da V+VC karışımı formuna dönüşmüştür. Orta enerji seviyesinde, öğütülen nano yapılı tozların tavlanmasıyla VC yapısı elde edilmiştir. Yüksek enerji seviyesinde ise, VC yapısı direkt olarak öğütmeyle oluşmuştur. Benzer şekilde, Ni-Zr tozu, yüksek enerjili öğütmelerde tamamıyla amorf yapıya dönüşürken, orta ve düşük enerjili öğütmelerde amorf ve kristal fazlarının bir karışımı olarak elde edilmiştir [4,25].

3.3.4. Öğütme süresi

Mekanik alaşımlama işlemindeki en önemli parametredir. Gerekli olan MA öğütme süresi kullanılan değirmen tipine, öğütme yoğunluğuna, bilye toz oranına öğütme sıcaklığına, tozların kaynaklanma-kırılma eğilimine bağlı olarak değişir. Genellikle, en uygun öğütme zamanı, tanelerin kırılma ve soğuk kaynaklanması arasındaki dengenin sağlanması için gerekli olan süredir. İhtiyaç duyulan uygun değer öğütme süresi, öğütme tipine, öğütme hızına, toz-bilye oranına ve öğütmenin sıcaklığına bağlıdır. Bu nedenle uygun değer öğütme süre-sini belirlemek için, yukarda bahsedilen parametrelerin uygun kombinasyonunun seçilmesi gereklidir. Her ne kadar öğütme süresinin artması tane boyutunun azalmasına yardımcı olurken, toz gereğinden fazla öğütülürse istenmeyen fazların oluşacağı ve kirlenmelerin artacağı unutulmamalıdır. Bu yüzden, tozları uzun süre öğütmek yerine, istenilen özelliğin elde edilebileceği en uygun sürede öğütmek gerekir [4,5,25,27].

3.3.5. Öğütme ortamı

Sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş krom çelik, tavlanmış çelik, paslanmaz çelik, WC-Co ve yatak çelik öğütme ortamı için kullanılan materyallerin en yaygın tipleridir. Öğütülen tozda yeterli çarpışma kuvveti oluşturabilmek için bilyelerin yeterli yoğunluğa sahip olması gereklidir. Ancak, öğütme kabında olduğu gibi, bilyeler için de bazı özel materyaller kullanılabilir. Örneğin, bakır (Cu) titanyum (Ti), niyobyum (Nb), zirkonyum (ZrO_2), akik, yitriya stabilize zirkonya (YSZ), kısmi kuvvetlendirilmiş zirkonya + yitriya, safir, silisyum nitrit (Si_3Ni_4) ve

Cu-Be gibi özel malzemeler kullanılabilir. Mümkün olduğunca kirlenmeyi önlemek için öğütme kabının ve bilyelerin aynı malzemeden yapılmış olması arzu edilir. Bilyelerin boyutu aynı zamanda, öğütme verimini de etkilemektedir. Genel anlamda, ağır bilyeler daha fazla çarpışma enerjisini tozlara transfer edeceğinden, öğütmede büyük boyutlu (ve yüksek yoğunluklu) bilyelerin kullanılması daha uygundur. Ayrıca, tozun son bileşiminin, kullanılan bilyelerin boyutuna bağlı olduğu da bilinmektedir. Örneğin, toz Ti-Al karışımında öğütme için 15 mm çaplı bilyeler kullanıldığı zaman titanyumda alüminyumun katı bir çözeltisi oluşmuştur. Öte yandan, 20 ve 25 mm çaplı bilyeler kullanıldığında, uzun öğütme sürelerinden sonra bile sadece titanyum ve 25 alüminyum fazların bir karışımı gözlenmiştir. Yapılan diğer çalışmalarda, 3/4 inç çaplı bilyeler kullanılarak üretilen Ti-Al alaşımındaki amorf faz oluşumunun, 3/16 inç çaplı çelik bilyeler kullanılarak üretilenden daha hızlı olduğu gözlemlenmiştir [4,5,27].

Aslında, öğütmenin büyük çelik bilyeler ile yapıldığı bazı durumlarda, amorf fazdan ziyade sadece kararlı kristal bileşikleri oluşmuştur. Bir diğer araştırmada, Ti-Al toz karışımı 5 ya da 8 mm çaplı bilyeler kullanılarak öğütüldüğünde bir amorf fazın oluştuğu, 12 mm çaplı bilyeler kullanıldığında ise amorf faz oluşmadığı bildirilmiştir. Daha küçük bilyelerin tercih edildiği Pd-Si sisteminde de amorf faz oluşumunda benzer durumla karşılaşılmıştır. Literatürde, daha küçük bilyelerin, sürtünme hareketi ürettiği için amorf faz oluşumunu artırdığı gösterilmiştir. Buradan özetle, "yumuşak" öğütme şartlarının (bir başka ifadeyle, küçük bilye boyutlu, daha düşük enerjili ve daha düşük bilye – toz oranlı öğütmelerde) amorflaşma veya yarı kararlı faz oluşumunu artırdığı sonucuna varılmıştır.

Çoğu araştırmacı genellikle öğütmede kullanılan bilyelerin aynı çapta olmasını tercih etse de, farklı çaplara sahip bilyelerin kullanıldığı çalışmalar da vardır. Farklı çaplarda bilyeler kullanıldığında en yüksek çarpışma enerjisinin elde edileceği öngörülmüştür. Öğütmenin ilk safhalarında öğütülmüş toz, bilyenin yüzeyini soğuk kaynaklama şeklinde kaplar. Bu durum, bilyelerin daha fazla aşınmasını önleyerek, üretilen tozun kirlilik oranını düşürmesinden dolayı avantajlıdır. Ancak bu tabakanın kalınlığı heterojen bir ürün oluşumunu önlemek için minimum tutulmalıdır. Öte

yandan, bilyeden ayrıştırılması oldukça zor olan söz konusu toz tabakası, ürün verimini düşürmesi açısından bir dezavantaj da oluşturmaktadır. Farklı çaptaki bilyelerin birlikte kullanıldığı öğütmelerde ise, soğuk kaynaklanma ve bilyelerin üzerine toz yapışması durumunun minimum düzeye indirildiği rapor edilmiştir. Bu durum, literatürde tam olarak açıklanamasa da, farklı büyüklükteki bilyelerin ürettiği makaslama kuvvetlerinin, bilyelerin yüzeyindeki tozu ayırmaya yardımcı olmasıyla açıklanabilir [4,5,27].

3.3.6. Bilye-toz ağırlık oranı (BTO)

Çoğu zaman yükleme oranı olarak adlandırılan, Bilye-Toz ağırlık oranı (BTO) öğütme işlemini etkileyen önemli bir değişkendir. Bu oran, farklı araştırmacılar tarafından 1:1 ile 220:1 aralığında çeşitlilik gösterebileceği ifade edilmiştir. Genel anlamda, SPEX salınımlı öğütme-deki gibi küçük kapasiteli bir öğütmede, çoğunlukla 10:1 BTO oranı tercih edilir. Fakat atritör gibi büyük kapasiteli sistemlerde, 50:1 ile 100:1 aralığında değişen yüksek bir BTO kullanılır [4,5].

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

Yukarıda bahsedildiği üzere, yumuşak öğütme şartları yarı kararlı fazları oluştururken (düşük BTO, düşük dönme hızı gibi), ağır öğütme şartları kararlı fazların oluşmasına sebep olur. Örneğin, Zr-Co karışımında ağır öğütme şartları altında kararlı kristal fazlar elde edilirken, hafif öğütme şartları altında amorf fazların

elde edildiği bildirilmiştir. Benzer sonuçlar diğer metal alaşım sistemleri için de rapor edilmiştir. Örneğin, Cu-In-Ga-Se toz sisteminde, yarı kararlı kübik faz düşük BTO'nında, kararlı tetragonal faz ise daha yüksek BTO'nında oluşmaktadır [4,5].

3.3.7. Kabın doluluk oranı

Tozların etkin bir şekilde alaşımlanması, çarpışma kuvvetiyle doğrudan ilgili olduğundan öğütme kabının, bilyelerin ve tozların serbest olarak hareket edebilmesine olanak sağlayacak bir boşluğa sahip olması gerekir. Bu yüzden kap doluluk oranı önemlidir. Eğer toz ve bilyelerin miktarı çok küçükse, üretim oranı düşer. Öte yandan, eğer toz ve bilye miktarı gereken-den fazla olursa, bilyeler için yeterli hareket alanı kalmayacağından çarpışma enerjisi düşecektir. Bu sebepten, kabın doluluk oranının yaklaşık olarak %50 olmasına dikkat edilmesi gerekir [4].

3.3.8. Öğütme atmosferi

Normal hava ortamında metal tozların öğütülmesi malzemelerin kirlenmesine neden olur. Bu yüzden tozlar, ya havası boşaltılmış kaplarda ya da Helyum (He) ve Argon (Ar) gibi inert gazlar ile doldurulmuş kaplarda öğütülür. Yüksek saflıktaki Argon (Ar) tozun kirlenmesini ve/veya oksidasyonunu önlemek için kullanılan en yaygın gazdır. Azotta oksidasyonu önlemek veya en aza indirmek için kullanılan bir diğer gazdır. Fakat azotun titanyum veya titanyum alaşımları gibi reaktif tozlar ile kullanılması doğru değildir. Oksijen atmosferinde 20 saat boyunca öğütülen Ti-48Al-2W (at.%) tozlarının ağ. %1,5 oranında oksijen topladığı rapor edilmiştir. Aynı tozun, azot atmosferinde aynı sürede öğütülmesinde toplanan oksijen miktarının ağ.% 4,7 olarak gözlenmesi açıklanması zor bir durumdur.

Normal olarak tozların, öğütme kabı içerisine doldurma ve boşaltma işlemi kontrollü atmosfer altında yapılır. Bazı araştırmacılar ise, öğütme işlemini kontrollü atmosfer içerisine yerleştirilmiş cihazlar ile yapmaktadır.

Öğütme işlemlerinde özel amaçlar için farklı atmosferler tercih edilebilir. Örneğin, nitrür üretiminde azot ve amonyak atmosferleri kullanılırken, hidrür üretiminde hidrojen atmosferi kullanılmaktadır. Özellikle doğada reaktif olan tozlar için öğütme kabındaki hava varlığı tozda nitrür ve oksit oluşumuna sebebiyet verir. Bu tür tozlar için öğütme süresince tepkimesiz bir atmosfer kullanılmasına dikkat edilmelidir. Kullanılan atmosfer ortamının, üretilen fazın doğasına etki ettiği saptanmıştır. Örneğin, Cr-Fe toz karışımları farklı atmosfer ortamlarında öğütüldüğünde, tozun son bileşiminin farklı olduğu görülmüştür. Argon atmosferinde öğütülen tozun X-ışını kırınım deseninde, herhangi bir amorf faz oluşumu gözlenmeyip sadece Cr pikleri görülmüştür. Diğer taraftan, söz konusu tozun argon ya da azot atmosferinde öğütüldüğünde tamamen amorf olduğu tespit edilmiştir. Benzer şekilde, oksijenin Ni-Nb sistemindeki amorflaşma kinetiğini arttırdığı görülmüştür [4,5].

3.3.9. İşlem kontrol kimyasalları

Mekanik alaşımlama esnasında tane boyutunu küçültmek, ya da kontrol edebilmek amacıyla çeşitli işlem kontrol elemanları kullanılmaktadır. Metal olmayan (organik) bu maddelerin ilavesi öğütme davranışını önemli derecede etkiler. Böyle malzemeler tanelerin yüzeylerinde film oluşturarak soğuk kaynaklaşmayı kontrol altına alır, tane büyümesini ve safsızlıkların topaklaşmasını önler [5].

Öğütme esnasında, özellikle sünek toz malzemeler, şiddetli plastik deformasyonun etkisiyle birbirlerine soğuk kaynak yaparlar. Fakat toz parçacıkları arasındaki doğru alaşımlamanın, sadece parçacıkların kırılması ve soğuk kaynaklanması arasındaki denge korunduğu zaman meydana geldiği iyi bilinmektedir. Bu yüzden, öğütme esnasında oluşabilecek soğuk kaynaklanmayı azaltmak için belli bir işlem kontrol kimyasalının (Process Control Agents, PCA) toz karışımına eklenmesi gerekir. Katılar, sıvılar veya gazlar PCA olarak kullanılabilir. Bunlar çoğunlukla, yüzey aktif kimyasallar gibi davranan organik bileşiklerden seçilir. PCA, parçacıkların yüzeylerinde absorblanarak, parçacıkların soğuk kaynaklanmasını engeller ve böylece tozların topaklanmasının önüne geçilmiş olunur. Pratikte, toplam toz

ağırlığının %1-5'i oranında PCA toza ilave edilir. En iyi bilinen PCA'lar; stearik asit, heksan, metanol ve etanoldür [25].

3.4. Mekanik Alaşımlama Kinetikleri

Belirli bir mekanizmanın anlaşılmasında çok önemli olan bir diğer hususta mekanizmanın kinetikleridir. Mekanik alaşımlamanın istenilen özelliklerde gerçekleşmesi ve uygun oranlarda ilerleyebilmesi için genellikle yüksek sıcaklıklar gerektiren katı hal reaksiyonlarının, nasıl olup da oda sıcaklığında gerçekleştiği üzerinde durulması gereken bir konudur.

Tüm katı hal reaksiyonları, işleme giren elemanlar arasında bir veya daha fazla ürün safhasının oluşumunu gerektirir. İşleme giren elemanlar öğütüldükçe reaksiyon hacmi devamlı olarak azalır. Dolayısıyla reaksiyon oranları, başlangıç temas alanlarından ve ürün fazlar içerisindeki bileşenlerin difüzyonundan etkilenir. Çoğu katı hal işlemlerinde, başlangıç temas alanı sabittir ve reaksiyon oranın sınırlayan adım difüzyondur. Bu sebeple katı hal reaksiyonları sıcaklığa bağlıdır. Mekanik alaşımlama oda sıcaklıklarında katı hal reaksiyonlarının oluşmasını önleyen bütün engelleri ortadan kaldırmaktadır. Reaksiyon ara yüzeyi sadece başlangıç temas alanlarına bağlı değildir. Öğütme sırasında parçacık boyutu küçüldükçe reaksiyon ara yüzeyi artar. Dolayısıyla öğütme sırasında kimyasal reaktivite artar. Artan bu reaksiyon ara yüzeyi, işlem sırasında tozların sürekli olarak kırılıp tekrar tekrar kaynaklaşmasıyla dinamik olarak muhafaza edilir. Bu durumda reaksiyona girmemiş bileşen sürekli olarak temas durumuna gelir. Ayrıca mekanik alaşımlanmış tozlarda difüzyon miktarının yüksek olması da reaksiyon oranını önemli ölçüde artırır. Bunun sebebi difüzyonun, oda sıcaklığında olmasını sağlayan plastik deformasyon yoluyla ortaya çıkan çok sayıda kristal kusurlarının yapı içerisinde bulunuyor olmasıdır. Öğütme sırasında reaksiyon oranı özellikle Al ihtiva eden kompozisyonlarda kendiliğinden gerçekleşen yanma olayları olacak kadar artar [16].

Kimyasal kinetikler ile öğütme parametreleri arasındaki ilişki araştırılmış ve bilye toz ağırlık oranı ile öğütme süresi arasında ters orantı olduğu görülmüştür. Öğütme

süresini belirleyen parametrenin bilye-toz çarpışma sayısı değil, bu çarpışma sırasında her bir parçacığın absorbe ettiği enerji miktar olduğu, ancak kinetiklerin etkin çarpışma sayısı ve enerjisinin her ikisine de bağlı olduğu söylenebilir [24].

3.4.1. Difüzyon süreci

Mekanik alaşımlamada reaksiyon oranları, ilk kontak bölgeleri ve üretim kademeleri süresince reaksiyona giren elemanların birbirleri içerisindeki difüzyonu ile değişir. Pek çok katı hal reaksiyonları için parçacıkların ilk temas alanı sabittir ve difüzyon da sınırlıdır. Bu yüzden katı hal işlemleri sıcaklığa aşırı derecede bağlıdır ve reaksiyonlar ısıl olarak gerçekleşir.

Mekanik olarak geliştirilmiş reaksiyonlar için, reaksiyon oranı (belli şartlar altında) sıcaklıktaki düşme ile ve faz değişimiyle artar. Katı hal reaksiyonlarının oda sıcaklığında oluşmasını engelleyen olumsuzluklar çok sayıda şart bir arada elde edildiğinde; mekanik alaşımlama ile ortadan kaldırılabilir [4].

3.4.2. Kontak alanları boyutu

Reaksiyon ara yüzey alanı sadece ilk kontak alanlarına bağlı değildir. Aynı zamanda, öğütme işlemi sırasında parçacık büyüklüğü azaldıkça ara yüzey alanı da artar. Böylece kimyasal reaktivite öğütme sırasında sürekli artar. Dahası bu artırılmış reaksiyon ara yüzeyi, dinamik olarak kırılma olayları ve tekrar kaynaklaşma sırasında tozlar sürekli kırıldıkça sürekli oluşur. Reaksiyon oranını arttırıcı üçüncü etki de, mekanik alaşımlanmış tozlar içinde mevcut bulunan artan difüzyon oranıdır. Bunun sebebi de difüzyonun oda sıcaklığında olmasını sağlayan plastik deformasyon yoluyla çok sayıda kristal bozulmasının ortaya çıkmasıdır. Aslında MA devamınca reaksiyon oranı o kadar artar ki öğütme sırasında kendini sürdüren yanma olayları olabilir [4].

3.4.3. Reaksiyon ve kimyasal kinetikler

Mekanik alaşımlama sırasında ortaya çıkan kaynaklaşma ve kırılma-ayrışma olayları, toz parçacıklarının çarpışmaları ve parçacıklar için özel bir durum olan kaynaklaşma ve kırılma ihtimalleri zamana bağlı olan reaksiyon kinetikleridir. Tozların öğütülmesi sırasında bilye/toz oranının uygun seçilmesi gereklidir. Bilye/toz oranı azaltıldığında parçacıkların kaynaklaşma ihtimali de azalmakta ve alaşımlama için gerekli olan öğütme zamanı uzamaktadır. Mekanik alaşımlama farklı tozların yüksek enerji ile öğütülmesidir ve bazen reaksiyon öğütmesi olarak da adlandırılır. Öğütme tankı içinde parçacıkların kaynaklaşmasını ve ayrılmasını sağlayan etkenler öğütme ortamının genel karakteristikleridir. Bunlar atmosfer, ısı, işlem kontrol ünitesi, yük/bilye oranı, karıştırıcılar ve değirmen dönüş hızı gibi faktörlerdir ve alaşımlama sonuçları optimum bir duruma getirilebilir [4,16].

Mekanik alaşımlama sırasında gerçekleşen olaylar nitelik olarak bilinmektedir. Alaşımda kullanılan metal tozlarının sertlikleri karşılaştırıldığında, sertlikleri birbirine yakınsa katmanlı yapıya benzer bir yapı oluşur. Eğer alaşımlama çok farklı sertlikte tozlar ile yapılıyorsa, sertliği daha fazla olan tozlar parçalanır ve sert parçacıklar yumuşak parçacıklar arasına dağılır. Sert parçacıkların kırılması, mekanik alaşımlama işlemi devam ettikçe sürekli olur ve yapı gittikçe homojen bir durum alır. Eğer katmanlı yapı optik mikroskop ile daha fazla ayırt edilemiyorsa veya sertlik yüksek değerlere ulaşmışsa, alaşımlamanın tamamlandığı anlaşılır [16].

Mekanik alaşımlama sırasındaki reaksiyon kinetikleri ve bunun sonucu ortaya çıkan kimyasal kinetikleri arasındaki ilişki öğütme parametrelerinden yük oranı ile öğütme süresi arasında ters orantı olduğunu göstermiştir. Bunun bilye/toz çarpışmalarının sayısı olmadığını, ama öğütme zamanını kontrol eden bir çarpışma sırasında her bir parçacığın absorbe ettiği enerji olduğunu belirtmektedir. Ancak MA kinetikleri, hem bilye etkili çarpışmaların sayısal toplamına, hem de çarpışma enerjisine bağlıdır. Sonuç olarak mekanik alaşımlamanın kimyasal kinetiklerini etkileyen faktörlerin anlaşılması suretiyle, mekanik alaşımlama için relatif işleme süreleri uygun değer hale getirilebilecektir [4].

3.5. Mekanik alaşımlamanın avantajları

Mekanik alaşımlama yöntemi, deneysel ve üretim süreçleri olarak tüm ikili ve çoklu sistemlere kolaylıkla uygulana bilmektedir. Bu yüzden MA teknikleri üretim ve ticari anlamda çeşitli avantajlar sunmaktadır. Bu avantajlar şu şekilde sıralanabilir [3]:

1. Mekanik alaşımlama işlemi, gelişmiş malzemelerin tasarlanmasını sağlayan yeni işleme tekniklerinden bir tanesidir.
2. MA işlemi, bir kat hal işlemi olmasından dolayı normal ergitme teknikleriyle üretilmesi zor ve veya imkânsız olan elementlerin (WC-Co gibi) üretilebilmesi.
3. Birbiri içinde sıvı fazda (Cu-Pb) veya kat fazda (Fe-Cu) çözünmeyen elementlerin alaşımlanması.
4. ODS malzemeler, türbin paletlerini üretmek için geliştirilen malzemelerdir. Bu malzemelerin üretimi, MA ile yeni malzeme üretiminde kullanılan özel bir metottur.
5. Oldukça farklı ergime sıcaklarına sahip malzemelerden intermetaliklerin üretilebilmesi.
6. MA temelde kat malzemelerin bilyeli bir değirmende asal bir ortamda işlendiği bir toz metalurjisi tekniğidir. İşlem içerisinde sıvılar bir kontrol elemanı veya reaktant olarak bulunabilirler.
7. MA işlemi bir kat hal difüzyon işlemi olmasından dolayı alaşımlar sıvı halde bulunmayan karışımlardan yapılabilirler.
8. Mekanik alaşımlamada dayanım için en önemli rolü matris içerisine homojen olarak dağılmış oksit parçacıklar üstlenmektedir. Bu parçacıklar; dislokasyon hareketleri için önemli bir bariyer teşkil etmektedir.
9. Matris içerisine homojen olarak dağılmış oksit parçacıkları, toparlanmayı ve yeniden kristalleşmeyi engeller veya yavaşlatır, böylece bu malzemelerin yüksek sıcaklıkta kararlı bir yapıda olmalarını sağlar.
10. MA işleminden sonraki termo-mekanik işlemler neticesinde oldukça iri uzun ve birbirine geçmiş taneler elde etmek mümkündür. İri tane yapısı, ikinci yeniden kristalleştirme işleminden sonra ortaya çıkmakta ve malzemenin yüksek sıcaklıkta tane sınır kaymasını engellemektedir.

11. Mekanik alaşımlama ile elde edilen tozların yapısı tamamen homojen olarak elde edilebilir, böylece segregasyon problemi ortadan kaldırılmış olur.
12. Dış etkilere karşı dayanıklı malzeme üretmek mümkündür.
13. Endüstriyel uygulamalar için karmaşık şekilli ve hassas toleranslar dâhilinde malzeme üretimi mümkündür. 0,1 mm et kalınlığında saç levha ve 0,4 mm kalınlığında boru malzeme üretile bilmektedir.
14. Nano kristalli malzeme üretimine elverişlidir.
15. Bir seferde oldukça fazla miktarda toz üretmek ve alaşımlama mümkündür.
16. Performans/birim fiyat dikkate alındığında ucuz malzeme üretimini mümkün kılmaktadır.

BÖLÜM 4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1. Giriş

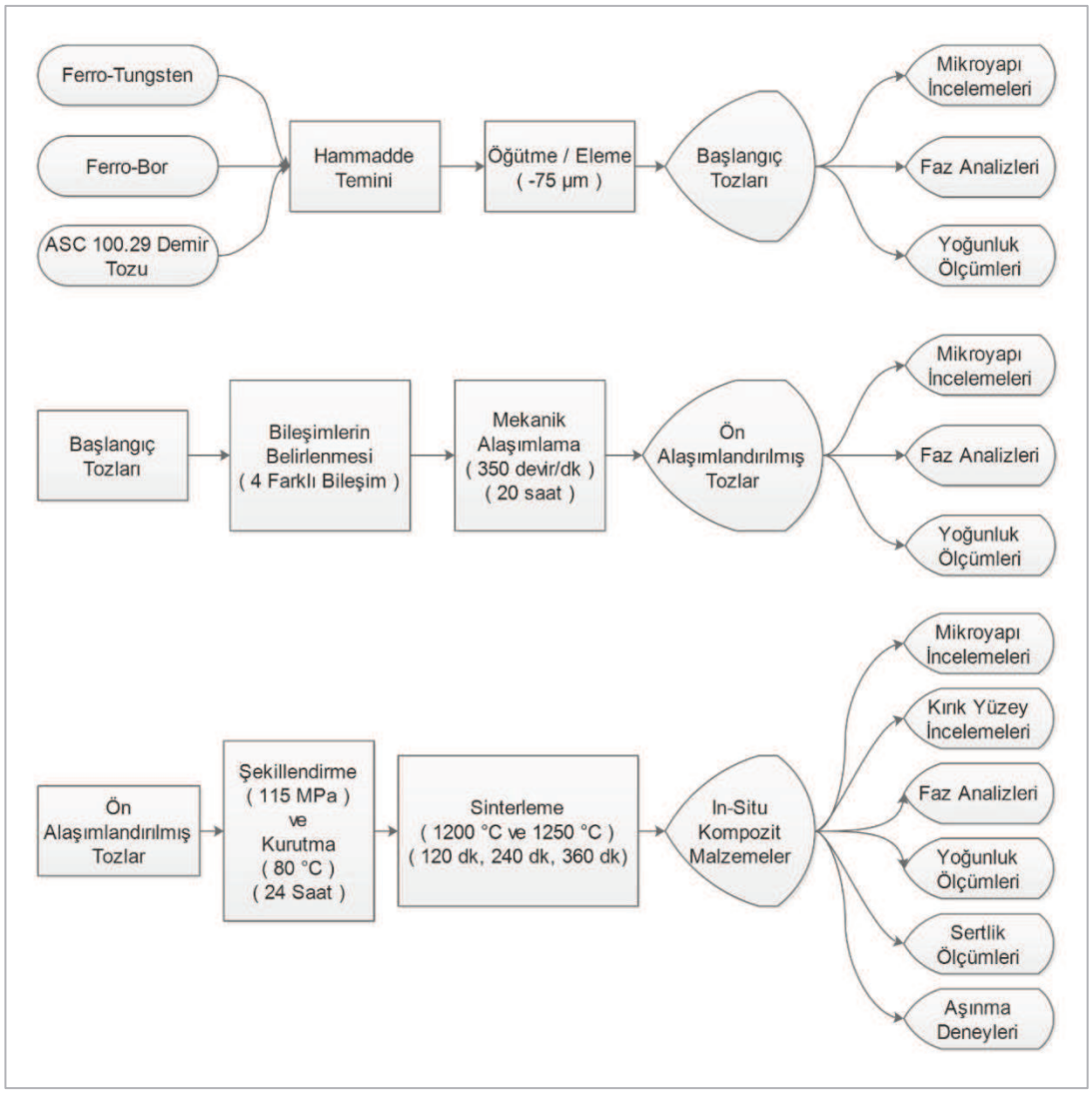
Yapılan çalışmalarda; ferro-tungsten, ferro-bor ve saf demir tozu kullanılarak Fe-W-B esaslı in-situ kompozit malzemelerin üretimi hedeflenmiştir. Ferro-tungsten, ferro-bor ve demir tozları farklı oranlarda karıştırılarak MA işlemine tabi tutulmuştur ve üretilen kompozit karakterdeki tozların faz analizleri, yoğunluk ölçümleri, SEM ve EDS analizleri yapılmıştır. Üretilen MA tozları şekillendirildikten sonra farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmiştir ve üretilen kompozit malzemelerin mikroyapı incelemeleri, faz analizleri, SEM ve EDS analizleri, yoğunluk ve sertlik ölçümleri ve aşınma deneyleri yapılarak karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir. Çalışmaların gerçekleştirilmesinde izlenen işlem adımları Şekil 4.1'de görülmektedir.

4.2. Kullanılan Tozlar

Gerçekleştirilen deneysel çalışmalarda, ferro-tungsten, ferro-bor tozları kaba öğütme işleminin ardından halkalı değirmende 75 μm elek altı olacak şekilde öğütülmüştür. Deneysel çalışmalarda 75 μm elek altı ASC 100.29 saf demir tozu kullanılmış olup kompozit malzeme üretimi için kullanılan başlangıç tozlarının bileşimleri Tablo 4.1'de verilmiştir. Başlangıç tozlarının yoğunluk ölçümleri, mikroyapı incelemeleri ve faz analizleri gerçekleştirilmiştir.

Tablo 4.1. Başlangıç tozlarının bileşimi.

Tozlar	**% Fe**	**% W**	**% B**	**% Si**	**% C**	**% P**	**% S**	**% Al**	**% Mn**
Ferro-bor	80,60	-	18,58	0,39	0,31	0,03	-	0,08	-
Ferro-tungsten	21,06	77,98	-	0,56	0,11	0,06	0,06	-	0,18
Demi Tozu (ASC 100.29)	100,00	-	-	-	-	-	-	-	-



Şekil 4.1. Deneysel çalışma programı.

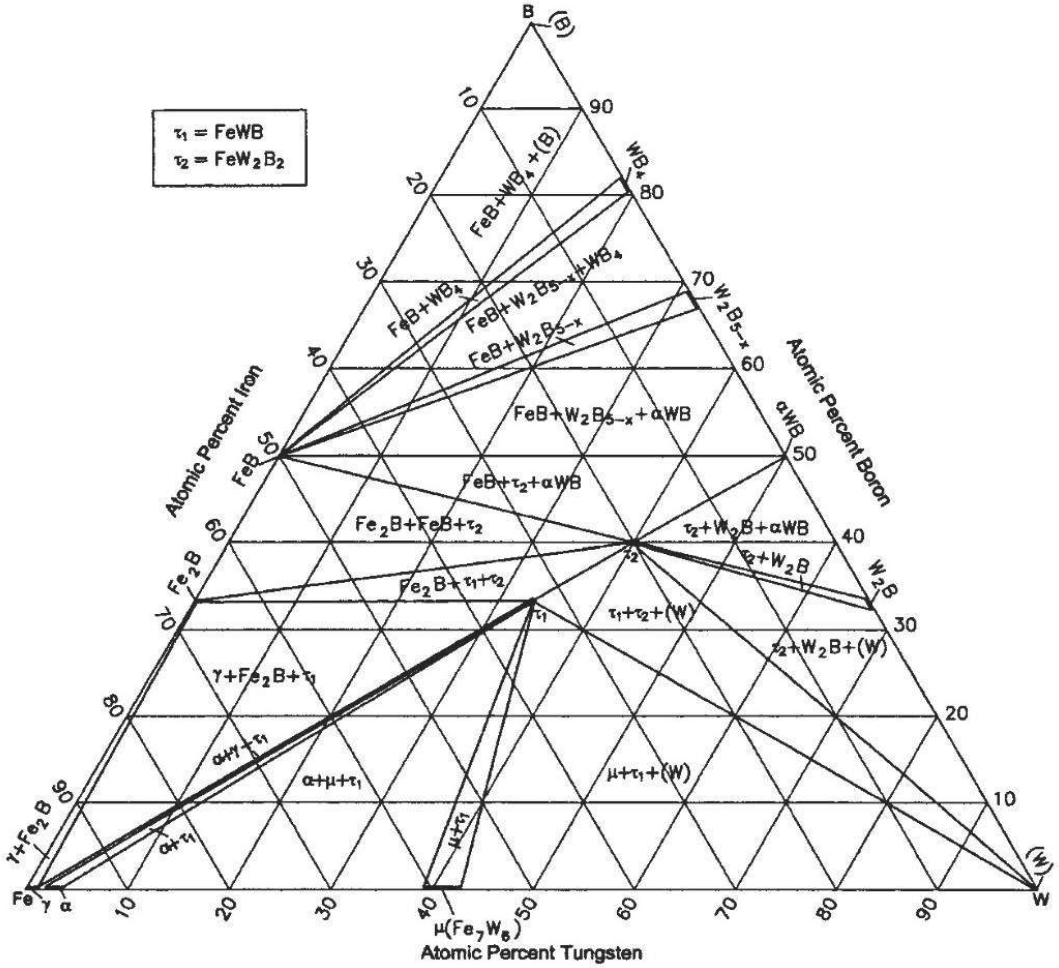
4.3. Ön Alaşımlandırılmış Tozların Üretimi

Deneysel çalışmalarda kullanılacak olan ferro-tungsten, ferro-bor ve saf demir tozları öğütme işlemlerinin ardından 75 µm elek altına indirilerek hazırlanmıştır. Şekil 4.2'de verilen Fe-W-B üçlü denge diyagramı dikkate alınarak belirlenen 4 farklı bileşimdeki tozların karışım oranları Tablo 4.2'de verilmiştir ve ayrıca Şekil 4.3'te denge diyagramı üzerinde gösterilmiştir. Farklı bileşimlerde hazırlanan toz karışımları yüksek enerjili atritörde 350 devir/dk hızda 20 saat süreyle tozların hava ile etkileşiminden oluşabilecek kirliliği önlemek için yüksek saflıkta Ar koruyucu atmosferi altında mekanik alaşımlama (MA) işlemine tabi tutulmuştur. MA işleminde bilye/toz oranı 3/1 olarak seçilmiştir. MA çalışmaları, Şekil 4.4'te MA

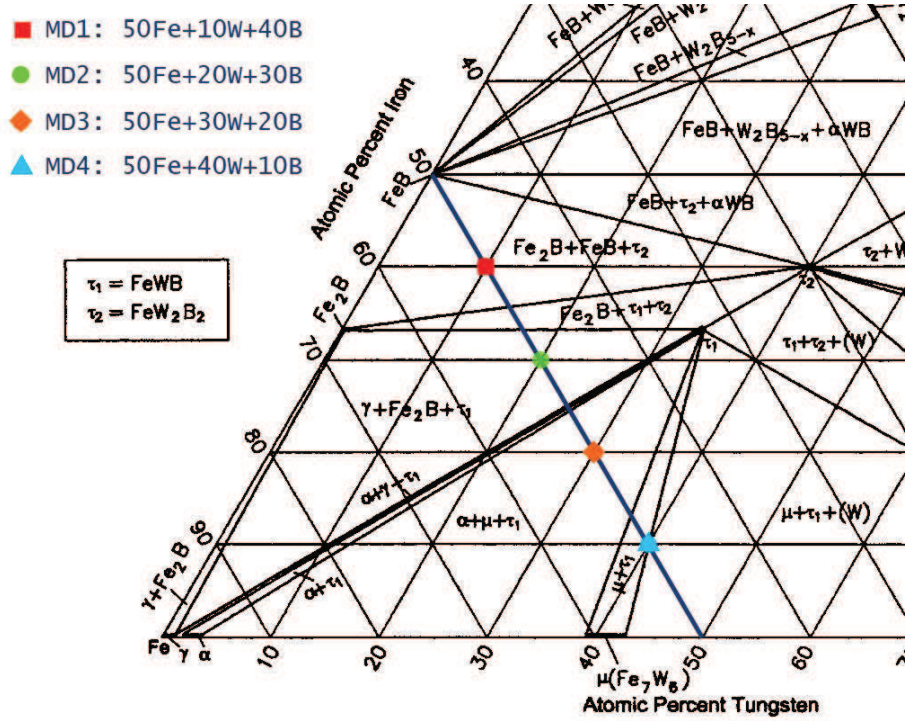
çalışmalarının yapıldığı su soğutmalı koruyucu atmosferli Atritör cihazının fotoğrafı verilmiştir. Öğütücü ortam olarak AISI 304 paslanmaz çelik hazne ve 7 mm çapında AISI 1020 çelik bilyeler kullanılmıştır. MA ile elde edilen ön alaşımlandırılmış tozların yoğunluk ölçümleri, mikroyapı incelemeleri ve faz analizleri gerçekleştirilmiştir.

Tablo 4.2. Hazırlanan kompozit tozların bileşim oranları (% atomik oran).

Bileşimler	Tungsten (W)	Bor (B)	Demir (Fe)
MD1	10	40	50
MD2	20	30	50
MD3	30	20	50
MD4	40	10	50



Şekil 4.2. Fe-W-B üçlü denge diyagramının 1050 °C'de izotermal bölgesi [28].

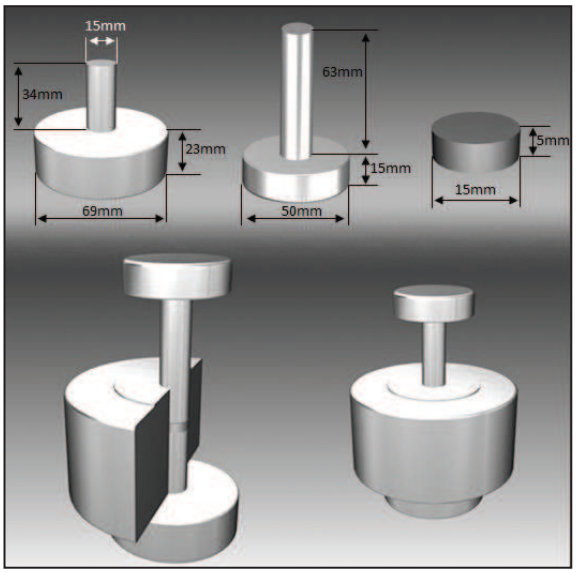


Şekil 4.3. Mekanik alaşımlamada kullanılacak toz bileşimlerinin denge diyagramı üzerinde gösterimi (%at.).

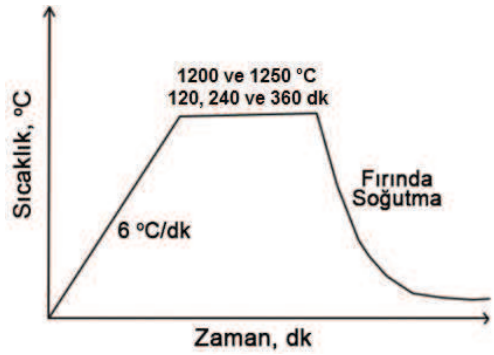
Şekil 4.4. Mekanik alaşımlama işlemlerinde kullanılan atritörün görüntüsü.

4.4. Kompozit Malzemelerin Üretimi

Tablo 4.2'de verilen ve kodlanan toz karışımları mekanik alaşımlama işlemleri sonrasında 115 MPa basınçta, 15 mm çapında ve yaklaşık 5 mm yüksekliğinde silindirik numuneler halinde preslenerek şekillendirilmiştir. Şekil 4.5'te şekillendirme işleminde kullanılan çelik kalıbın ve üretilen numunenin şematik gösterimi yer almaktadır. Şekillendirilen numuneler Nüve marka etüvde 80 °C'de 24 saat süreyle kurutulmuştur. Numuneler Protherm marka tüp fırında 6 °C/dk ısıtma hızıyla 1200 °C ve 1250 °C sıcaklıklarda 120, 240 ve 360 dakikalık sürelerde koruyucu atmosfer altında (%99,999 saflıkta Argon gazı) sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Sinterleme işlemini özetleyen şematik gösterim Şekil 4.6'da görülmektedir.



Şekil 4.5. Deneylerde kullanılan çelik kalıpların şematik gösterimi.



Şekil 4.6. Sinterleme işleminin şematik gösterimi.

4.5. Yoğunluk Ölçümleri

Kullanılan tozların ve ön alaşımlandırılmış tozların yoğunlukları piknometre yöntemiyle tespit edilmiştir. 75 μm altı incelikteki tozlar ve ön alaşımlandırılmış tozlar 110 °C'de 24 saat süreyle etüvde kurutularak ölçme işlemlerine geçilmiştir. Temizlenip kurutulan piknometre şişeleri kapakla beraber hem boş halde (W_1) hem de içinde tozlarla beraber (W_2) tartılmıştır. Daha sonra toz numuneyi örtecek kadar saf su ilave edilip çalkalanarak desikatörde vakuma alınmıştır. Vakumlama işlemi tamamlandıktan sonra şişenin geriye kalan kısmı da saf su ile doldurulmuş ve etrafı kurulanarak yine kapaklı olarak tartımı yapılmıştır (W_3). Son tartım ise içi tamamen boşaltılmış ve tekrar saf su ile doldurulmuş piknometre şişelerine uygulanmıştır (W_4). Ölçülen ağırlık değerleri kullanılarak Denklem 4.1 yardımıyla tozların yoğunluk değerleri hesaplanmıştır. Yoğunluk değeri üç ölçümün aritmetik ortalaması alınarak belirlenmiştir.

$$\text{Özgül Ağırlık } (d) = \frac{W_2 - W_1}{(W_4 - W_1) - (W_3 - W_2)} \tag{4.1}$$

$$Bulk\ Yoğunluk\ (d_b) = \frac{W_a}{W_c - W_b} x d_s \tag{4.2}$$

Farklı sıcaklık ve sürelerde üretilen MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimlerindeki in-situ kompozit malzemelerin yoğunluk ölçümleri, suyun kaldırma kuvvet prensibi kullanılarak Mettler Tolede marka yoğunluk ölçüm cihazı ile yapılmıştır. İlk olarak üretilen numunelerin ağırlıkları tartılmıştır (W_a). Ardından numuneler uygun bir cam beher içerisine konularak numunelerin yarısına gelecek kadar saf su ile doldurulmuş ve 5 dk suda bekletilmiştir. Daha sonra numunelerin tamamı su içerisinde kalacak şekilde behere su ilave edilerek bir ısıtıcı üzerinde ısıtılmıştır. Suyun kaynama anından itibaren 5 dk bekletilerek soğumaya bırakılmıştır. Oda sıcaklığına soğutulmuş numunelerin saf su içerisinde askıdaki ağırlığı (W_b) ölçülmüştür. Daha sonra sudan çıkartılan numunelerin yüzeyi nemli ıslak bir bezle hafifçe silinerek ağırlığı (W_c) ölçülmüştür. Gerçekleştirilen ağırlık ölçümleri sonuduna elde edilen değerler Denklem 4.2'de yerine koyularak numunelerin bulk yoğunlukları (d_b) hesaplanmıştır [29]. Burada d_s tartımda kullanılan sıvının yoğunluğudur.

Deneylerimizde sıvı olarak saf su kullanılmış ve termometreyle saf suyun sıcaklığı ölçülerek o sıcaklıktaki yoğunluğu dikkate alınmıştır. Ölçümler her bir numune için 3'er kez yapılmış ve aritmetik ortalamaları alınmıştır.

4.6. Mikroyapı İncelemeleri

Şekillendirme öncesi toz karakterizasyonu nihai ürünün özelliklerinin belirlenmesinde son derece önemlidir. Bu nedenle taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile toz morfolojisi ve tane boyutlarının tespiti için başlangıç tozlarının ve ön alaşımlandırılmış tozların SEM görüntüleri alınmıştır. Şekillendirilip farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen malzemelerin mikroyapı incelemeleri optik mikroskop ve elektron mikroskobu yardımıyla gerçekleştirilmiştir.

Numuneler, mikroyapı incelemeleri için 180, 240, 400, 600, 800, 1000 ve 1200 grid SiC zımpara ile zımparalanarak inceleme öncesinde 0.3 μm Al_2O_3 pasta ile parlatma işlemine tabi tutulmuştur. İncelemelerde HUVITZ dijital mikroskop ve JEOL JSM-6060 LV marka taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır ve numunelerin EDS analizleri elektron mikroskobu bünyesindeki aparat yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Ek olarak, üretilen numuneler kırılarak taramalı elektron mikroskobu ve elementel haritalama analizi (MAP) kullanılarak kırık yüzey incelemeleri gerçekleştirilmiştir.

4.7. Faz Analizleri

Başlangıç tozlarının, mekanik olarak alaşımlandırılmış tozların ve elde edilen bulk malzemelerdeki fazların tespit edilmesi için kullanılan yöntemlerden biri de x-ışınları difraksiyon analizidir. Bu analiz yöntemi, analiz edilecek numune üzerine genellikle Cu ve Co gibi hedef bir elementten elde edilen K_α karakteristik x-ışını demetinin gönderilmesi esasına dayanmaktadır (CuK_α λ=1,5418 Å, CoK_α λ =1,7902 Å). Elde edilen paternler, bileşimi belirli standart malzemelerden elde edilen paternlerle karşılaştırılarak analiz edilmektedir [30].

Başlangıç tozlarında, ön alaşımlandırılmış tozlarında ve şekillendirilip farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen malzemelerdeki fazların tespit edilmesi için RIGAKU D/MAX 2200/PC marka x-ışınları difraktometresi kullanılmıştır.

4.8. Sertlik Ölçümleri

1200 ve 1250°C'de 120, 240 ve 360 dakika süreyle sinterlenen ve metalografik olarak hazırlanan numunelerin Vickers sertlik değerleri LEICA VMHT MOT mikrosertlik test cihazı yardımıyla belirlenmiştir. Ölçümler her numunenin farklı renklerde görülen ve farklı fazlar olduğu düşünülen bölgelerden 3 kez alınarak gerçekleştirilmiş ve aritmetik ortalamaları hesaplanmıştır.

4.9. Aşınma Deneyleri

Aşınma deneyleri, Şekil 4.7'de gösterilen ASTM G99 standardına uygun aşınma deney cihazında yapılmıştır. Deneylerde aşındırıcı disk olarak ısıl işlem görmüş 62.5 HRc sertlik değerine sahip AISI 52100 çeliği kullanılmıştır. Sinterlenerek üretilen in-situ kompozit malzemeler; 5 N, 10 N ve 15 N yük altında, 0,5 m/s, 1 m/s ve 2 m/s hızlarında ve 1000 m kayma mesafesinde aşınma deneylerine tabi tutulmuştur. Benzer şekilde, üretilen kompozit karakterdeki malzemelerin aşınma oranlarının kıyaslanabilmesi için AISI M50 çeliği aşınma deneylerine tabi tutulmuştur. Gerçekleştirilen deneyler sonucunda aşınma oranları malzemelerde meydana gelen ağırlık kayıpları dikkate alınarak birim kayma mesafesindeki hacim kaybı Denklem 4.4 kullanılarak hesaplanmıştır.

$$Aşınma\ Oranı = \frac{W_{ilk} - W_{son}}{X \cdot d} = \frac{\Delta W}{X \cdot d} x1000\ \ (mm^3/m) \tag{4.4}$$

Burada; ağırlık kaybı (ΔW, gr), kayma mesafesi (X, m) ve malzemenin yoğunluğu (d, gr/cm^3) denklemde yerine konulduğunda aşınma oranı mm^3/m olarak bulunmaktadır.

Şekil 4.7. Aşınma deneylerinin gerçekleştirildiği ASTM G99 standardına uygun aşınma deney cihazı fotoğrafı.

BÖLÜM 5. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEME

5.1. Giriş

Bu çalışmada Fe-W-B esaslı in-situ kompozit malzemelerin üretimi hedeflenmiştir. Bu amaçla kullanılan ferro-tungsten, ferro-bor ve demir tozları farklı oranlarda karıştırılarak mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulup şekillendirildikten sonra farklı sıcaklık ve sürelerde koruyucu atmosfer altında sinterlenerek kompozit karakterdeki Fe-W-B esaslı malzemeler üretilmiştir. Başlangıç tozları ve ön alaşımlandırılmış tozların yoğunluk ölçümleri, faz analizleri ve mikroyapı incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Bununla birlikte üretilen kompozit malzemelerin yoğunluk ölçümleri, mikroyapı incelemeleri, faz analizleri, sertlik ölçümleri ve aşınma deneyleri gerçekleştirilerek özellikleri incelenmiştir.

5.2. Yoğunluk Değerleri

5.2.1. Başlangıç tozlarının yoğunluk değerleri

110 °C'de 24 saat süreyle kurutulan 75 μm altı incelikteki ferro-bor ve ferro-tungsten tozlarının piknometre yöntemiyle elde edilen yoğunluk değerleri Tablo 5.1'de verilmiştir. Ferro-bor tozu ve ferro-tungsten tozlarının yoğunluk değerleri sırasıyla 6,203 g/cm^3 ve 14,619 g/cm^3 olarak tespit edilmiştir.

Tablo 5.1. Başlangıç tozlarının yoğunluk değerleri.

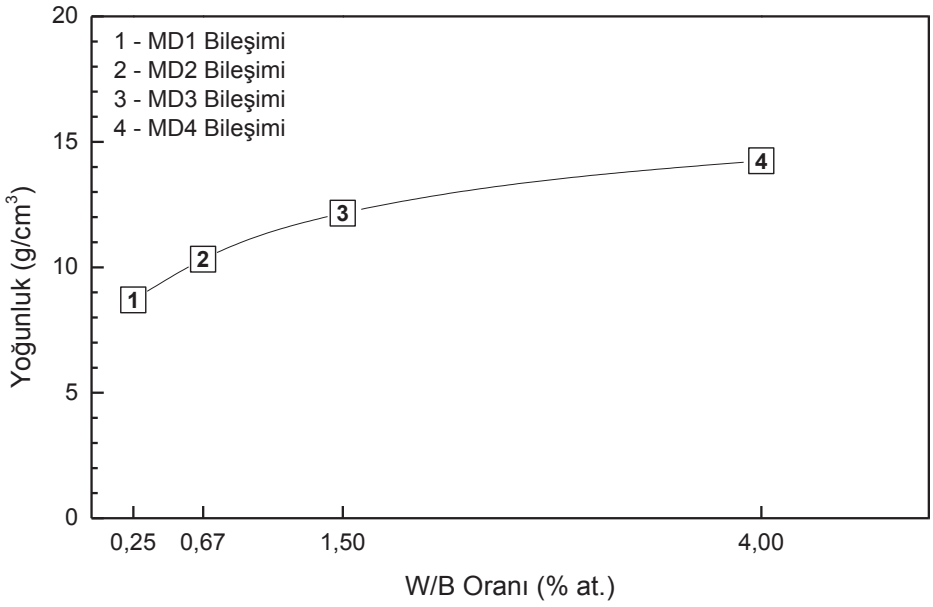
Hammadde Tozlar	**Yoğunluk (gr/cm^3)**
Ferro-bor	6,203
Ferro-tungsten	14,619

5.2.2. Ön alaşımlandırılmış tozların yoğunluk değerleri

Mekanik alaşımlama ile MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimleri şeklinde üretilen ve 110°C'de 24 saat süreyle kurutulan ön alaşımlandırılmış tozların piknometre yardımıyla ölçülen yoğunluk değerleri Tablo 5.2'de verilmiştir. Farklı bileşimlerde mekanik alaşımlandırılmış toz karışımlarının yoğunluk değerlerinin bileşimdeki tungsten (W) oranının artışı ile birlikte arttığı gözlemlenmiştir. MD1 bileşiminden MD4 bileşimine doğru gidildikçe bileşimdeki tungsten oranı artmakta, bununla birlikte bor oranı azalmaktadır yani tungsten/bor (W/B %at.) oranı artış göstermektedir. Tungstenin (W, d=19.3 g/cm^3) yoğunluğu bora (B, d=2.34 g/cm^3) göre daha yüksek olduğundan dolayı bileşimdeki artan W/B oranının yoğunluğu efektif bir şekilde arttırıcı yönde etkilediği görülmektedir (Şekil 5.1).

Tablo 5.2. Kompozit tozların yoğunluk değerleri.

Bileşim	Ölçülen Yoğunluk (gr/cm^3)
MD1	8.699
MD2	10.321
MD3	12.158
MD4	14.241



Şekil 5.1. Mekanik olarak alaşımlandırılmış toz karışımlarında W/B oranı - yoğunluk arasındaki ilişki.

5.2.3. Kompozit malzemelerin yoğunluk değerleri

Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşiminde üretilen in-situ kompozit malzemelerin Archimed prensibine göre ölçülen yoğunluk değerleri Tablo 5.3'te verilmiştir. Elde edilen yoğunluk değerlerinin genellikle sinterleme süresinin artışına bağlı olarak arttığı görülmektedir. Bununla birlikte sinterleme sıcaklığındaki artış da yoğunluk değerlerini arttırmıştır. Şekil 5.2-5.5'te işlem parametrelerine bağlı olarak farklı bileşimlerdeki numunelerin yoğunluklarındaki değişimler görülmektedir. Tablo 5.3 incelendiğinde, MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimleri için sinterleme sonrası ölçülen maksimum bulk yoğunluk değerleri sırasıyla 6,77 g/cm^3, 9,98 g/cm^3, 7,37 g/cm^3 ve 7,58 g/cm^3 olarak tespit edilmiştir. En yüksek yoğunluk değerlerinin MD2 bileşimindeki ön alaşımlandırılmış tozlar ile üretilen numunelerde elde edildiği tespit edilmiştir. En yüksek yoğunluğun MD2 bileşimine sahip numunelerde çıkmasının sebebinin katı hal sinterlemesi sonucunda yapıdaki porozitelerin azalmasından ve açık porozitelerin kapalı hale dönüşmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir [14]. Sinterleme mekanizmasının katı hal sinterlemesi olduğu mikroyapı incelemelerinde de açıkça görülmektedir. Ayrıca, W/B (at. %) oranı 4 olan MD4 bileşimine sahip toz karışımının yoğunluğu en yüksek değerde olmasına rağmen sinterleme sonrası bulk malzemelerin yoğunluğunun oldukça düşük olduğu tespit edilmiştir. Bunun nedeninin, sinterleme sıcaklığının ve süresinin yetersiz kalmasından dolayı sinterleme işleminin tam olarak gerçekleşmemesi, toz tanecikleri arasında metalurjik bağların oluşmaması ve yapıdaki porozite miktarının çok yüksek olması gösterilebilir.

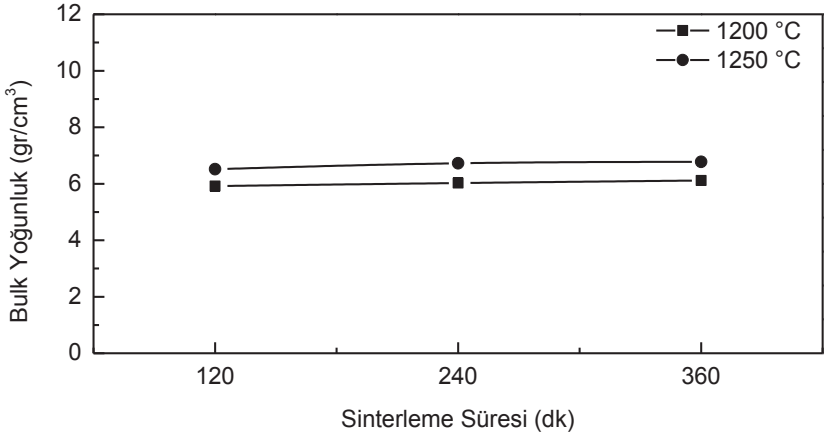
MD1 bileşimine sahip numunelerin 1250 °C'de 240 dk sinterleme sonucunda elde edilen yoğunluk değerleri 120 dk sinterlemede elde edilen değere göre %3.23 oranında, 360 dk sinterleme ile elde edilen yoğunluk değeri ise 240 dk sinterlemeye göre %0.74 oranında artmıştır. Benzer şekilde MD2 bileşimine sahip numuneler için 1250 °C'de 240 dk sinterlemede elde edilen yoğunluk değerleri 120 dk sinterlemede elde edilen değere göre %2.05 ve 360 dk sinterleme ile elde edilen yoğunluk değeri 240 dk sinterlemeye göre %0.30 oranında artmıştır. MD3 bileşimine sahip numuneler için 1250 °C'de 240 dk sinterlemede elde edilen yoğunluk değerleri 120

dk sinterlemede elde edilen değere göre %0.97 ve 360 dk sinterleme ile elde edilen yoğunluk değeri 240 dk sinterlemeye göre %1.23 oranında artmıştır. MD4 bileşimine sahip malzemelerin yoğunluk değerleri MD3 ile benzerlik göstermektedir. MD1 ve MD2 bileşimine sahip malzemelerin 1250 °C'de 240 dakikadan daha fazla sinterleme süresinde yoğunluk değerlerinde çok belirgin bir artış gözlemlenmemiştir. Tüm bileşimlerde elde edilen yoğunluk değerleri sinterleme sıcaklığının artması ile birlikte artış göstermektedir.

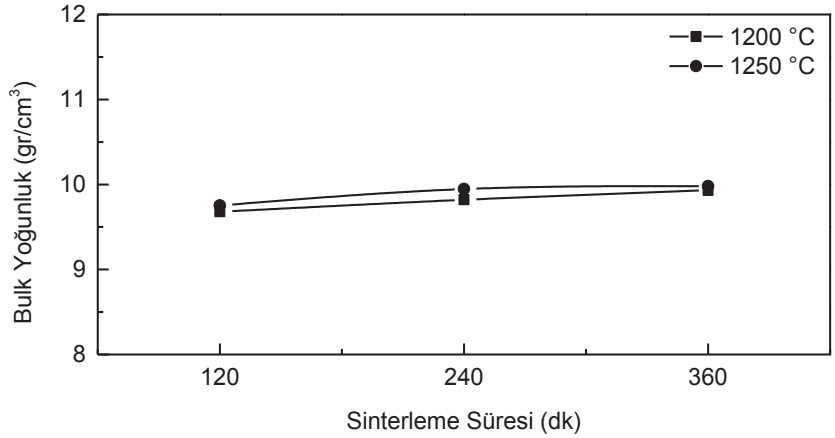
1200 °C ve 1250 °C'de farklı sürelerde sinterlenen farklı bileşimlerdeki malzemelerin bulk yoğunluklarındaki değişim Şekil 5.6 ve Şekil 5.7'de görülmektedir. 1200 °C ve 1250 °C'de sinterlenerek üretilen in-situ kompozit malzemelerin bulk yoğunluk değerlerinin sıralaması $d_{b,MD2} > d_{b,MD4} > d_{b,MD3} > d_{b,MD1}$ olarak tespit edilmiştir.

Tablo 5.3. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmiş in-situ kompozit malzemelerin yoğunluk değerleri.

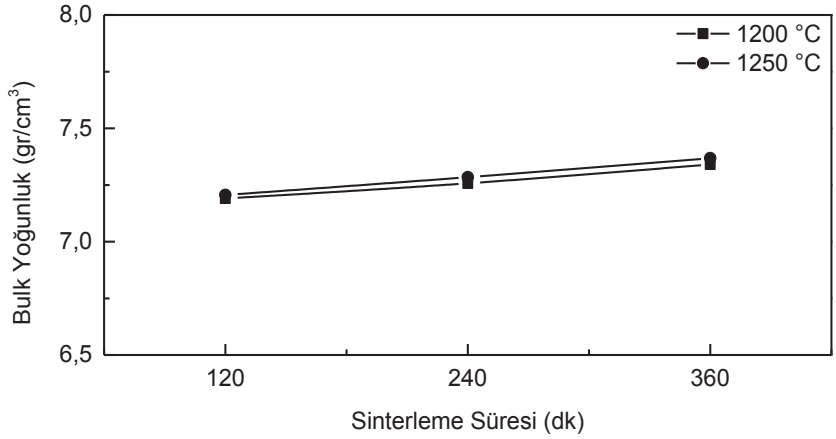
Kompozit Malzeme	**Sinterleme Sıcaklığı (°C)**	**Bulk Yoğunluk (g/cm^3)**		
		Sinterleme Süresi (saat)		
		2	**4**	**6**
MD1	1200	5,92	6,03	6,12
	1250	6,51	6,72	6,77
MD2	1200	9,68	9,82	9,93
	1250	9,75	9,95	9,98
MD3	1200	7,19	7,26	7,34
	1250	7,21	7,28	7,37
MD4	1200	7,43	7,50	7,56
	1250	7,52	7,55	7,58



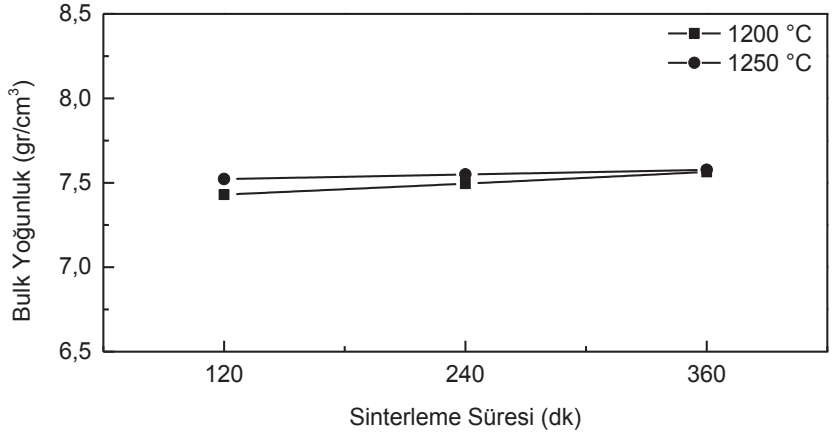
Şekil 5.2. MD1 bileşimine sahip numunelerin bulk yoğunluk değerlerine sinterleme sıcaklığı ve süresinin etkisi.



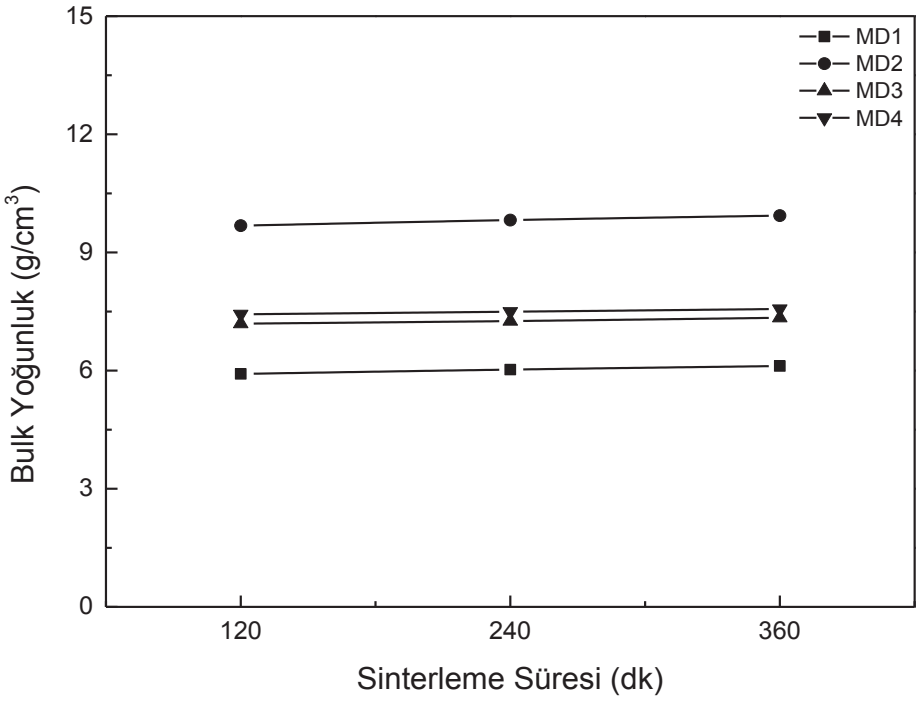
Şekil 5.3. MD2 bileşimine sahip numunelerin bulk yoğunluk değerlerine sinterleme sıcaklığı ve süresinin etkisi.



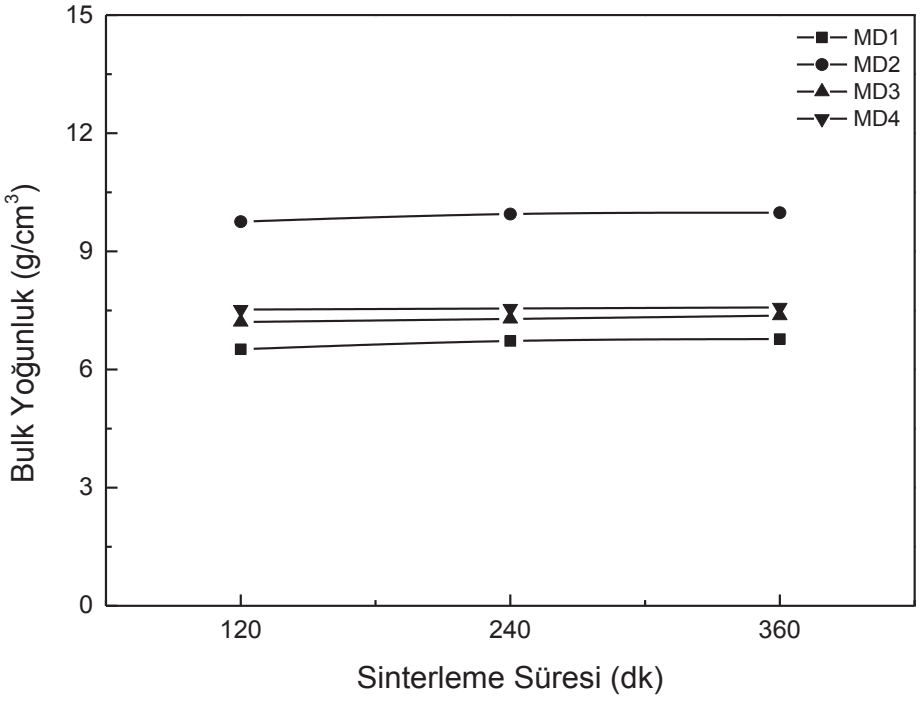
Şekil 5.4. MD3 bileşimine sahip numunelerin bulk yoğunluk değerlerine sinterleme sıcaklığı ve süresinin etkisi.



Şekil 5.5. MD4 bileşimine sahip numunelerin bulk yoğunluk değerlerine sinterleme sıcaklığı ve süresinin etkisi.



Şekil 5.6. Sinterleme süresinin 1200 °C'de sinterlenen MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimine sahip numunelerin bulk yoğunluğu üzerine etkisi.



Şekil 5.7. Sinterleme süresinin 1250 °C'de sinterlenen MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimine sahip numunelerin bulk yoğunluğu üzerine etkisi.

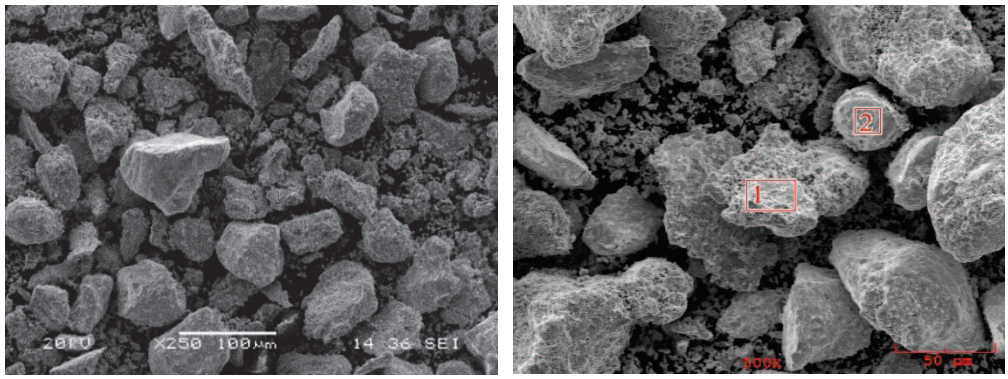
5.3. Mikroyapı İncelemeleri

5.3.1. Başlangıç tozlarının mikroyapı incelemeleri

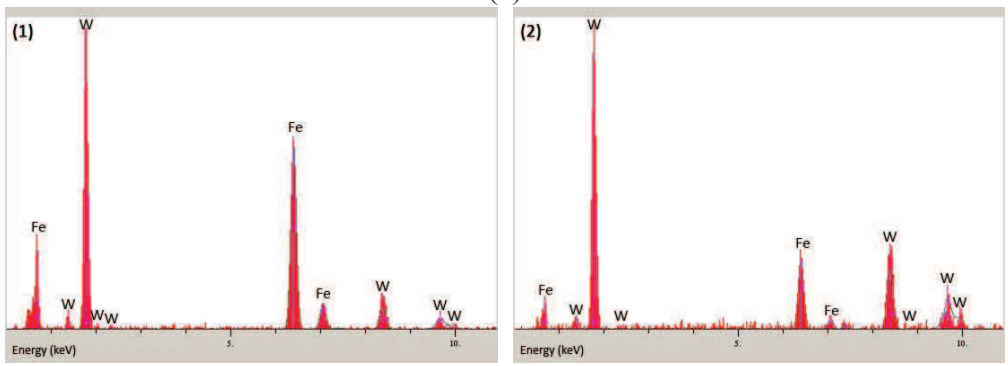
-75 µm boyutuna düşürülen ferro-tungsten tozlarının mikroyapı incelemeleri sonucu elde edilen SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analizleri Şekil 5.8'de görülmektedir. Şekil 5.8a'da görüldüğü üzere toz boyutları farklı boyutlarda bir dağılım sergilemekte olup partiküllerin düzensiz şekle sahip olduğu görülmektedir. Şekil 5.8b'de verilen EDS analizlerinde tozların ağırlıklı olarak demir (Fe) ve tungsten (W) elementlerini içerdiği tespit edilmiştir.

Benzer şekilde, -75 µm partikül boyutuna sahip ferro-bor tozlarının mikroyapı incelemeleri sonucunda elde edilen SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analizleri Şekil 5.9'da görülmektedir. Şekil 5.9a'da partikül boyutlarının mikron altı değerlerden 75 µm'ye kadar değişen aralıklarda dağılım gösterdiği ve toz morfolojisinin keskin köşeli yapıda olduğu belirlenmiştir. EDS analizlerinde (Şekil 5.9b) ise ferro-bor tozlarının demir (Fe) ve borun (B) yanında çok düşük seviyelerde krom (Cr) elementi de içerdiği tespit edilmiştir.

ASC 100.29 saf demir tozlarının (-75 µm partikül boyutuna sahip) mikroyapı incelemeleri sonucunda elde edilen SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analizleri Şekil 5.10'da görülmektedir. Demir tozlarının yaklaşık 20-70 µm aralığında boyutlara sahip olduğu ve morfolojisinin düzensiz şekilli olduğu tespit edilmiştir (Şekil 5.10a). Şekil 5.10b'de görülen EDS analizlerinde demir tozlarının demir (Fe) yanı sıra düşük miktarda karbon (C) içerdiği tespit edilmiştir.

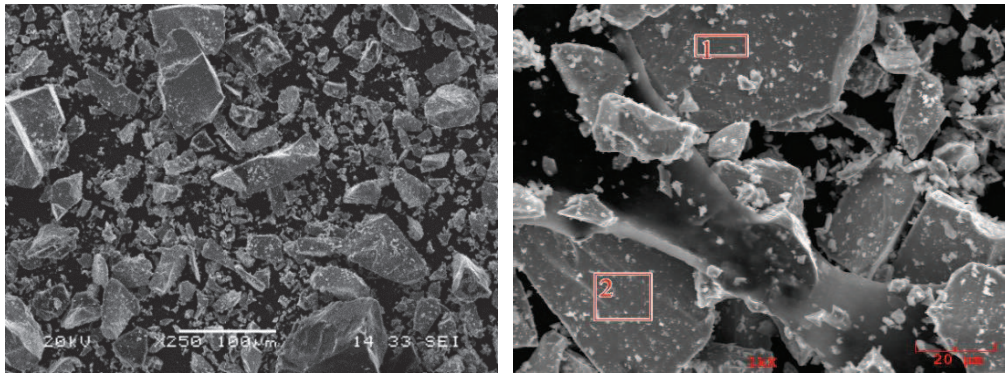


(a)

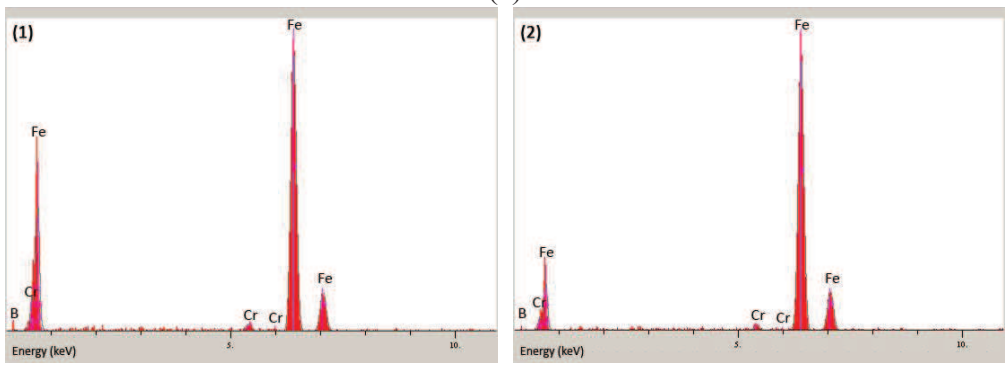


(b)

Şekil 5.8. Ferro-tungsten tozunun (a) SEM görüntüsü, (b) EDS analizleri.

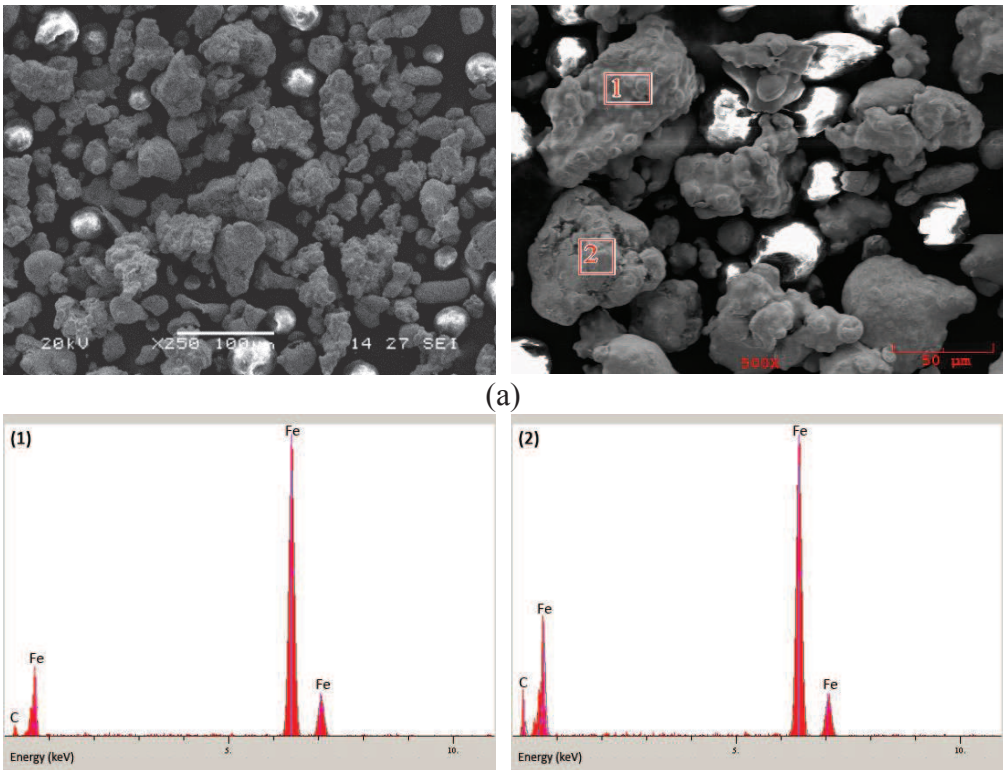


(a)



(b)

Şekil 5.9. Ferro-bor tozunun (a) SEM görüntüsü, (b) EDS analizleri.



Şekil 5.10. Demir tozunun (ASC 100.29) (a) SEM görüntüsü, (b) EDS analizleri.

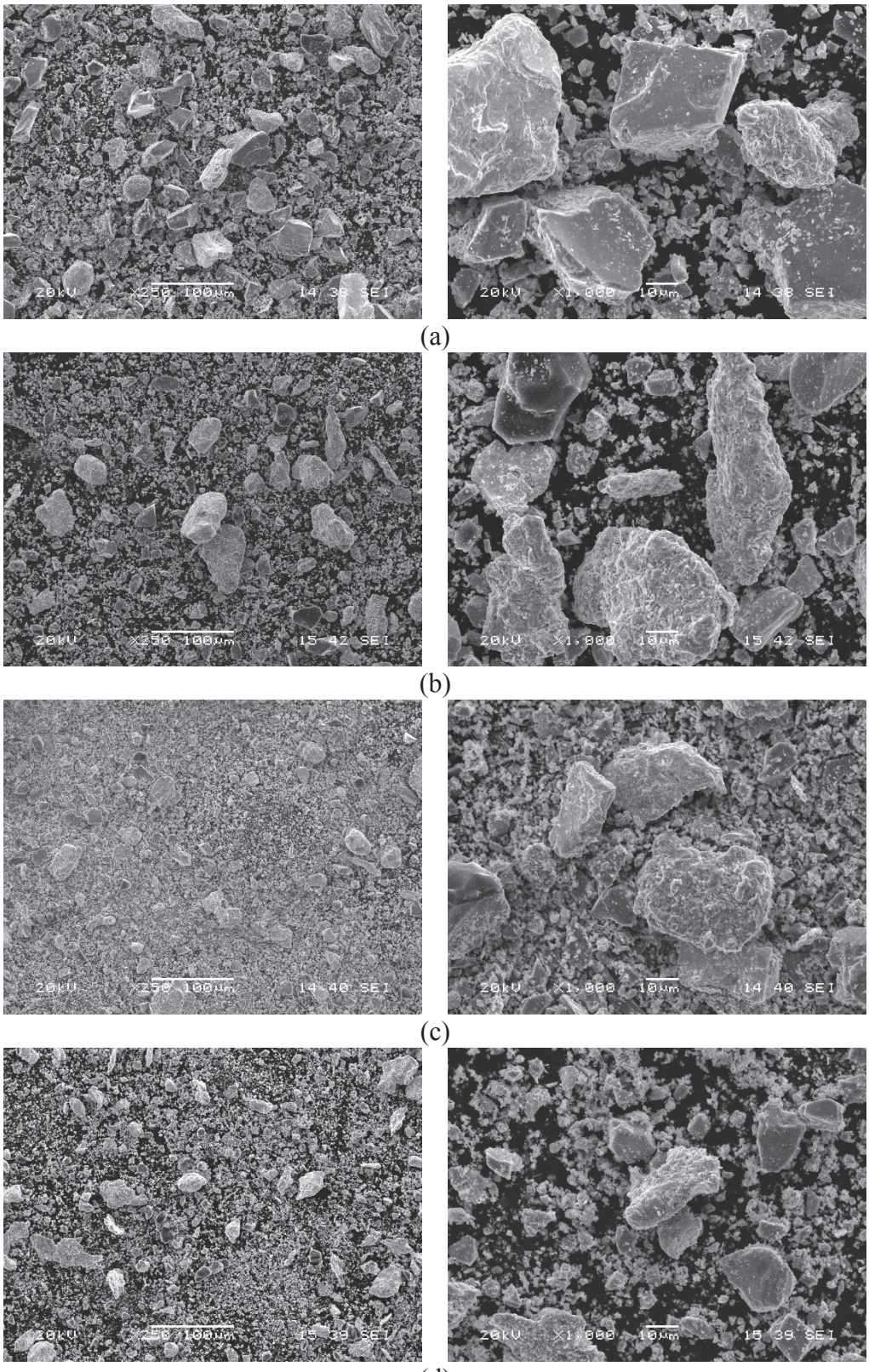
5.3.2. Ön alaşımlandırılmış tozların mikroyapı incelemeleri

Farklı sürelerde mekanik alaşımlama sonrası MD1 bileşiminde üretilen kompozit tozların SEM mikroyapı görüntüsü ve EDS analizleri Şekil 5.11'de görülmektedir. 20 saat MA sonrasında çoğunluğu 10 µm'den küçük boyutta olan Fe-W-B alaşım tozu elde edildiği görülmektedir. MA süresindeki artış ile birlikte toz boyutlarının düştüğü ve aglomerasyonların oluştuğu gözlemlenmiştir. Mikroyapı incelemelerinde tozların keskin yapıdan ziyade yuvarlak tane yapısına sahip oldukları tespit edilmiştir.

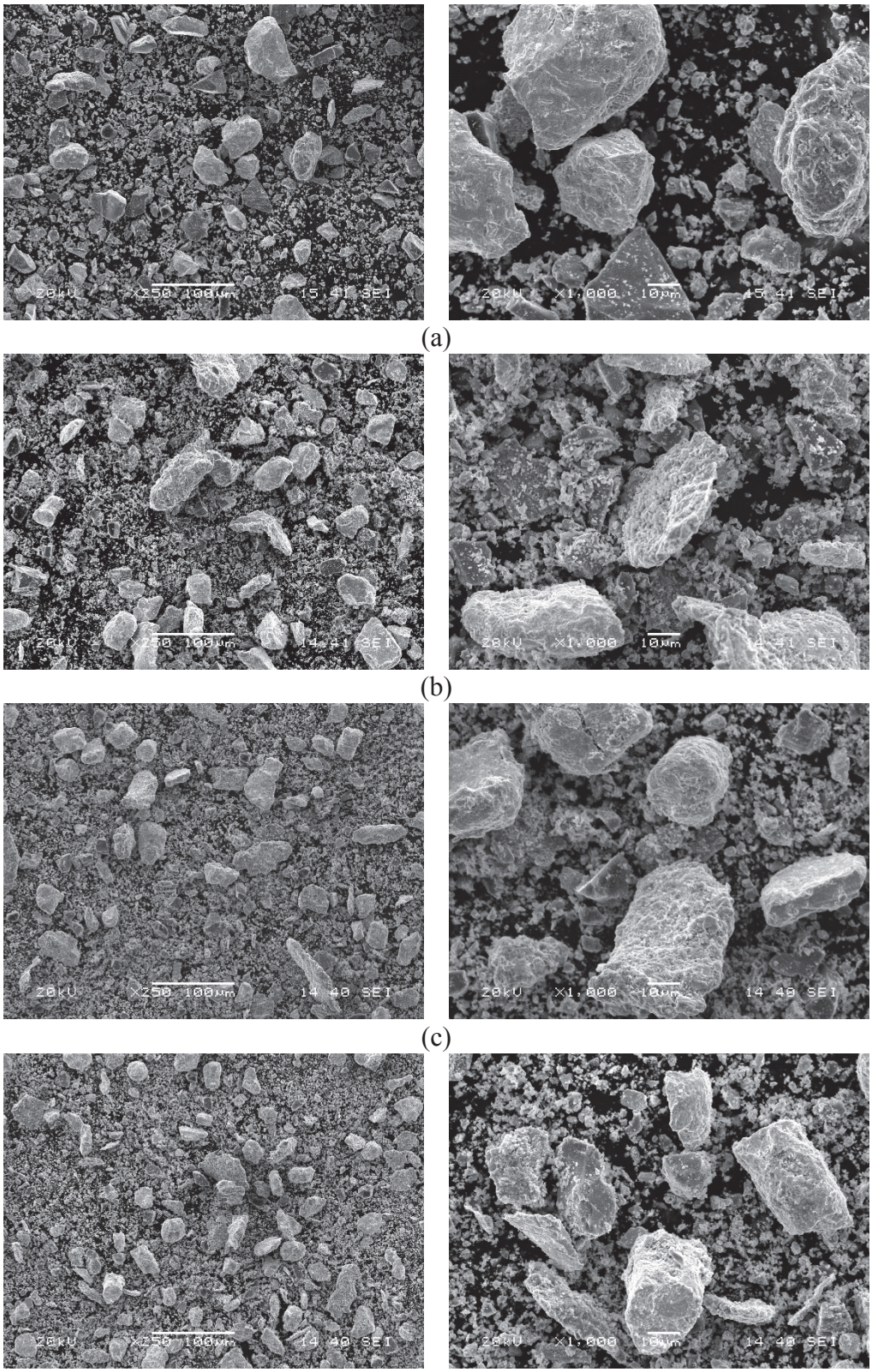
Şekil 5.12'de MD2 bileşimine sahip toz karışımının mekanik alaşımlama sonrası SEM mikroyapı görüntüsü ve EDS analizleri verilmiştir. MA sonrasında 10µm'den daha küçük tozların yanı sıra yaklaşık 30-40 µm boyut aralığında aglomere tozlar da görülmektedir. MA süresindeki artış ile birlikte toz boyutlarının düştüğü ve aglomerasyonların oluştuğu gözlemlenmiştir. Ayrıca MA sonrası toz partiküllerinin düzensiz şekilli oldukları görülmektedir.

MD3 ve MD4 bileşimine sahip toz karışımlarının farklı sürelerde MA sonrası SEM görüntüleri ve EDS analizleri Şekil 5.13 ve Şekil 5.14'te görülmektedir. SEM incelemelerinde toz boyutlarının mikron seviyelere düşmesiyle birlikte aglomerasyonun büyüt boyutta meydana geldiği görülmektedir. W oranının artışı ile beraber artan seviyede meydana gelen aglomerasyonun yüksek toz boyut dağılımı sergilemesine yol açtığı belirlenmiştir.

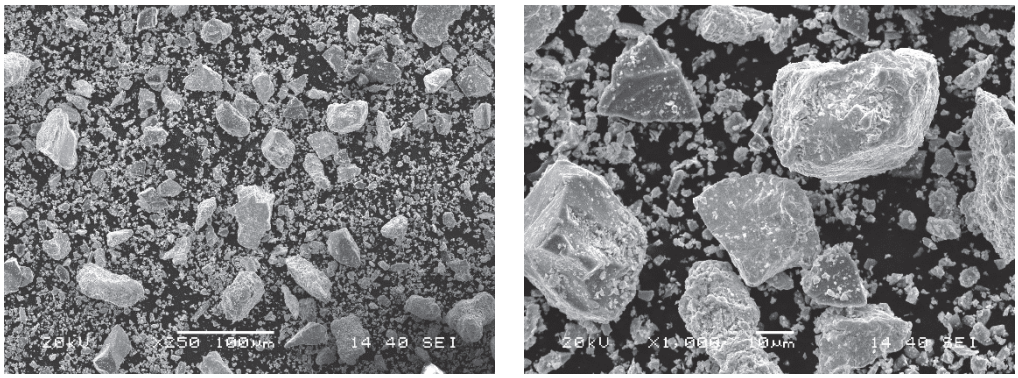
20 saat süreyle MA işlemi uygulanmış farklı bileşimlere sahip ön alaşımlandırılmış tozların EDS analizleri sonucunda toz partiküllerinin farklı oranlarda Fe, W ve B elementlerini içerdiği tespit edilmiştir (Şekil 5.15-5.18).



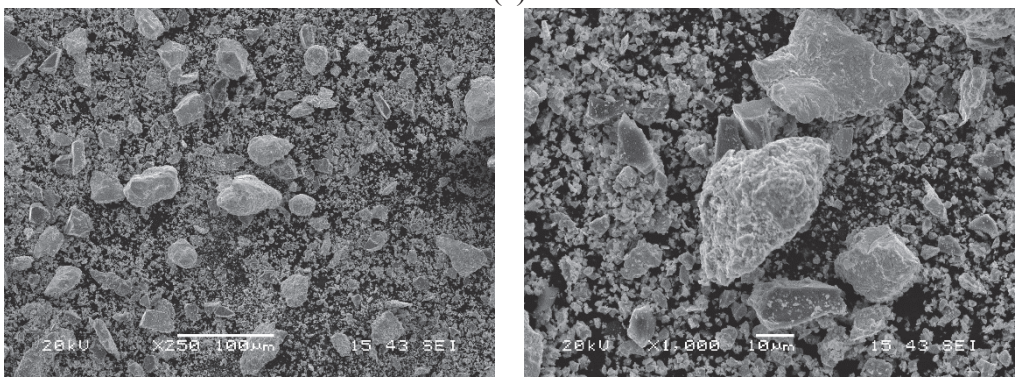
Şekil 5.11. MD1 bileşimine sahip tozların (a) 5 saat, (b) 10 saat, (c) 15 saat ve (d) 20 saat mekanik alaşımlama sonrası SEM görüntüleri.



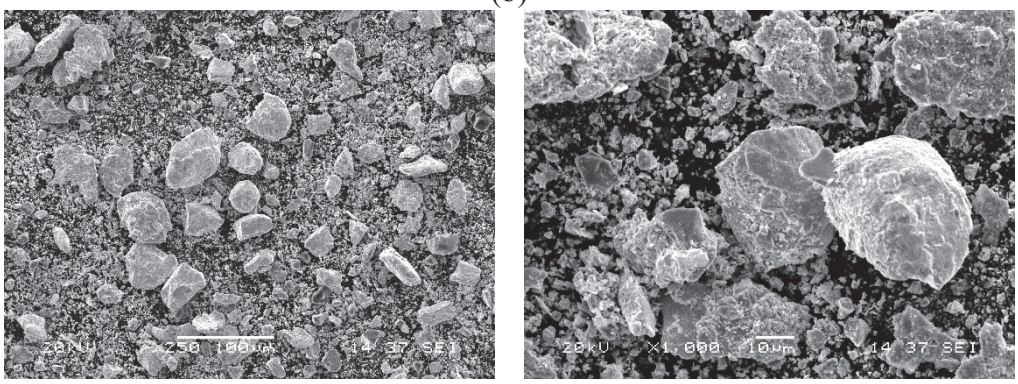
Şekil 5.12. MD2 bileşimine sahip tozların (a) 5 saat, (b) 10 saat, (c) 15 saat ve (d) 20 saat mekanik alaşımlama sonrası SEM görüntüleri.



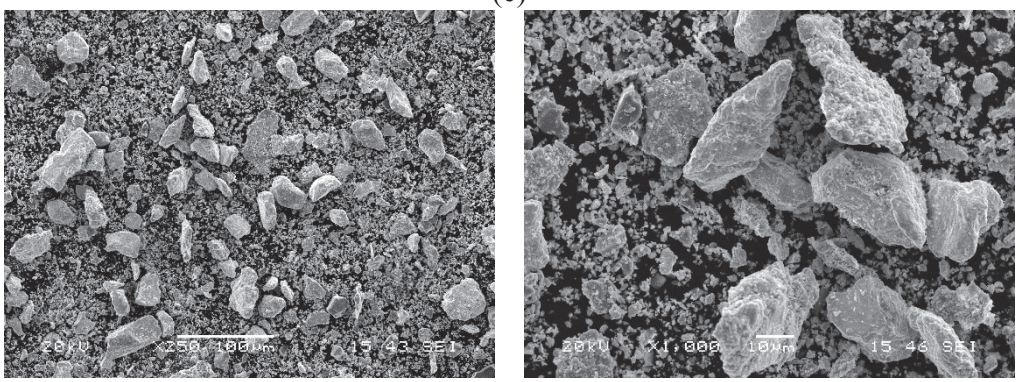
(a)



(b)

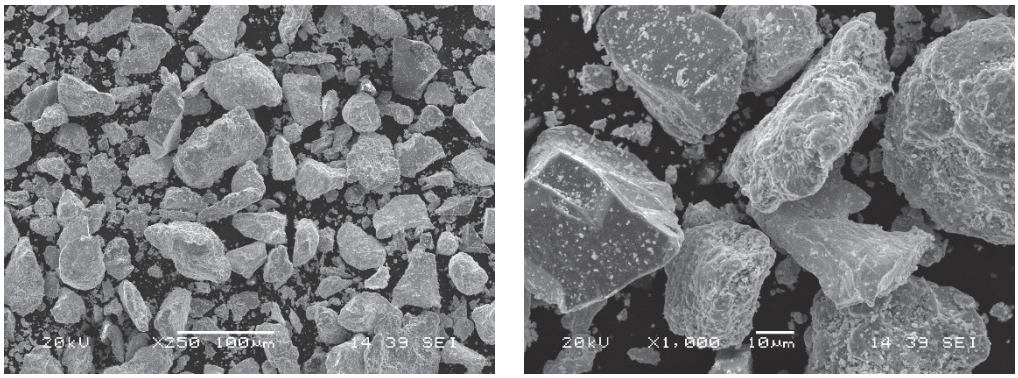


(c)

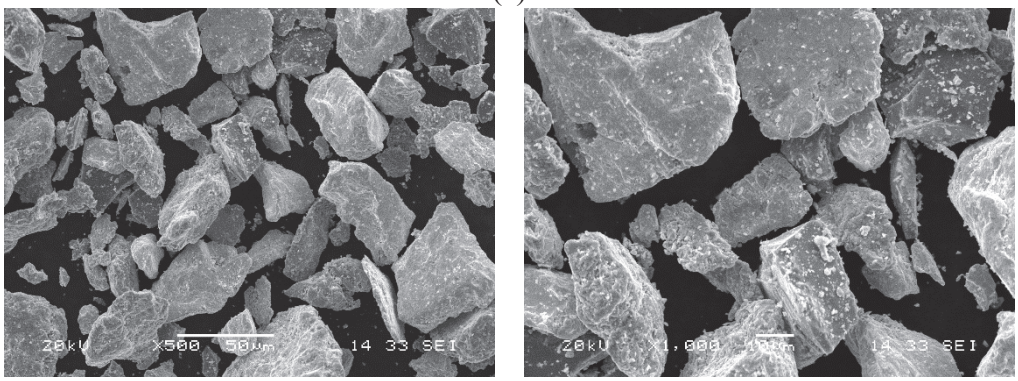


(d)

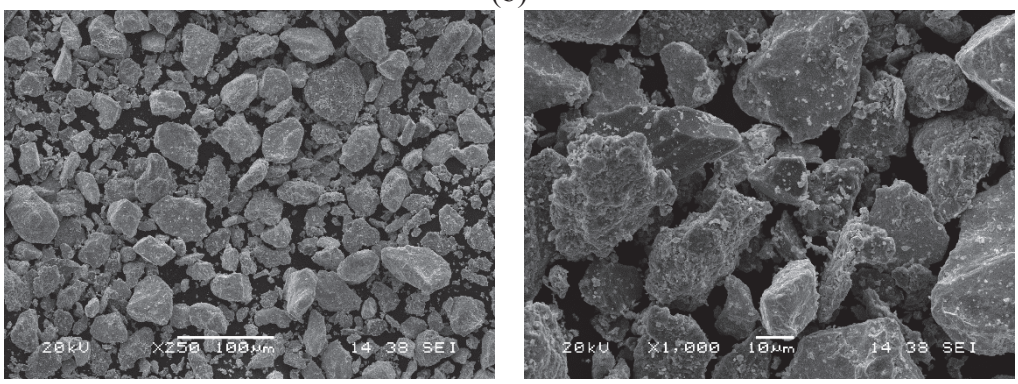
Şekil 5.13. MD3 bileşimine sahip tozların (a) 5 saat, (b) 10 saat, (c) 15 saat ve (d) 20 saat mekanik alaşımlama sonrası SEM görüntüleri.



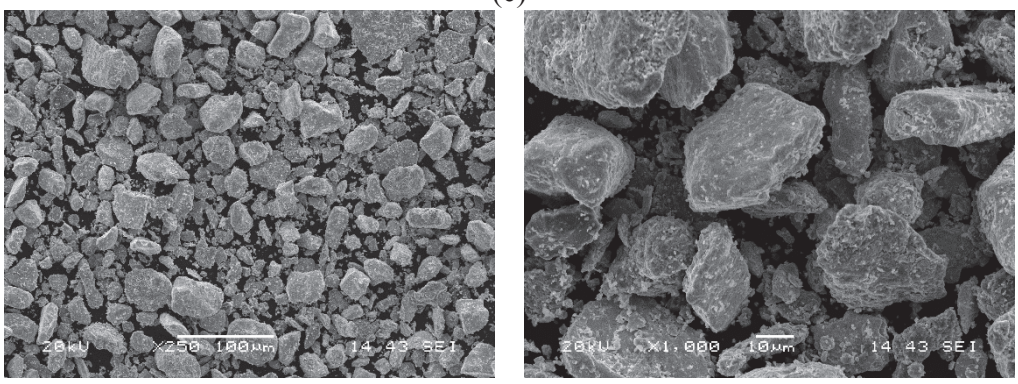
(a)



(b)

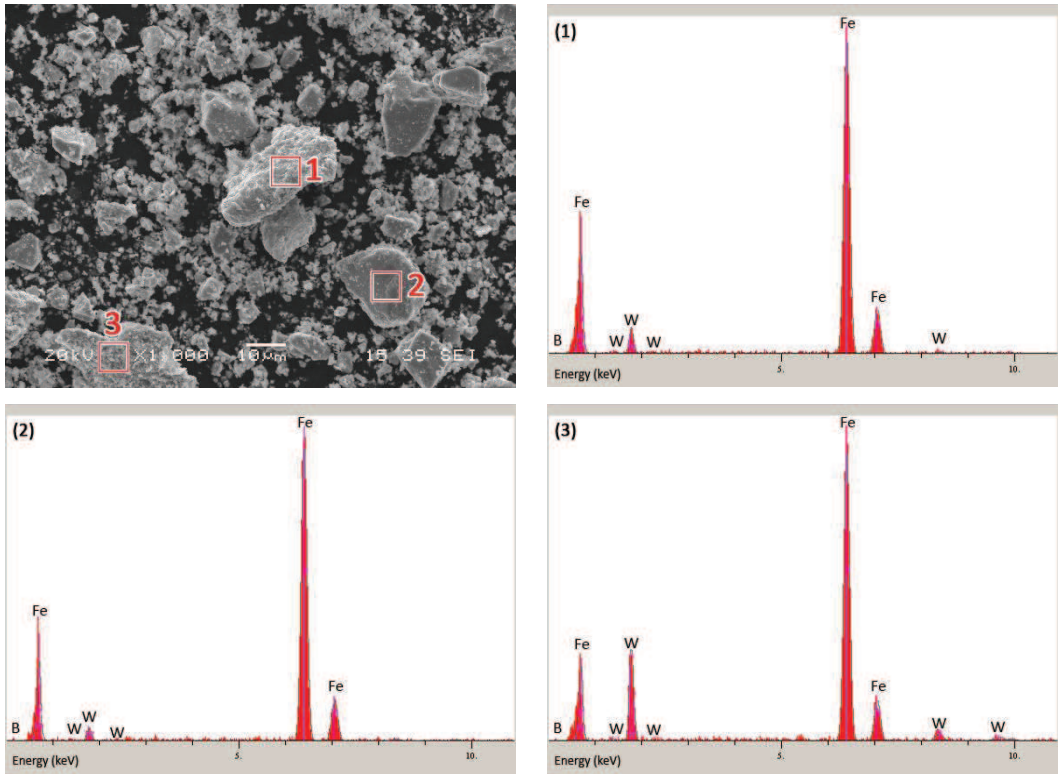


(c)

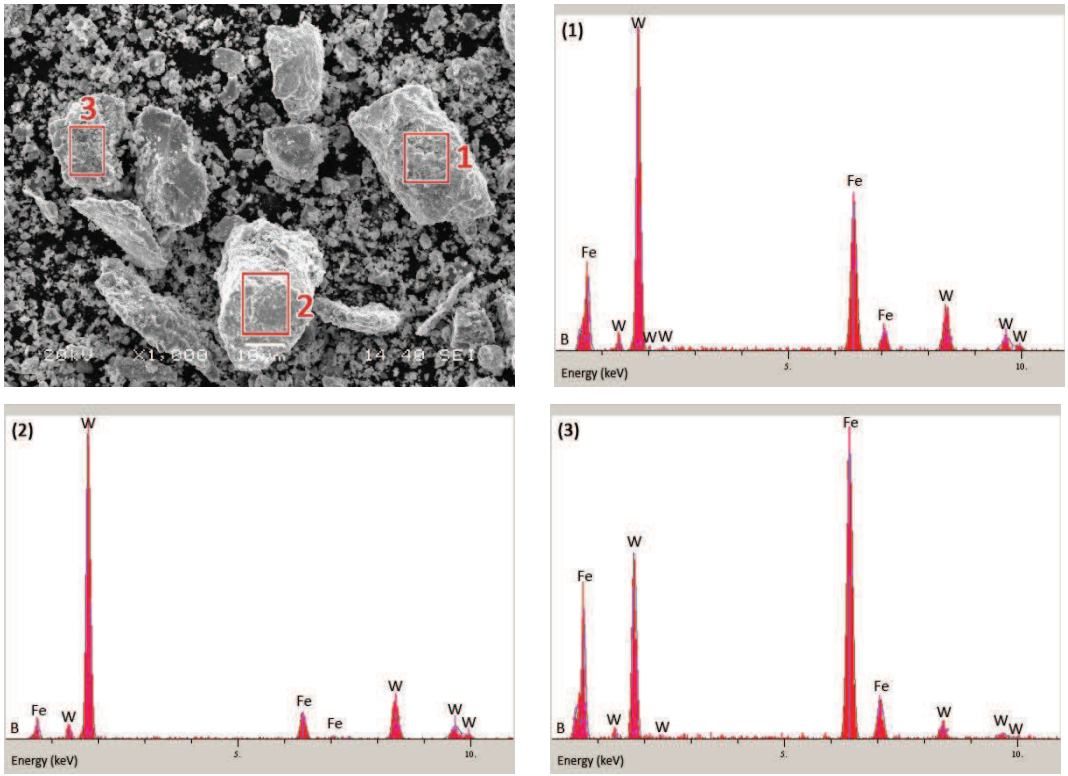


(d)

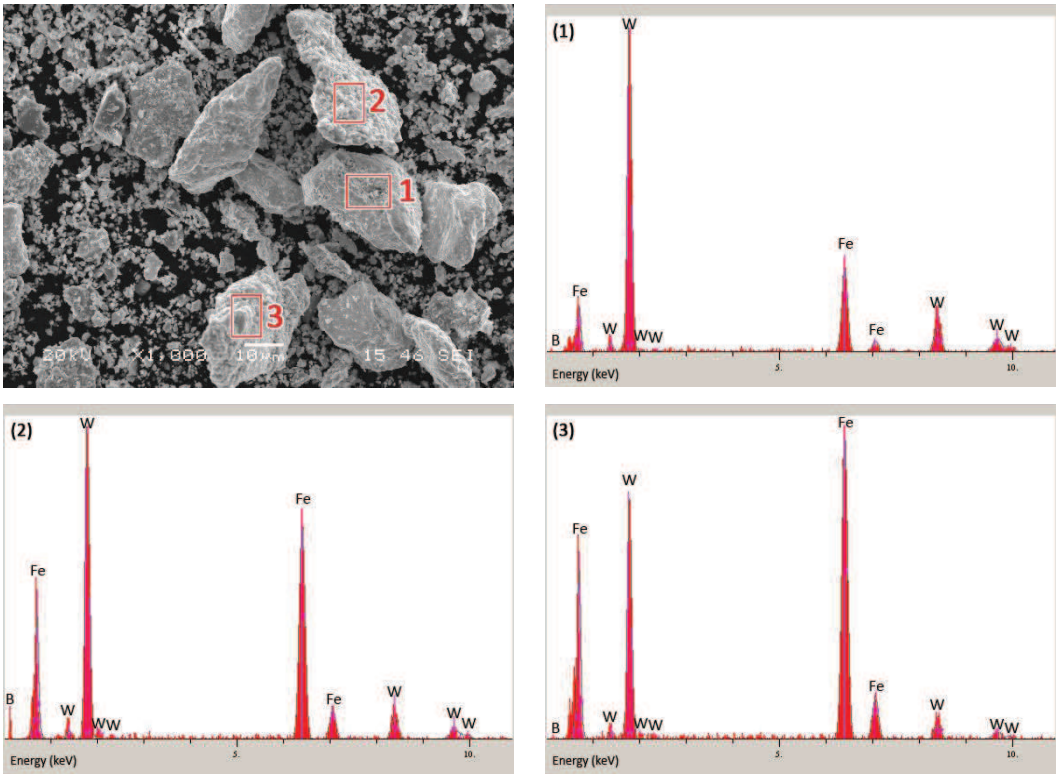
Şekil 5.14. MD4 bileşimine sahip tozların (a) 5 saat, (b) 10 saat, (c) 15 saat ve (d) 20 saat mekanik alaşımlama sonrası SEM görüntüleri.



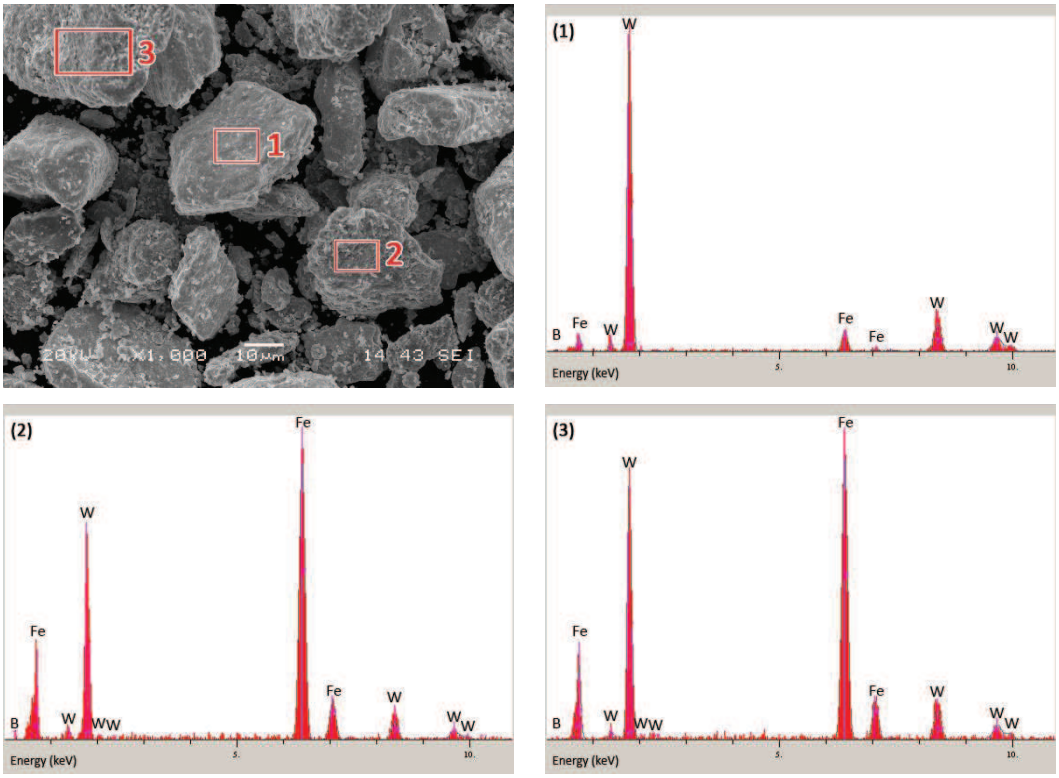
Şekil 5.15. MD1 bileşimine sahip tozların 20 saat mekanik alaşımlama sonrası EDS analizleri.



Şekil 5.16. MD2 bileşimine sahip tozların 20 saat mekanik alaşımlama sonrası EDS analizleri.



Şekil 5.17. MD3 bileşimine sahip tozların 20 saat mekanik alaşımlama sonrası EDS analizleri.



Şekil 5.18. MD4 bileşimine sahip tozların 20 saat mekanik alaşımlama sonrası EDS analizleri.

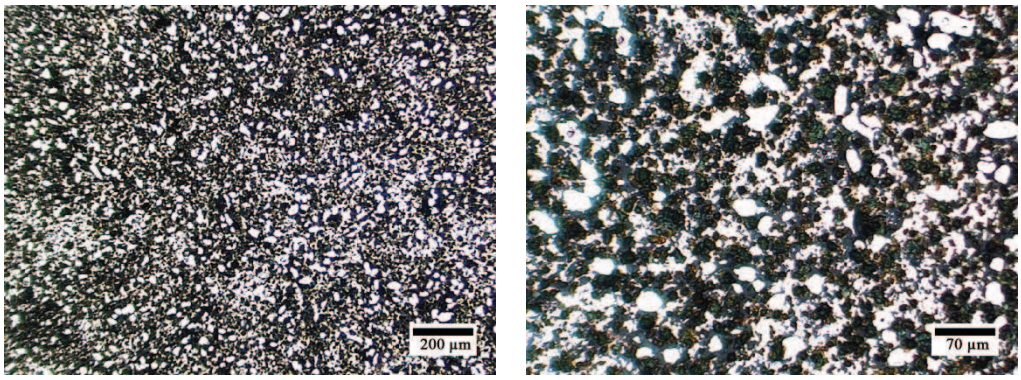
5.3.3. Kompozit malzemelerin mikroyapı incelemeleri

1200 °C ve 1250 °C sıcaklık ve 120, 240 ve 360 dk sürelerde sinterlenen MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimlerine sahip malzemelerin optik mikroskop ve SEM incelemeleri sonucunda elde edilen mikroyapı görüntülerinde genel olarak kontrast farklarının oluştuğu kompozit karaktere sahip ve farklı renklerde bölgelerin yer aldığı bir yapının varlığı tespit edilmiştir. Mikroyapılarda beyaz ve gri olmak üzere iki farklı renge sahip yapıların ve porozitelerin olduğu görülmektedir. Beyaz renkte görülen yapının Fe-W-B esaslı fazı ve ağırlıklı olarak matrisi oluşturan gri bölgelerin ise Fe ve B esaslı fazlardan meydana geldiği hem EDS hem de XRD analizleri ile teyit edilmiştir. MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimindeki in-situ kompozit malzemelerin optik mikroskop, SEM mikroyapıları ve EDS analizleri sırasıyla Şekil 5.19-5.24, Şekil 5.25-5.30, Şekil 5.31-5.36 ve Şekil 5.37-5.42'de görülmektedir.

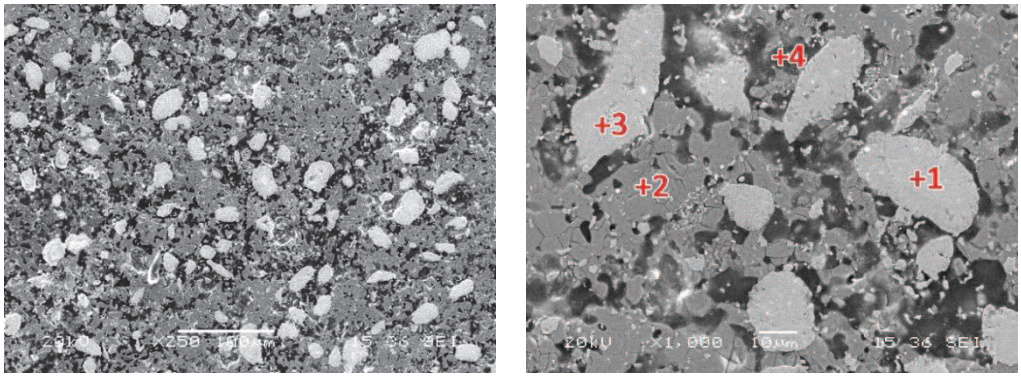
MD1 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerin mikroyapılarında beyaz renkli oluşumların (tanesel) (Şekil 5.19-5.24) Fe-W-B elementlerini içerdiği görülmektedir. İncelemeler sonucunda beyaz renkte yer alan Fe-W-B esaslı fazların arasında kalan gri renkte gözlemlenen matris yapının ağırlıklı olarak demir ve bor elementlerini içerdiği tespit edilmiştir. Yapıda siyah renkte görülen kısımların ise porozite olduğu ve miktarının sinterleme sıcaklığı ve süresindeki artışla birlikte azaldığı görülmektedir. Optik mikroyapılarda görüleceği üzere porozite oranının yüksek olması sinterlemenin yeterli düzeyde gerçekleşmediğini göstermektedir. Sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak mikroyapıda farklı oluşumların görülmediği ancak sıcaklık artışıyla birlikte beyaz renkte görülen ve FeWB fazı olduğu düşünülen yapıların yoğunlaştığı ve tanelerin boyutunda bir artışın olduğu görülmektedir. Bu durum özellikle yüksek sıcaklık (1250°C) ve sürede (360 dk) sinterlenen numunelerde (Şekil 5.24b) açıkça görülmektedir. Ancak bu bileşimde istenilen FeWB fazının oluşumu yeterince gerçekleşememiştir. Diğer bileşimlerde özellikle MD2 bileşiminde yapıda ağırlıklı olarak bu fazın varlığı görülmektedir. Ayrıca EDS analizlerinde elementlere ait şiddet değerlerinin farklılıklarının olması da bu durumu desteklemektedir. EDS analizlerinde varlığı tespit edilen O ve Al'nin metalografik numune hazırlama işlemleri esnasında yapıya girdiği düşünülmektedir. Yapıda

bulunan porozitelere giren suyun bu bölgelerde oksitlenmelere sebebiyet verdiği düşünülmektedir. Aynı şekilde parlatma için kullanılan Al_2O_3'ten de Al ve O'nun yapıya girdiği düşünülmektedir.

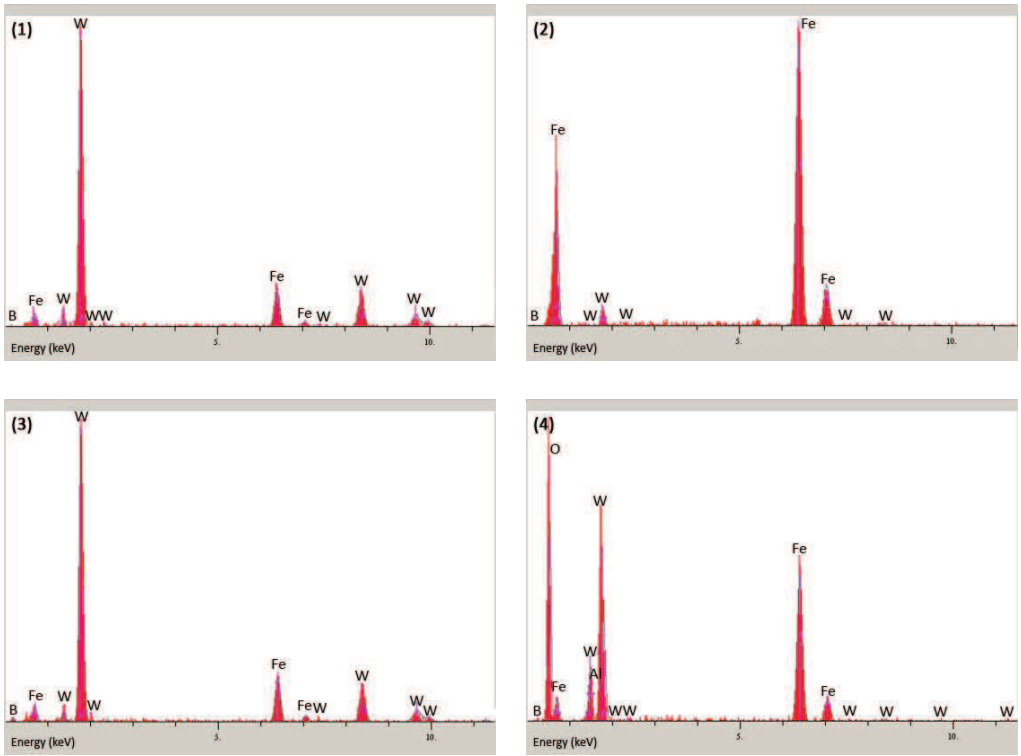
Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen MD2 bileşimine sahip kompozit malzemelerin mikroyapı incelemelerinde (Şekil 5.25-5.30) 'da verilmiştir. Yapılan incelemeler sonucunda tüm sinterleme sıcaklığı ve sürelerinde ağırlıklı olarak beyaz renkte görülen ve iğnesel (kolonsal) karakterde olan Fe-W-B esaslı yapının yanı sıra demir ve bor esaslı matris yapısının oluştuğu görülmektedir. Fe-W-B esaslı yapının FeWB fazı olduğu hem faz analizleri hem de EDS analizleri ile teyit edilmiş olup detayları ileride verilecektir. Sinterleme süresi ve sıcaklığının artışına bağlı olarak FeWB fazının arttığı özellikle 1250 °C'de matris yapının ve porozitenin azalmasıyla birlikte iğnesel (kolonsal) karakterli ve beyaz renkte görünen bu fazın hakim olduğu görülmektedir. Ayrıca sinterleme süresinin de artmasıyla birlikte iğnesel (kolonsal) yapının genişlediği görülmektedir. EDS analizlerinde demirce zengin ve tungstence zengin bölgelerin varlığı mikroyapı analizini desteklemektedir. Ayrıca analiz sonuçları gri renkte görülen matrisin Fe ve demir borür esaslı olduğunu açıkça ortaya koymaktadır (Şekil 5.28b 1 nolu EDS pikleri).



(a)

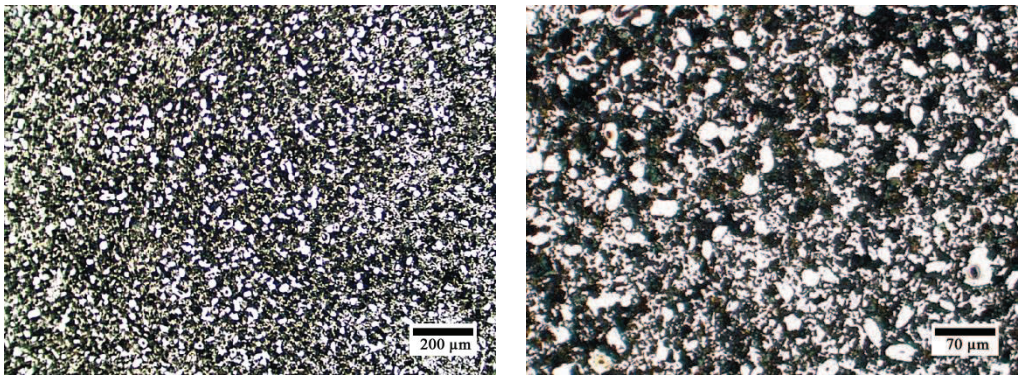


(b)

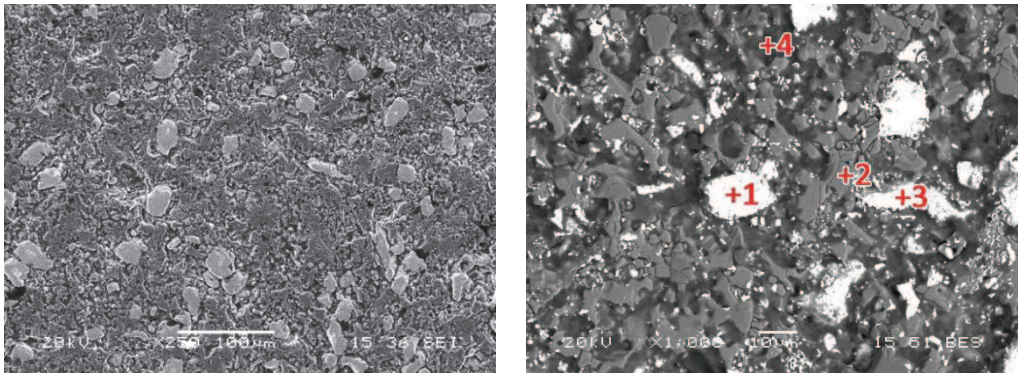


(c)

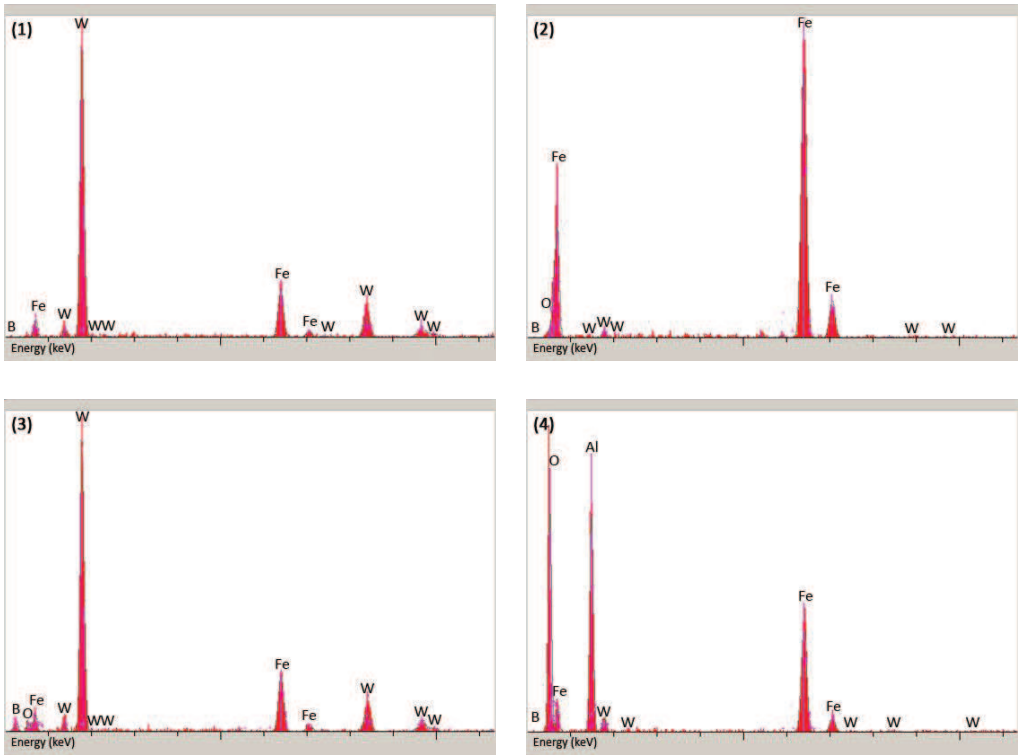
Şekil 5.19. 1200 °C'de 2 saat sinterlenen MD1 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri ve (c) EDS analizleri.



(a)

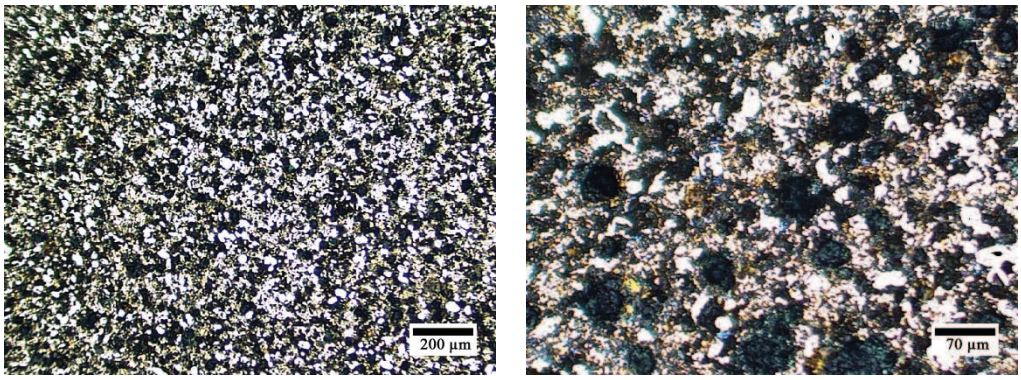


(b)

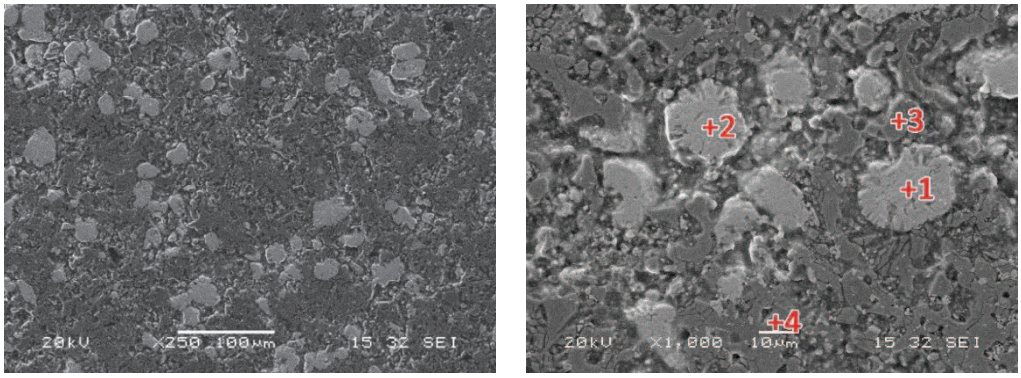


(c)

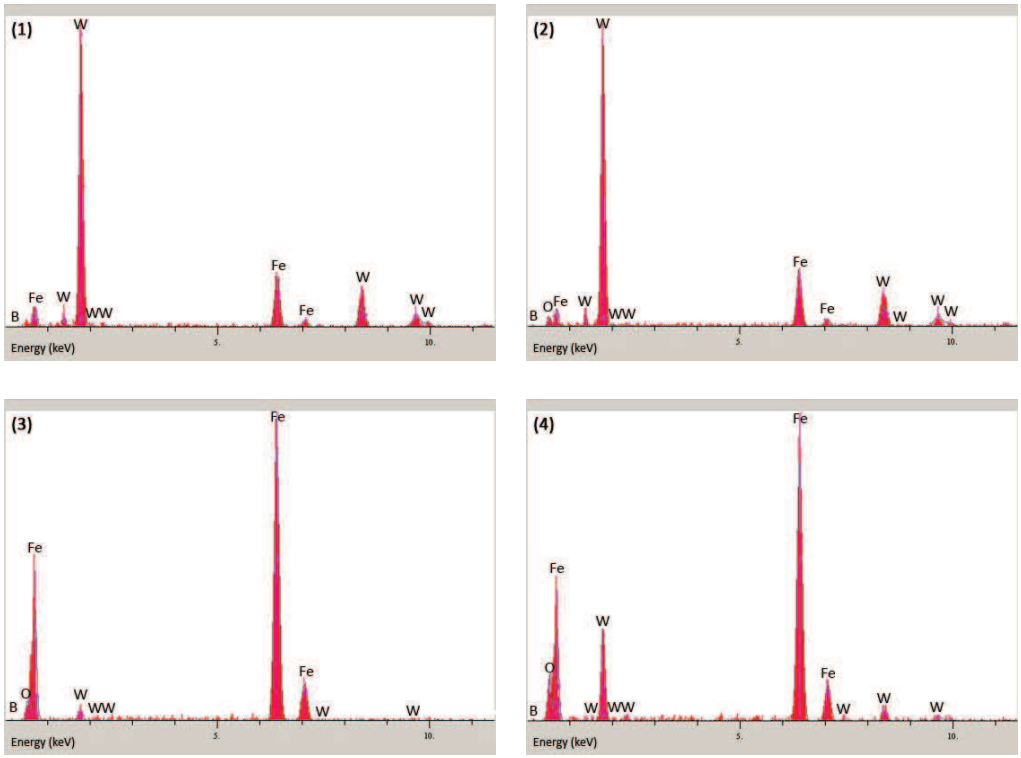
Şekil 5.20. 1200 °C'de 4 saat sinterlenen MD1 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri ve (c) EDS analizleri.



(a)

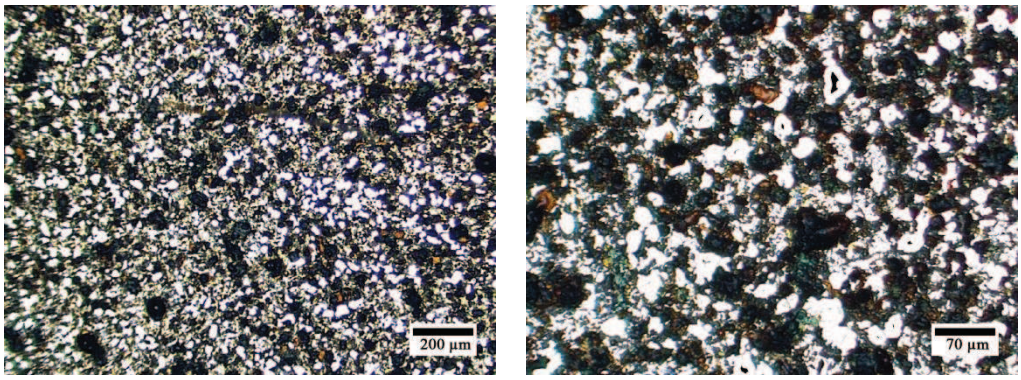


(b)

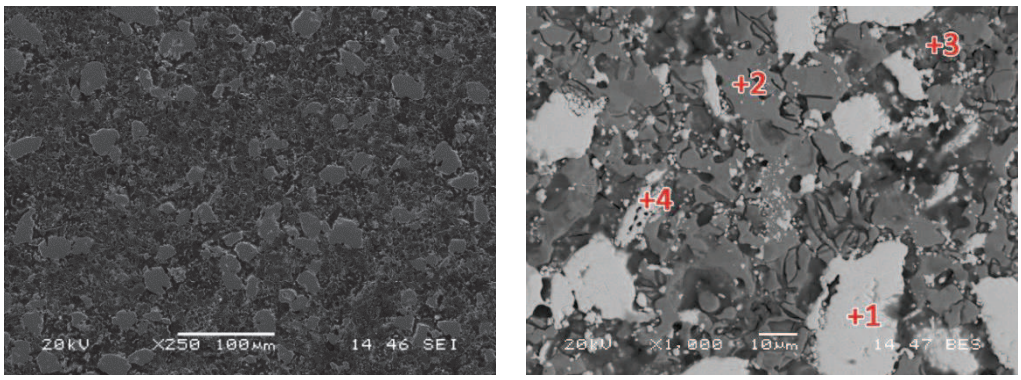


(c)

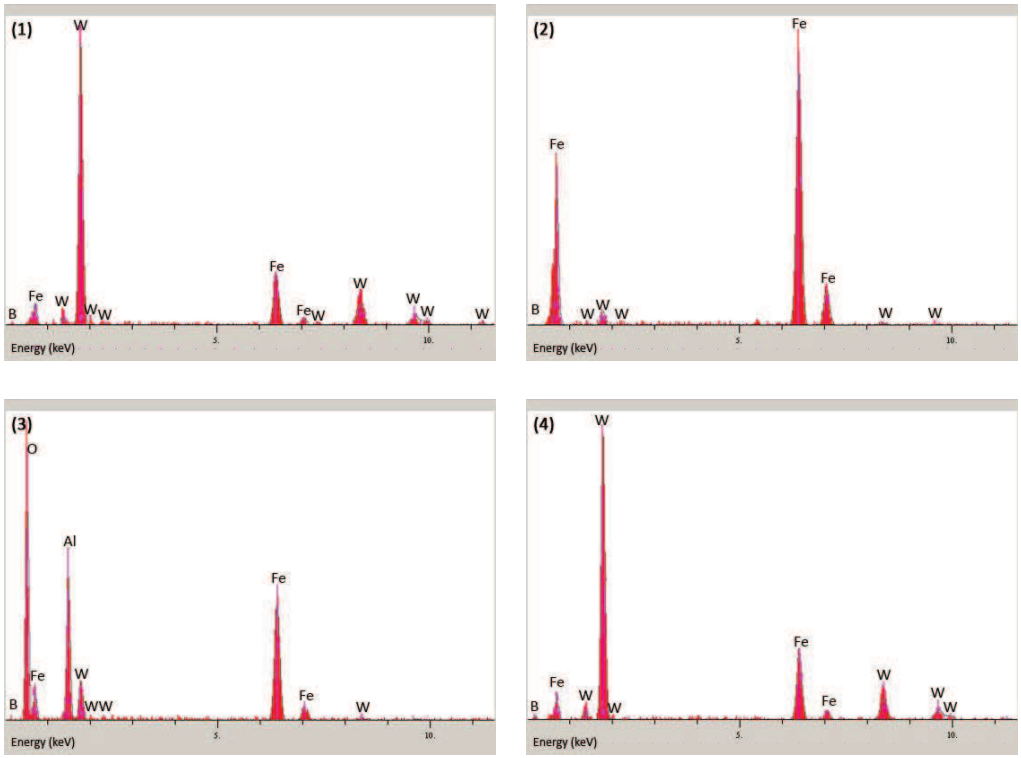
Şekil 5.21. 1200 °C'de 6 saat sinterlenen MD1 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri ve (c) EDS analizleri.



(a)

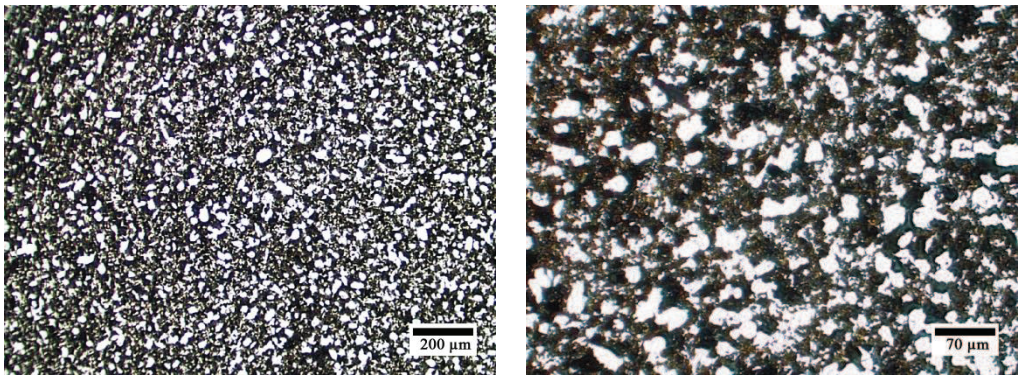


(b)

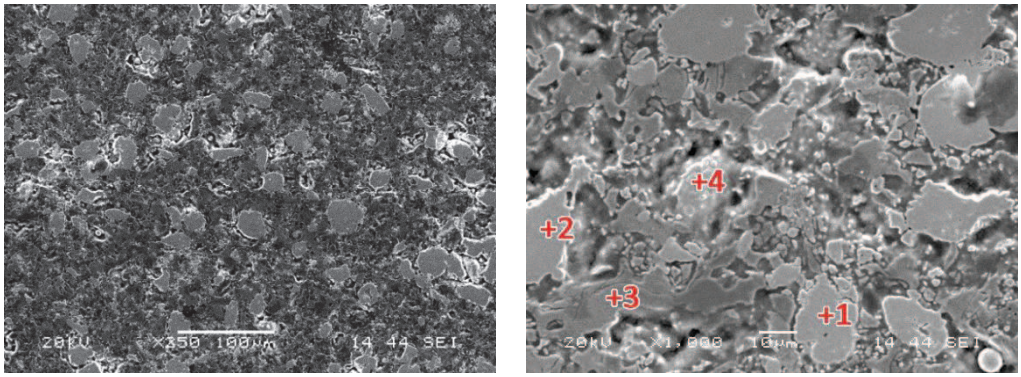


(c)

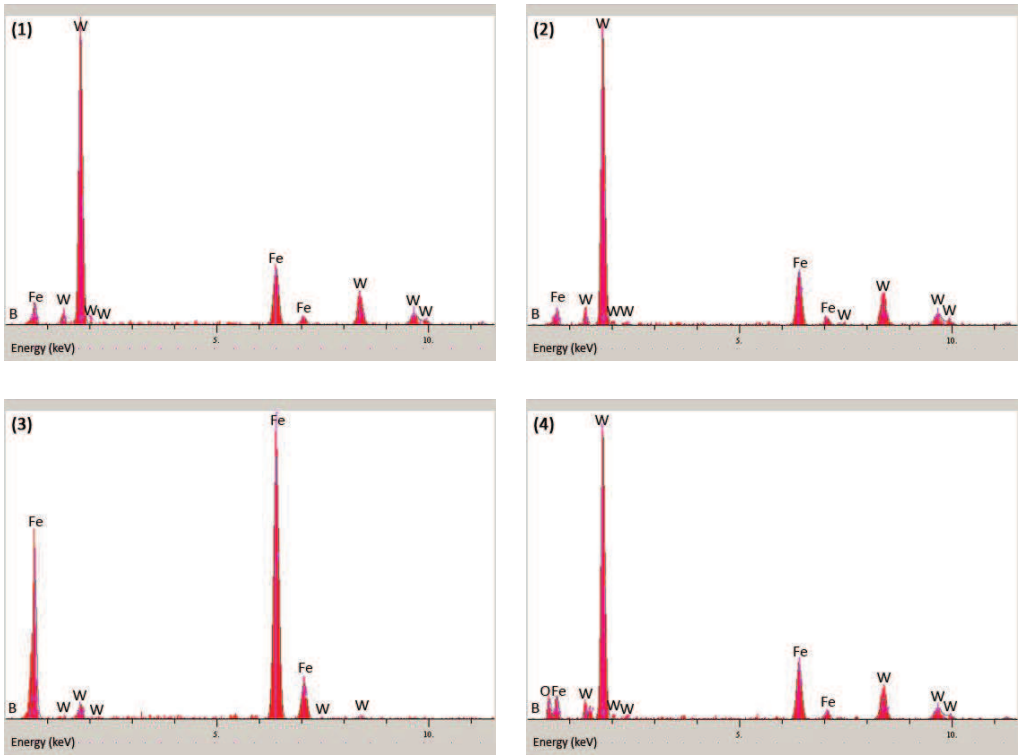
Şekil 5.22. 1250 °C'de 2 saat sinterlenen MD1 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.



(a)

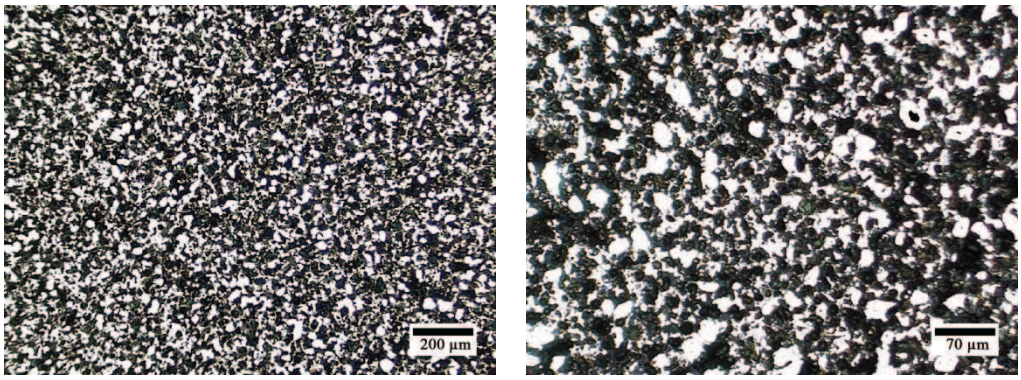


(b)

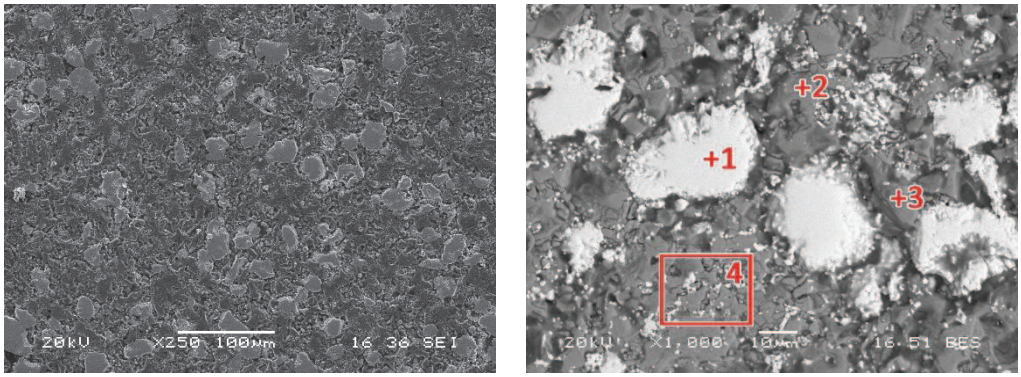


(c)

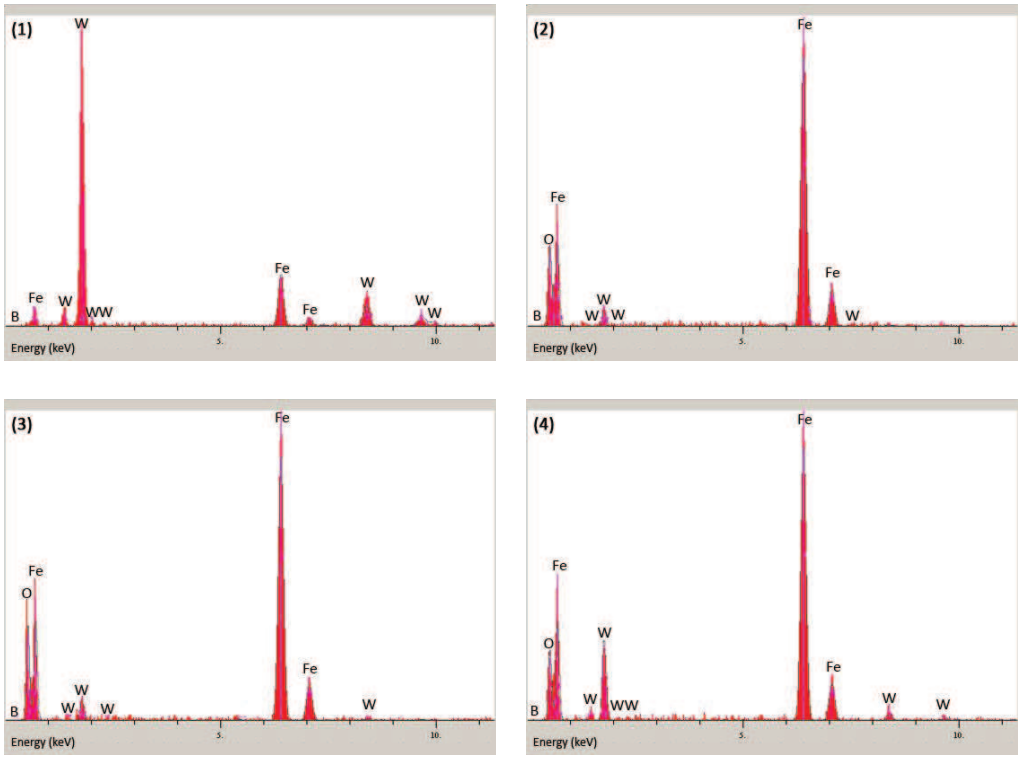
Şekil 5.23. 1250 °C'de 4 saat sinterlenen MD1 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.



(a)

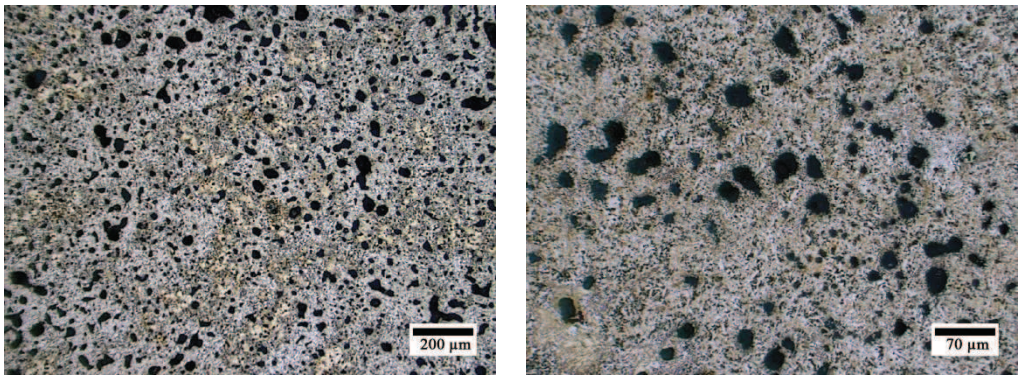


(b)

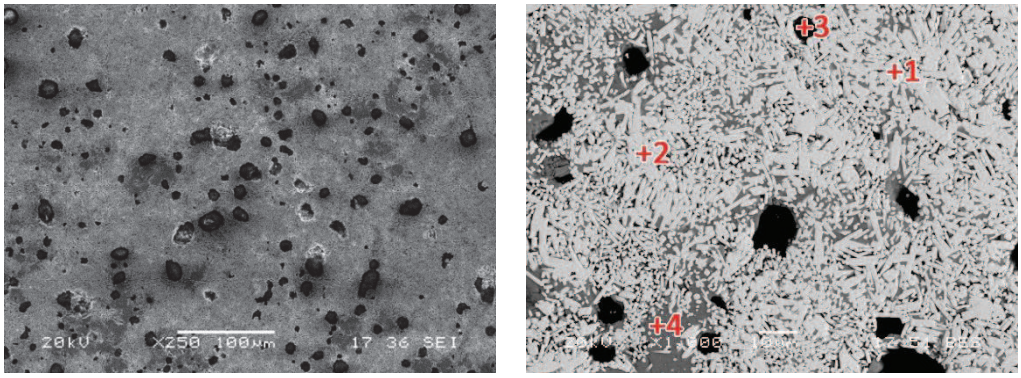


(c)

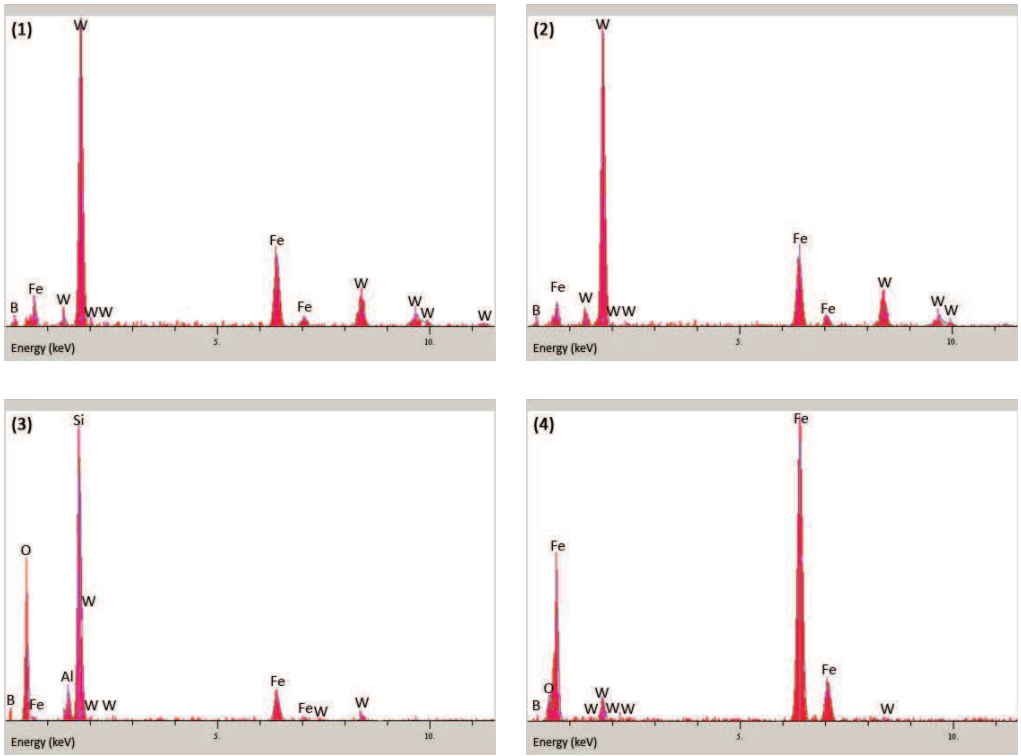
Şekil 5.24. 1250 °C'de 6 saat sinterlenen MD1 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.



(a)

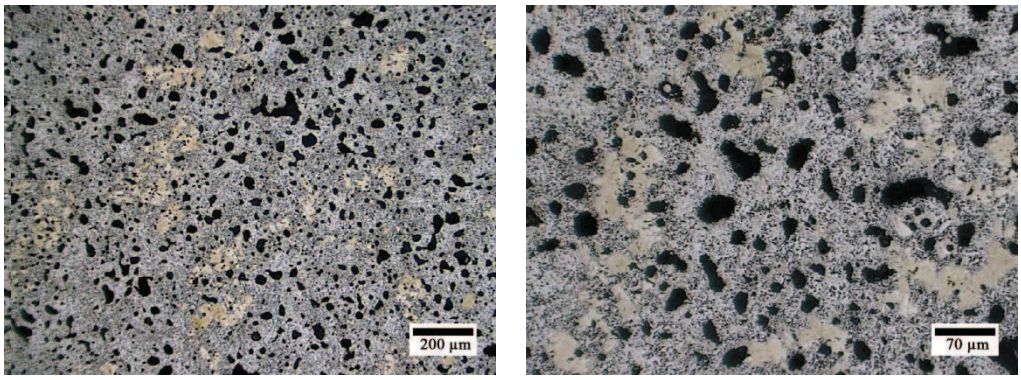


(b)

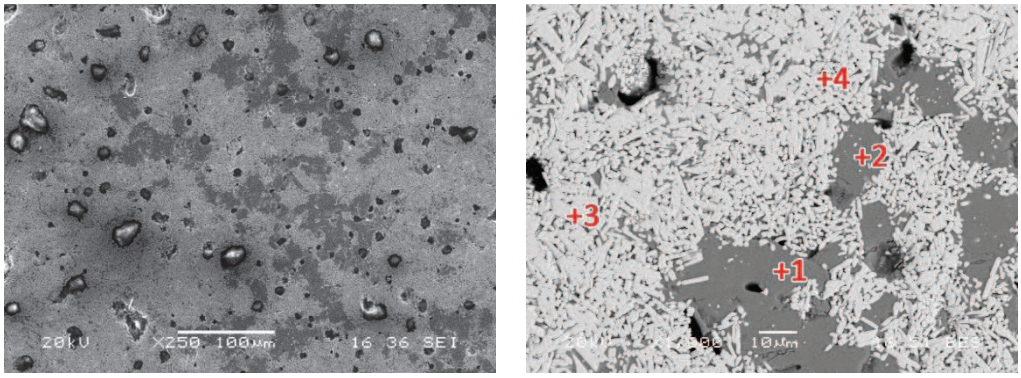


(c)

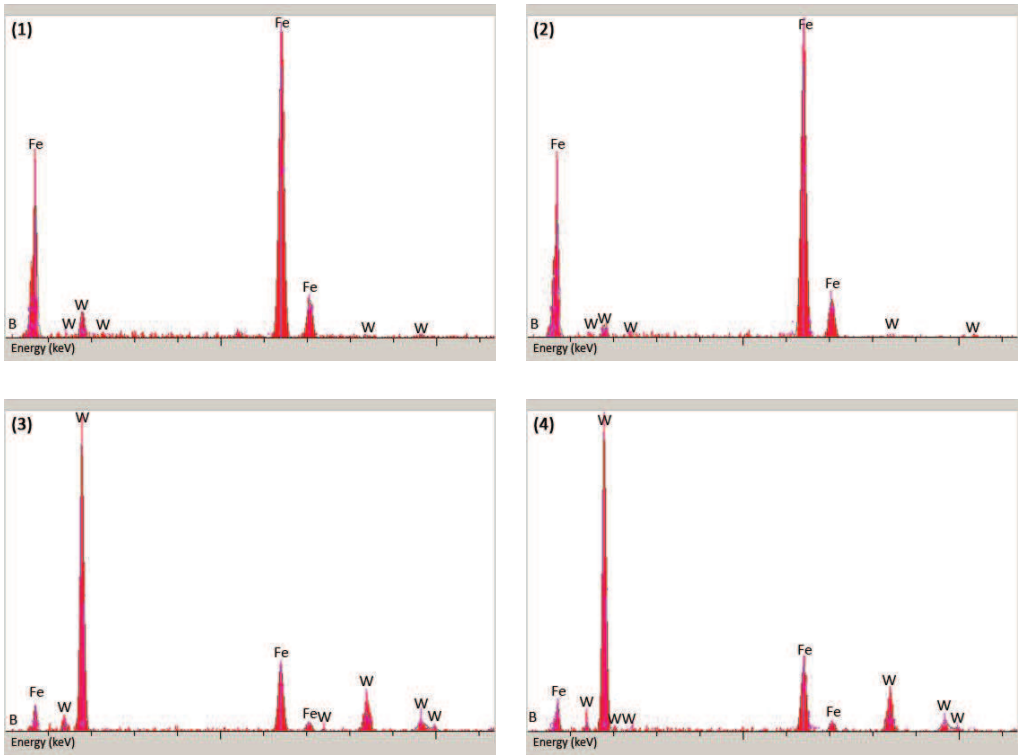
Şekil 5.25. 1200 °C'de 2 saat sinterlenen MD2 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.



(a)

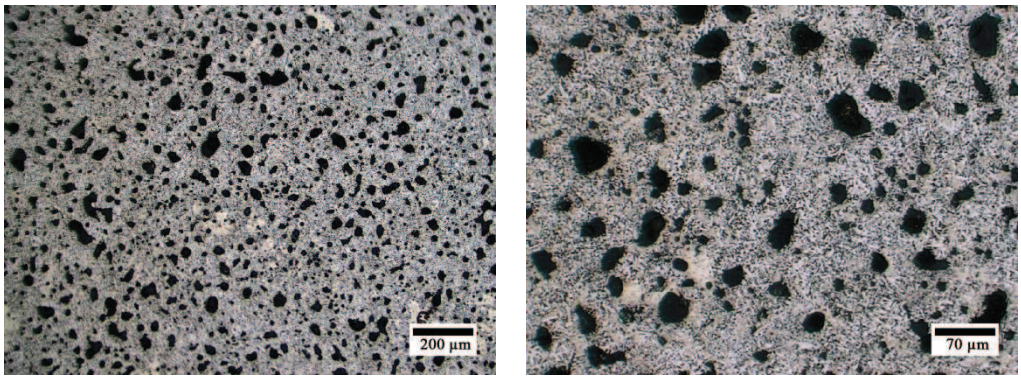


(b)

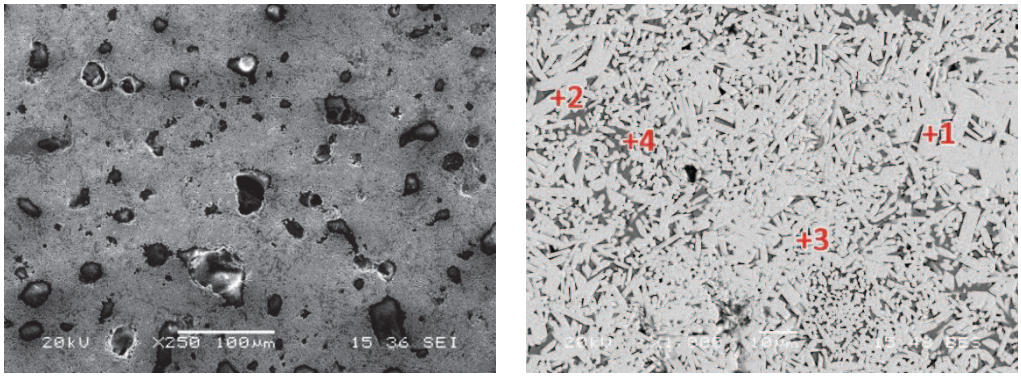


(c)

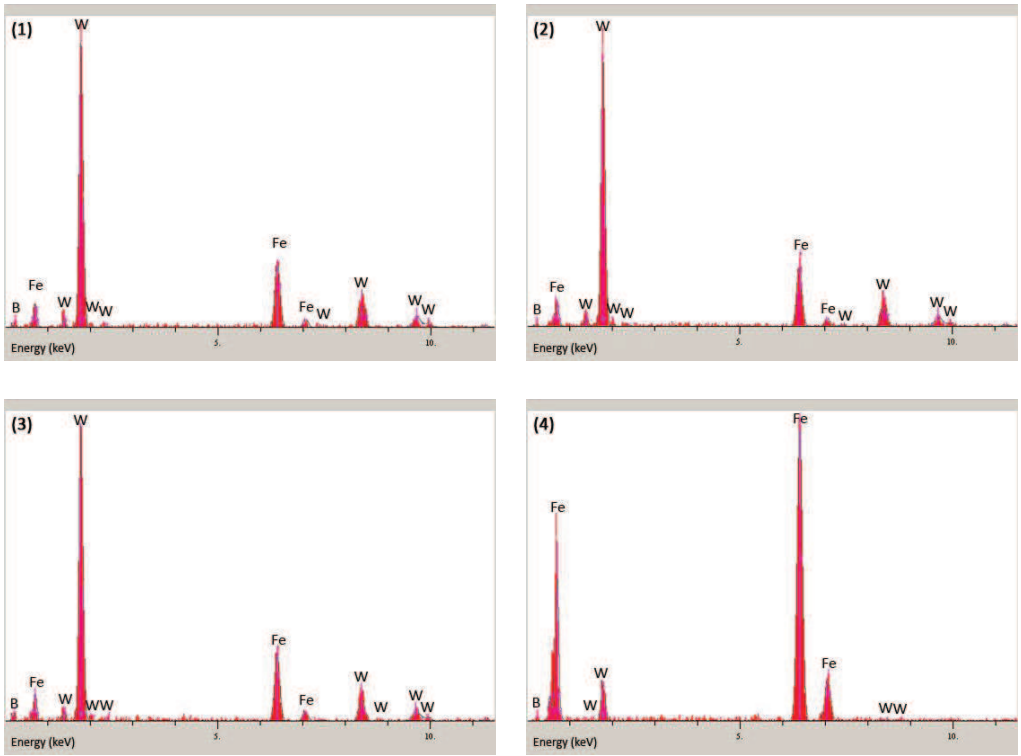
Şekil 5.26. 1200 °C'de 4 saat sinterlenen MD2 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.



(a)

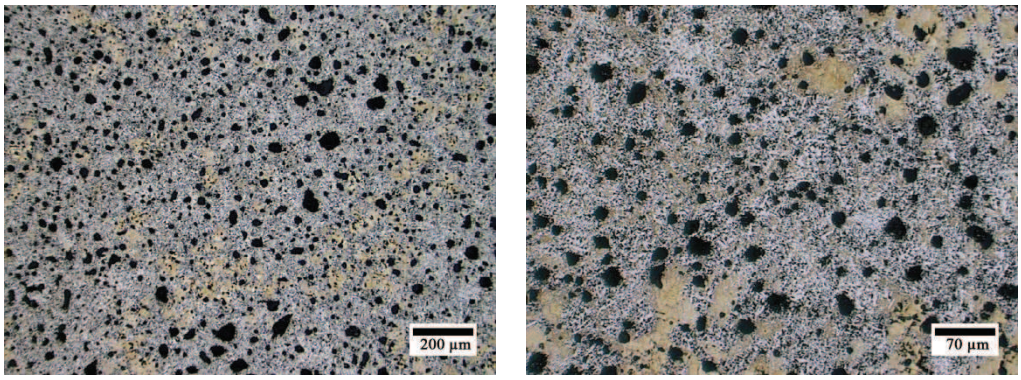


(b)

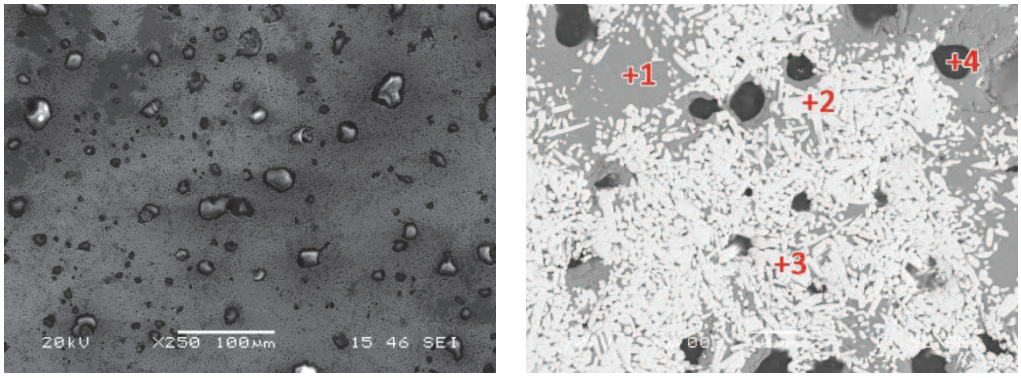


(c)

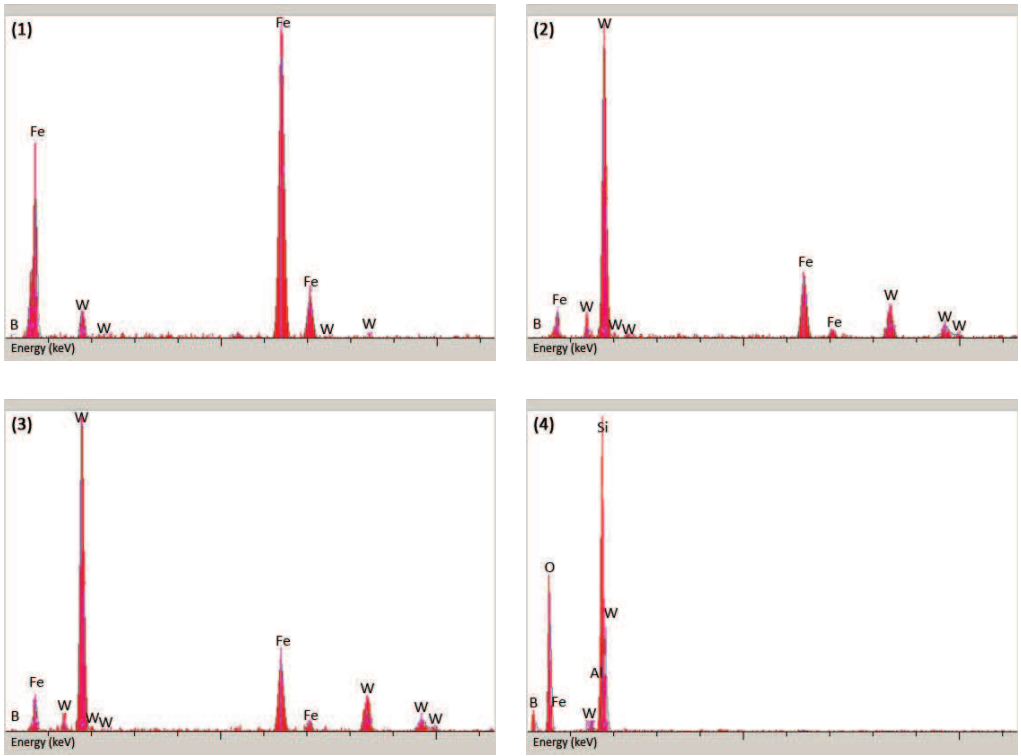
Şekil 5.27. 1200 °C'de 6 saat sinterlenen MD2 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.



(a)

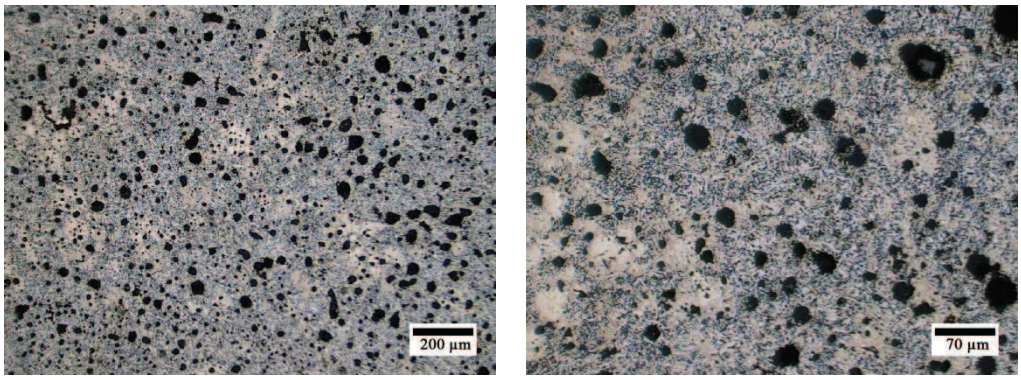


(b)

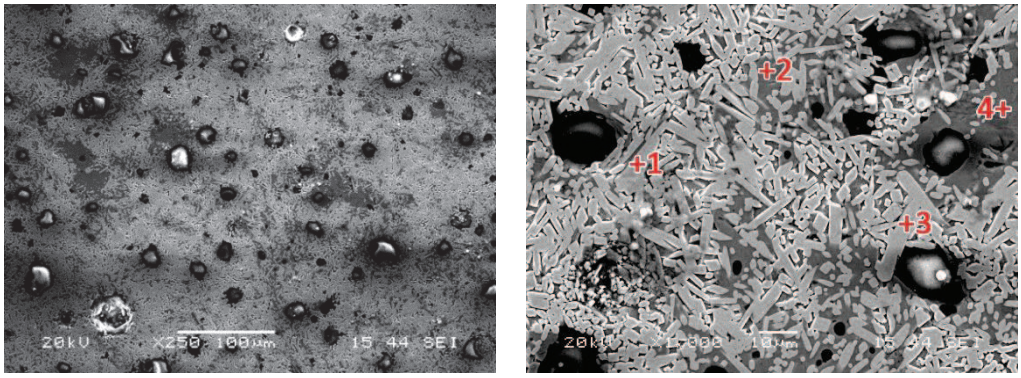


(c)

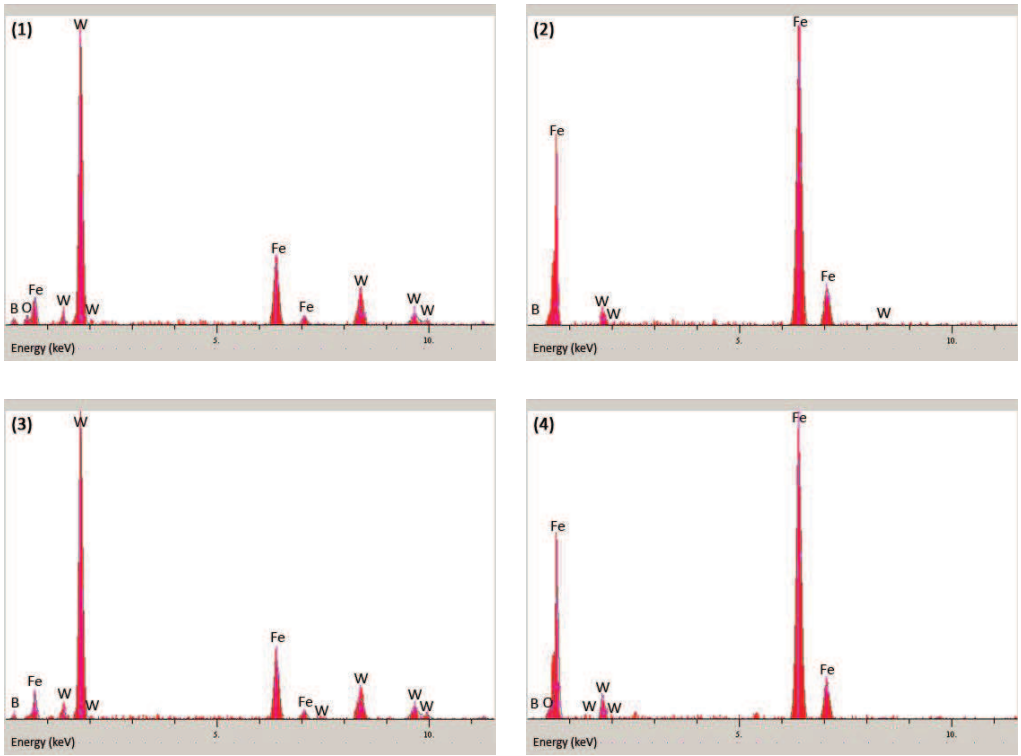
Şekil 5.28. 1250 °C'de 2 saat sinterlenen MD2 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.



(a)

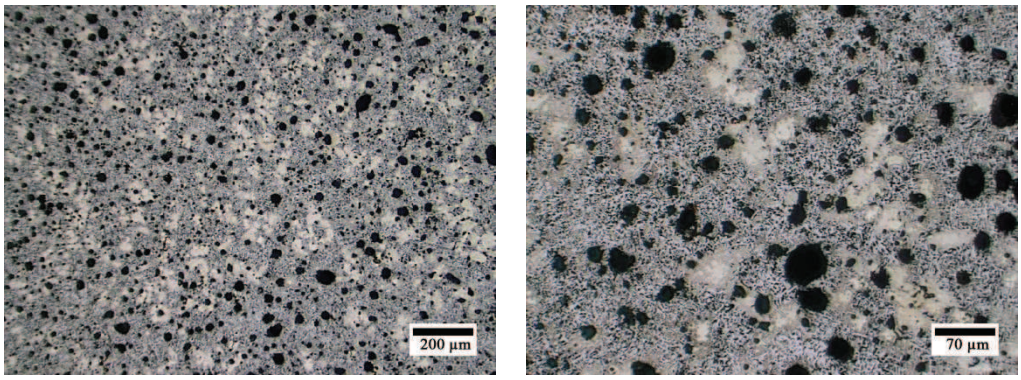


(b)

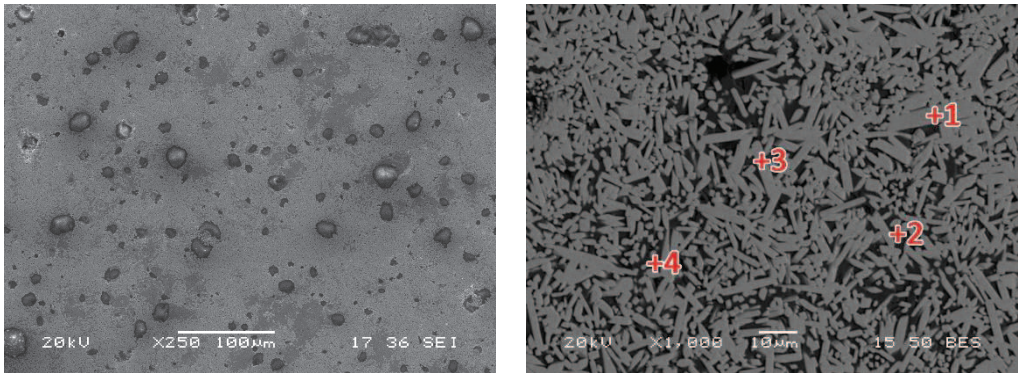


(c)

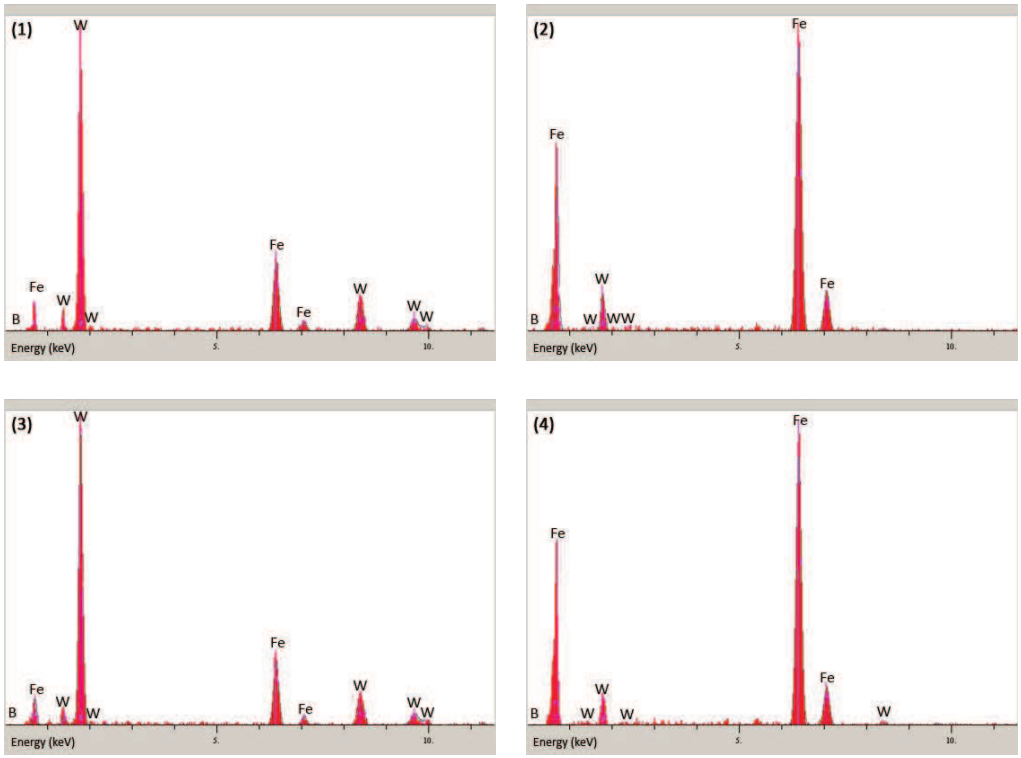
Şekil 5.29. 1250 °C'de 4 saat sinterlenen MD2 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.



(a)



(b)

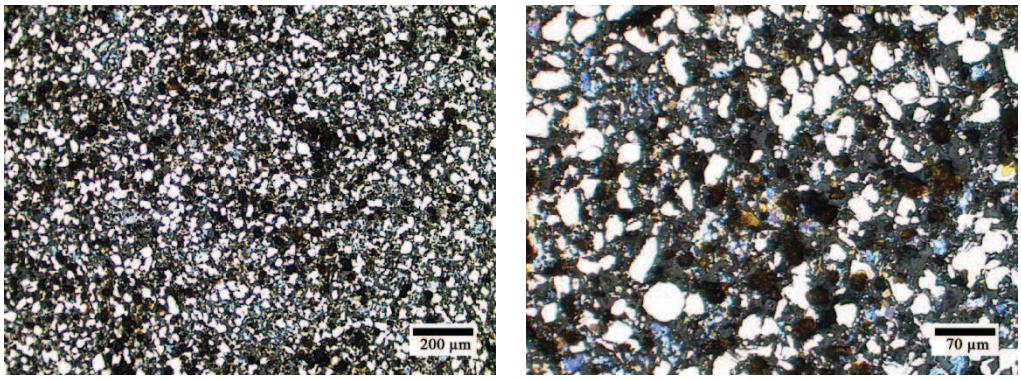


(c)

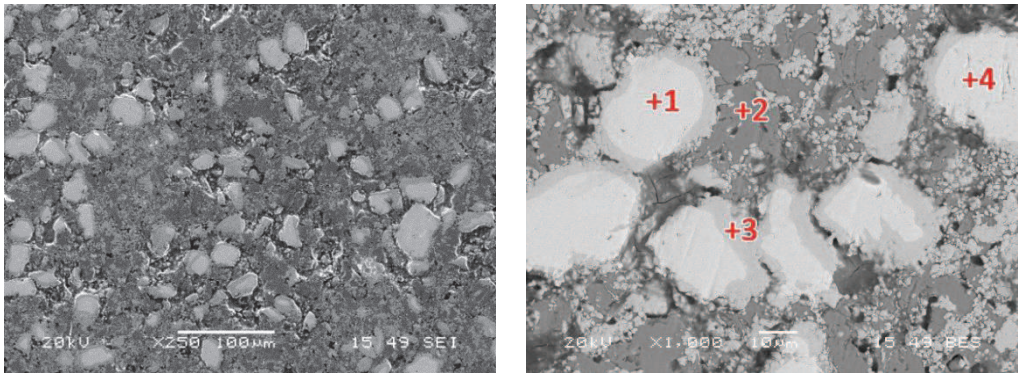
Şekil 5.30. 1250 °C'de 6 saat sinterlenen MD2 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.

Şekil 5.31-5.36'da görülen MD3 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerin mikroyapı incelemeleri sonucunda yapıda diğer iki bileşime kıyasla Fe-W-B esaslı tanelerin orta kısımlarında daha açık renkte görülen farklı bir yapının oluştuğu görülmüştür. İncelemelerde beyaz (W-B esaslı), açık gri (Fe-W-B esaslı) ve gri (matris: Fe-B esaslı) olmak üzere üç farklı renkte yapı görülmektedir. Fe-W-B (açık gri) esaslı tanelerin orta kısmında oluşan ve beyaz renkte görünen yapıdan alınan EDS analizinde W pikinin varlığı (Şekil 5.35b 1 no'lu pik) yapının WB esaslı olduğunu düşündürmektedir. Sinterleme sıcaklığı ve süresinin artmasına bağlı olarak Fe-W-B ve W-B yapılarının oluşumunun arttığı ve tane boyutunun büyüdüğü görülmektedir. Yapıda bulunan porozitelerin miktarı sinterleme sıcaklığı ve süresindeki artışla birlikte azalmaktadır.

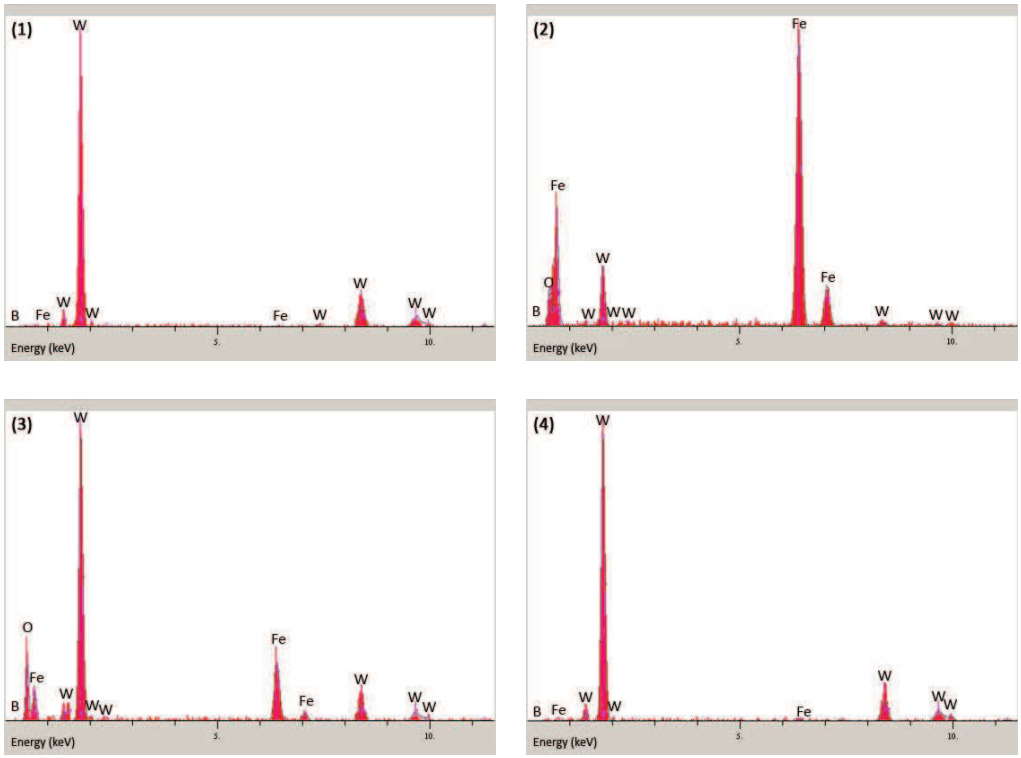
Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen MD4 bileşimine sahip malzemelerin mikroyapı incelemeleri ve EDS analizleri sonucunda (Şekil 5.37-5.42) sinterlemenin gerçekleşmediği, toz partikülleri arasında kısmen bağların oluşmaya başladığı ancak kompozit karakterde ve kontrast farklılıkları oluşturacak şekilde bir yapının oluşmadığı görülmektedir. Özellikle 1250 °C'de sinterlenen numunelerde ön alaşımlandırılmış toz tanelerinin üzerinde ince tane boyutuna sahip partiküller arasında düşük oranda gerçekleşmiş katı hal sinterlemesine benzer oluşumların meydana geldiği görülmektedir (Şekil 5.42a). EDS analizlerinde Fe oranı yüksek olan bölgelerde O varlığı tespit edilmesine rağmen, W oranı yüksek bölgelerde O varlığı tespit edilememiştir.



(a)

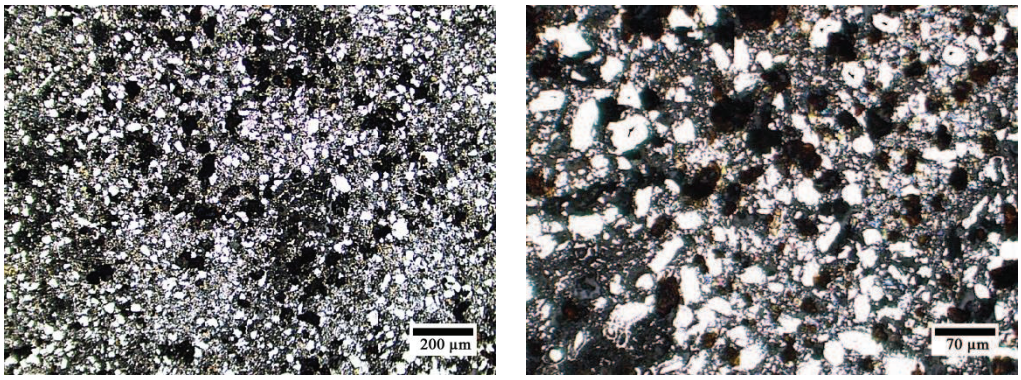


(b)

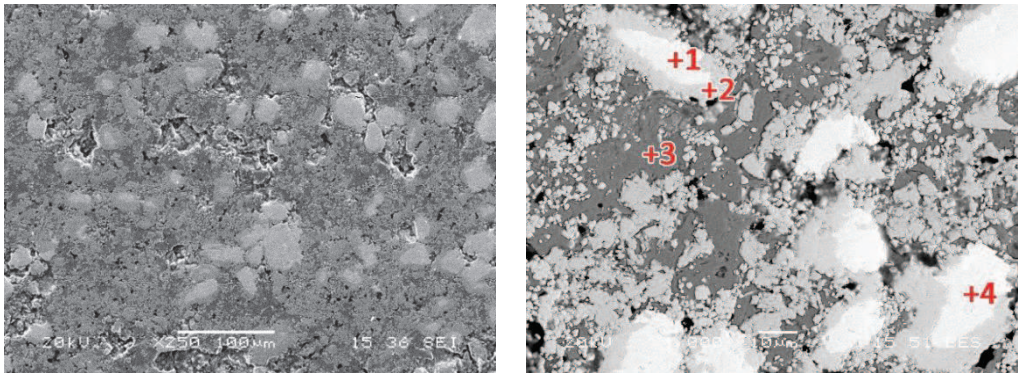


(c)

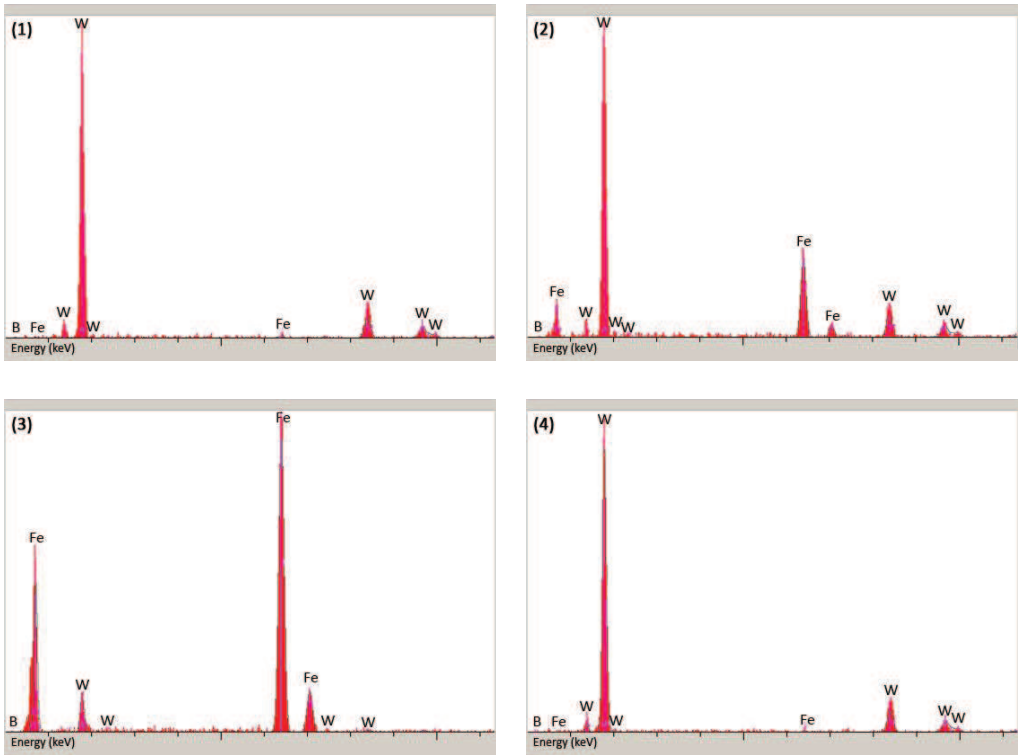
Şekil 5.31. 1200 °C'de 2 saat sinterlenen MD3 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.



(a)

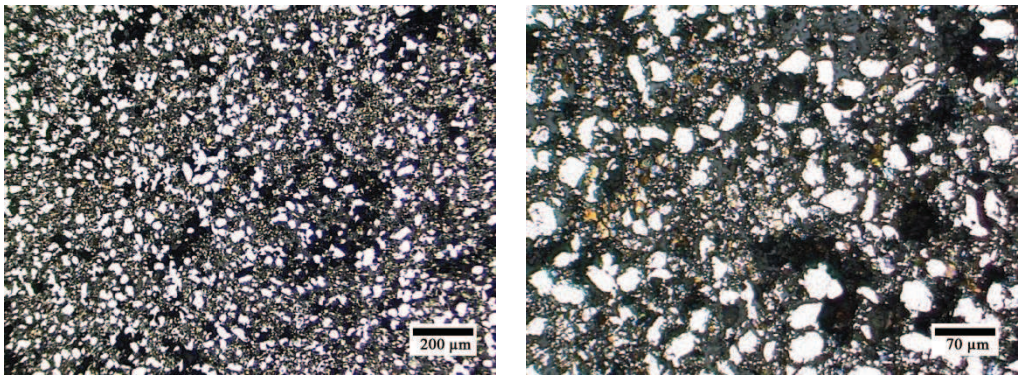


(b)

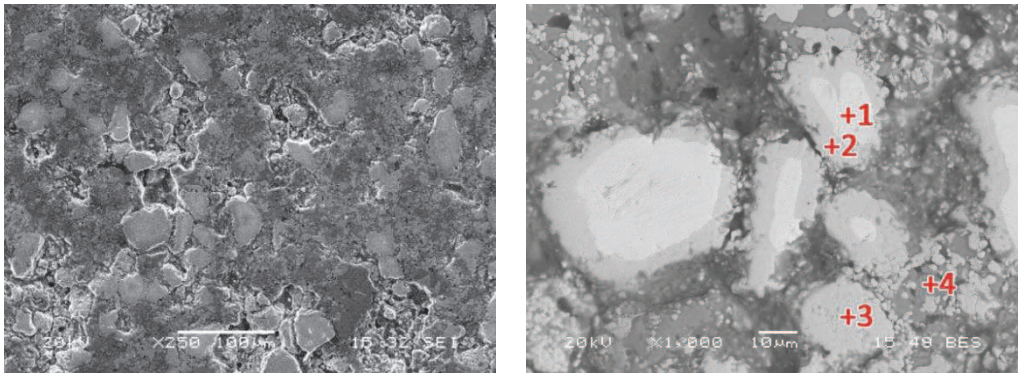


(c)

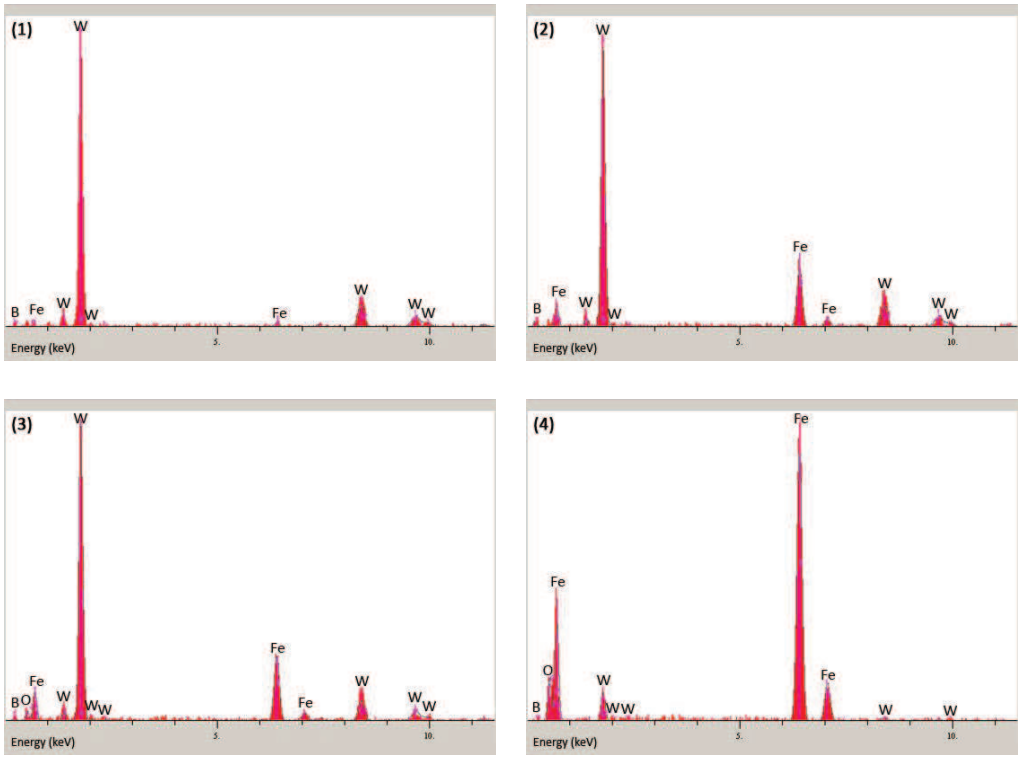
Şekil 5.32. 1200 °C'de 4 saat sinterlenen MD3 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.



(a)

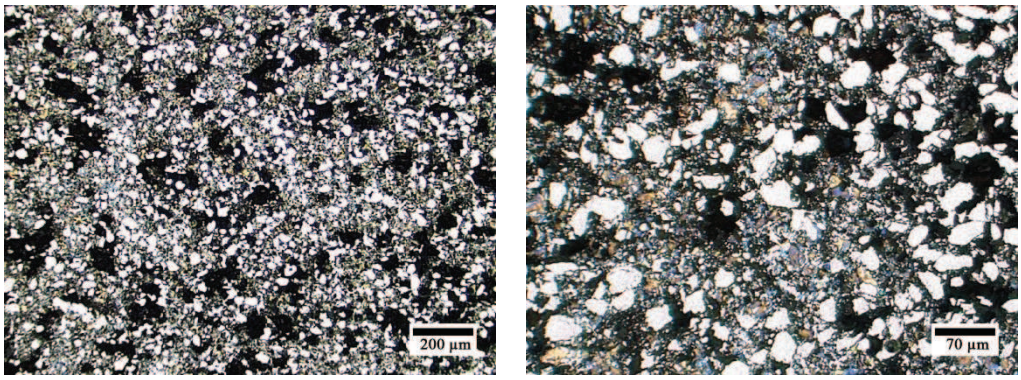


(b)

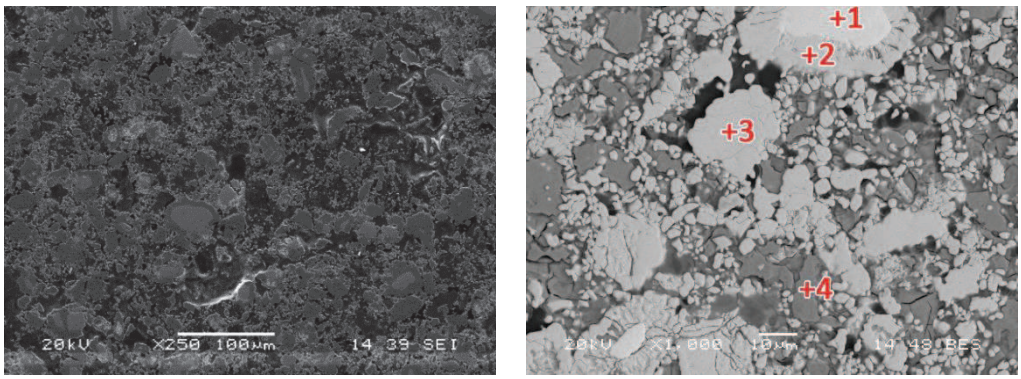


(c)

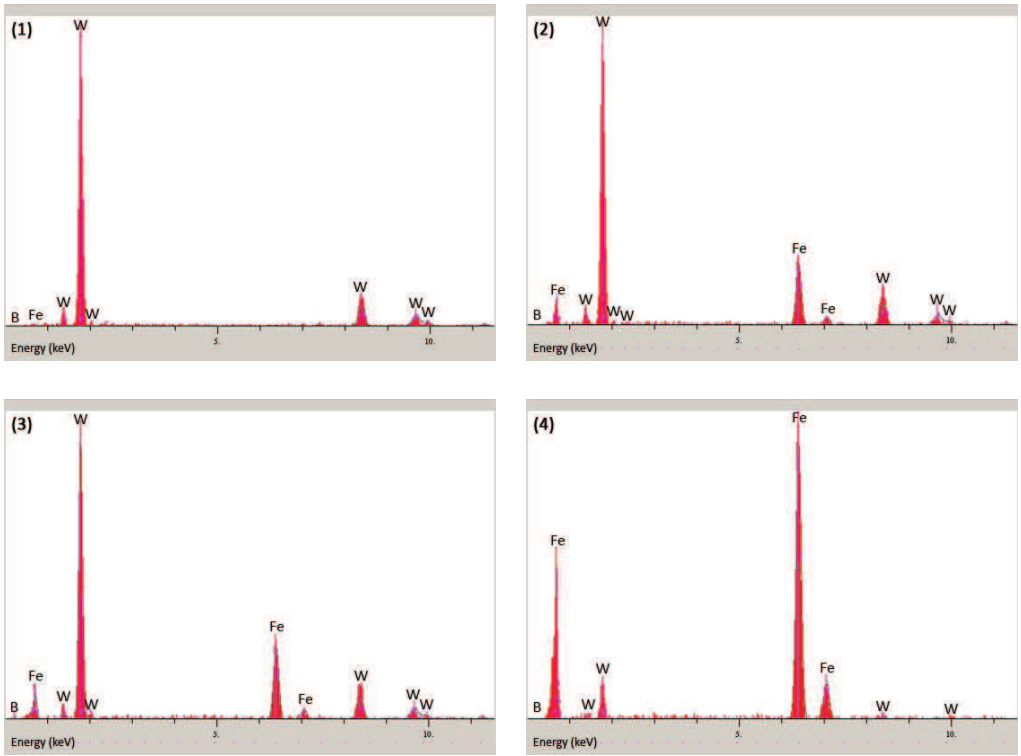
Şekil 5.33. 1200 °C'de 6 saat sinterlenen MD3 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.



(a)

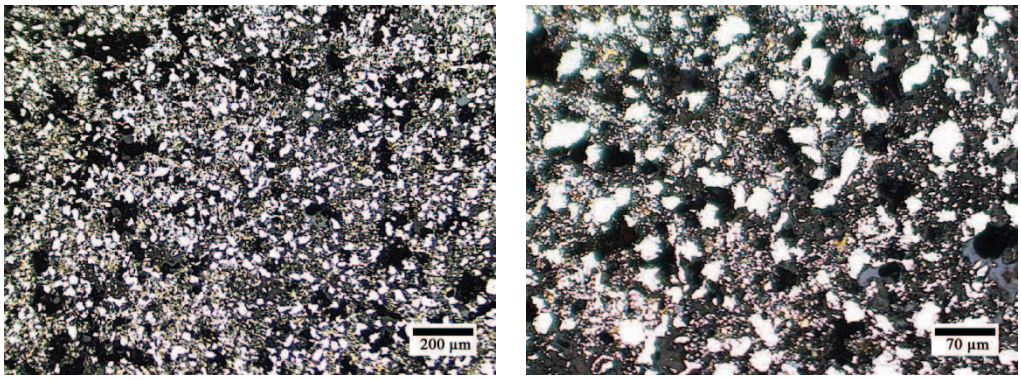


(b)

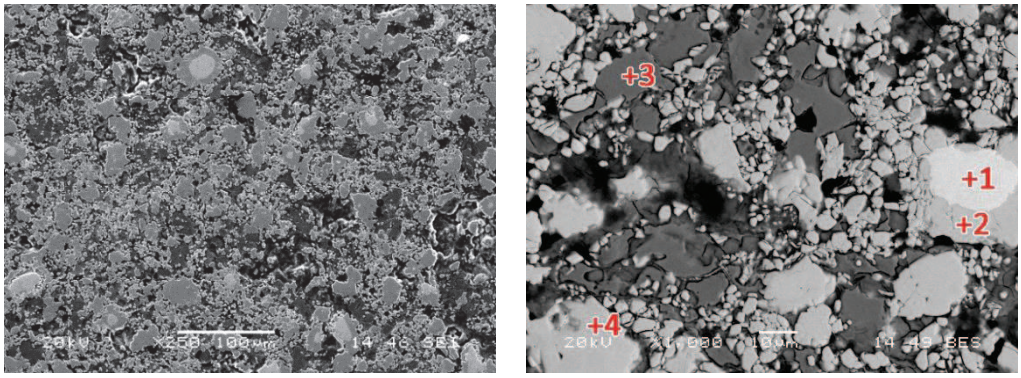


(c)

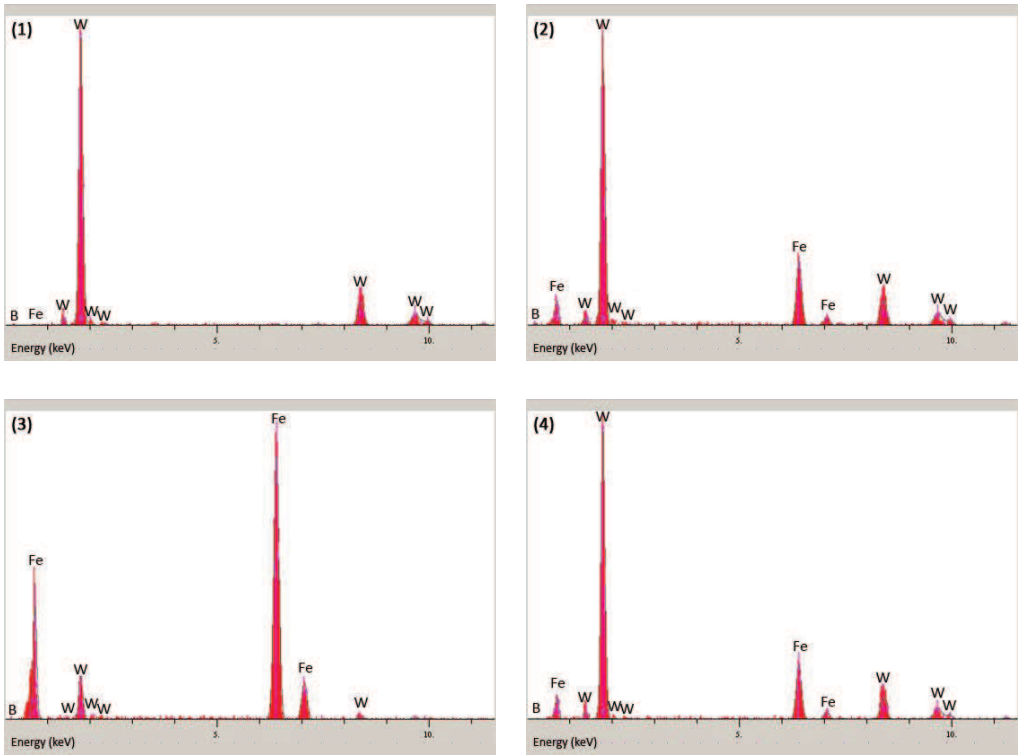
Şekil 5.34. 1250 °C'de 2 saat sinterlenen MD3 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.



(a)

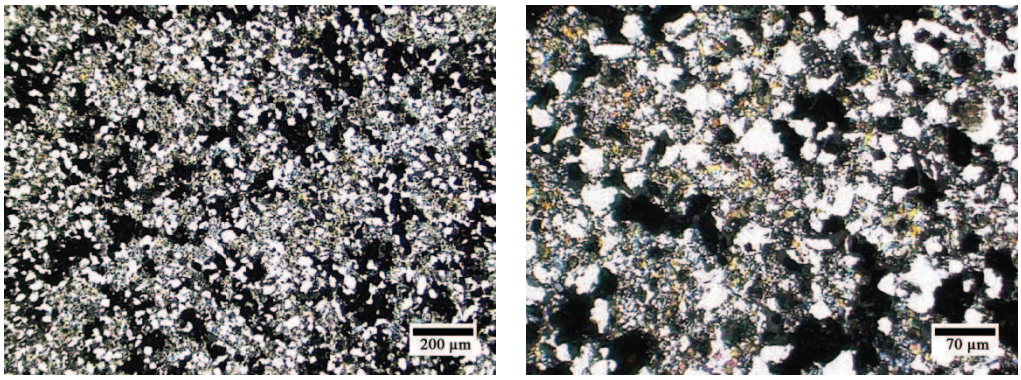


(b)

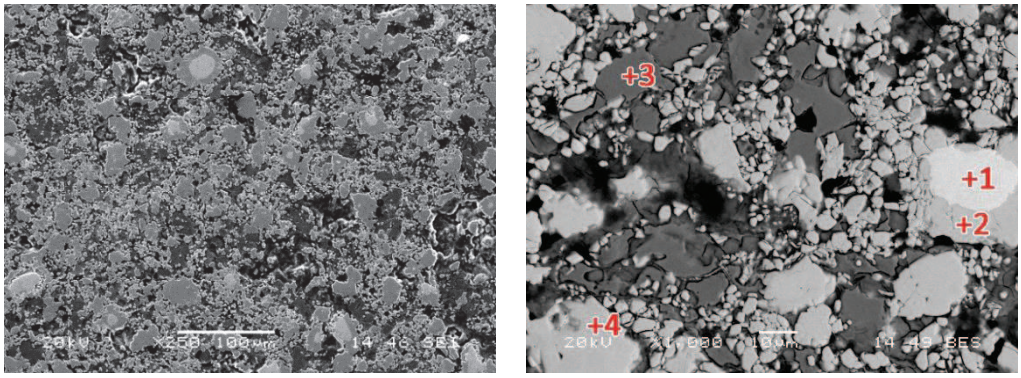


(c)

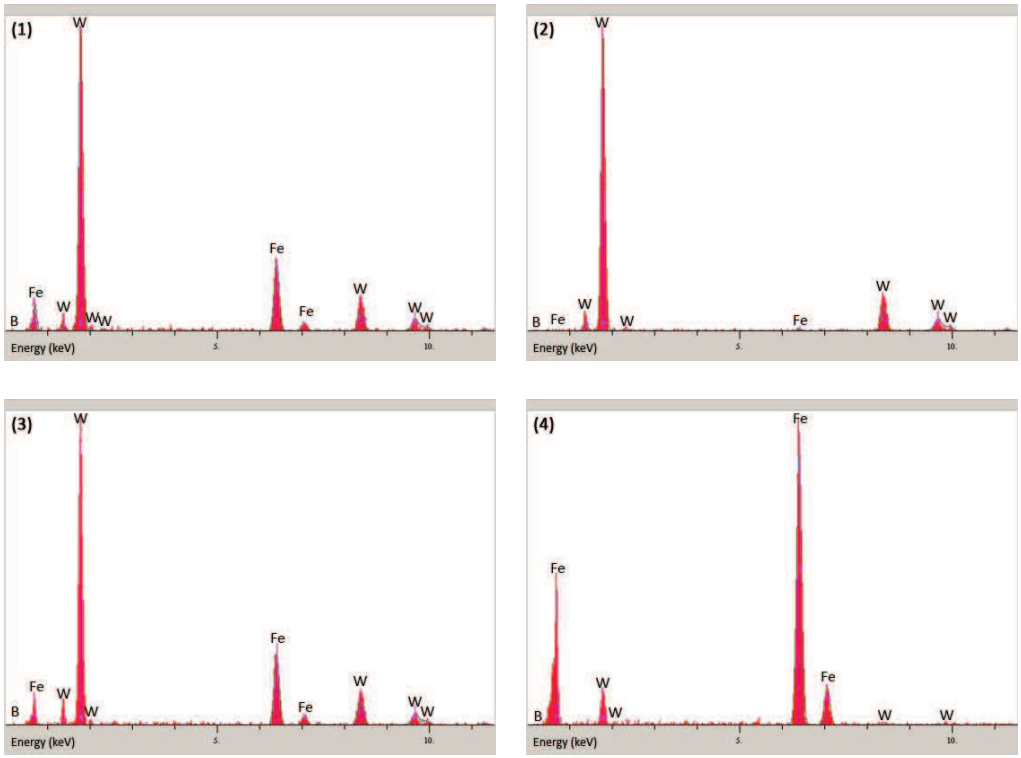
Şekil 5.35. 1250 °C'de 4 saat sinterlenen MD3 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.



(a)

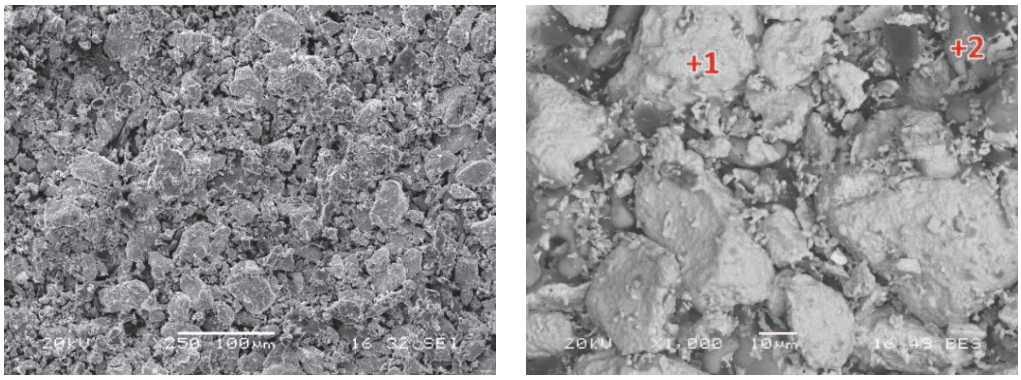


(b)

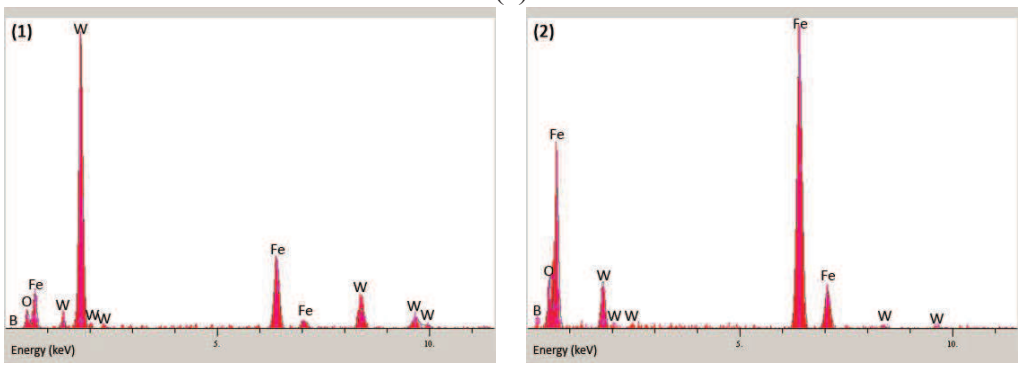


(c)

Şekil 5.36. 1250 °C'de 6 saat sinterlenen MD3 bileşimine sahip malzemelerin (a) optik mikroyapıları, (b) SEM görüntüleri, (c) EDS analizleri.

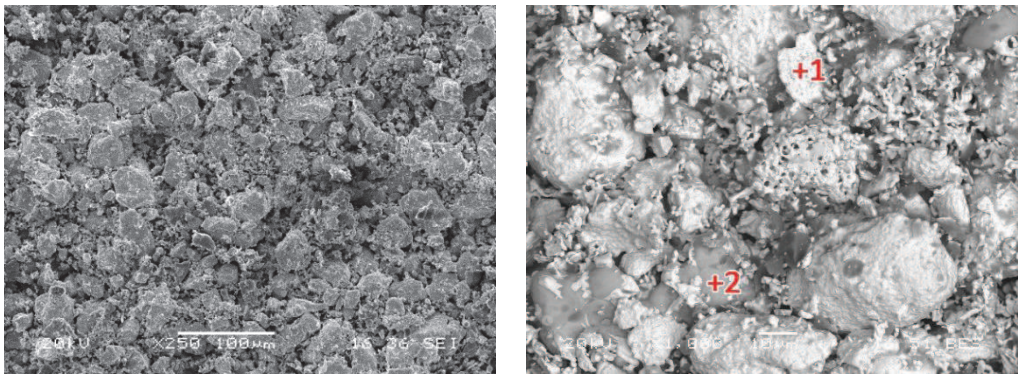


(a)

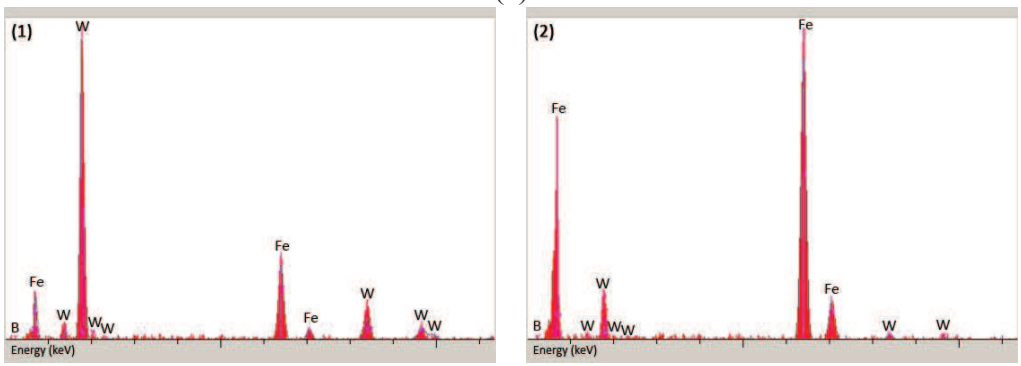


(b)

Şekil 5.37. 1200 °C'de 2 saat sinterlenen MD4 bileşimine sahip malzemelerin (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

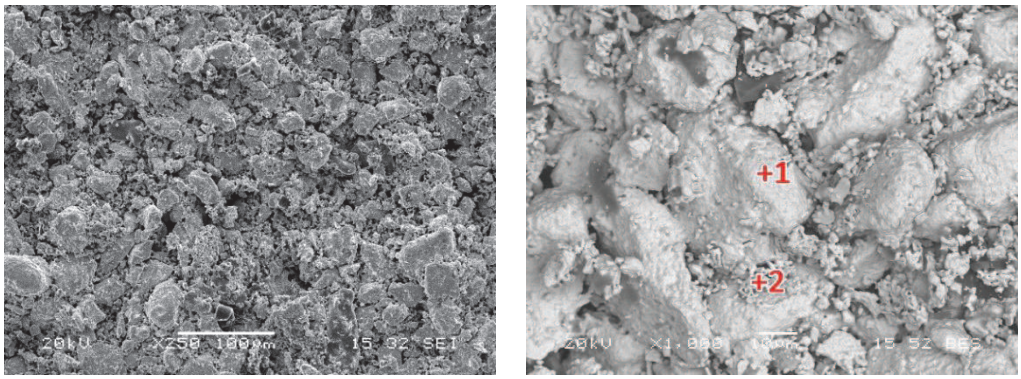


(a)

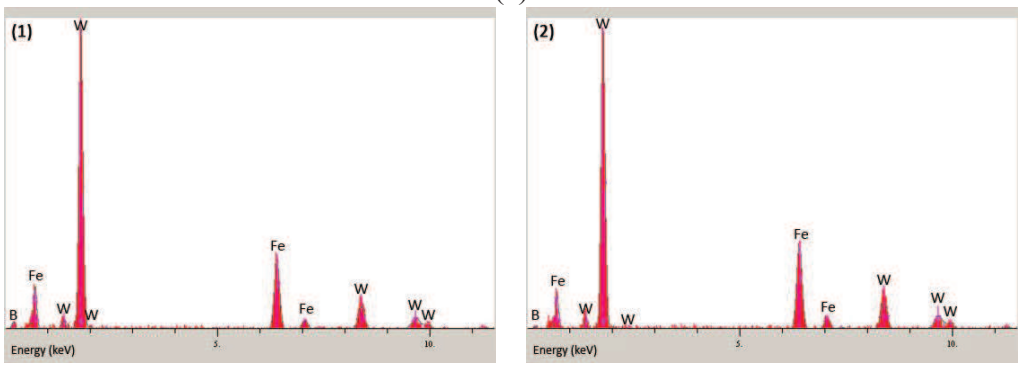


(b)

Şekil 5.38. 1200 °C'de 4 saat sinterlenen MD4 bileşimine sahip malzemelerin (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

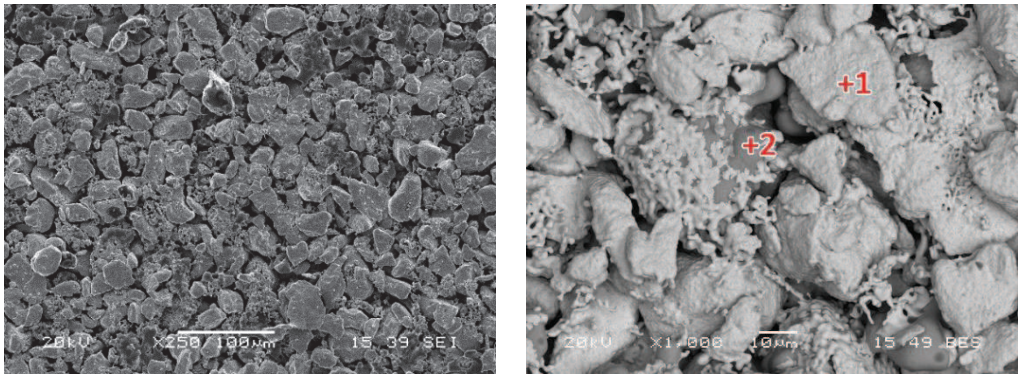


(a)

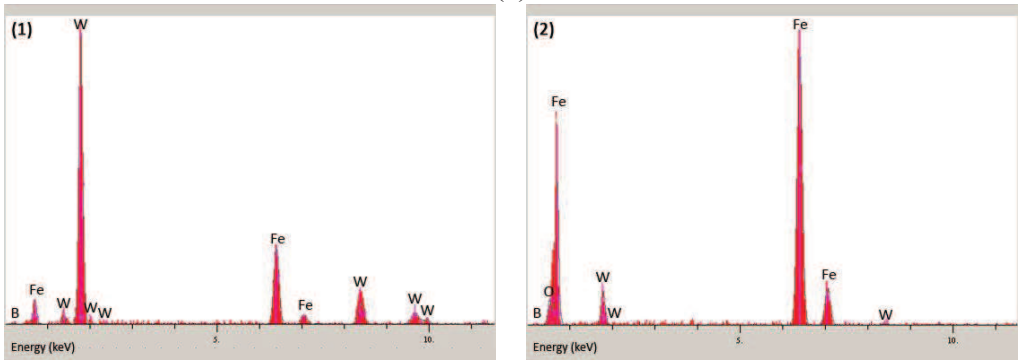


(b)

Şekil 5.39. 1200 °C'de 6 saat sinterlenen MD4 bileşimine sahip malzemelerin (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

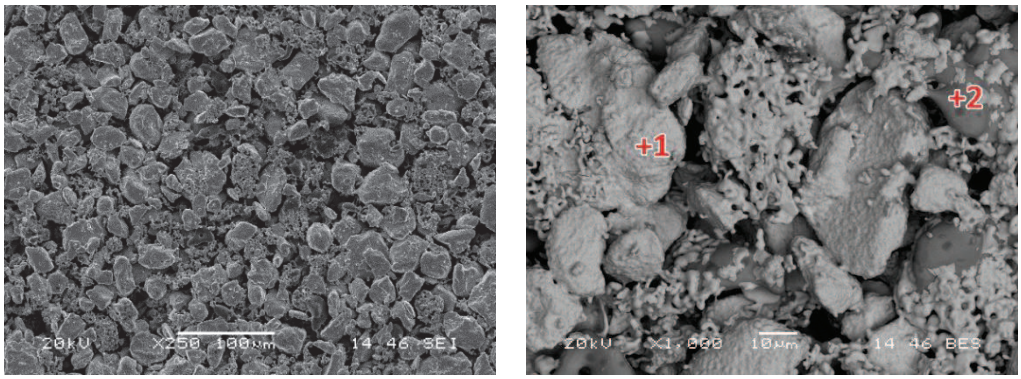


(a)

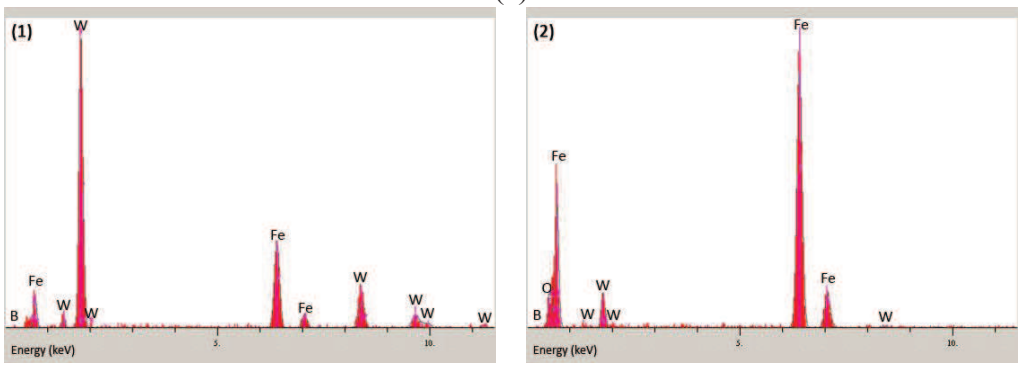


(b)

Şekil 5.40. 1250 °C'de 2 saat sinterlenen MD4 bileşimine sahip malzemelerin (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

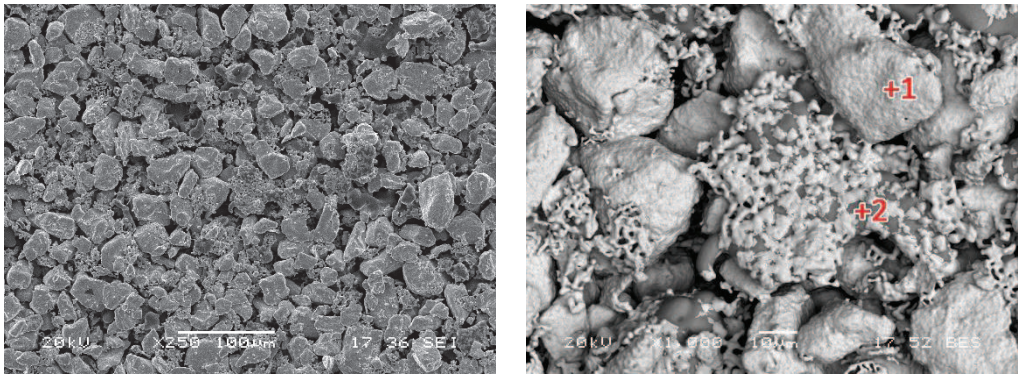


(a)

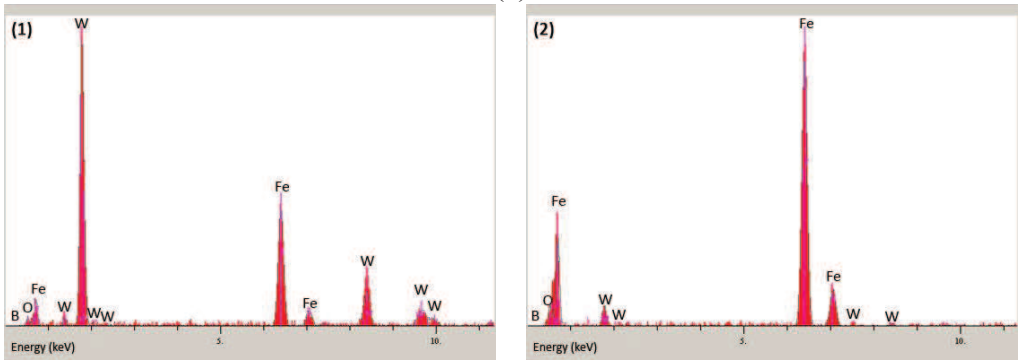


(b)

Şekil 5.41. 1250 °C'de 4 saat sinterlenen MD4 bileşimine sahip malzemelerin (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.



(a)



(b)

Şekil 5.42. 1250 °C'de 6 saat sinterlenen MD4 bileşimine sahip malzemelerin (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

5.3.4. Kompozit malzemelerin kırık yüzey incelemeleri

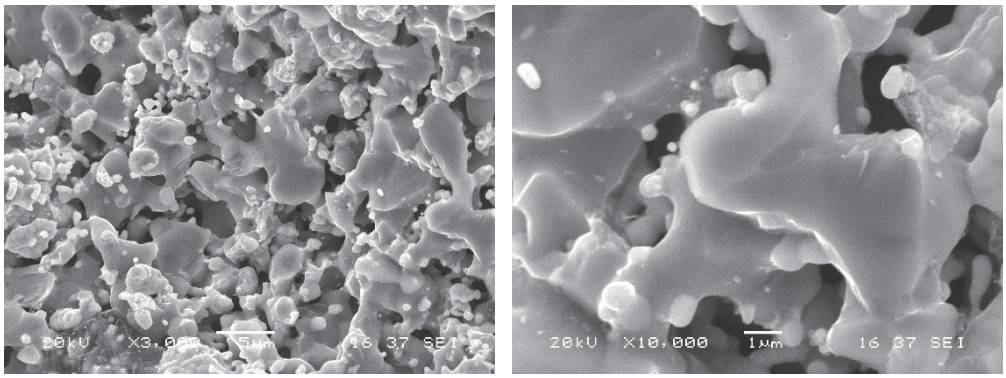
MD1 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmesi ile elde edilen in-situ kompozit malzemelerin kırık yüzeylerinden alınan SEM ve EDS analizleri Şekil 5.43-5.48'de verilmiştir. Yapılan incelemelerde, katı hal sinterlemesinin gerçekleştiği ve gözeneklerin mevcut ve kapalı durumda olduğu görülmektedir. Sinterleme sıcaklığı ve süresindeki artışla birlikte gözeneklerin azaldığı ve kapalı hale dönüştüğü saptanmıştır.

MD2 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmesi ile elde edilen in-situ kompozit malzemelerin kırık yüzeylerinden alınan SEM ve EDS analizleri Şekil 5.49-5.54'te verilmiştir. Yapılan incelemelerde, bu bileşime sahip malzemelerde sinterlemenin verimli bir şekilde gerçekleştiği görülmektedir. SEM görüntülerinde gözeneklerin varlığı tespit edilmiştir ancak diğer bileşime sahip malzemelerle kıyaslandığında daha düşük seviyede olduğu saptanmıştır. Sinterleme sıcaklığı ve süresinin artışı ile birlikte gözenek miktarında azalma tespit edilmiştir.

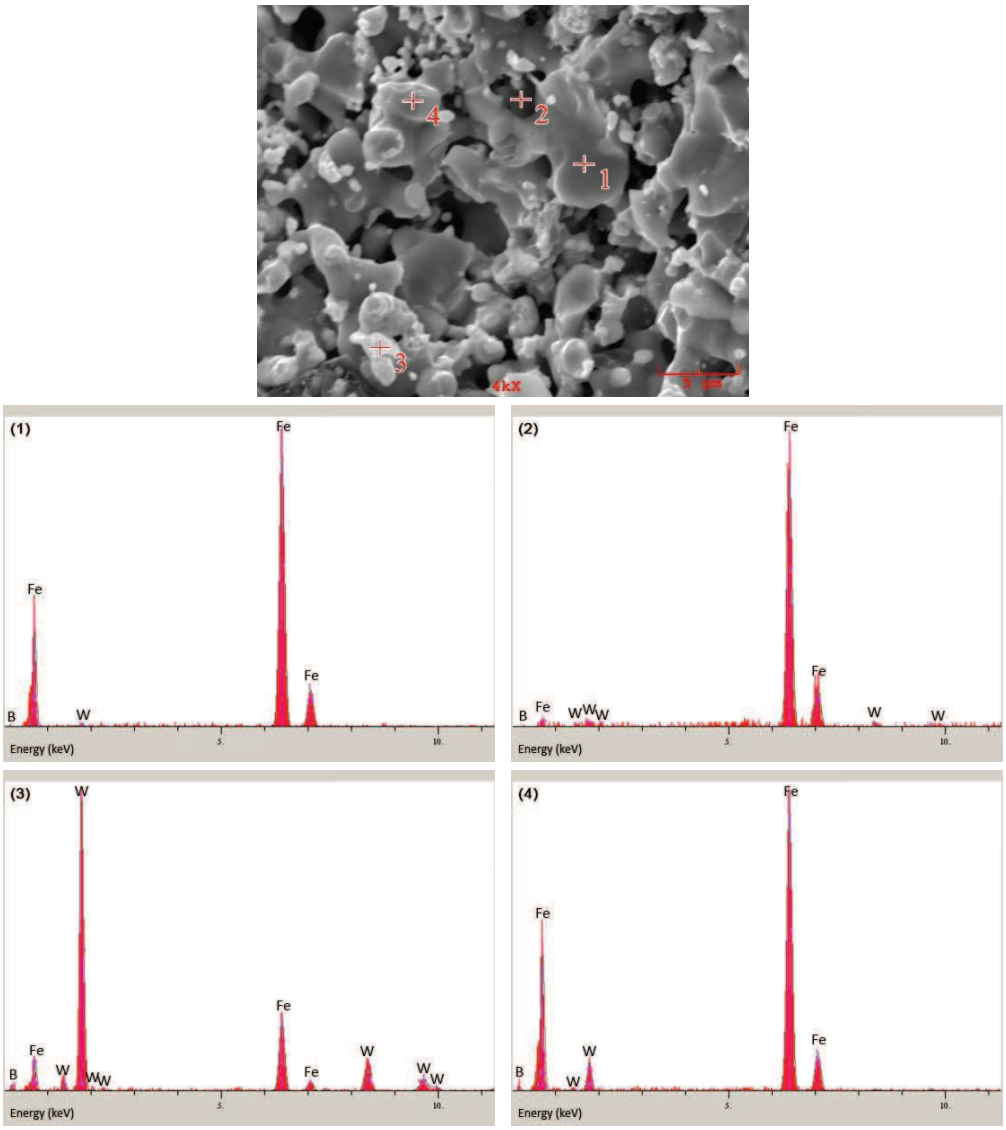
MD3 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmesi ile elde edilen in-situ kompozit malzemelerin kırık yüzeylerinden alınan SEM ve EDS analizleri Şekil 5.55-5.60'ta verilmiştir. Yapılan incelemelerde, MD1 bileşimine sahip malzemelere benzer şekilde yapı içerisinde gözeneklerin mevcut ve kapalı durumda olduğu, sinterleme sıcaklığı ve süresindeki artışla birlikte gözenek miktarının azaldığı ve gözeneklerin kapalı hale dönüştüğü gözlemlenmiştir.

MD4 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmesi ile elde edilen in-situ kompozit malzemelerin kırık yüzeylerinden alınan SEM ve EDS analizleri Şekil 5.61-5.66'da verilmiştir. Bu bileşime sahip malzemelerde sinterlemenin gerçekleşmediği ve toz tanecikleri arasında metalurjik bağların oluşmadığı gözlemlenmiştir.

Kırık yüzey SEM mikroyapı fotoğraflarından da görüldüğü üzere, MD1 bileşimine sahip numunelerin katı hal sinterlemenin karakteristik yapısı olan, mikro porozitelerin bulunduğu sinterleme yapısı görülmektedir. 1200°C sıcaklık sinterlenen malzemelerde oluşan tanelerin 5-10 μm boyutlarında olduğu ve taneler arasında yer alan kapalı porozitelerin boyutlarını yaklaşık 2 μm civarında bulunduğu tespit edilmiştir (Şekil 5.43-5.44). Yine sinterleme süresinin artışına bağlı olarak, taneler arasında yer alan porozite boyutlarında küçülmelerin olduğu yani yoğunluğun arttığı gözlemlenmiştir. Bölgesel olarak, bileşim farklılığının bulunduğu, yani farklı fazların oluştuğu kısımlarda, daha düşük ergime sıcaklığına sahip olan fazların bağlayıcı etki gösterdiği ve kısmi olarak bölgesel sıvı faz sinterlemelerinin varlığı da tespit edilmiştir (bakınız Şekil 5.45). EDS analizleri sonucunda tanesel fazların Fe-W-B esaslı bir faz olduğu buna karşılık taneler arasında yer alan ve bağlayıcı özellik gösteren fazların daha çok Fe ve B içerdiği görülmektedir. Ancak 1250°C sıcaklıkta sinterlenen malzemelerde tane boyutunun irileştiği ve 15 μm boyutlara kadar ulaştığı tespit edilirken, porozite miktarının azaldığı ve yoğunluğun arttığı gözlemlenmiştir. Sıvı faz sinterlemesinin 1200°C de elde edilen numunelere göre daha fazla görüldüğü de saptanmıştır. Mikroyapı incelemesinde çok ince taneli fazların oluşumu yanında (<2 μm) sıvı faz sinterlemesinin tipik yapısı olan ara boyun oluşumları ve ayrıca 15μm civarında oluşan Fe-W-B esaslı iri taneli fazların birlikte görüldüğü tespit edilmiştir.

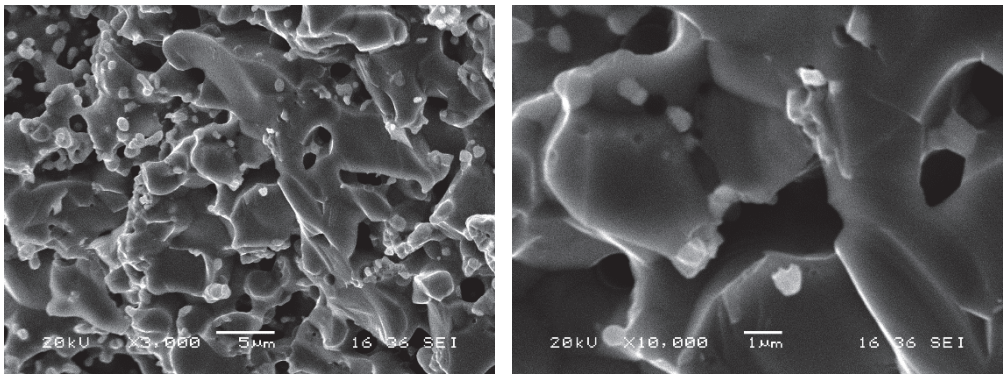


(a)

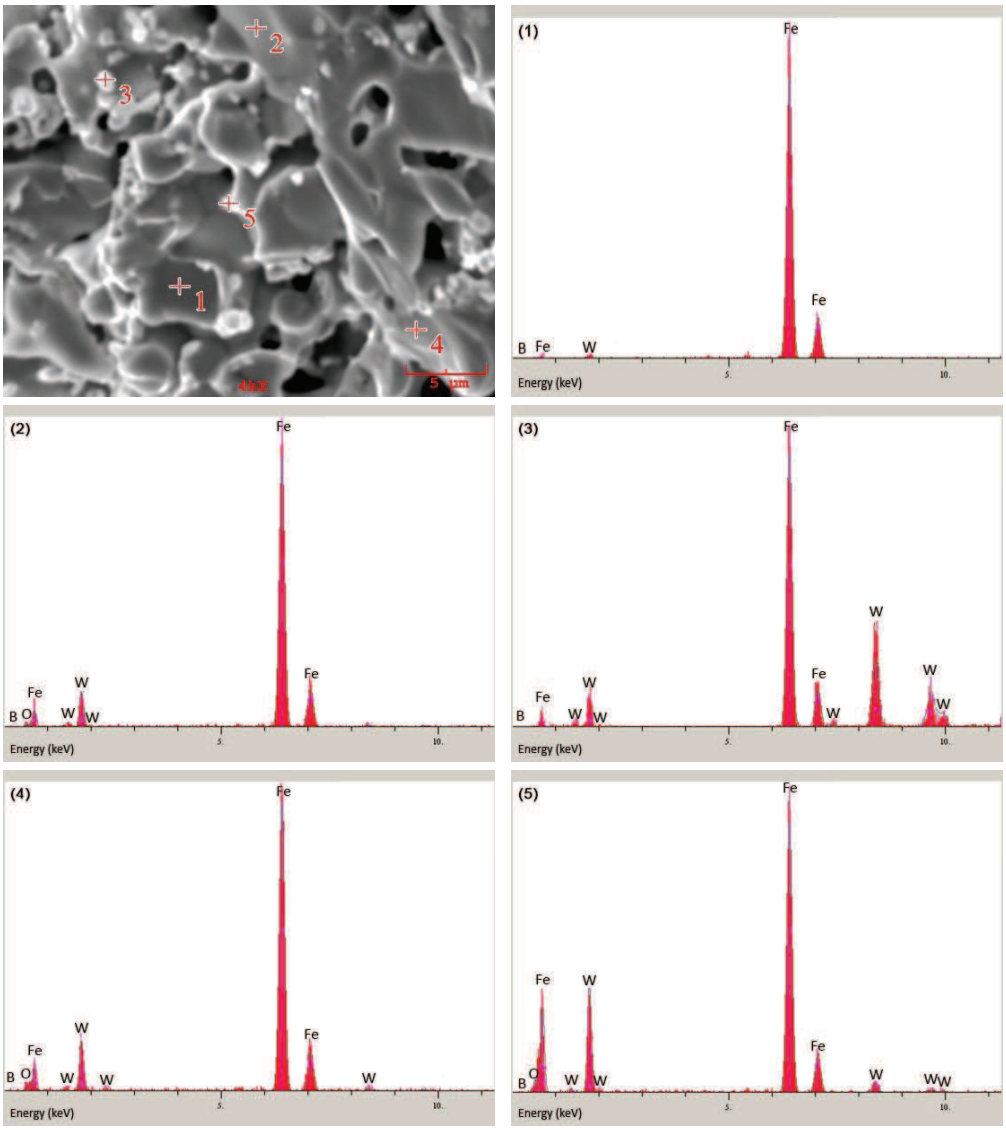


(b)

Şekil 5.43. 1200 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD1 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

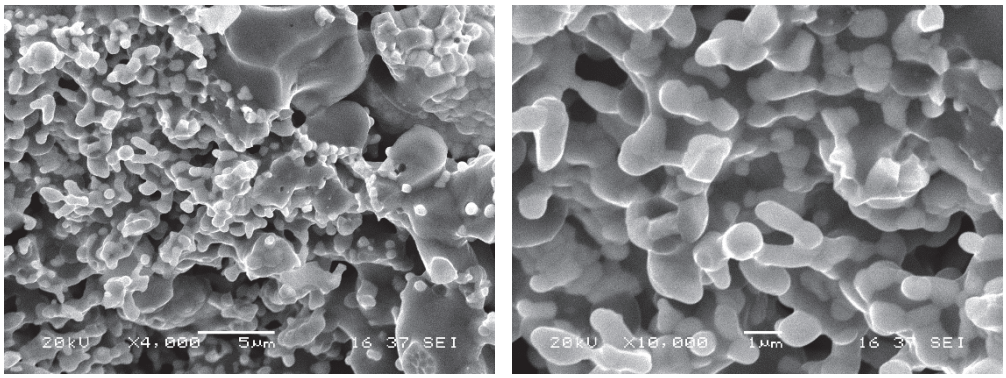


(a)

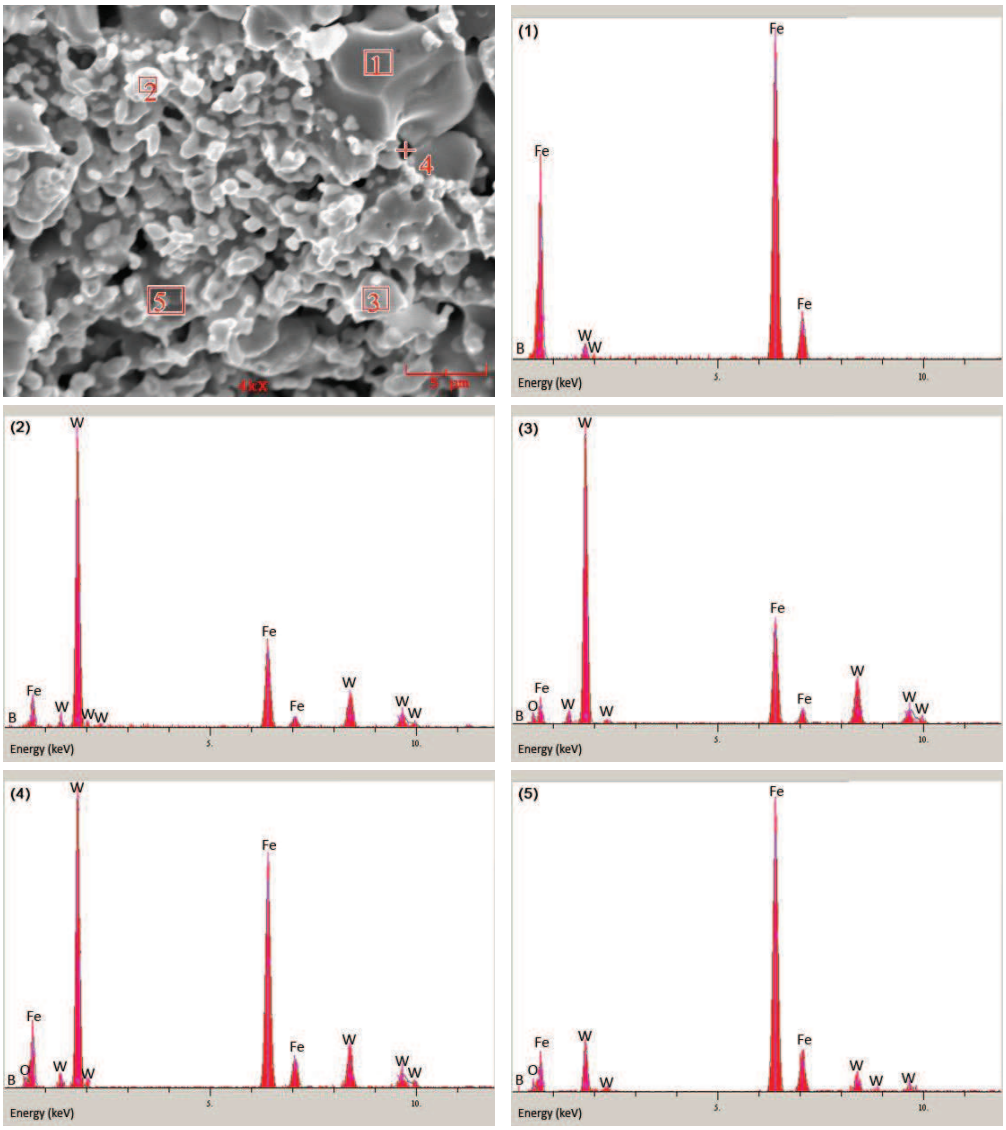


(b)

Şekil 5.44. 1200 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD1 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

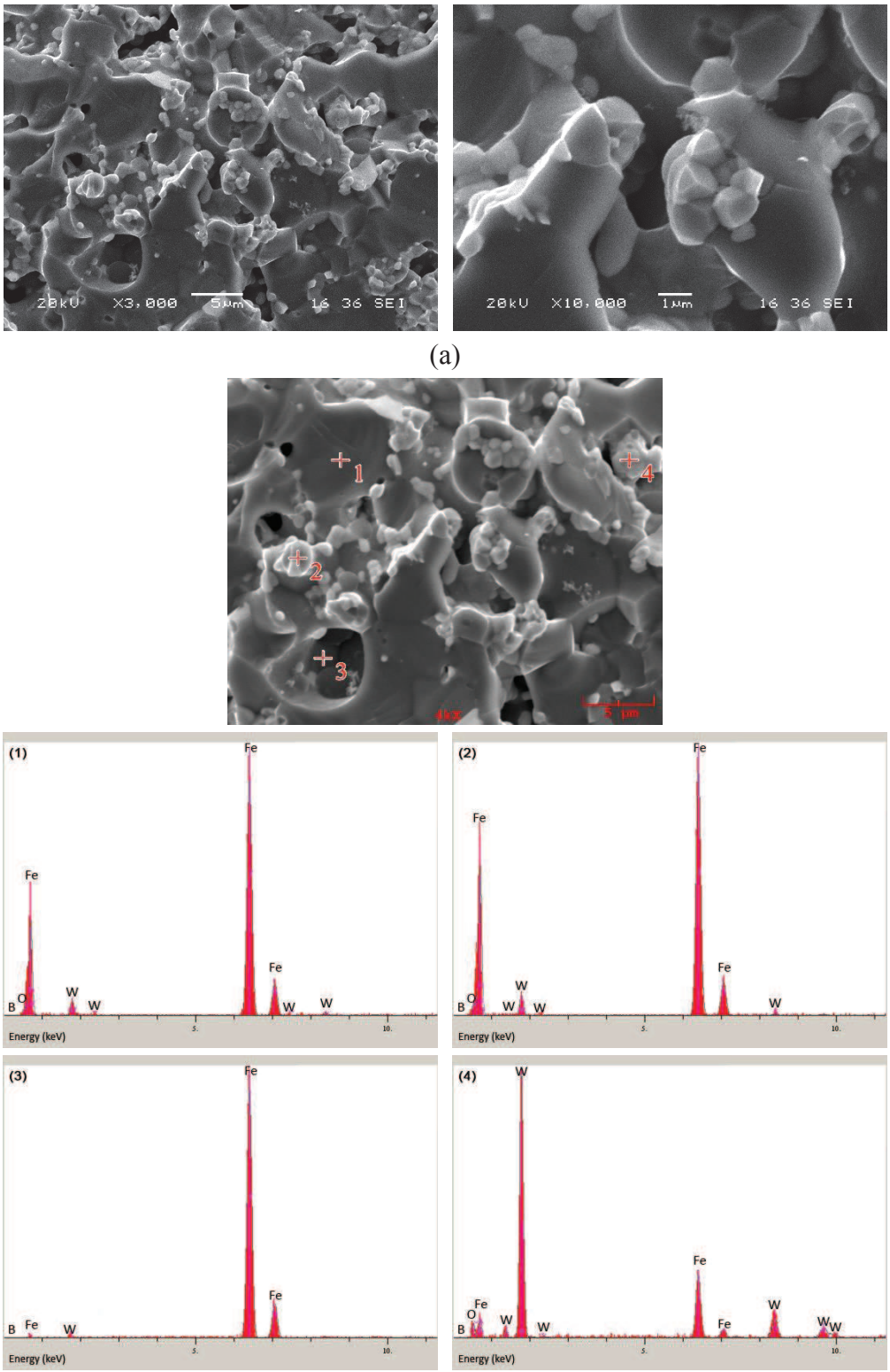


(a)

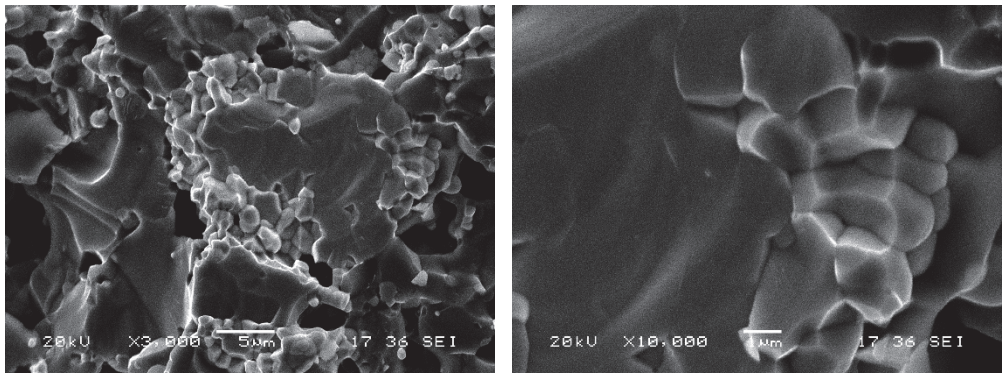


(b)

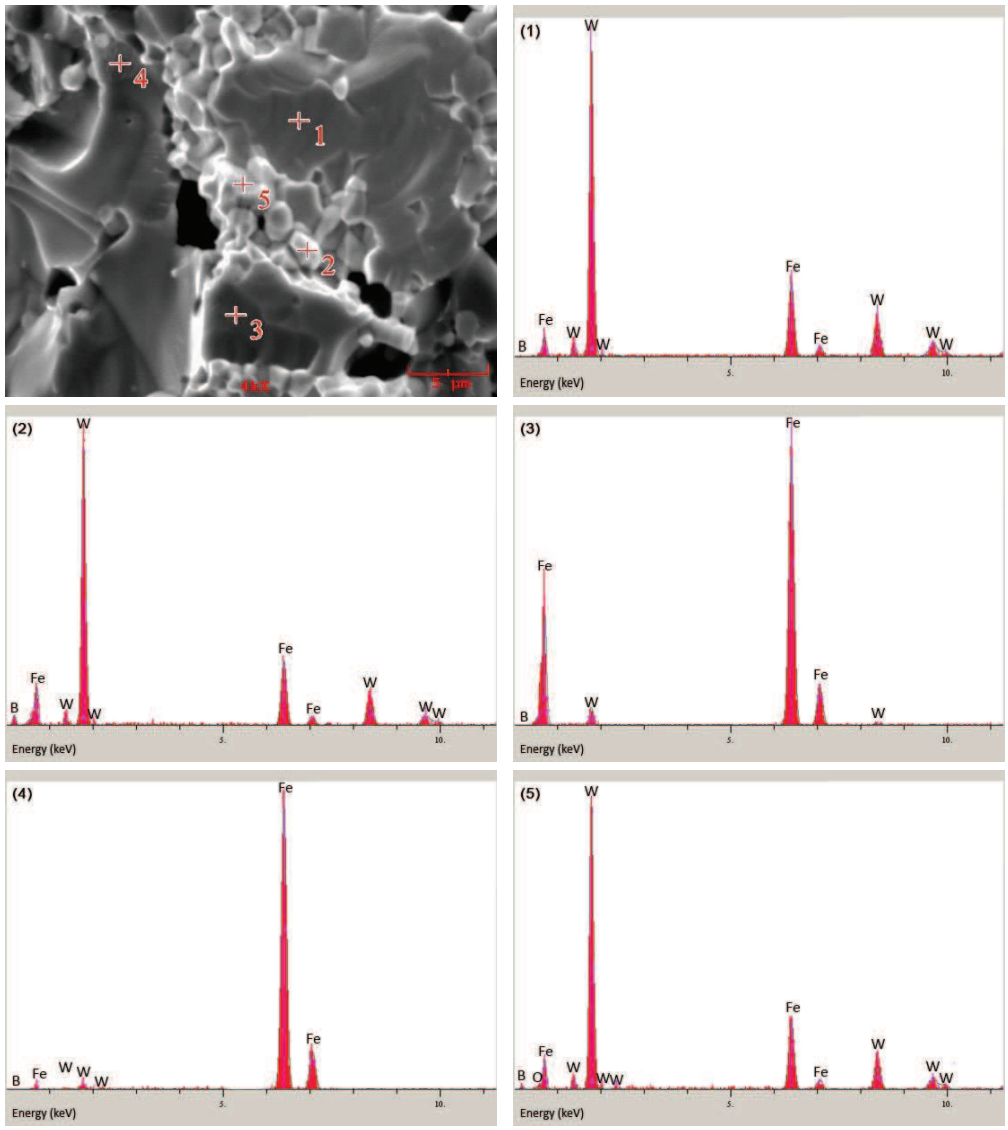
Şekil 5.45. 1200 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD1 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.



Şekil 5.46. 1250 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD1 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

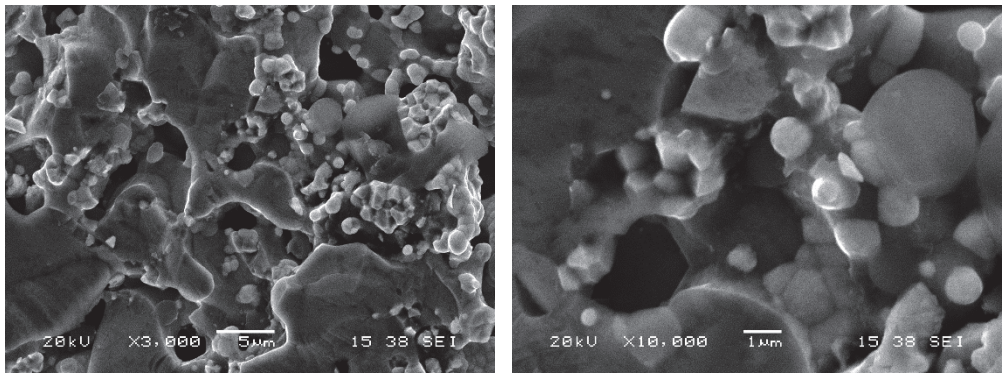


(a)

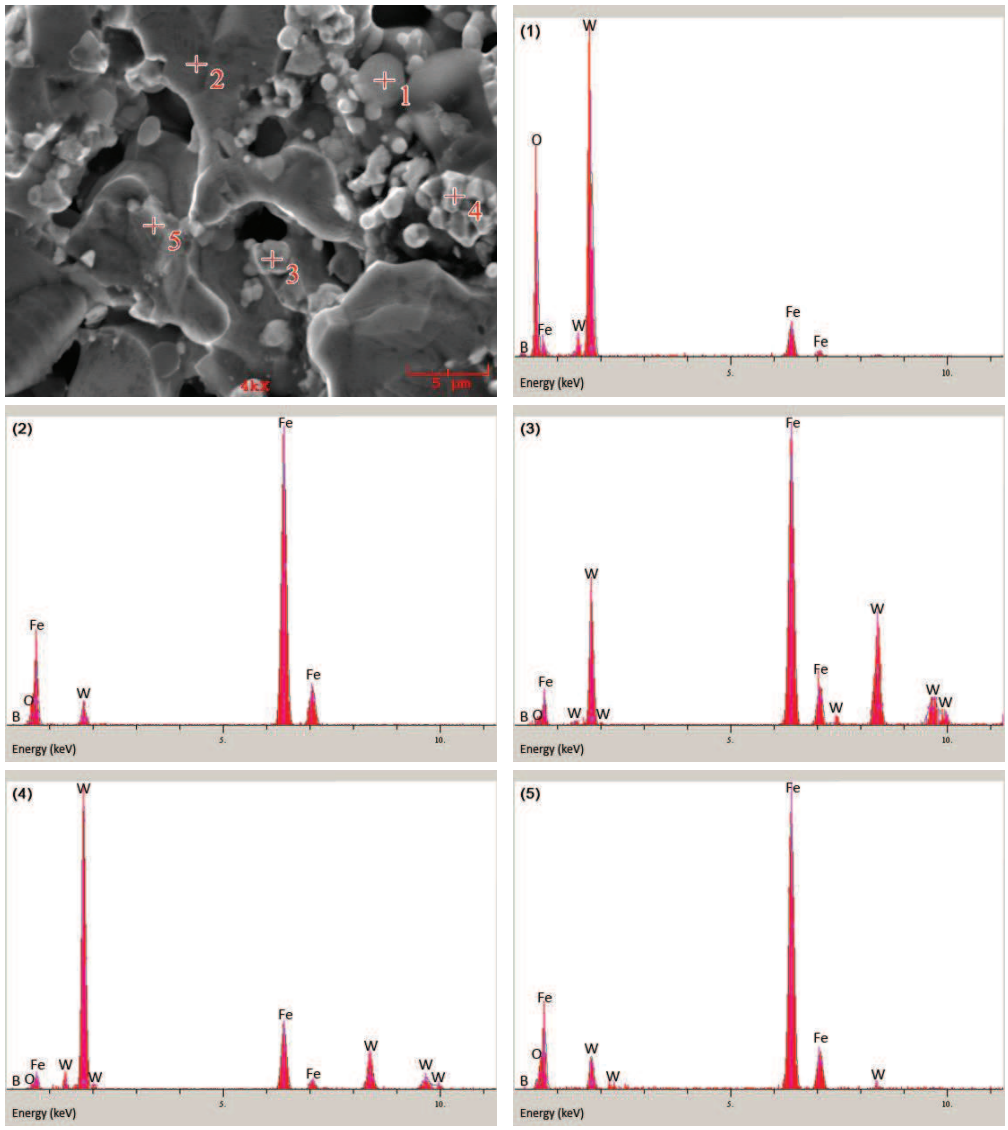


(b)

Şekil 5.47. 1250 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD1 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

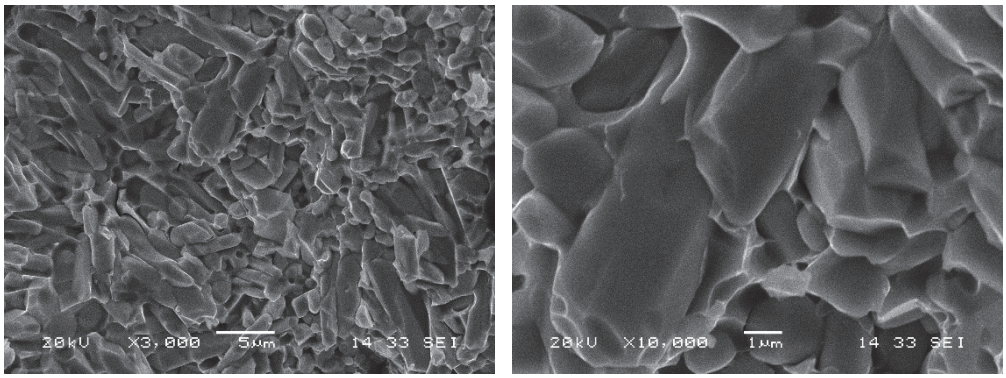


(a)

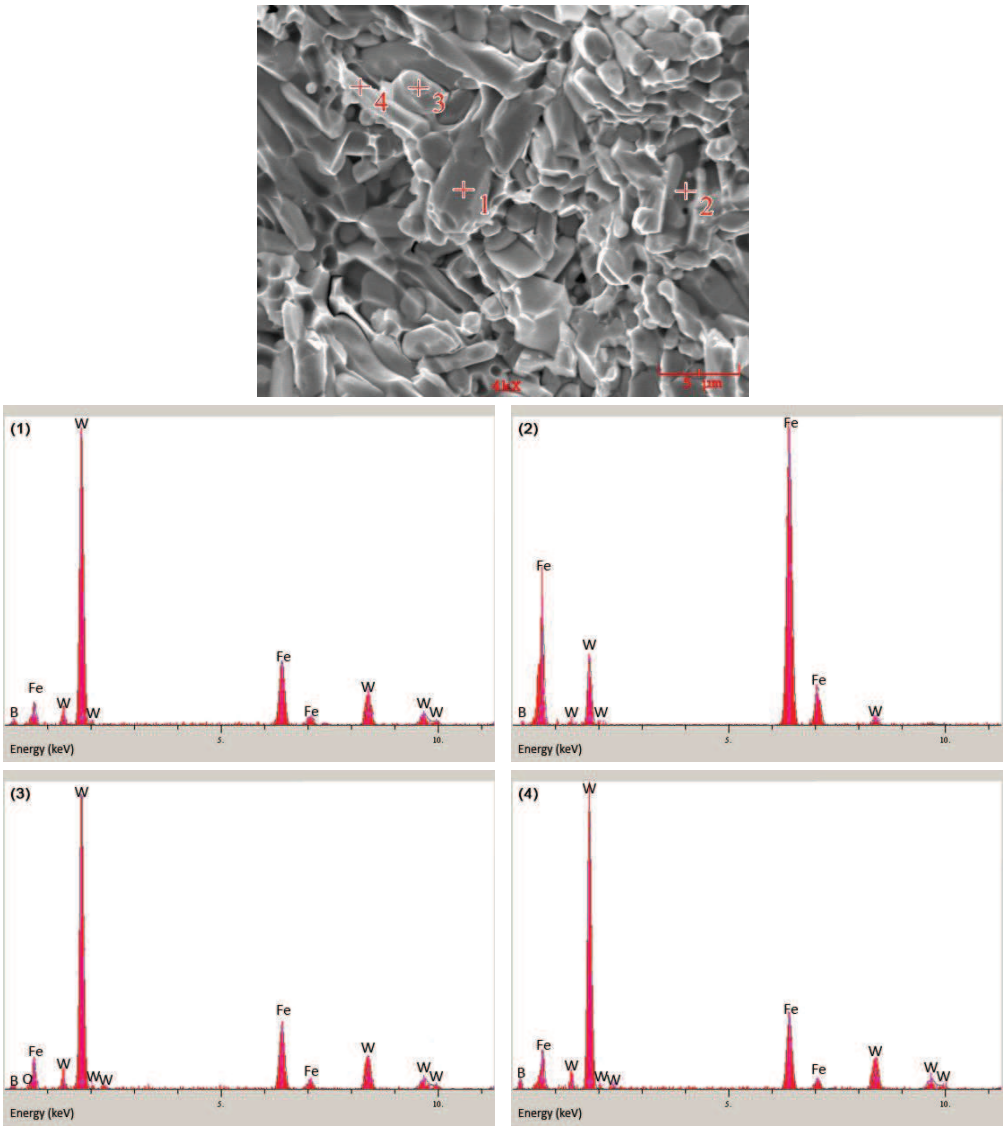


(b)

Şekil 5.48. 1250 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD1 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

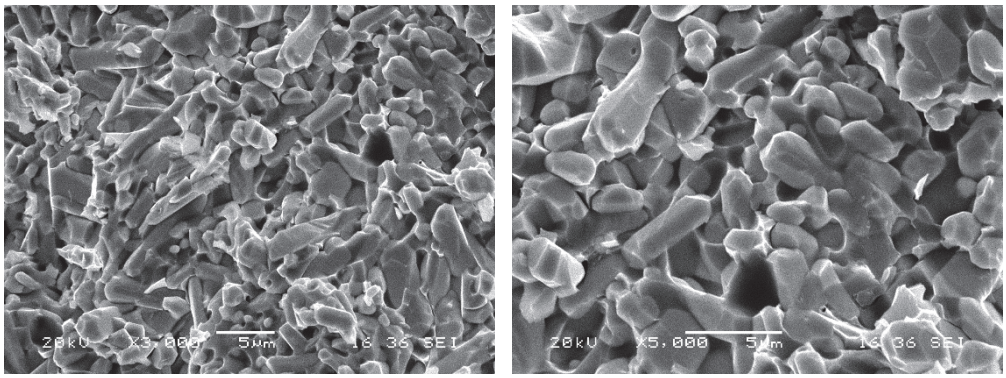


(a)

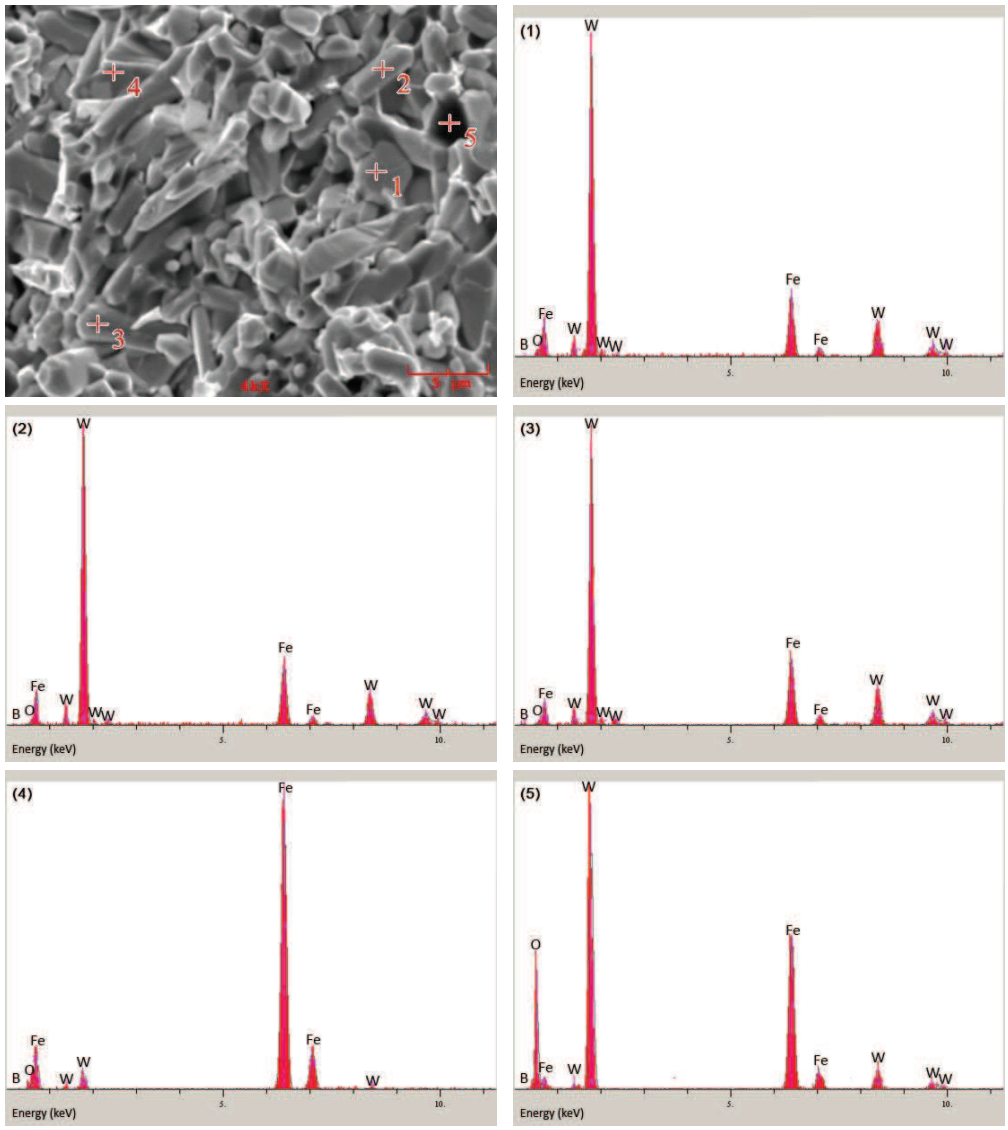


(b)

Şekil 5.49. 1200 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

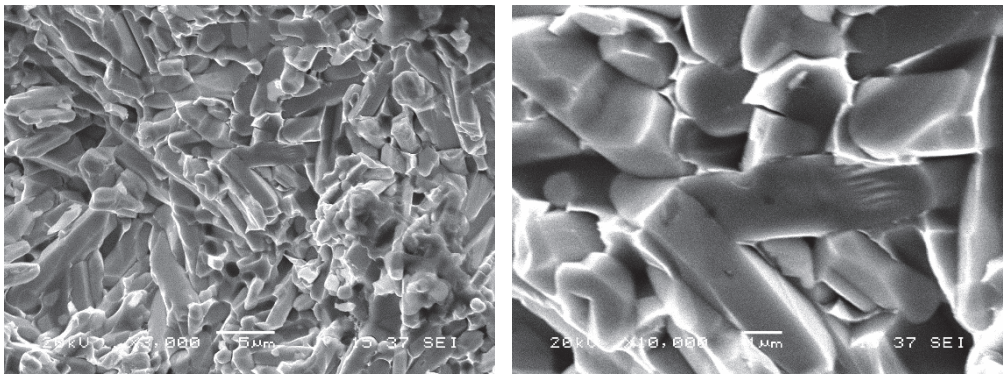


(a)

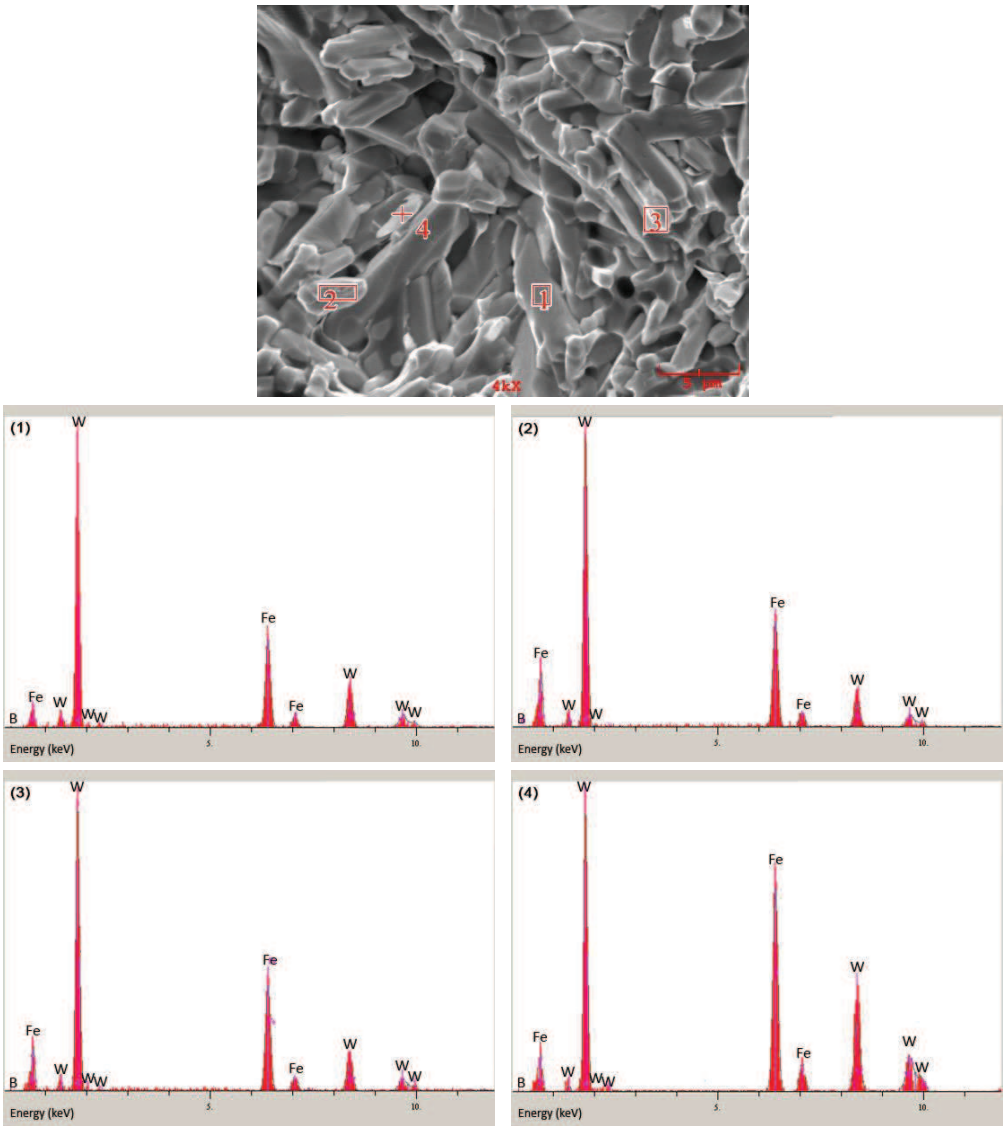


(b)

Şekil 5.50. 1200 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

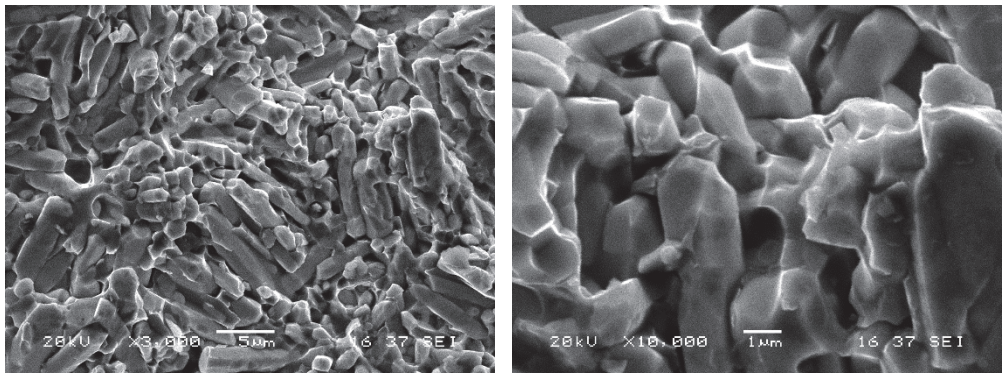


(a)

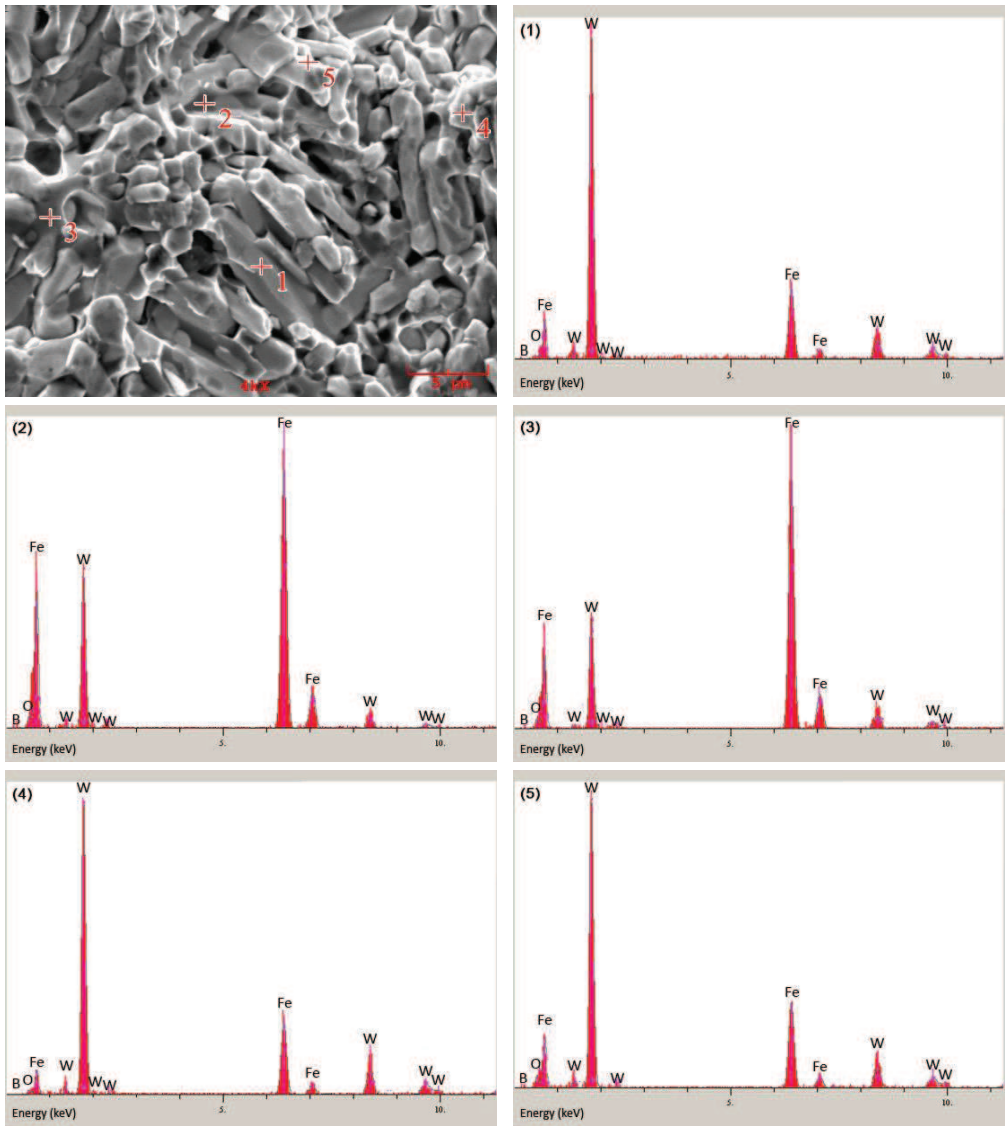


(b)

Şekil 5.51. 1200 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

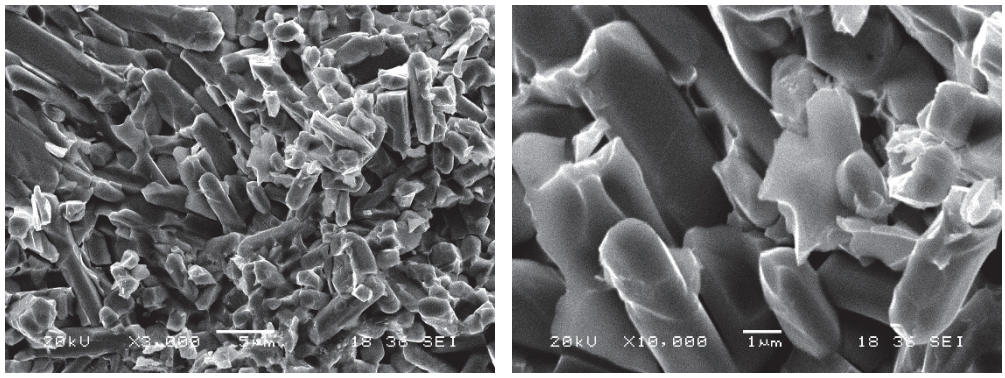


(a)

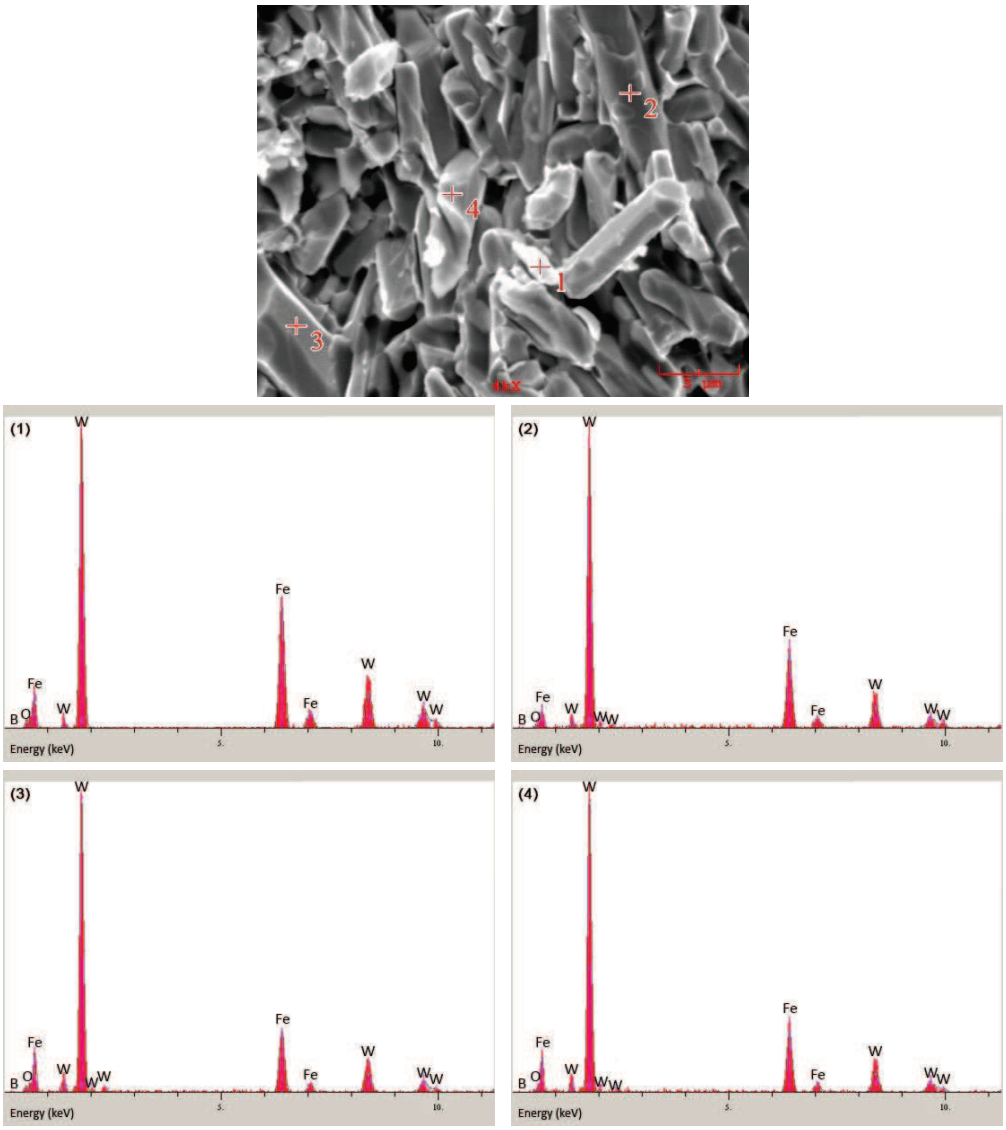


(b)

Şekil 5.52. 1250 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

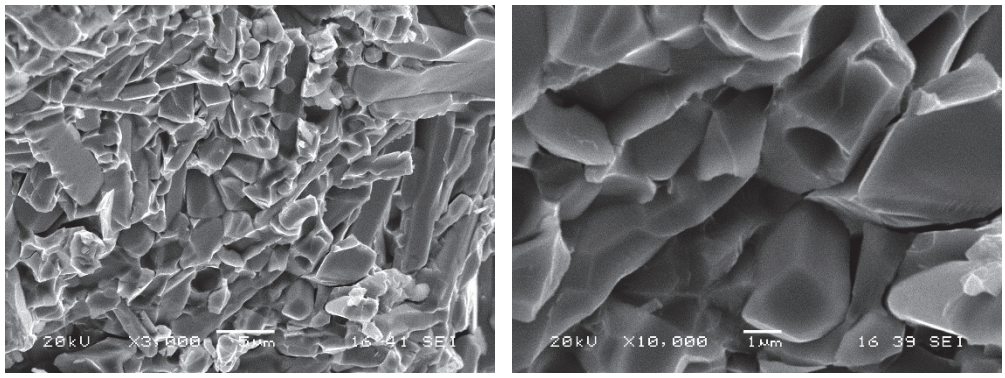


(a)

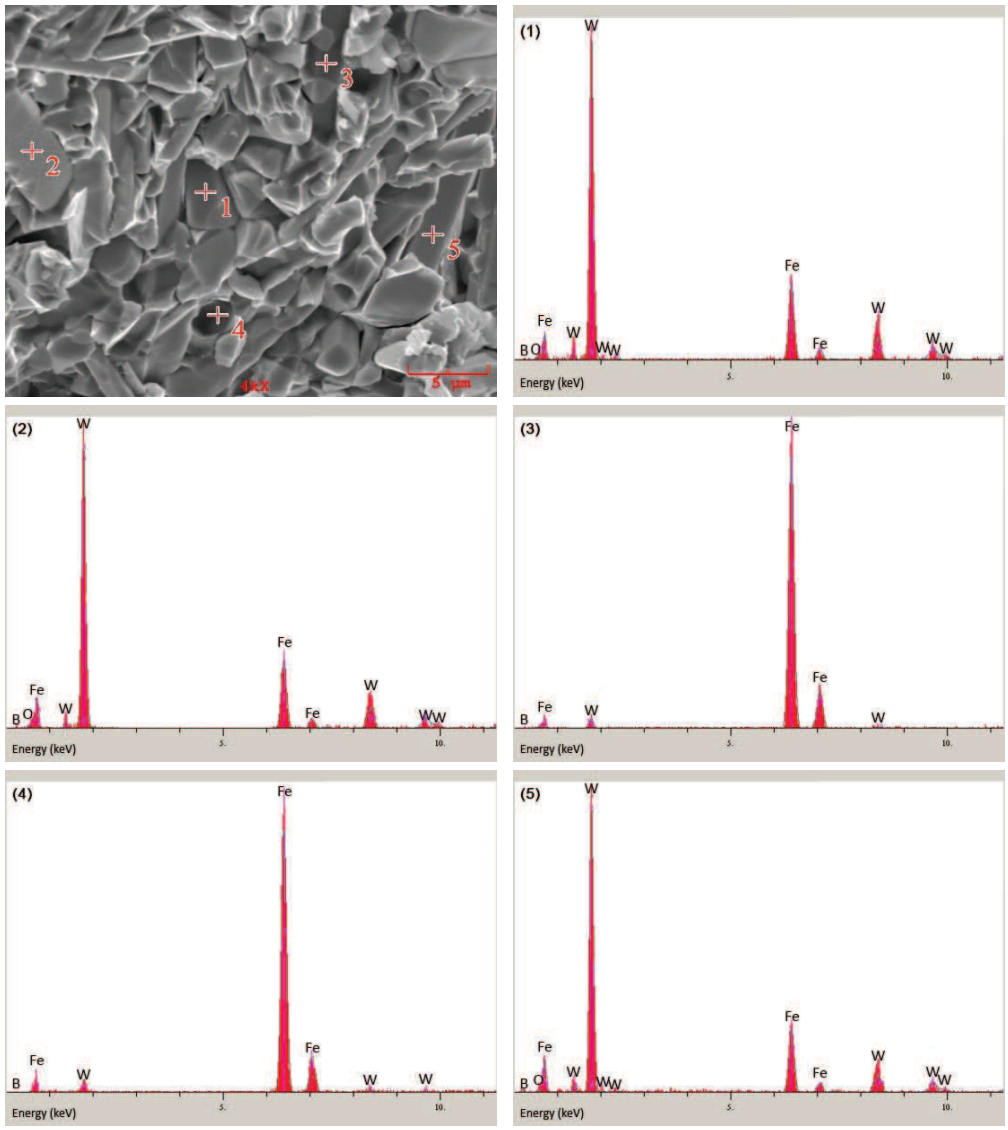


(b)

Şekil 5.53. 1250 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.



(a)



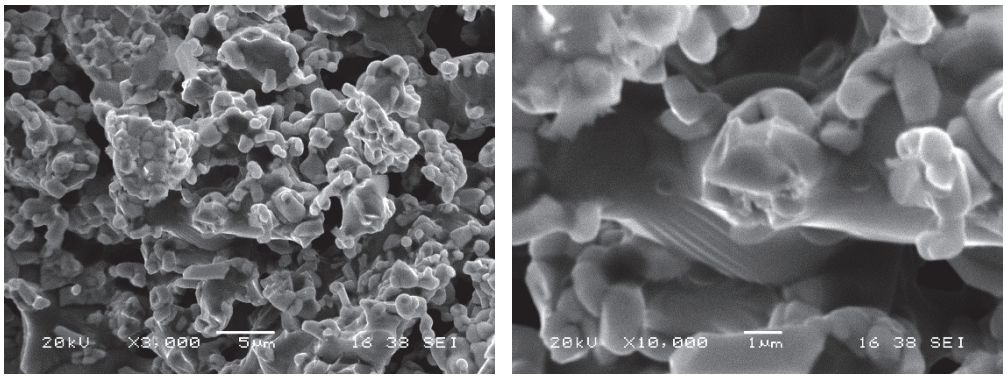
(b)

Şekil 5.54. 1250 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

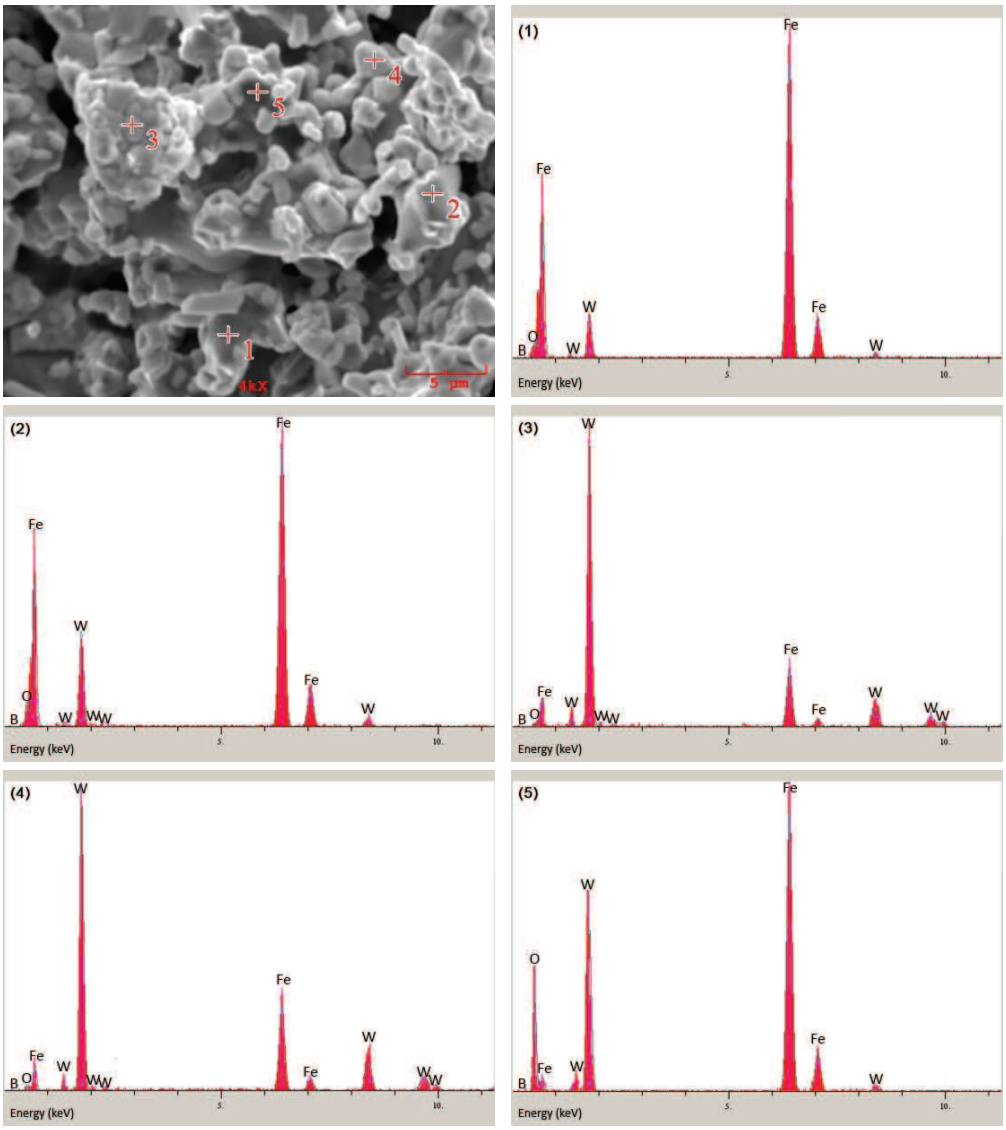
MD2 bileşimine sahip numunelerin sinterlenmesinde porozitenin çok çok az olduğu, tanelerin kolonsal yapıya sahip olduğu ve mikro porozitelerin taneler arsında dağınık olarak çok düşük oranlarda gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Boy/en oranları 3-4 olacak şekilde taneler oluşmuştur. Tane boyutları 5-7 μm uzunluklarında ve 1-3 μm kalınlıklarında dağılım göstermiştir. Kolonsal tanelerin arasında film şeklinde ikinci fazların (Fe-B içeren) varlığı da gözlemlenmiştir. Kolonsal taneler daha çok Fe-W-B elementlerini içermektedir. Sinterleme süresi ve sıcaklığı arttıkça tane boyutlarında da bir miktar artış gözlenmiştir.

MD3 bileşiminde tozların aglomere oldukları ve aglomere olan tozların kendi içlerinde sinterleme işlemini gerçekleştirirken, büyük boyutta aglomere olmuş topakların bir birleri ile sinterleme işlemini tamamlayamadıkları ve büyük boyutlu porozitelerin kaldığı görülmüştür. Oluşan sinterlenmiş numunelerin gözenek miktarının fazla olması ve mekanik olarak zayıf kalmalarına sebep olmaktadır. Sinterleme sırasında katı hal reaksiyonlarının gerçekleştiği ve Fe-W-B esaslı bileşiklerin oluştuğu, buna karşılık, yeterince yoğun kompakt yapının oluşamaması mikro yapı olarak açıkça görülmektedir.

MD3 bileşiminde görülen mikroyapılara benzer şekilde MD4 bileşiminde de tozların aglomere oldukları ve aglomere olan tozların kendi içlerinde sinterleme işlemini gerçekleştirirken, büyük boyutta aglomere olmuş topakların bir birleri ile sinterleme işlemini tamamlayamadıkları ve büyük boyutlu porozitelerin kaldığı gözlemlenmiştir. Oluşan sinterlenmiş numunelerin gözenek miktarının fazla olması ve mekanik olarak zayıf kalmalarına sebep olmaktadır. Sinterleme sırasında katı hal reaksiyonlarının gerçekleştiği ve Fe-W-B esaslı bileşiklerin oluştuğu, buna karşılık, yeterince yoğun kompakt yapının oluşamaması mikroyapıda açıkça görülmektedir.

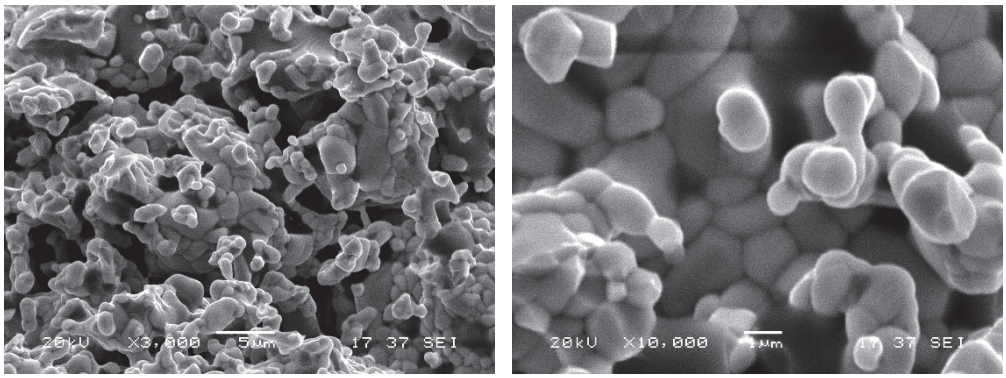


(a)

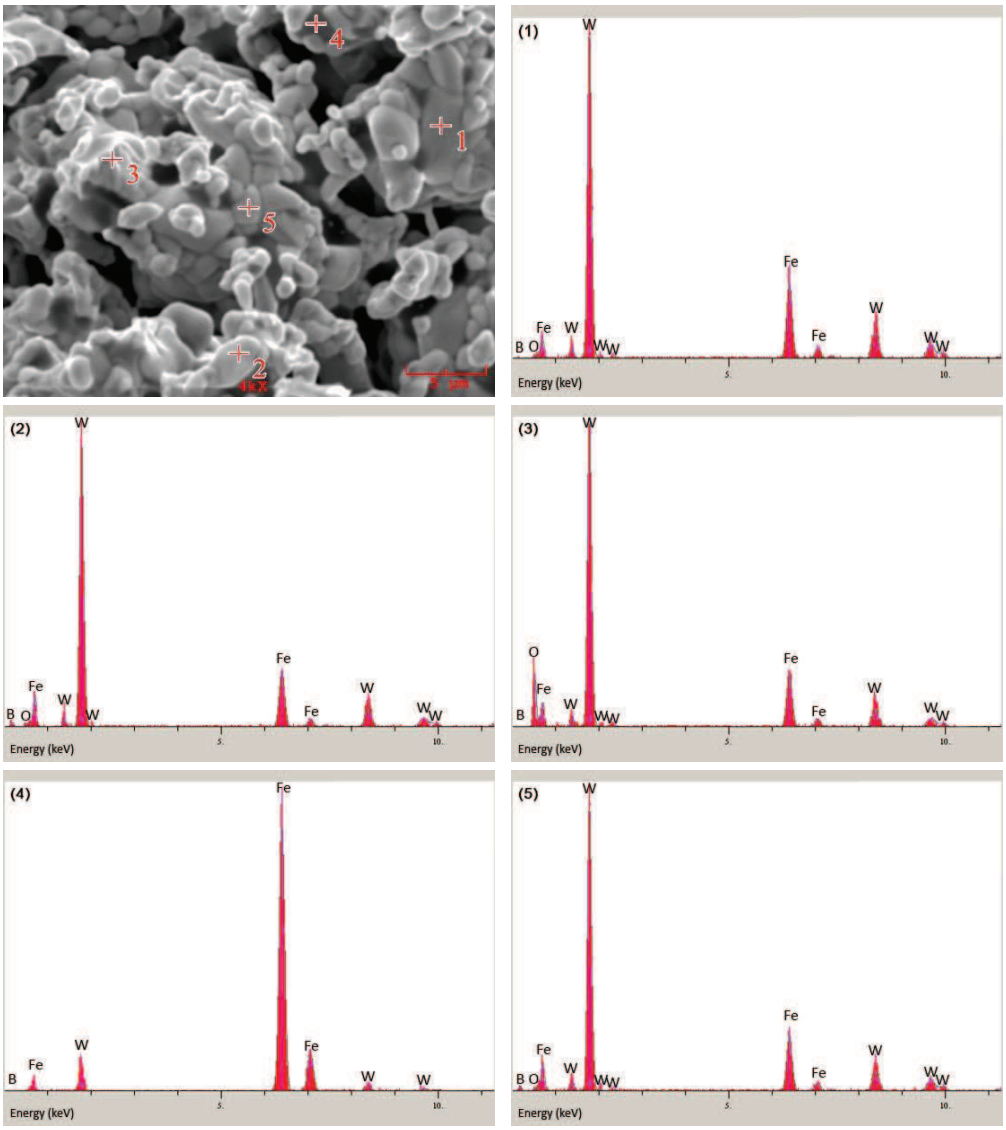


(b)

Şekil 5.55. 1200 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD3 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

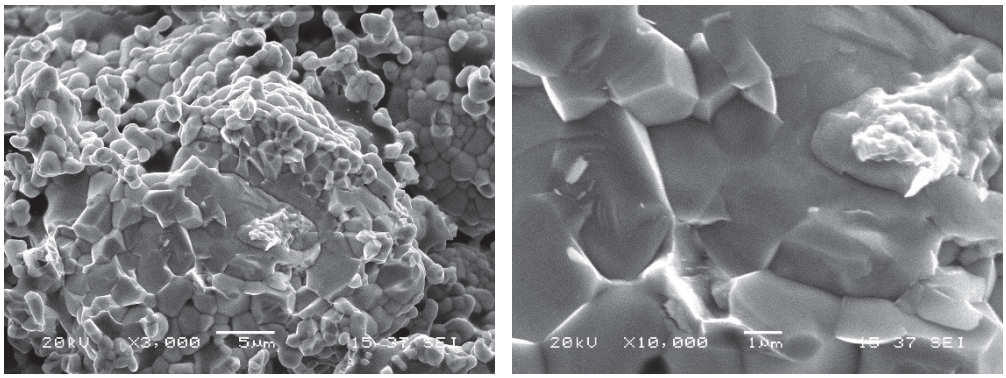


(a)

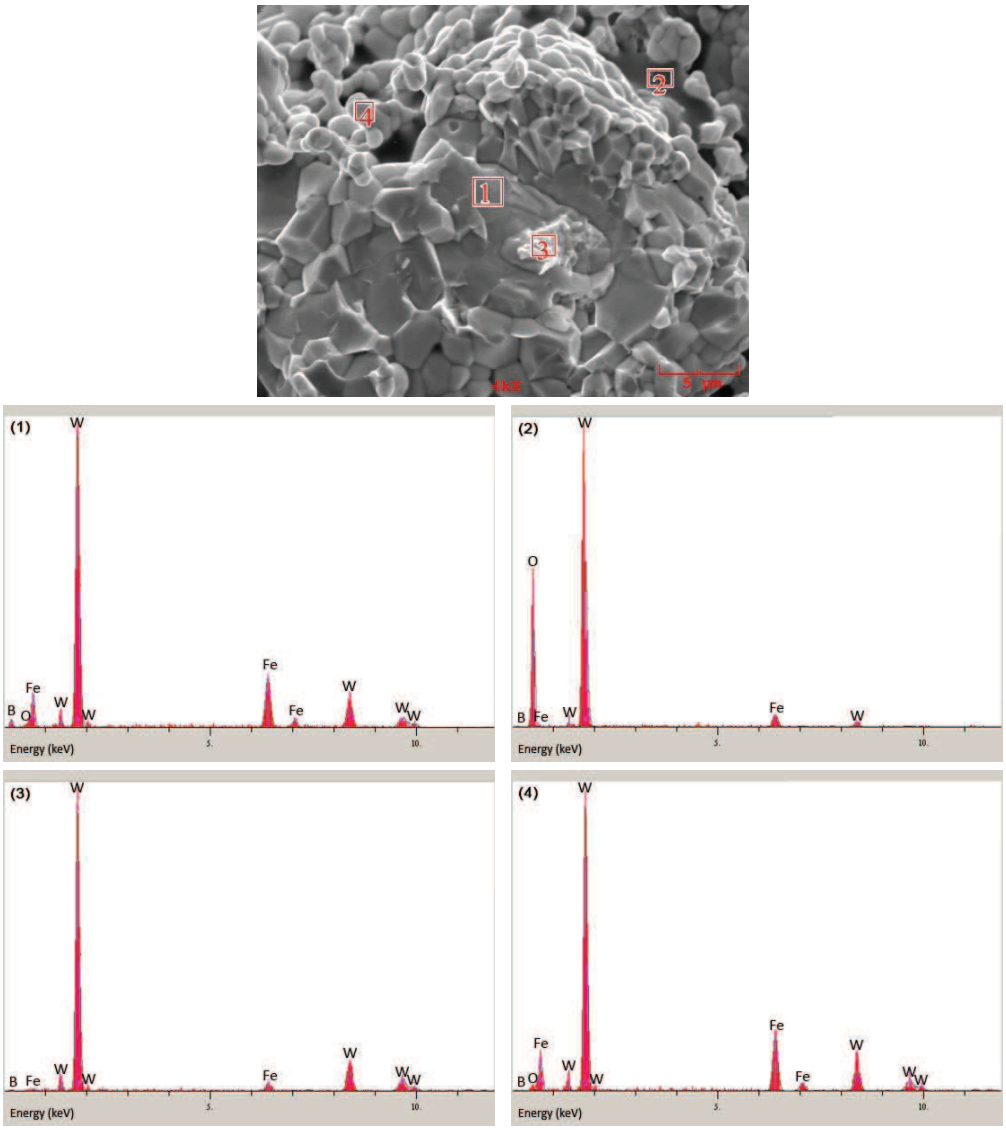


(b)

Şekil 5.56. 1200 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD3 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

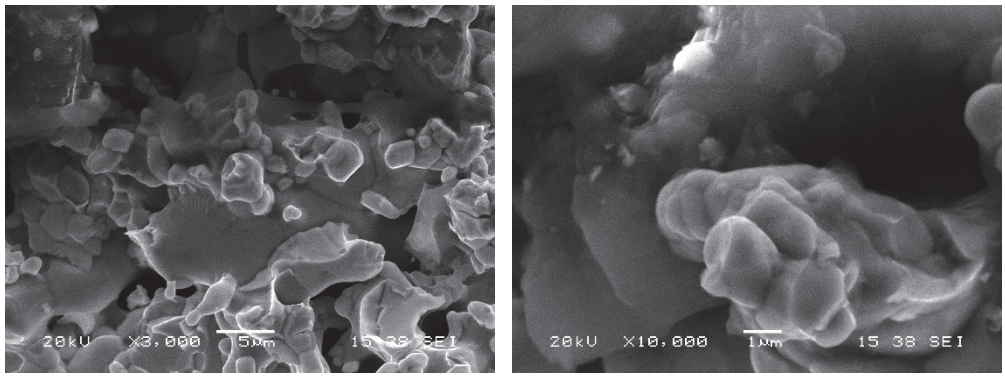


(a)

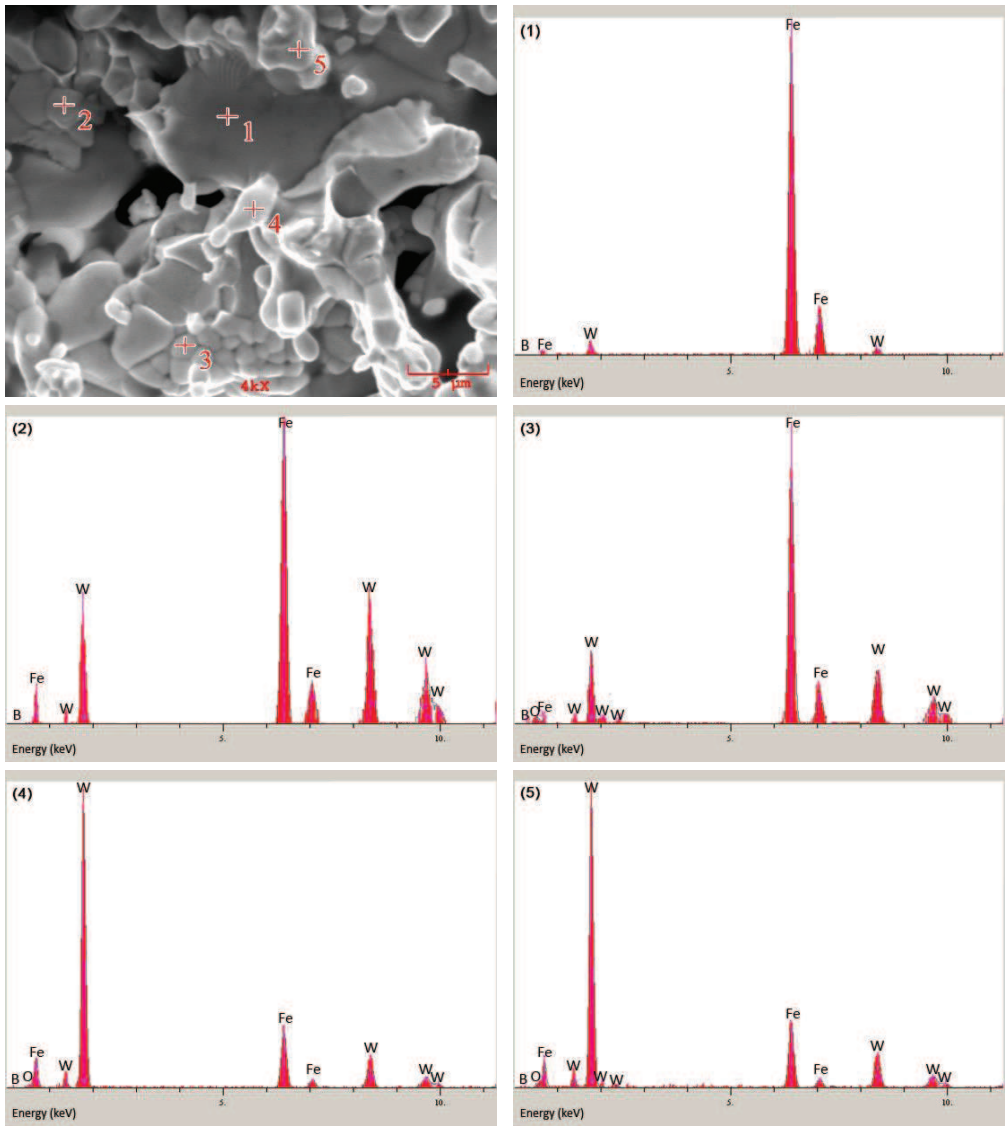


(b)

Şekil 5.57. 1200 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD3 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

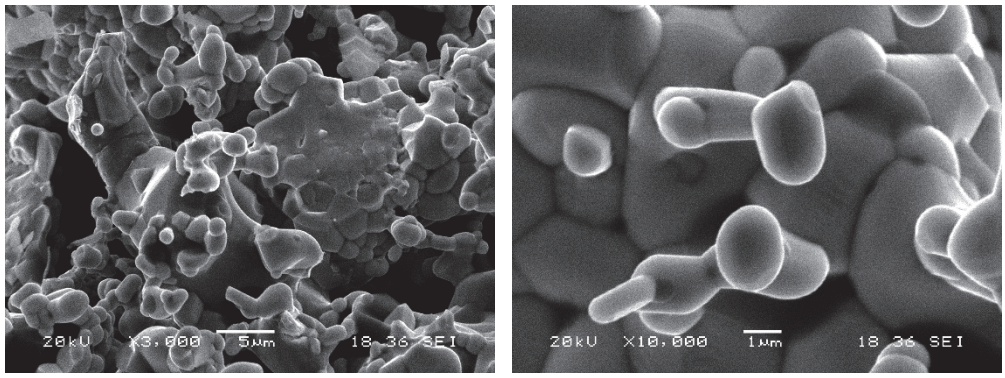


(a)

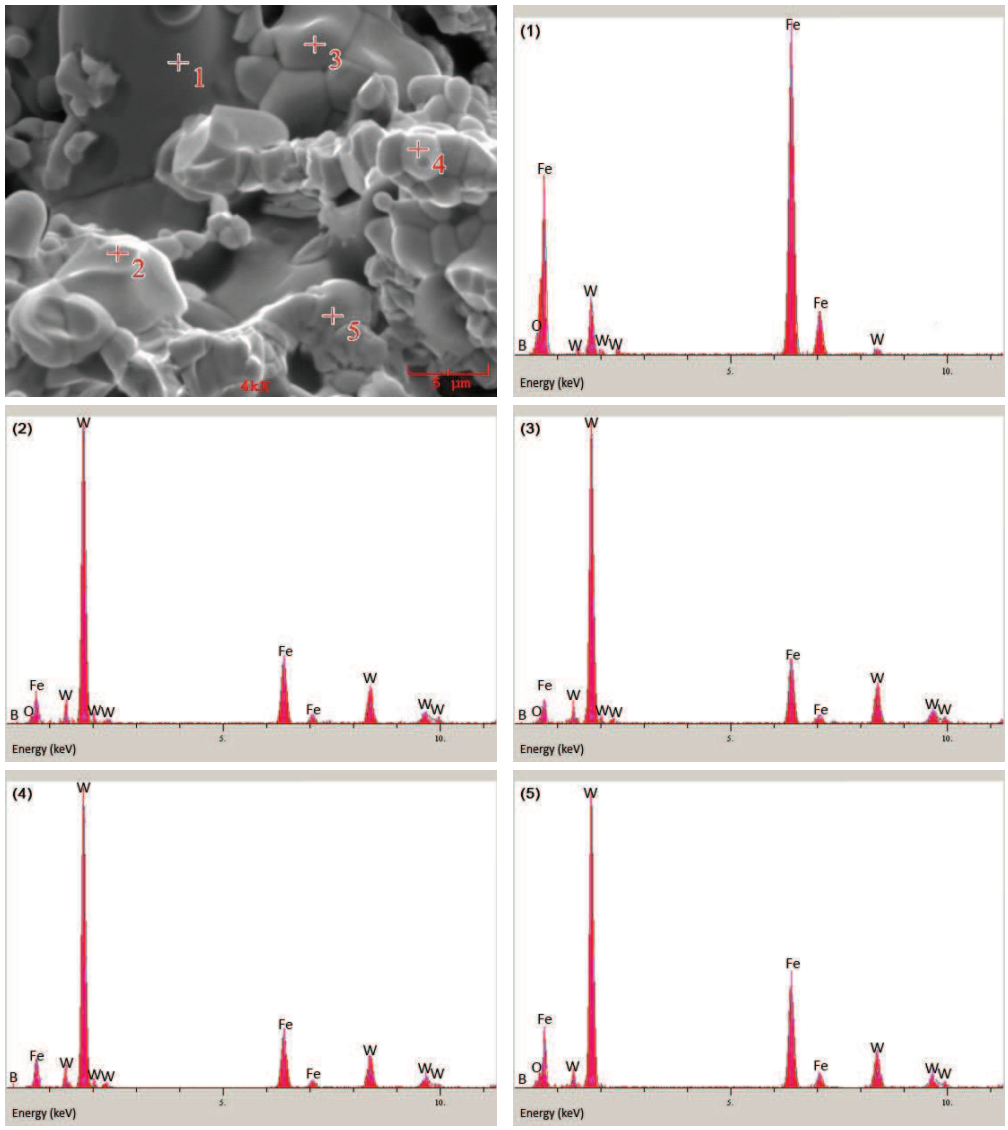


(b)

Şekil 5.58. 1250 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD3 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

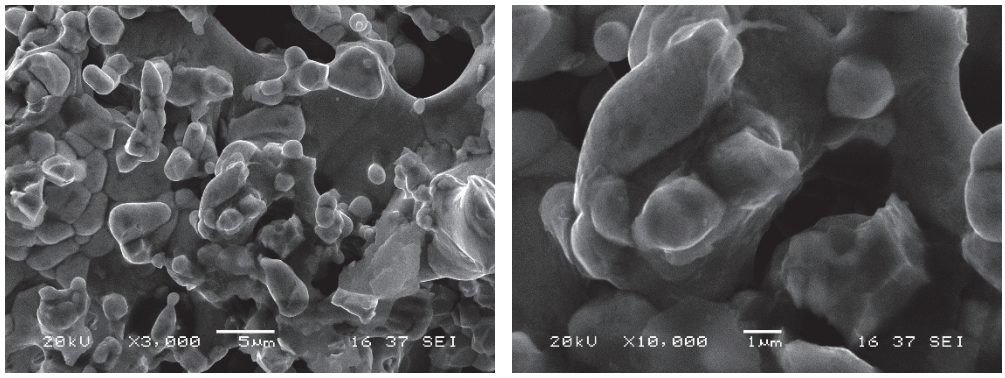


(a)

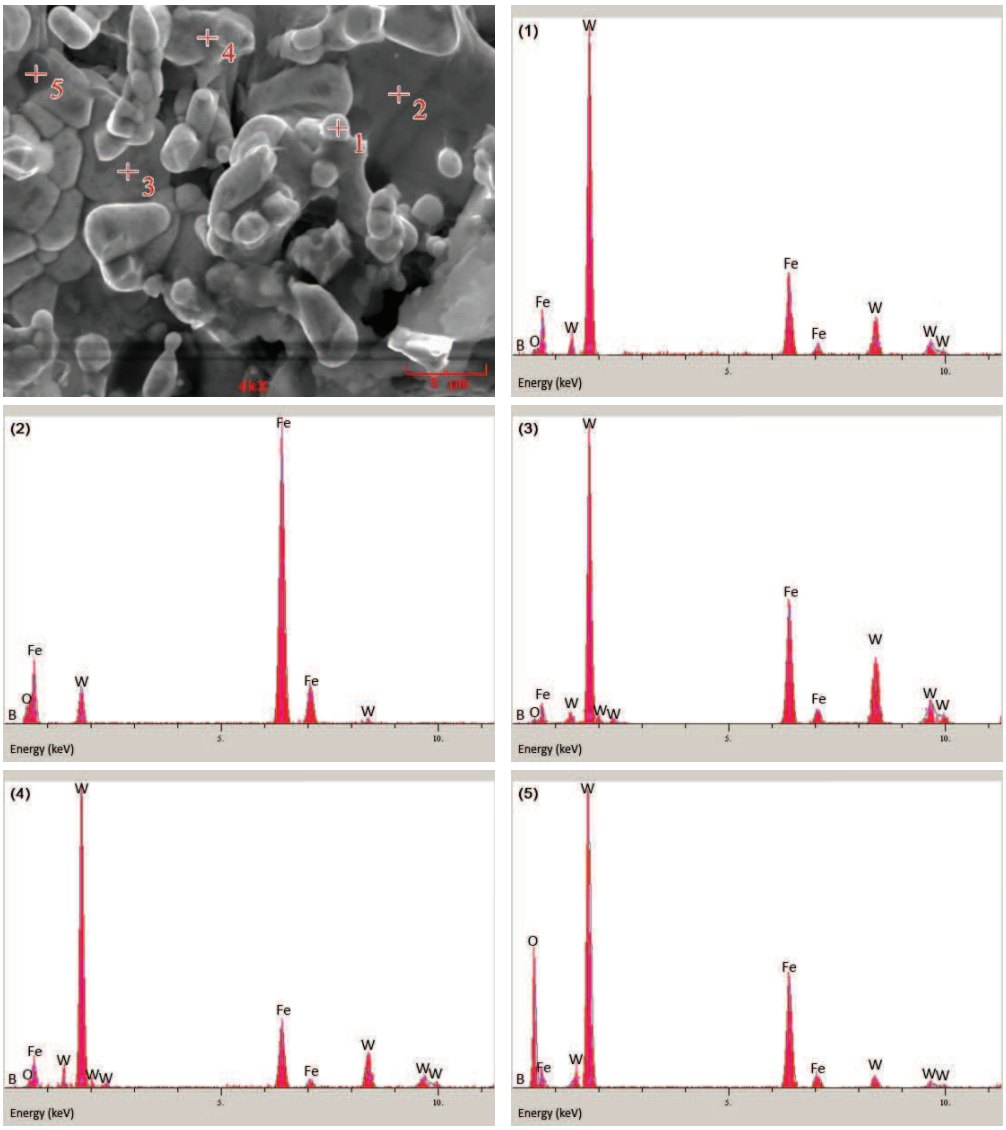


(b)

Şekil 5.59. 1250 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD3 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

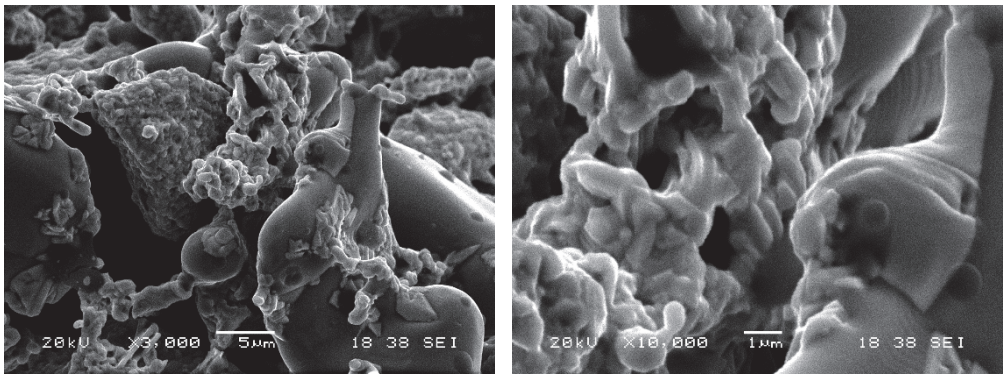


(a)

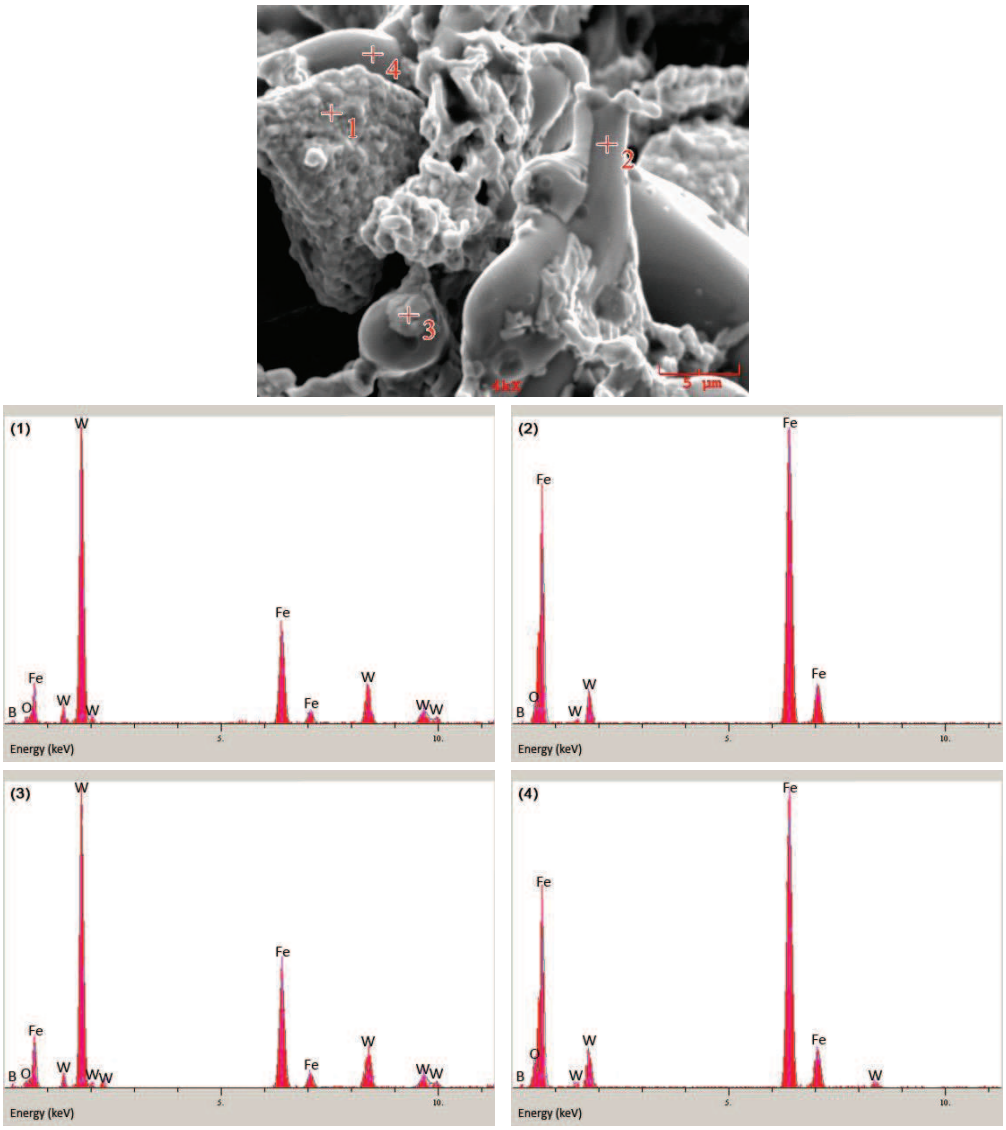


(b)

Şekil 5.60. 1250 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD3 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

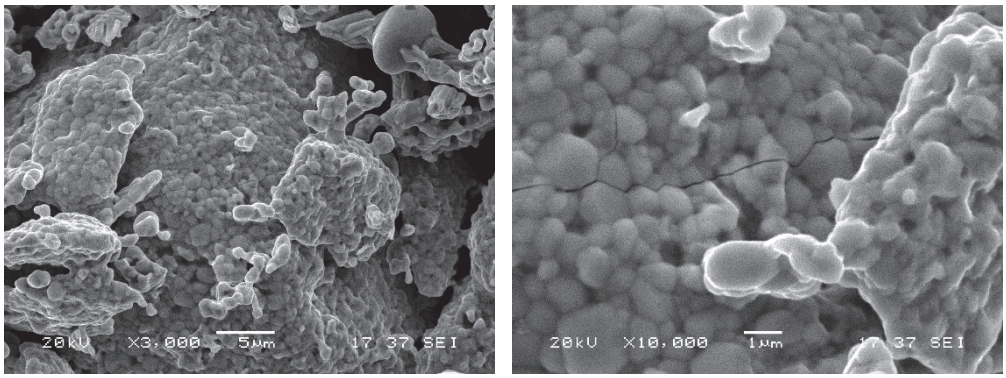


(a)

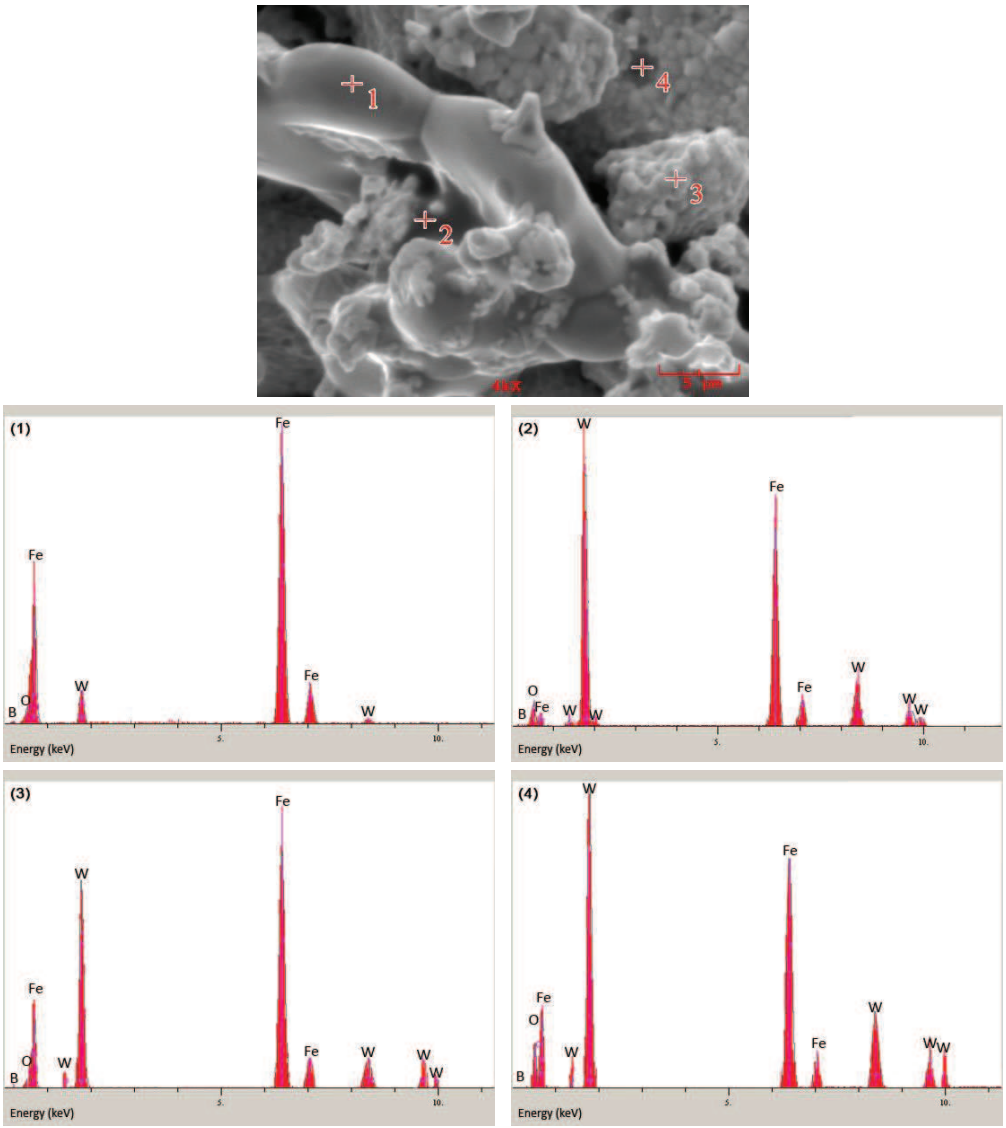


(b)

Şekil 5.61. 1200 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD4 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

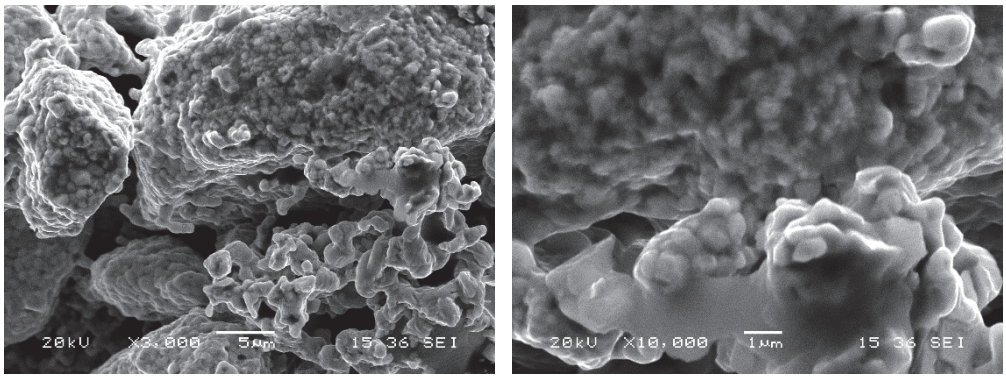


(a)

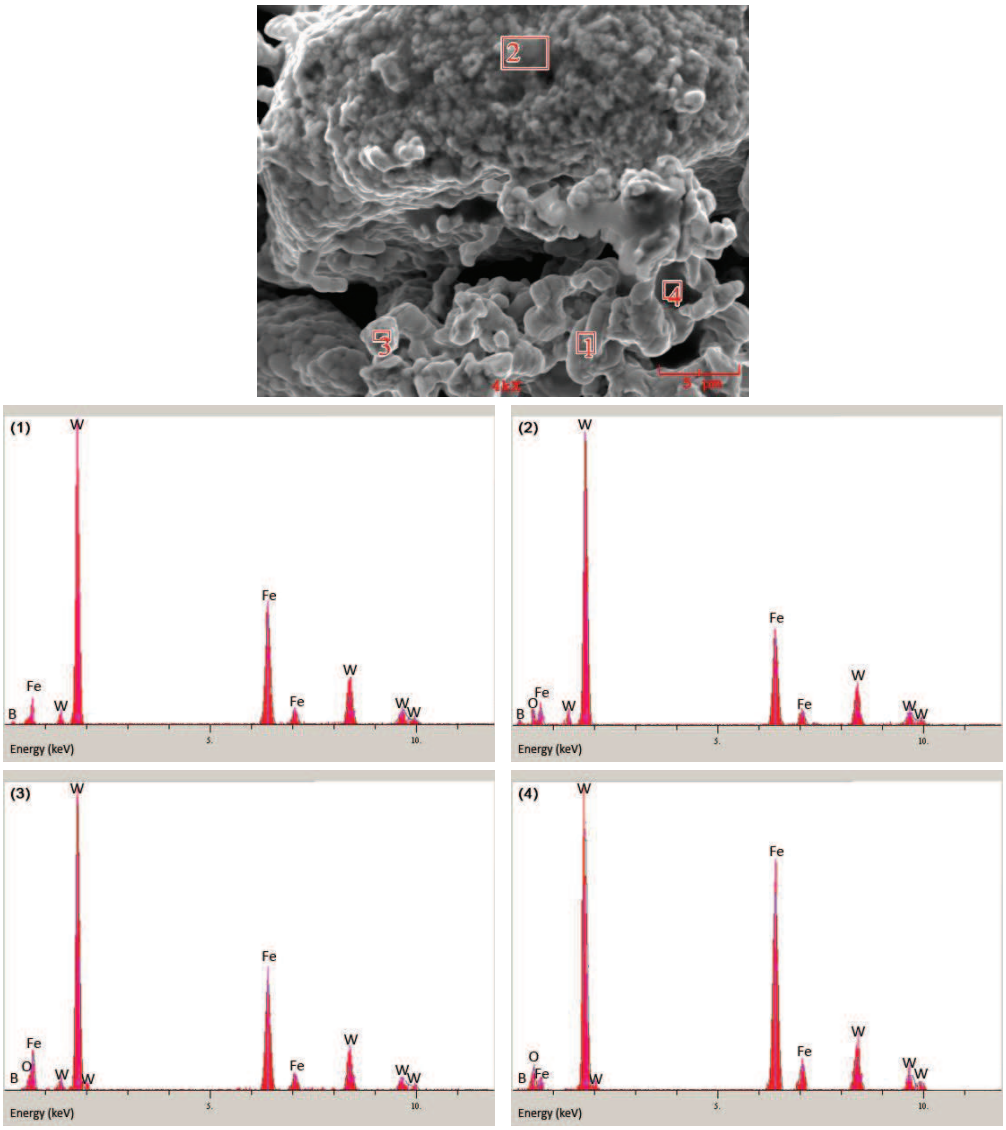


(b)

Şekil 5.62. 1200 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD4 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

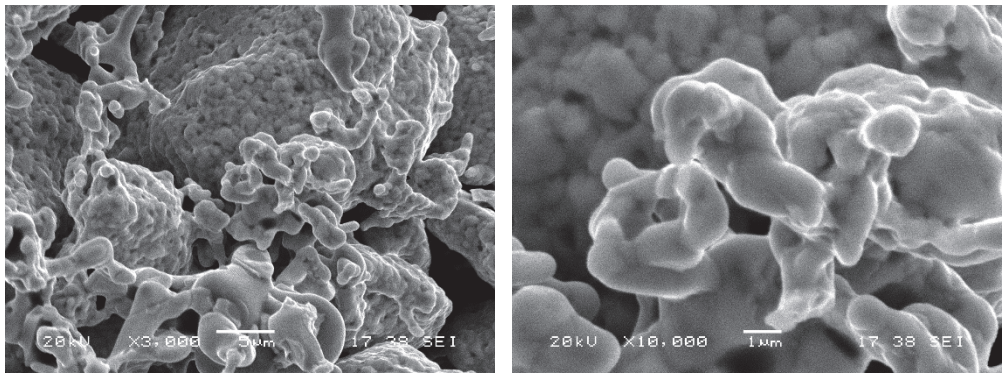


(a)

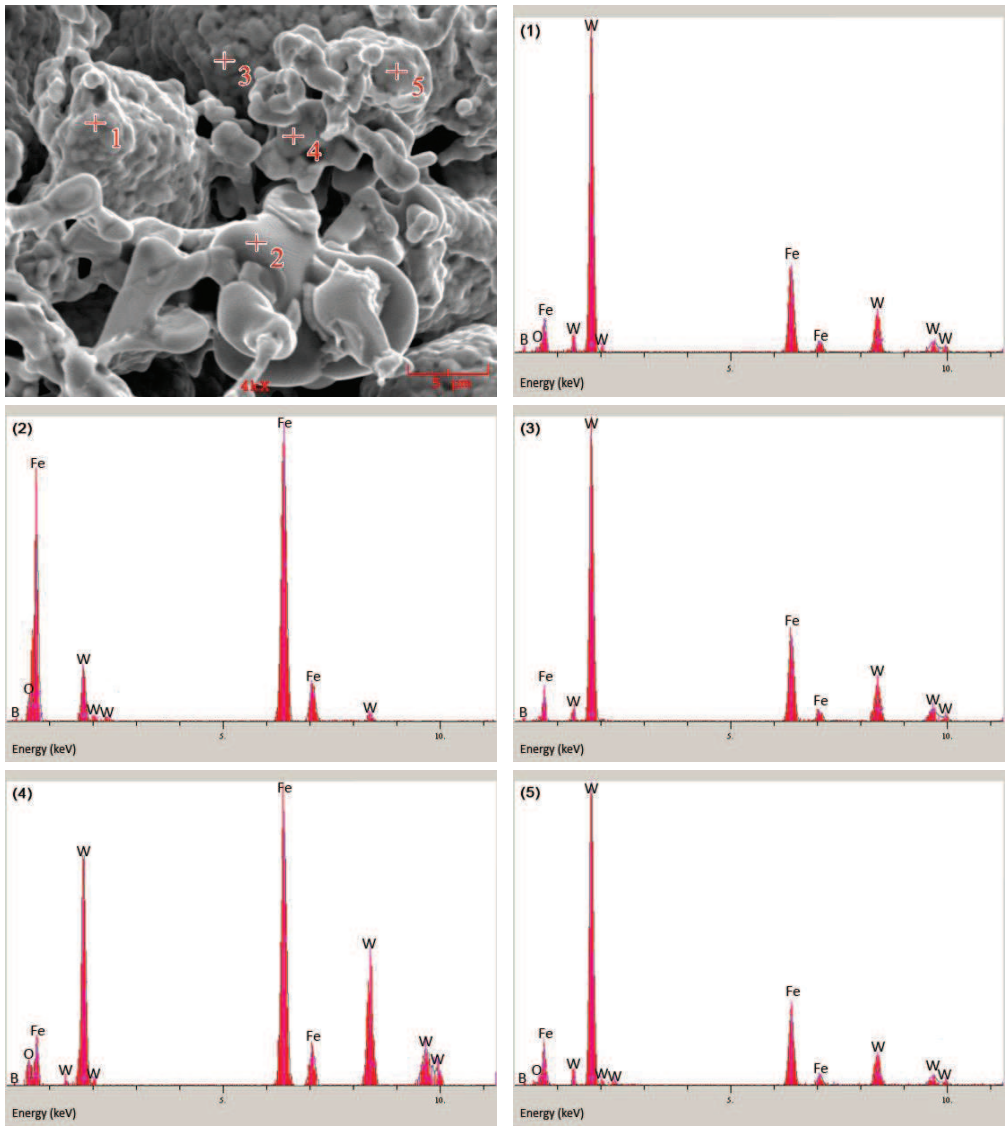


(b)

Şekil 5.63. 1200 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD4 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

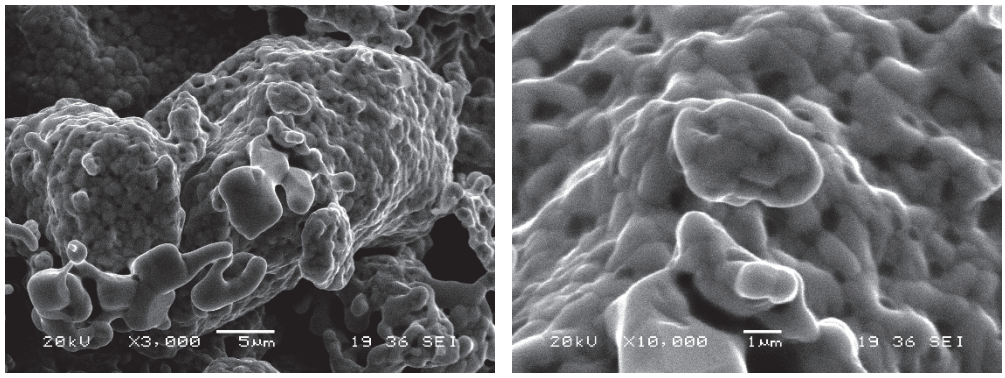


(a)

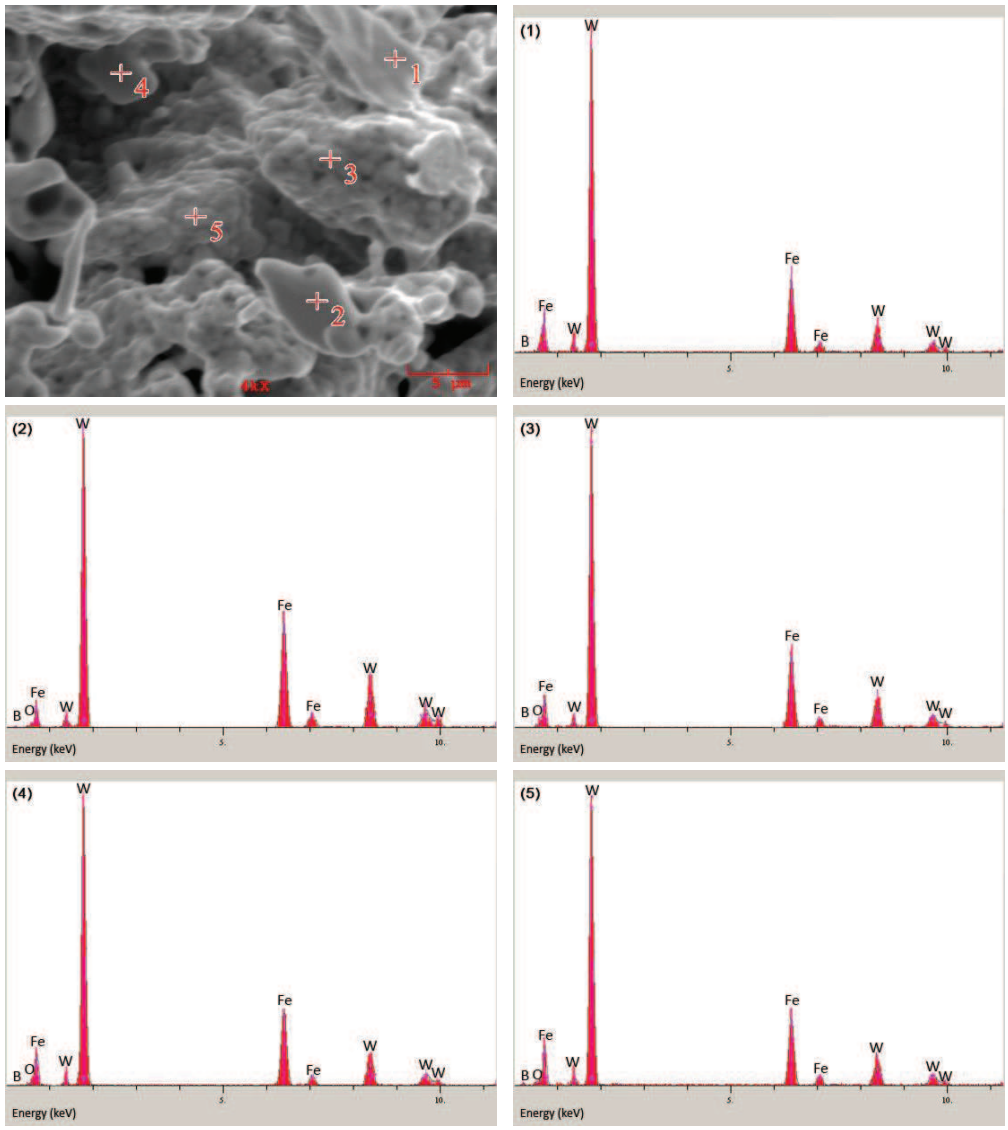


(b)

Şekil 5.64. 1250 °C'de 2 saat sinterlenmiş MD4 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

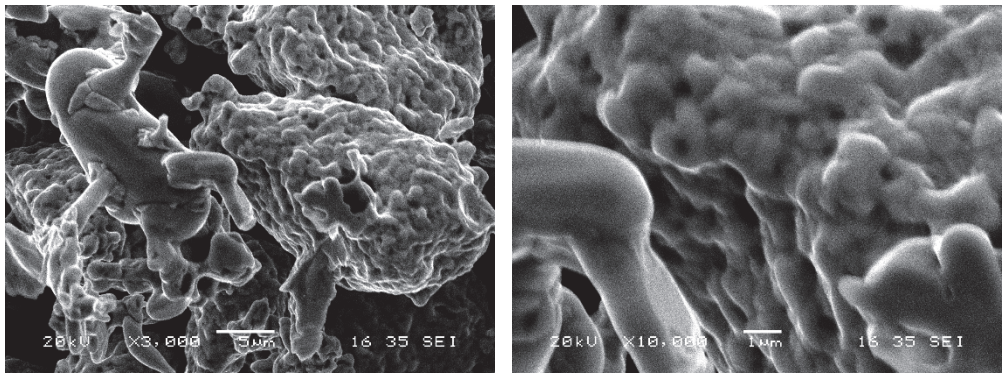


(a)

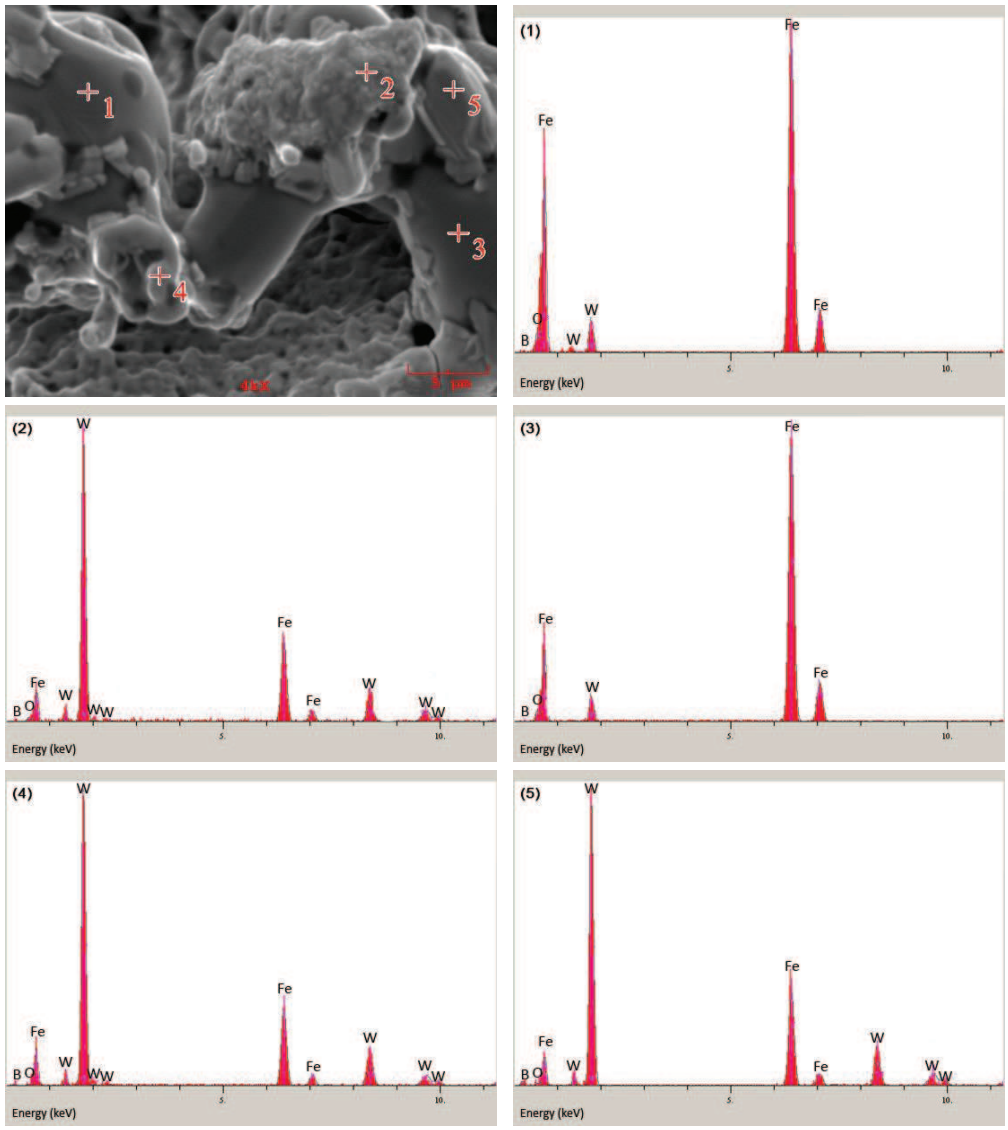


(b)

Şekil 5.65. 1250 °C'de 4 saat sinterlenmiş MD4 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.



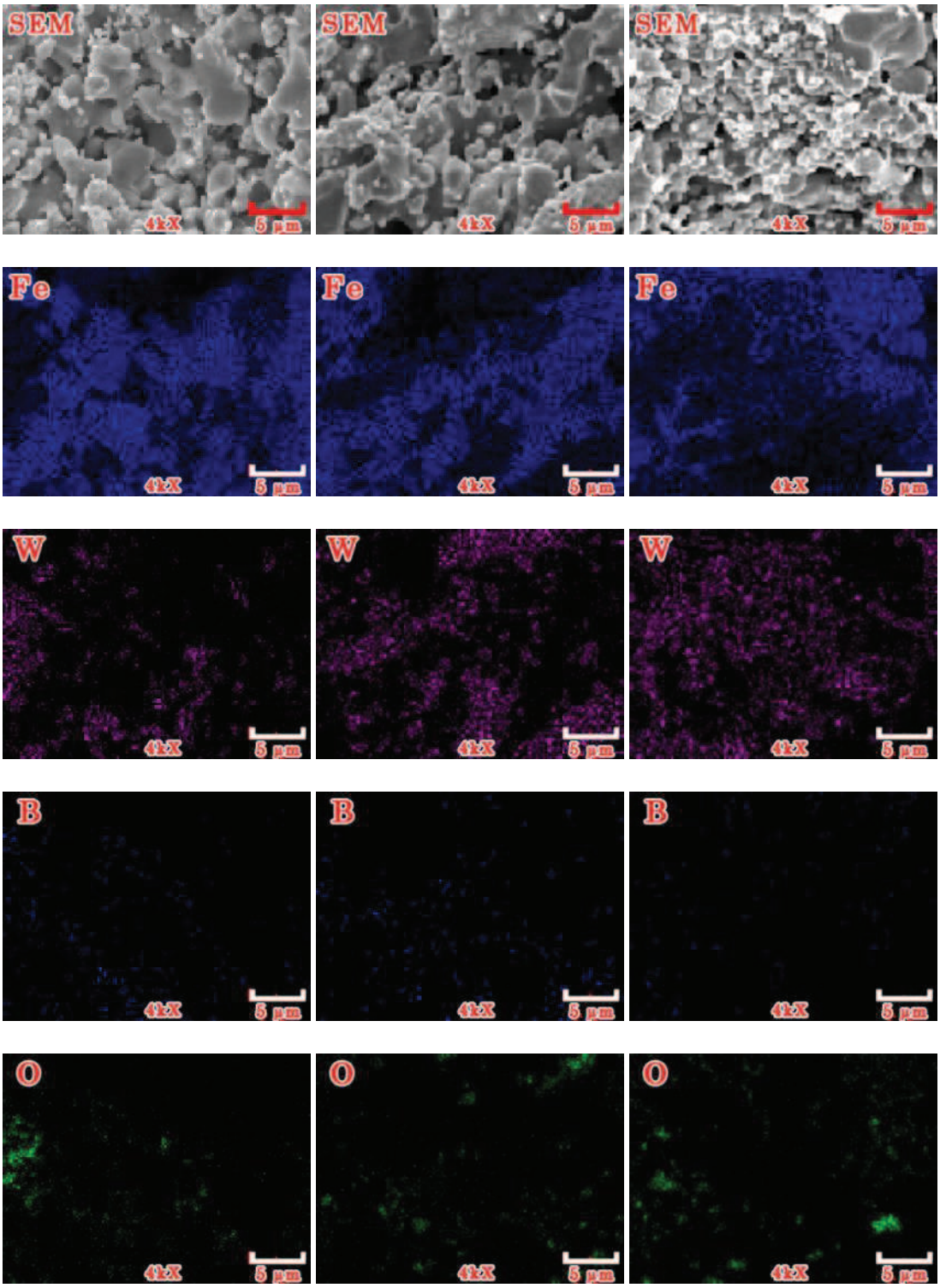
(a)



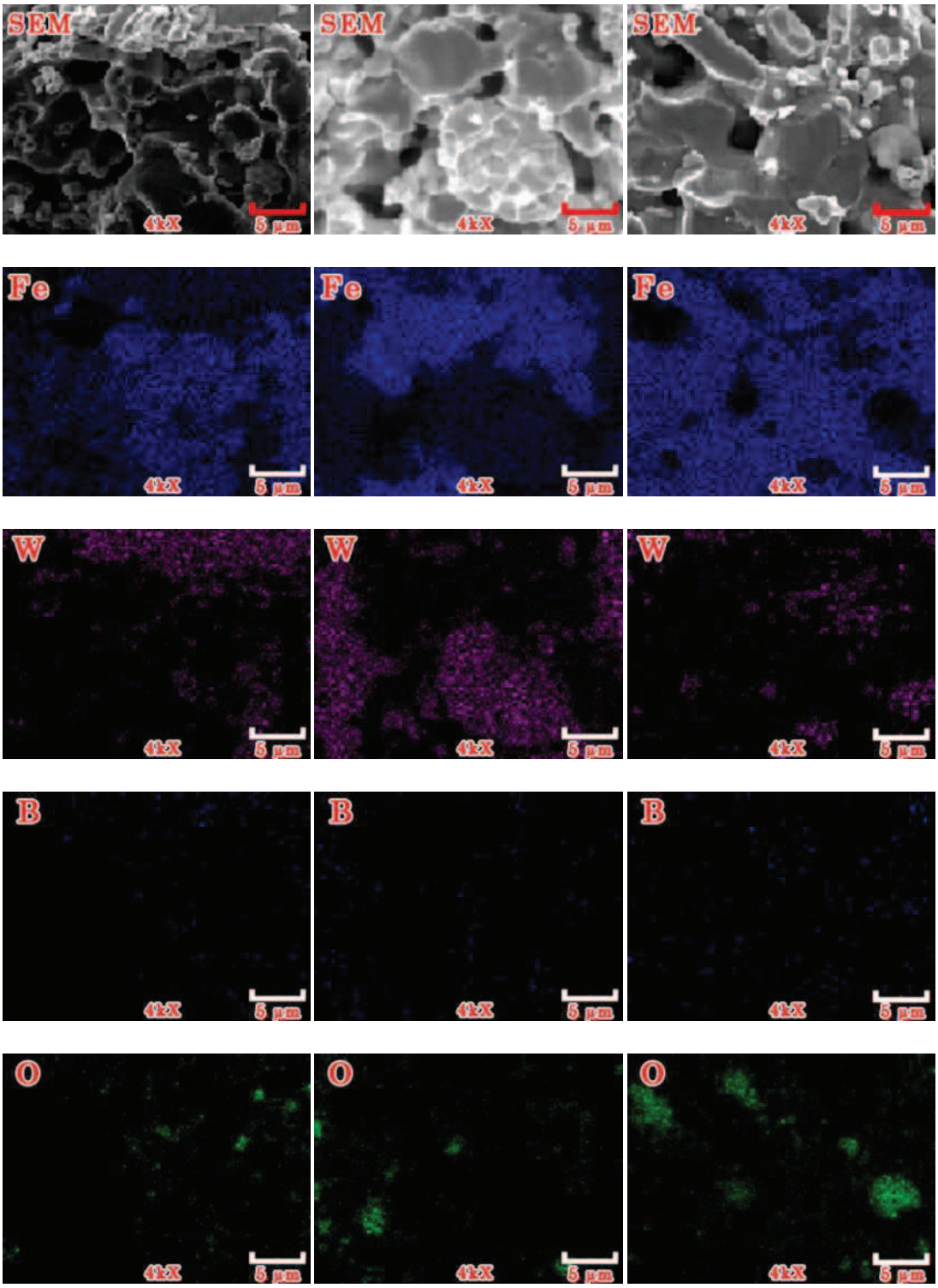
(b)

Şekil 5.66. 1250 °C'de 6 saat sinterlenmiş MD4 bileşimine sahip numunelerin kırık yüzeylerinden alınan (a) SEM görüntüleri, (b) EDS analizleri.

Ön alaşımlandırılmış tozların farklı sıcaklıklarda ve farklı sürelerde sinterlenmesiyle elde edilen in-situ kompozit malzemelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizleri Şekil 5.67-5.74'te görülmektedir. Elementel haritalama analizinde bazı noktalarda yükselti farklılıklarından dolayı sayım alınamadığından o bölgelerde seçilen elementlerin varlığıyla alakalı bilgi edinilememiştir. MD1 bileşimine sahip malzemelerde demirce zengin ve tungstence zengin bölgeler gözlemlenmesiyle birlikte, her iki elementin bir arada bulunduğu bölgeler de saptanmıştır. Her iki elementin bir arada bulunduğu bölgelerde sinterleme esnasında fazların oluştuğu söylenebilir (Şekil 5.67 ve Şekil 5.68). MD2 bileşimine sahip malzemelerde demir, tungsten ve bor elementinin homojen bir şekilde yapıya dağıldığı saptanmıştır (Şekil 5.67 ve Şekil 5.68). Bunun yanında bazı bölgelerde oksijen varlığı tespit edilmiştir. MD3 bileşimine sahip malzemelerde MD1 bileşimine sahip malzemelerde olduğu gibi demir ve tungsten bakımından zengin bölgeler görünse de her iki elementin bir arada bulunduğu bölgeler MD1 bileşimine göre daha fazladır (Şekil 5.71 ve Şekil 5.72). Ancak, bazı bölgelerde düşük miktarlarda oksijen varlığı saptanmıştır. MD4 bileşimine sahip malzemelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi sonucunda demir ve tungsten bakımından zengin farklı bölgelerin varlığı tespit edilmiştir (Şekil 5.73 ve Şekil 5.74). Ek olarak, kırık yüzey incelemelerinde her iki elementin bir arada bulunduğu bölgelerin az olması sinterleme esnasında atomik difüzyonun tam olarak gerçekleşmediğini göstermektedir.

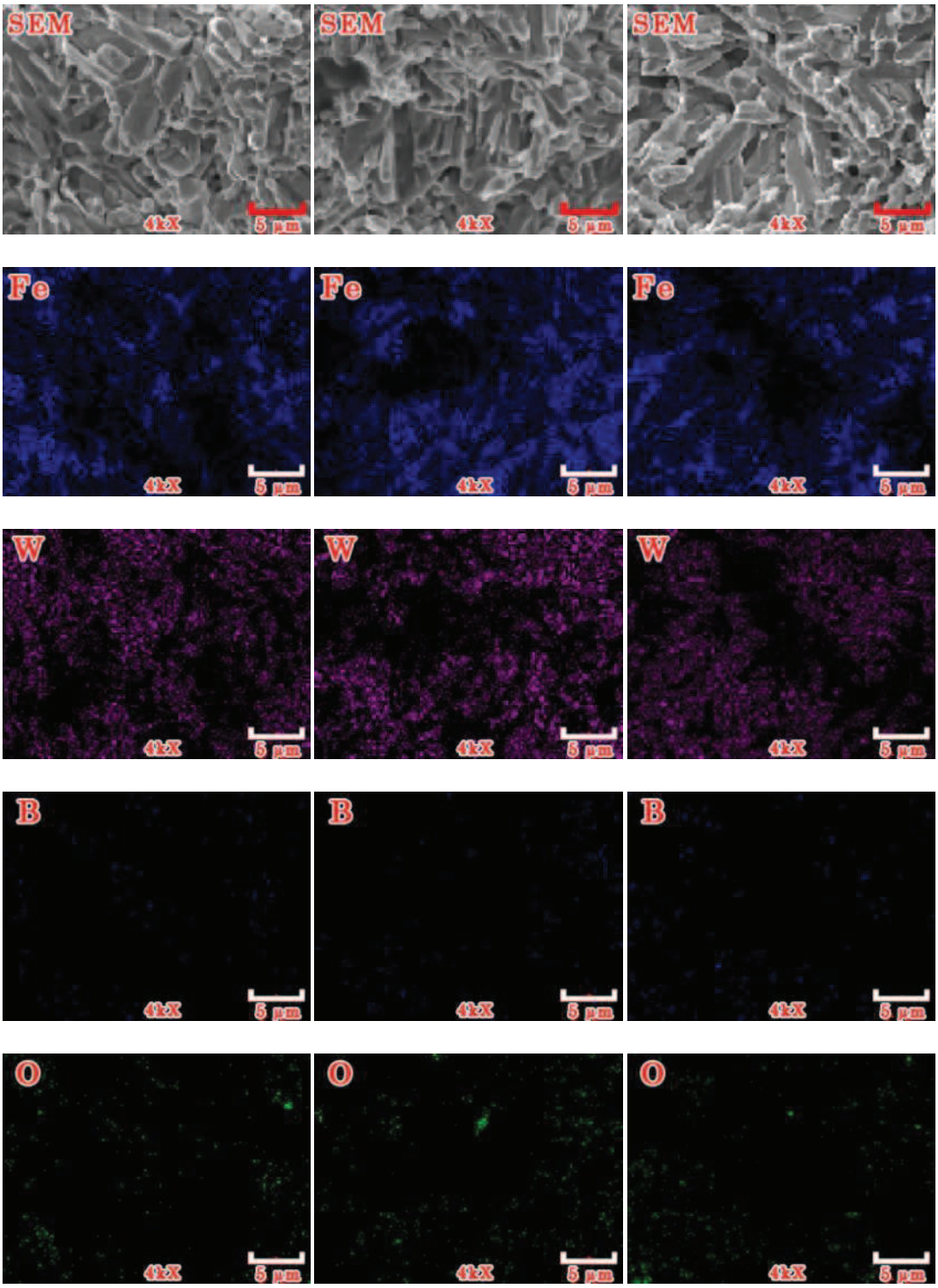


Şekil 5.67. MD1 bileşime sahip 1200°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi.



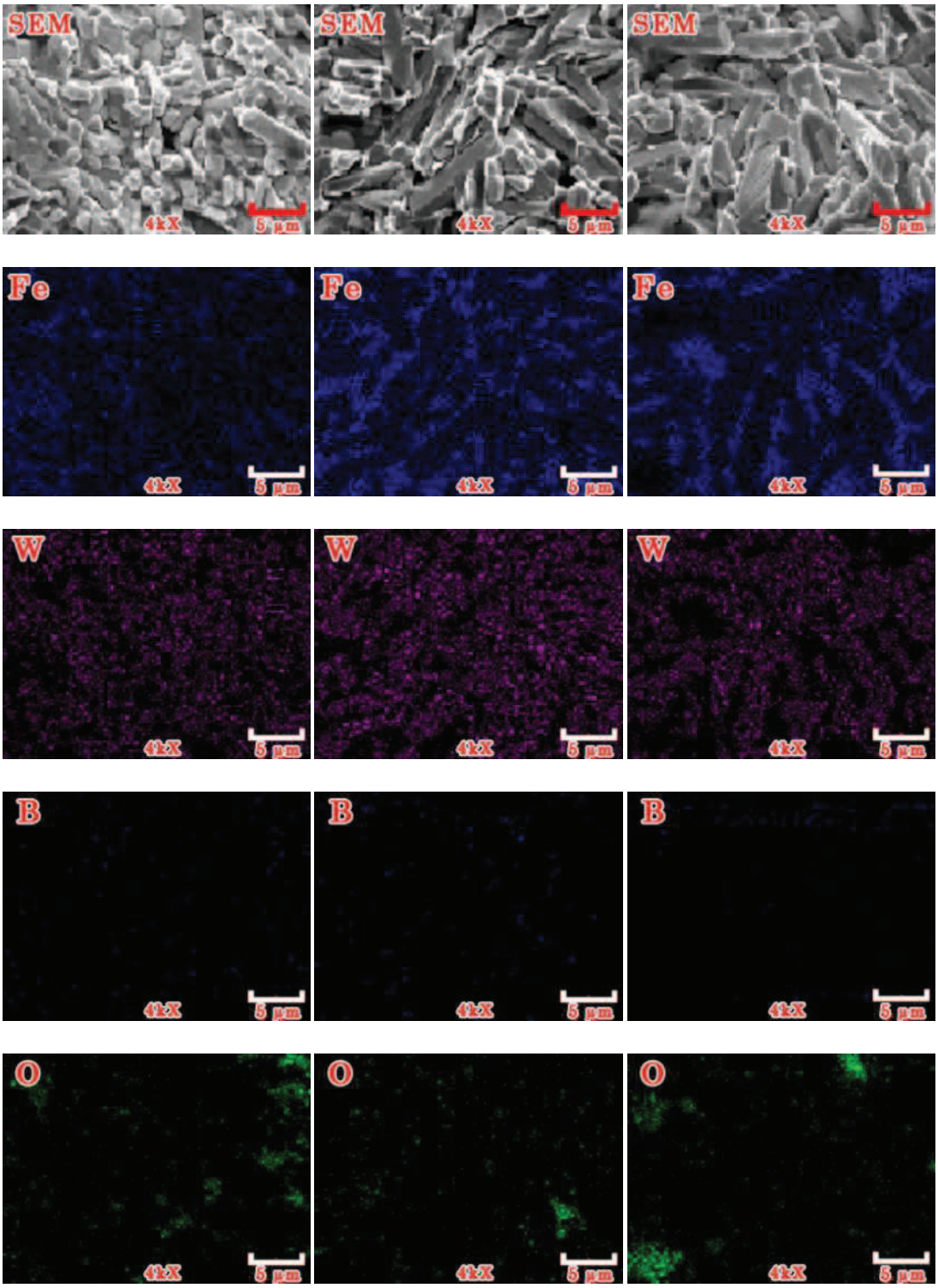
(a) (b) (c)

Şekil 5.68. MD1 bileşime sahip 1250°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi.



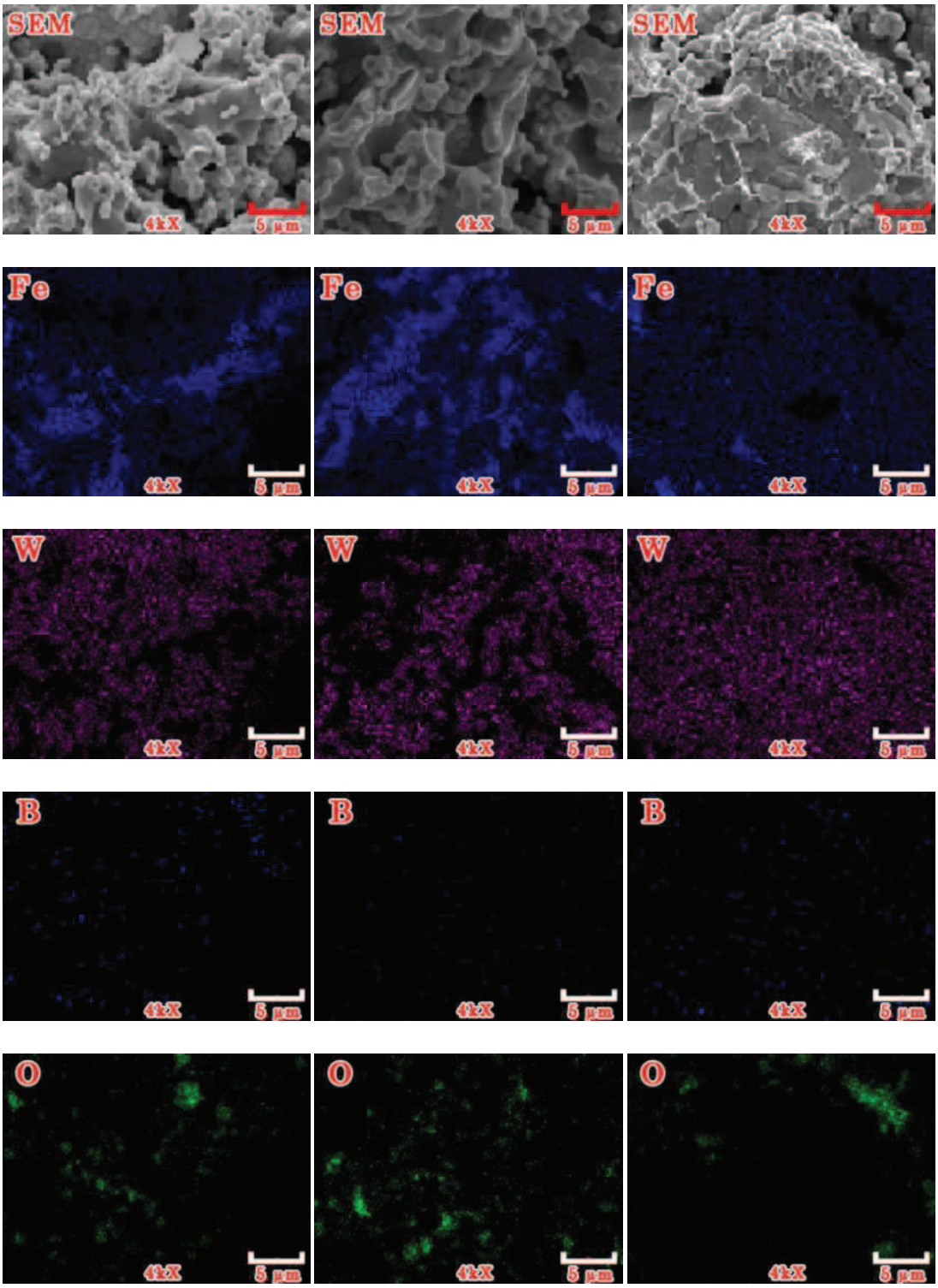
(a) (b) (c)

Şekil 5.69. MD2 bileşime sahip 1200°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi.



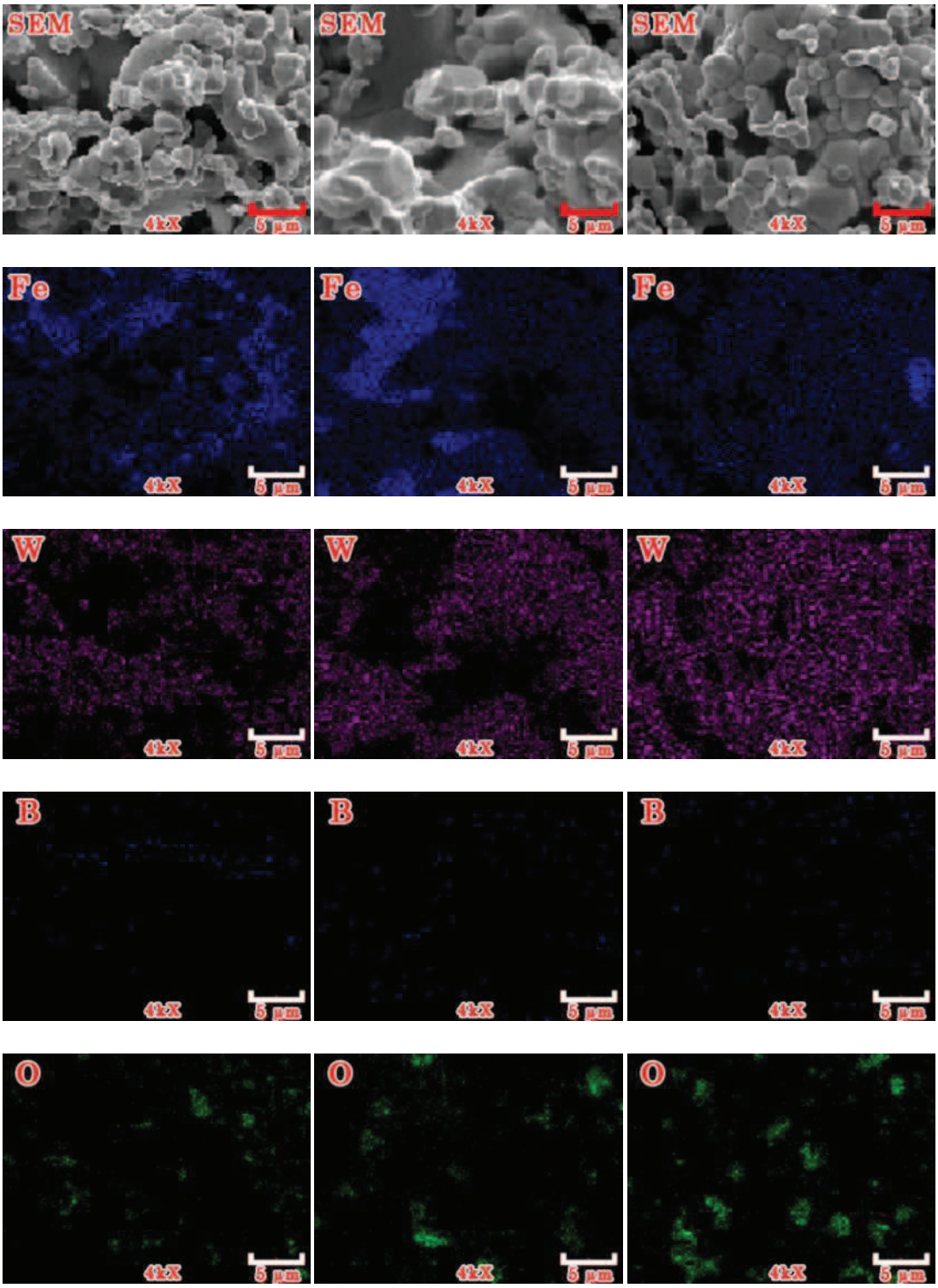
(a) (b) (c)

Şekil 5.70. MD2 bileşime sahip 1250°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi.



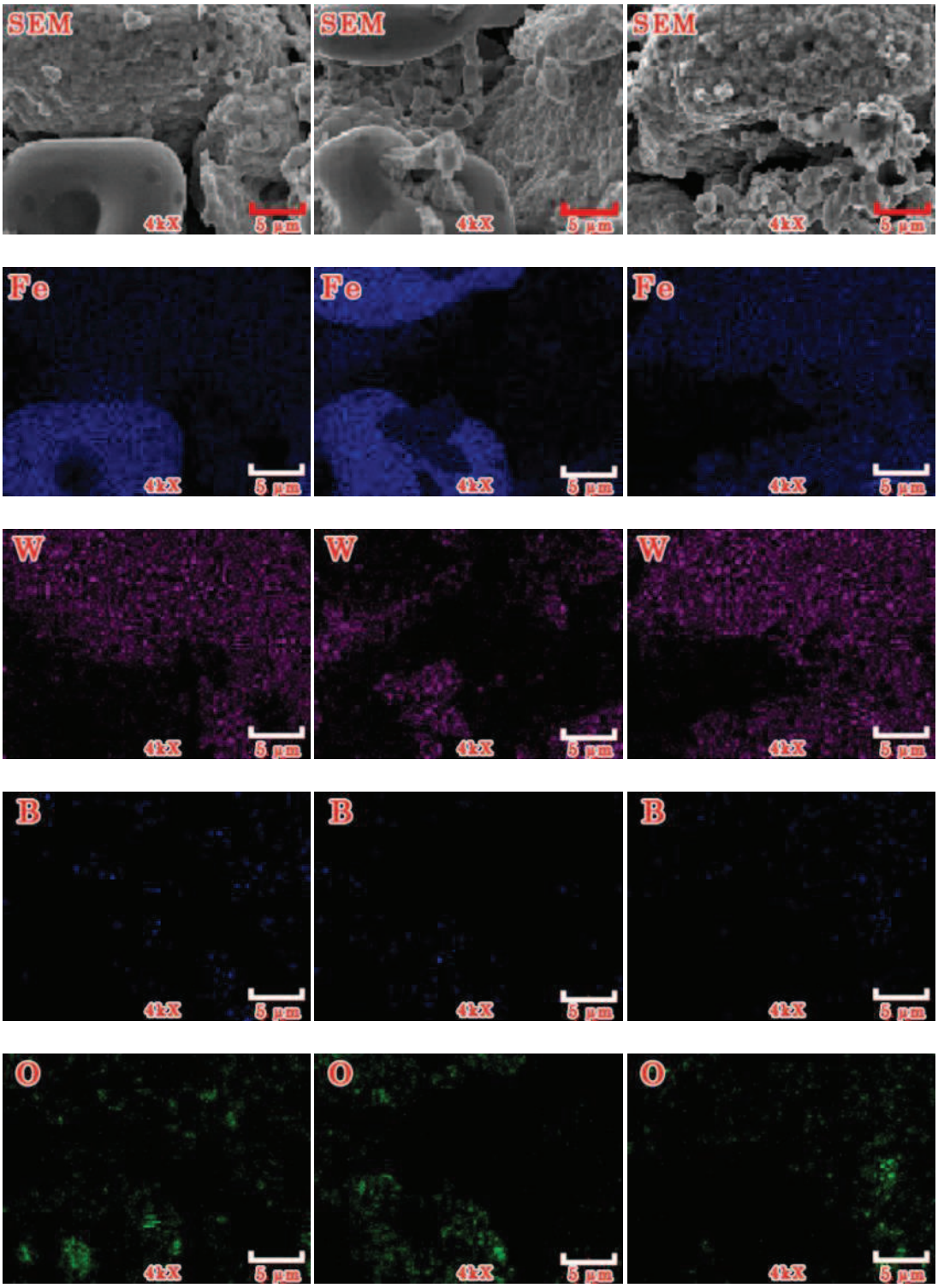
(a) (b) (c)

Şekil 5.71. MD3 bileşime sahip 1200°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi.



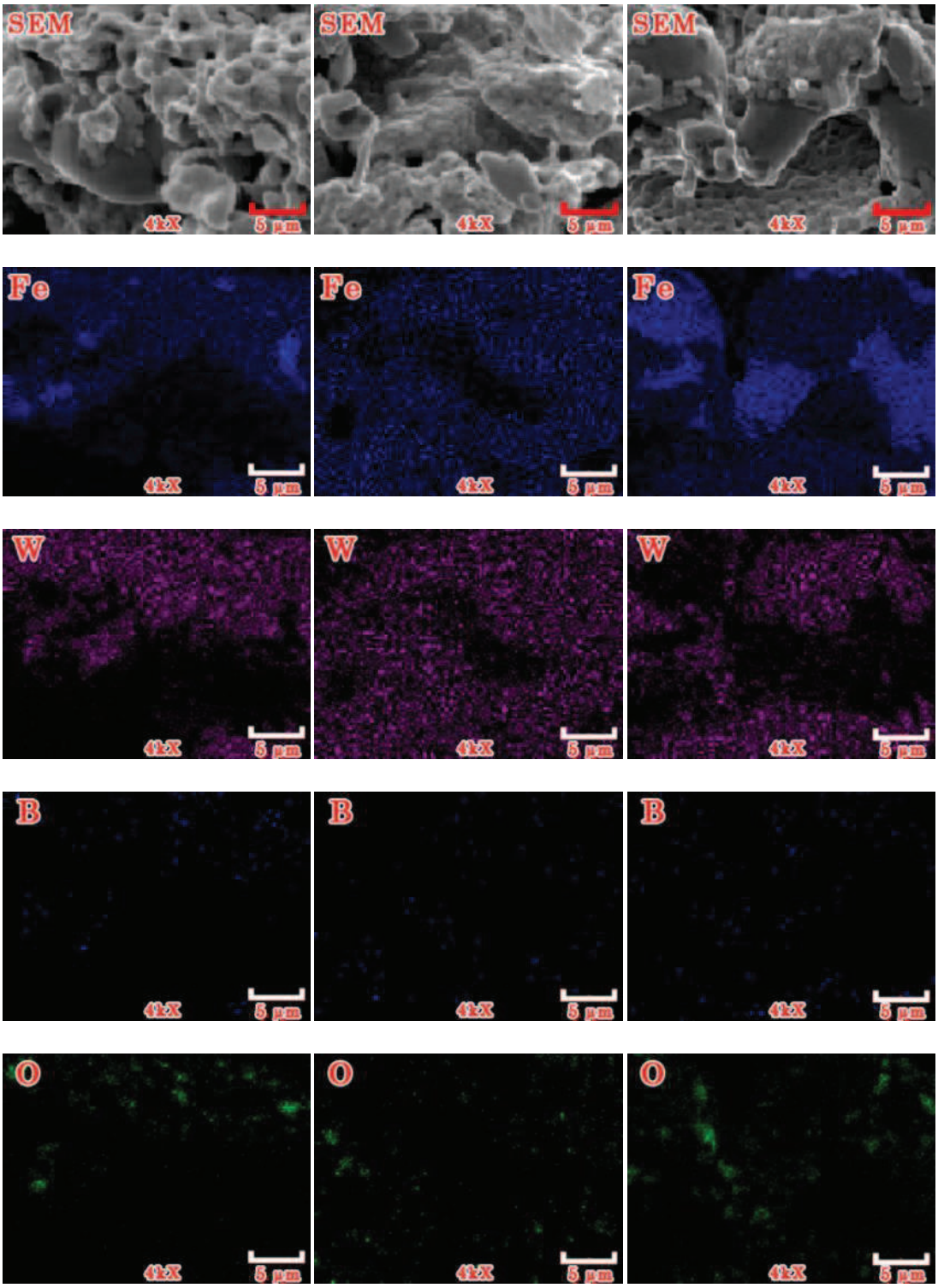
(a) (b) (c)

Şekil 5.72. MD3 bileşime sahip 1250°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi.



(a) (b) (c)

Şekil 5.73. MD4 bileşime sahip 1200°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi.



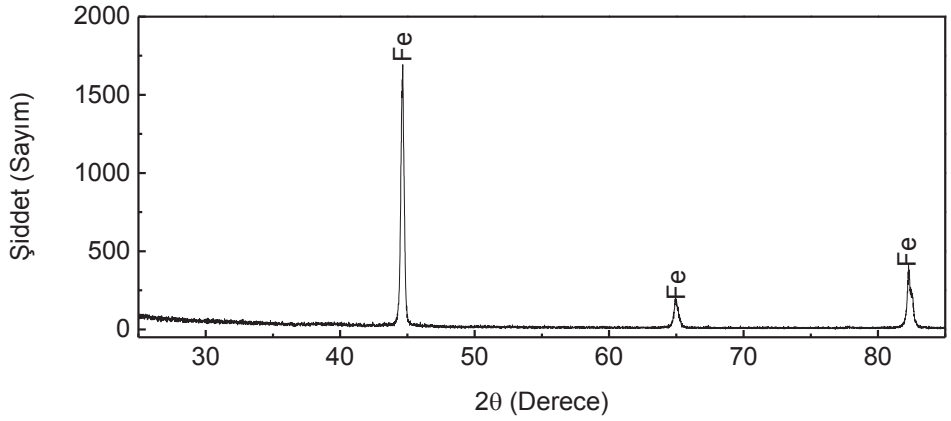
(a) (b) (c)

Şekil 5.74. MD4 bileşime sahip 1250°C'de (a) 2 saat, (b) 4 saat ve (c) 6 saat sinterlenmiş numunelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizi.

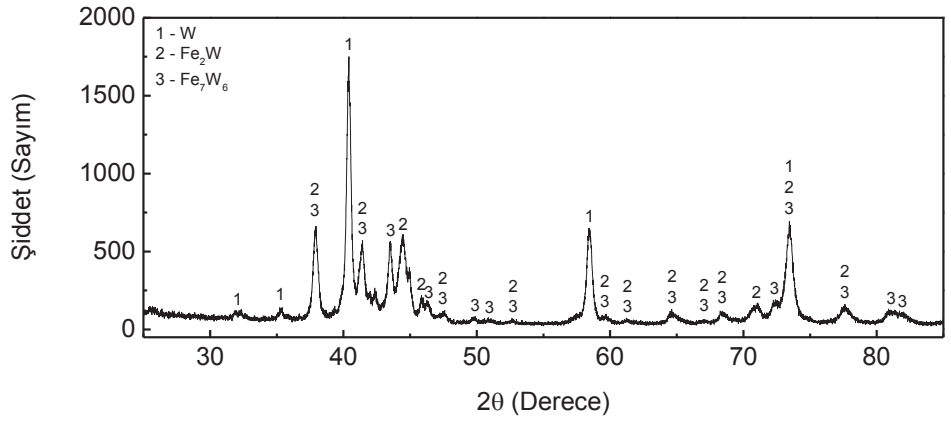
5.4. Faz Analizleri

5.4.1. Başlangıç tozlarının faz analizleri

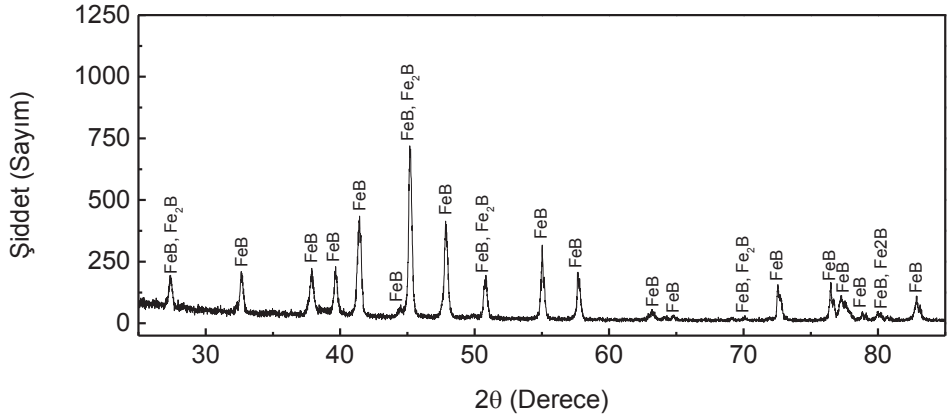
Mekanik alaşımlama işleminde kullanılan 75 µm'den küçük boyuttaki demir (ASC 100.29), ferro-bor ve ferro-tungsten tozlarının x-ışını difraksiyon analizleri gerçekleştirilmiştir. Yapılan analiz sonucunda, demir tozunun yalnızca Fe fazını içerdiği tespit edilmiştir (Şekil 5.75). Ferro-tungsten tozlarına ait x-ışını difraksiyon paterni Şekil 5.76'da verilmiştir. Yapılan analiz sonucunda, ferro-tungsten tozunun W, Fe_2W ve Fe_7W_6 fazlarını içerdiği sonucuna varılmıştır. Ferro-bor tozlarına ait x-ışını difraksiyon paterni Şekil 5.77'de verilmiştir. Yapılan analiz sonucunda, ferro-bor tozunun FeB ve eser miktarda Fe_2B fazını içerdiği tespit edilmiştir.



Şekil 5.75. Demiz tozu (ASC 100.29) x-ışını difraksiyon paterni.



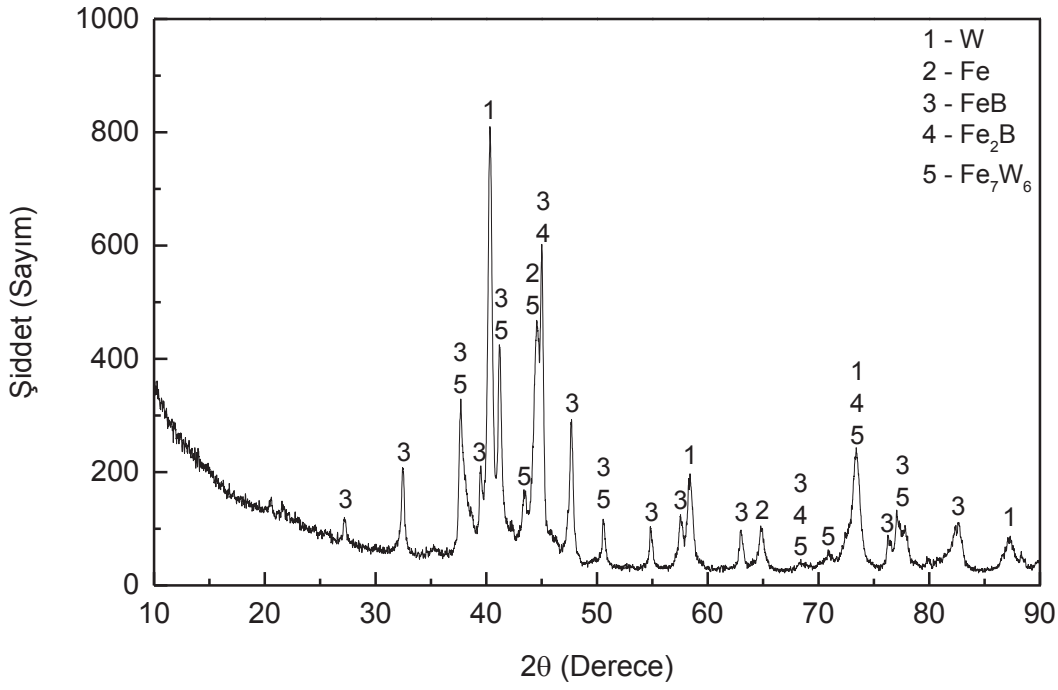
Şekil 5.76. Ferro-tungsten tozu x-ışını difraksiyon paterni.



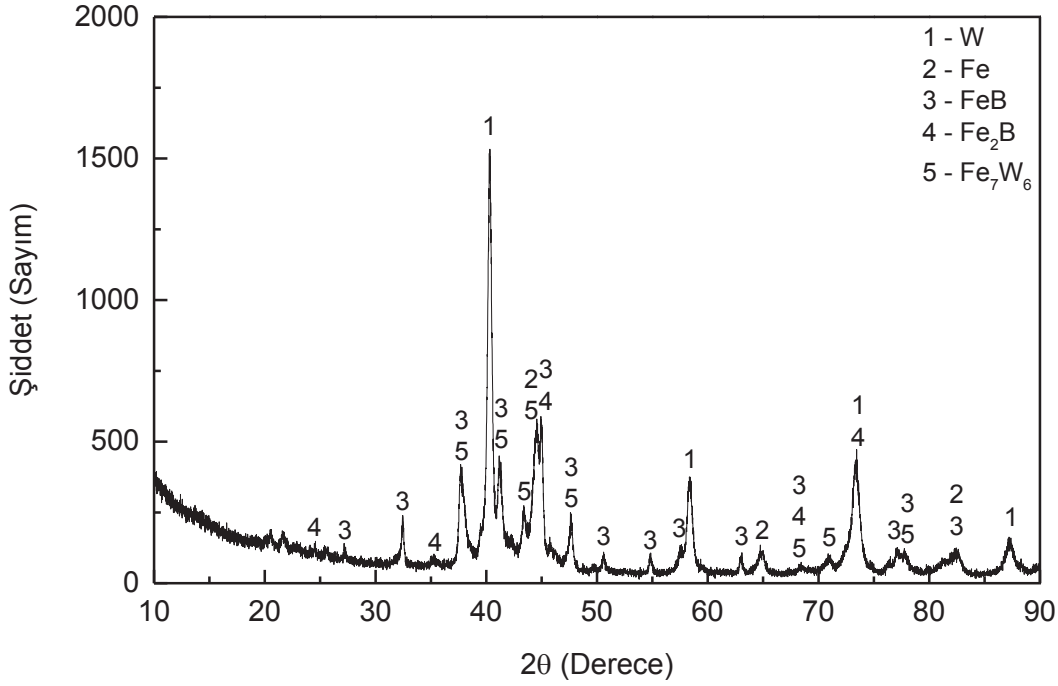
Şekil 5.77. Ferro-bor tozu x-ışını difraksiyon paterni.

5.4.2. Ön alaşımlandırılmış tozların faz analizleri

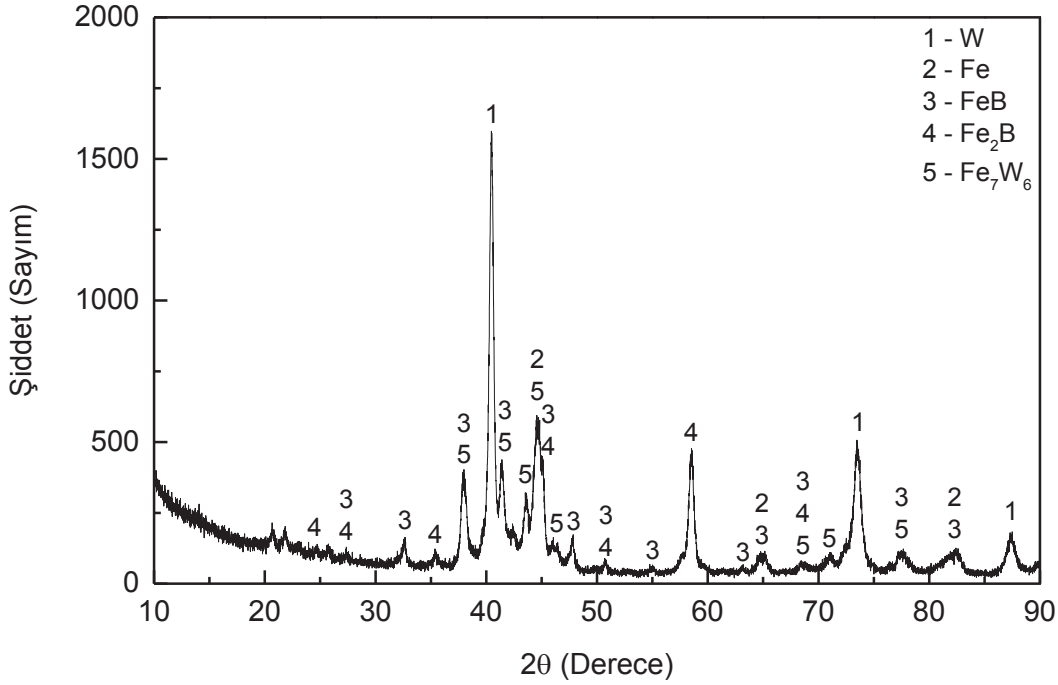
MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimine sahip toz karışımlarından 20 saat mekanik alaşımlama sonrasında ön alaşımlandırılmış tozlardan elde edilen XRD analizleri sırasıyla Şekil 5.78-5.81'de verilmiştir. MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimindeki kompozit karakterdeki ön alaşımlandırılmış tozların faz analizleri sonucunda farklı oranlarda W, Fe, FeB, Fe_2B ve Fe_7W_6 fazlarını içerdiği tespit edilmiştir.



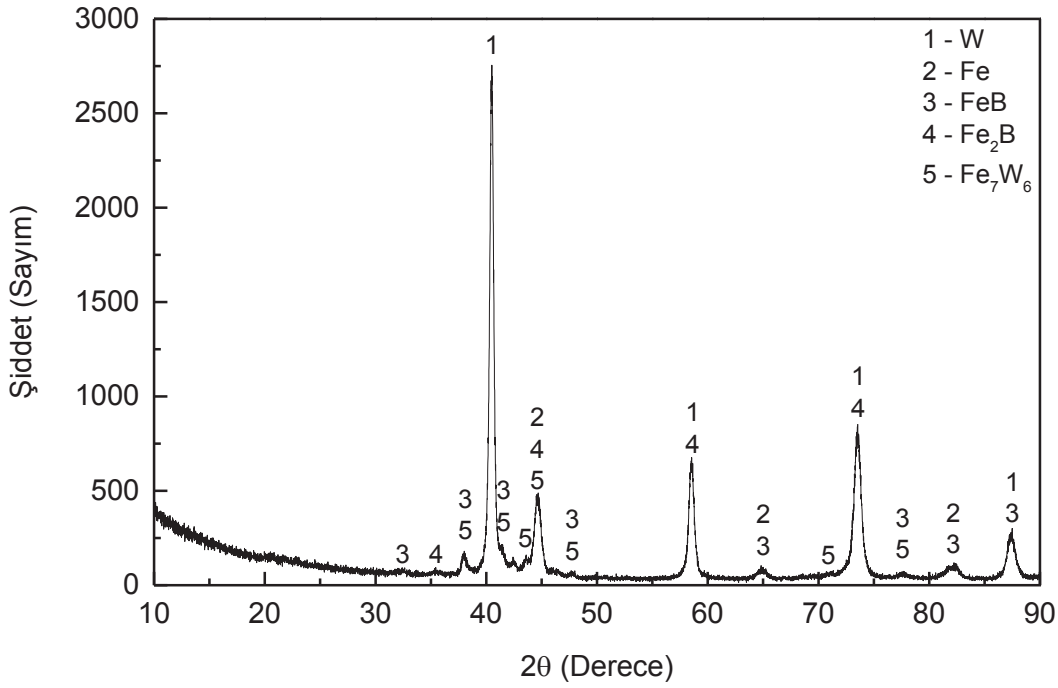
Şekil 5.78. MD1 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların x-ışını difraksiyon paterni.



Şekil 5.79. MD2 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların x-ışını difraksiyon paterni.



Şekil 5.80. MD3 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların x-ışını difraksiyon paterni.



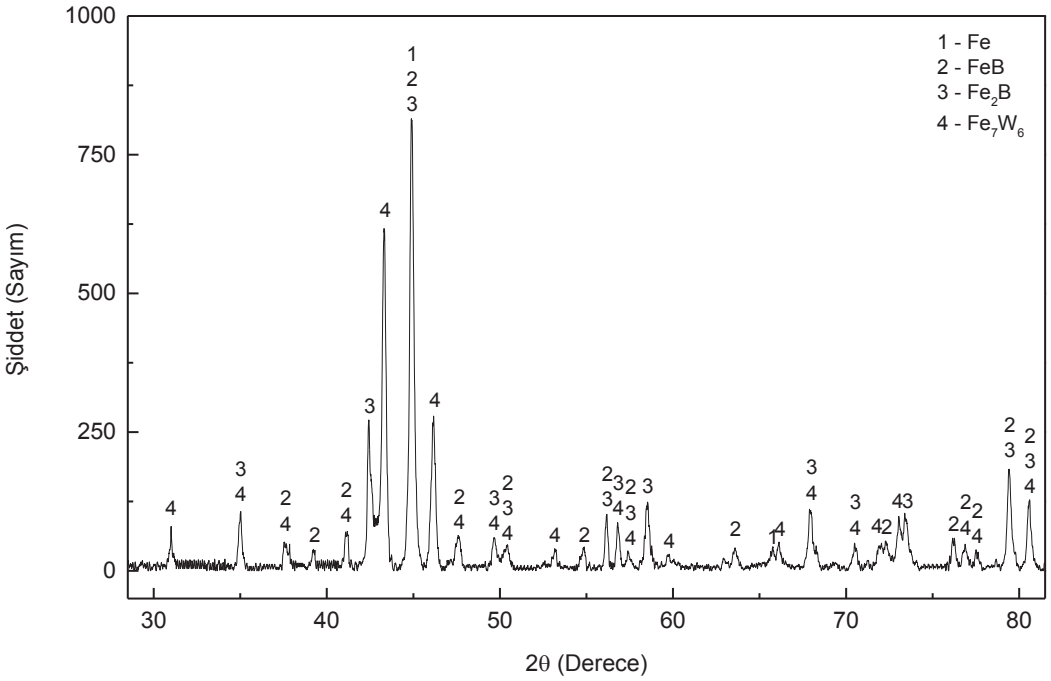
Şekil 5.81. MD4 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların x-ışını difraksiyon paterni.

5.4.1. Kompozit malzemelerin faz analizleri

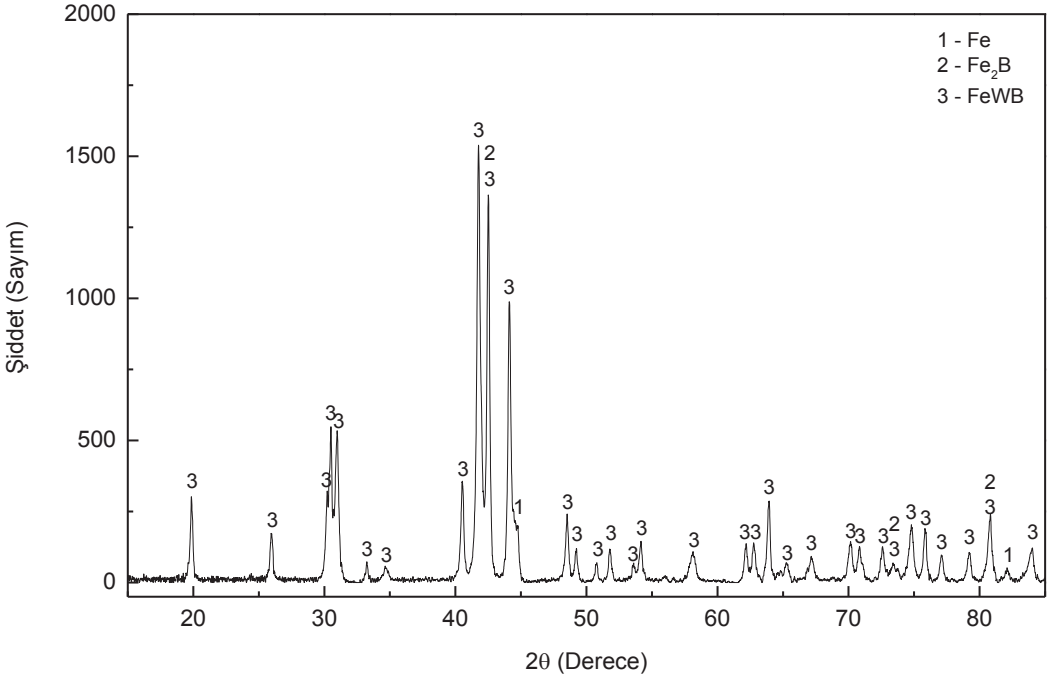
MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimleri şeklinde MA ile üretilen ve Ø5x15mm boyutlarında silindirik şekilde basıldıktan sonra 1200 °C'de 360 dk sinterlenen kompozit malzemelerin faz analizleri gerçekleştirilmiştir.

MD1 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların 1200 °C'de 360 dk sinterlenmesi ile üretilen malzemelerde Fe, FeB, Fe_2B ve Fe_7W_6 fazları tespit edilmiştir (Şekil 5.82). MD2 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların sinterlenmesi ile üretilen malzemelerde FeWB fazının yanı sıra eser miktarda Fe ve Fe_2B fazları tespit edilmiştir (Şekil 5.83). Çalışmada hedeflenen Fe-W-B esaslı in-situ kompozit malzemenin MD2 bileşiminde elde edildiği ve FeWB fazını içerdiği tespit edilerek ve literatür araştırmalarında karşılaşılan faz sonuçlarıyla uyum içerisinde olduğu görülmektedir [31,32]. MD3 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış tozların sinterlenmesi ile üretilen malzemelerin XRD analizinde W, Fe_2W, Fe_7W_6 ve FeWB fazları tespit edilmiştir (Şekil 5.84). MD4 bileşimine sahip ön alaşımlandırılmış

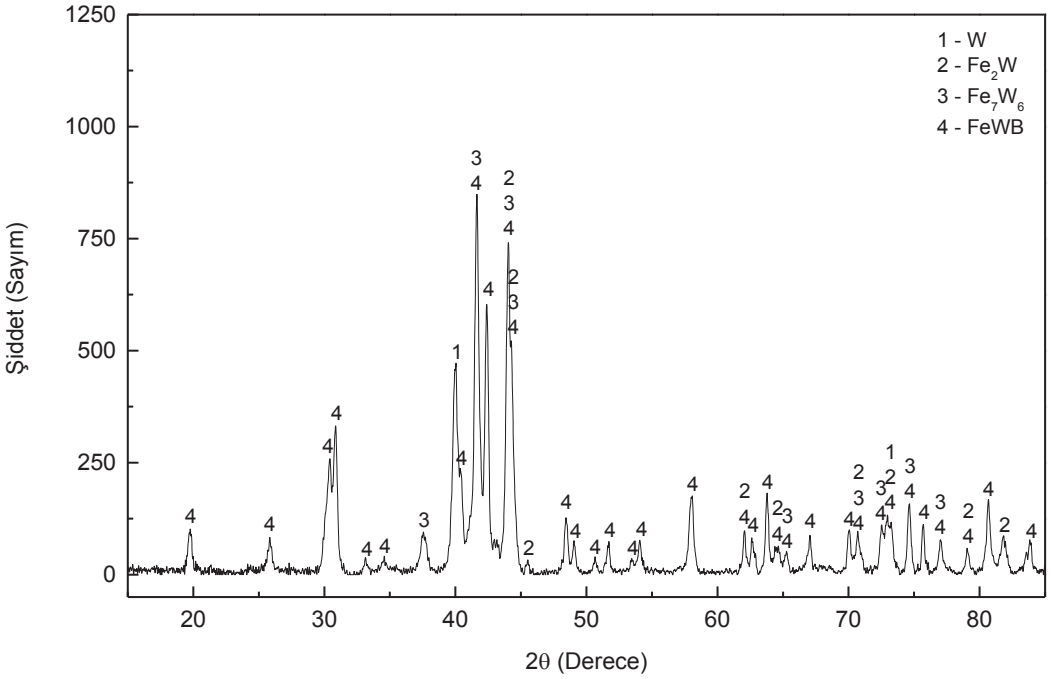
tozların sinterlenmesi ile üretilen malzemelerin XRD analizinde W, Fe_7W_6 ve FeWB fazları tespit edilmiştir (Şekil 5.85).



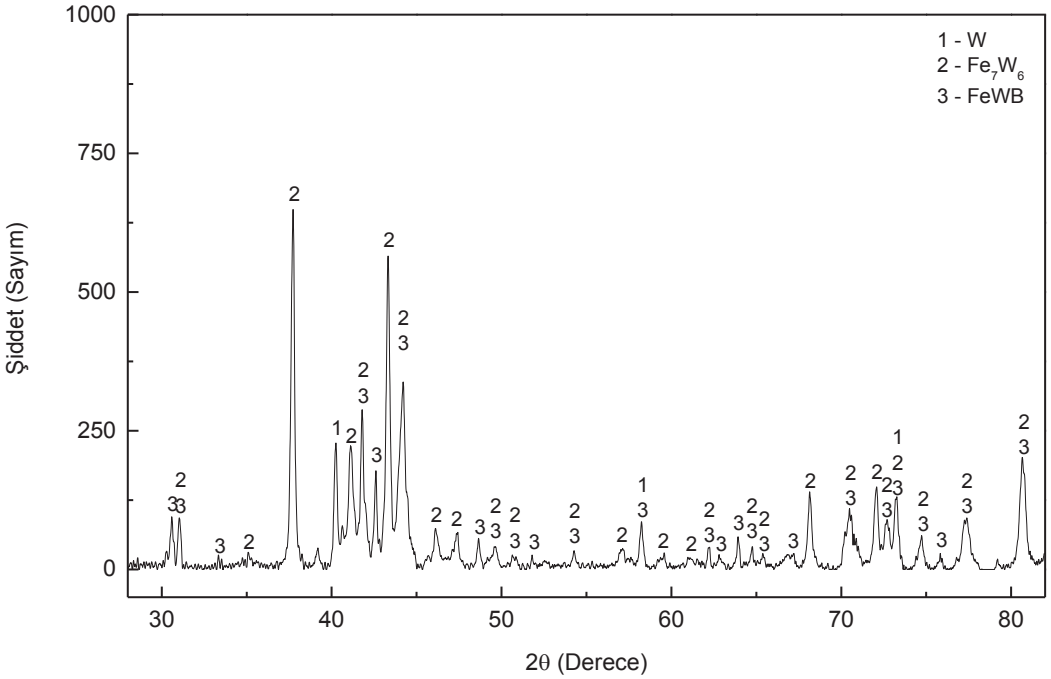
Şekil 5.82. 1200 °C'de 360 dk sinterlenen MD1 bileşime sahip in-situ kompozit malzemenin XRD paterni.



Şekil 5.83. 1200 °C'de 360 dk sinterlenen MD2 bileşime sahip in-situ kompozit malzemenin XRD paterni.



Şekil 5.84. 1200 °C'de 360 dk sinterlenen MD3 bileşime sahip in-situ kompozit malzemenin XRD paterni.



Şekil 5.85. 1200 °C'de 360 dk sinterlenen MD4 bileşime sahip in-situ kompozit malzemenin XRD paterni.

5.5. Sertlik Değerleri

1200 ve 1250 °C'de 120, 240 ve 360 dk süreyle sinterlenerek üretilen MD1, MD2 ve MD3 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerden alınan sertlik değerleri Tablo 5.4'te verilmiştir. MD4 bileşimine sahip numunelerde sinterleme tam olarak gerçekleşmediği için bu malzemelerin sertlik değerleri ölçülememiştir. Numunelerin sertlik değerleri genellikle sinterleme süresindeki artışla birlikte artmaktadır. Ayrıca, malzemelerde tespit edilen porozite, malzemenin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir.

MD1 bileşimine sahip farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen in-situ kompozit malzemelerin optik mikroskop ve SEM incelemelerinde elde edilen görüntülerde beyaz renkte görünen fazlardan alınan mikro sertlik değerlerinin 2362-2565 $HV_{0.05}$ aralığında olduğu tespit edilmiştir. Mikro sertlik değerlerinin yüksek olmasına rağmen, bu malzemelerde sinterlemenin iyi bir şekilde gerçekleşmediği yoğunluk ölçümleri, optik mikroskop ve SEM analizlerinde ortaya konmuştur. MD2 bileşimine sahip farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen in-situ kompozit malzemelerin optik mikroskop ve SEM incelemelerinde elde edilen görüntülerde beyaz renkte görünen ve matrisi oluşturan fazın mikro sertlikleri sırasıyla 1815-1872 $HV_{0.05}$ ve 1345-1388 $HV_{0.05}$ aralığında olduğu tespit edilmiştir. MD3 bileşimine sahip farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen in-situ kompozit malzemelerin optik mikroskop ve SEM incelemelerinde elde edilen görüntülerde beyaz renkte görünen fazlardan alınan mikro sertlik değerlerinin üretilen diğer malzemelere göre daha düşük olduğu ve 625-772 $HV_{0.05}$ aralığında olduğu tespit edilmiştir. Bu bileşime sahip numunelerde sinterlemenin tam olarak gerçekleşmemesi ve istenilen fazların oluşmaması nedeniyle sertlik değerlerinin düşük olduğu düşünülmektedir. Yapılan incelemelerde yoğunluk değerlerinin artış gösterdiği durumlarda sertlik değerlerinin de artış gösterdiği tespit edilmiştir.

Tablo 5.4. Kompozit malzemelerin sertlik değerleri

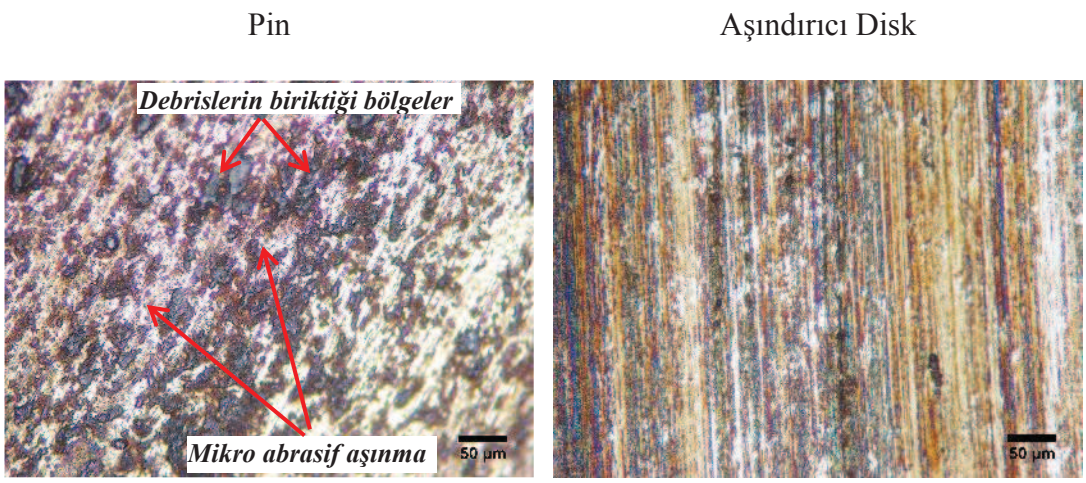
Kompozit Malzeme	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Açıklama	Mikrosertlik Değerleri ($HV_{0.05}$)		
			Sinterleme Süresi (dk)		
			120	240	360
MD1	1200	Beyaz Faz	2474,00 ± 93,51	2565,50 ± 74,26	2497,00 ± 86,02
	1250	Beyaz Faz	2362,75 ± 72,67	2452,00 ± 73,15	2421,25±70,26
MD2	1200	Beyaz Faz	1815,60 ± 79,59	1825,17 ± 78,62	1832,00 ± 76,95
		Matris	1345,00 ± 36,37	1300,67 ± 67,58	1388,33 ± 81,22
	1250	Beyaz Faz	1818,00 ± 85,46	1864,80 ± 52,07	1872,75±55,24
		Matris	1388,00 ± 68,86	1369,33 ± 84,11	1372,45±52,65
MD3	1200	Beyaz Faz	735,75 ± 87,85	752,5 ± 40,78	772,20 ± 67,66
	1250	Beyaz Faz	627,50 ± 72,51	633,50 ± 71,95	625,47±70,28

5.6. Aşınma Özellikleri

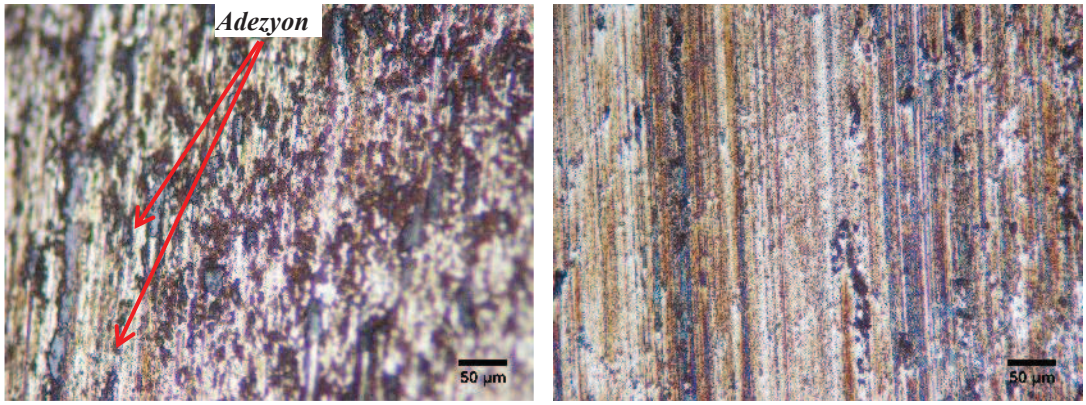
Mekanik alaşımlama ile üretilen tozların 1200 °C ve 1250 °C'de 360 dk sinterlenmesi ile üretilen MD2 bileşimine sahip Fe-W-B esaslı in-situ kompozit malzemeler pin olarak kullanılarak ıslah edilmiş AISI 52100 çeliğinden imal edilmiş diske karşı (62,5 HRc) aşınma deneyine tabi tutulmuştur. Aşınma deneyleri 0,5 m/s, 1 m/s ve 2 m/s hızlarda ve 5 N, 10 N ve 15 N yükler altında 1000 m kayma mesafesinde gerçekleştirilmiştir. Üretilen kompozit karakterdeki malzemelerin aşınma oranlarının kıyaslanabilmesi için benzer şekilde AISI 52100 çeliğinden imal edilmiş aşınma diskine karşı AISI M50 takım çeliği aşınma deneylerine tabi tutulmuştur. Aşınma deneylerine tabi tutulan malzemelerin ve aşındırıcı diskin optik mikroyapı görüntüleri Şekil 5.86-5.94'te görülmektedir.

Aşınma deneyleri sonucunda M50 çeliğinden imal edilen pinlerin yüzeyinde gerçekleşen aşınma izleri incelendiğinde (Şekil 5.86) yüzeyde var olan tepe noktalarının aşındığı ve çukur (vadi) kısımlarda aşınmadan kaynaklanan debrislerin (Şekil 5.86a) biriktiği görülmektedir. Aşınmanın daha çok mikro abrasif karakterde (parlatma-polishing) (Şekil 5.86a) olduğu, buna karşılık adesiv (Şekil 5.86b) aşınmaların da görüldüğü tespit edilmiştir. AISI 52100 disk malzemeler incelendiğinde daha çok abrasif karakterle beraber kısmi olarak adesiv aşınmaların da olduğu bir aşınma davranışı görülmektedir. Bununla birlikte renk değişimleri dikkate alındığında oksidasyonun varlığı görülmektedir. Meydana gelen aşınmanın

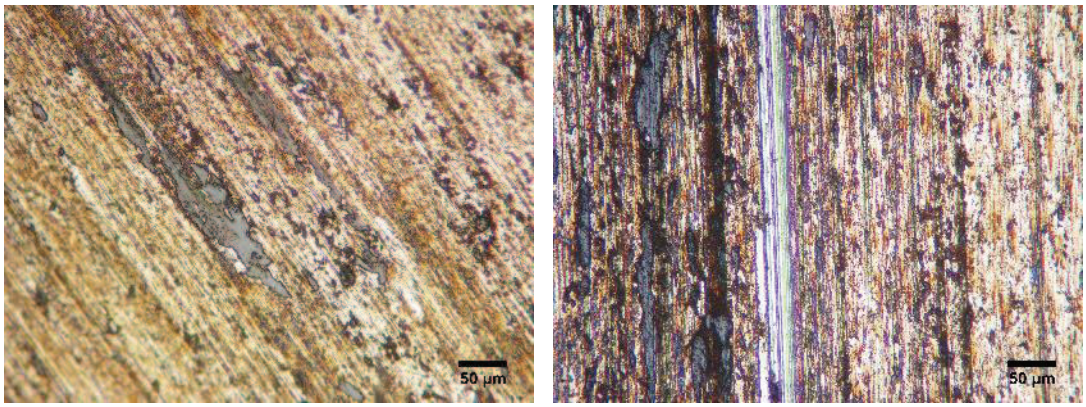
daha çok abrasif oksidatif karakterli olduğu, mikroyapıda yer yer dalgalanmaların (Şekil 5.86 b) görülmesi adhesiv karakterli bir aşınmanın sistemde etkin bir şekilde varlığını göstermektedir. Bununla birlikte disk malzemelerin yüzeyinde sıvanmış durumdaki koyu gri renkte demir oksit yapıları özellikle yüksek yüklerde ortaya çıkmaktadır (Şekil 5.86 c). Yük artışına bağlı olarak pin malzemelerin mikro abrasif-adesiv aşınmadan daha çok abrasif-adesiv karakterde bir aşınma yapısına doğru değiştiği belirgin olarak görülmektedir.



(a)



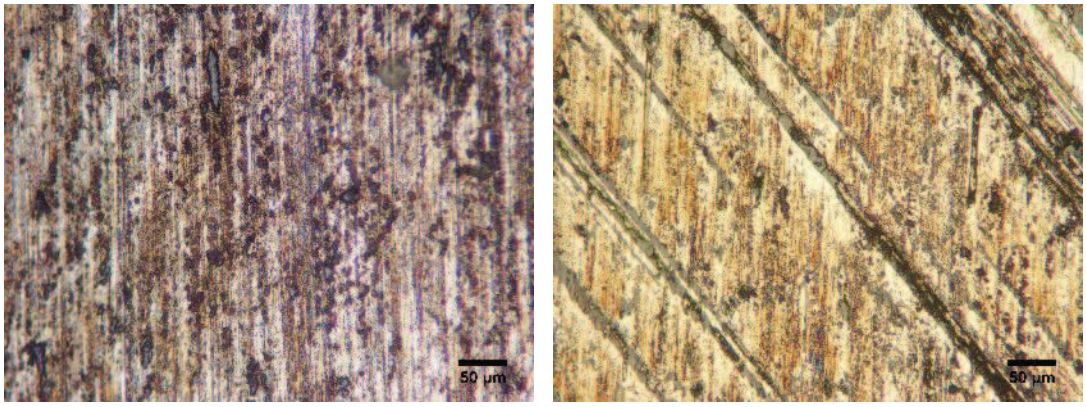
(b)



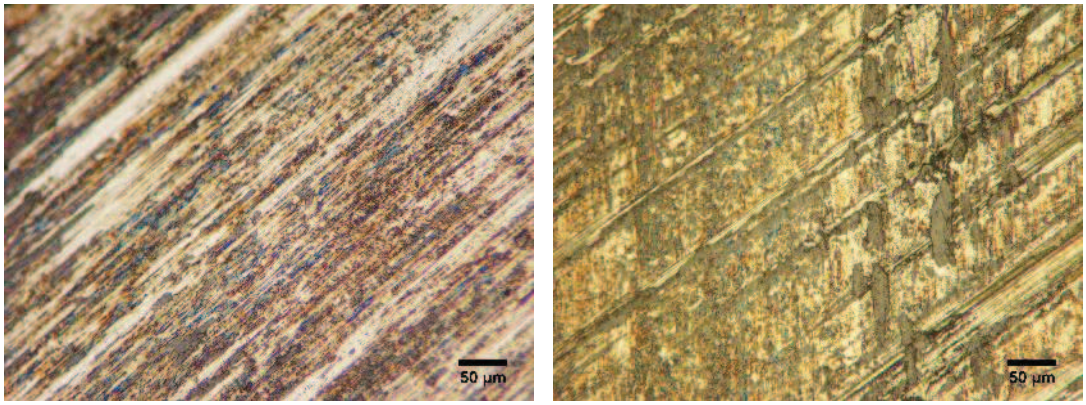
(c)

Şekil 5.86. 0,5 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında AISI M50 pin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri.

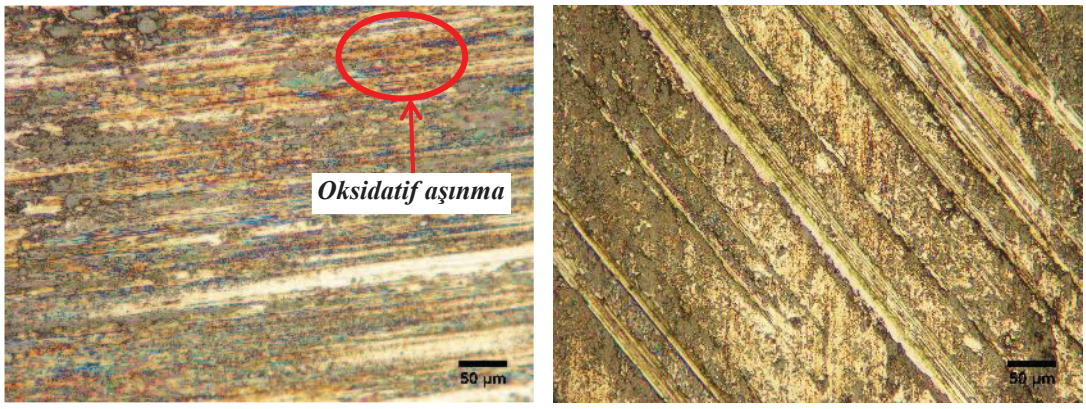
Pin Aşındırıcı Disk



(a)



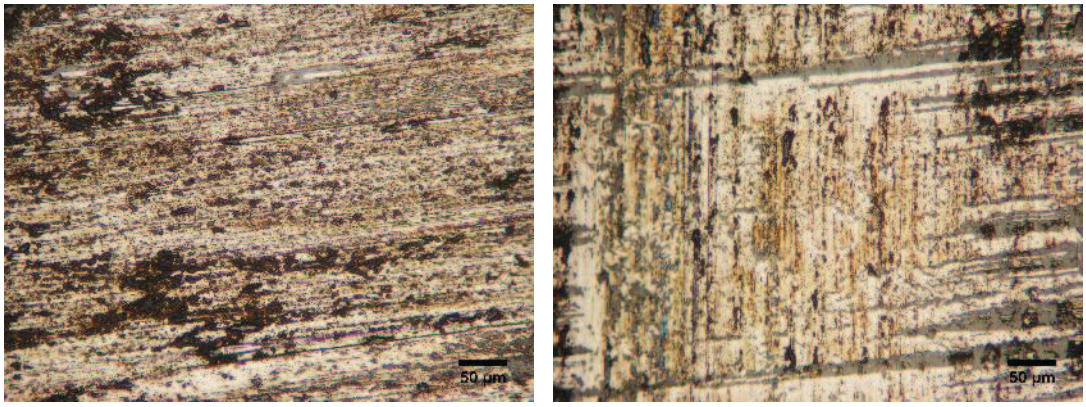
(b)



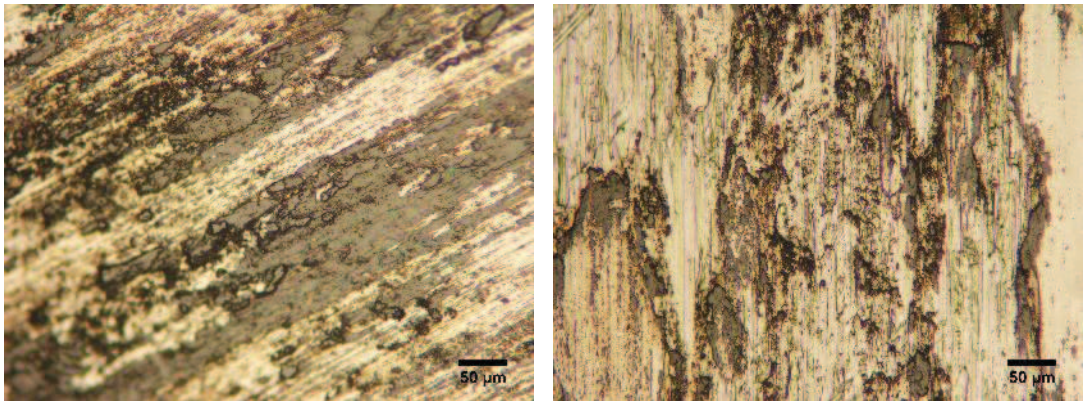
(c)

Şekil 5.87. 1 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında AISI M50 pin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri.

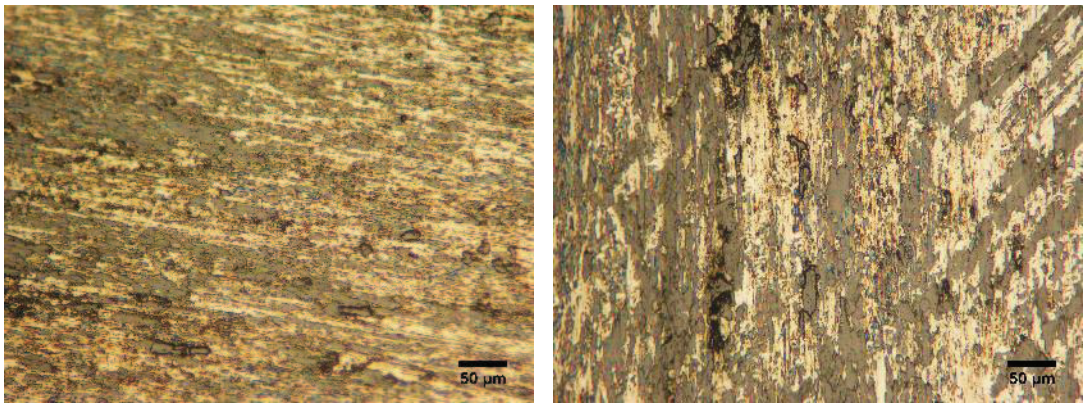
Pin Aşındırıcı Disk



(a)



(b)



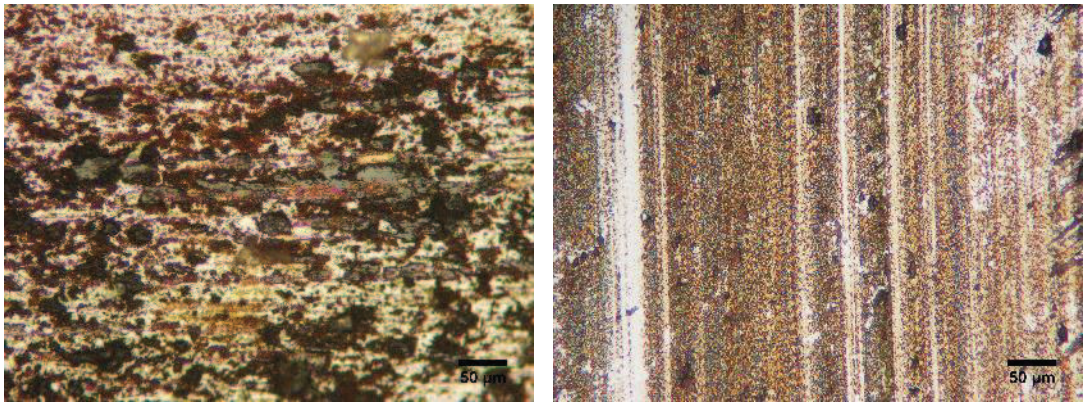
(c)

Şekil 5.88. 2 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında AISI M50 pin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri.

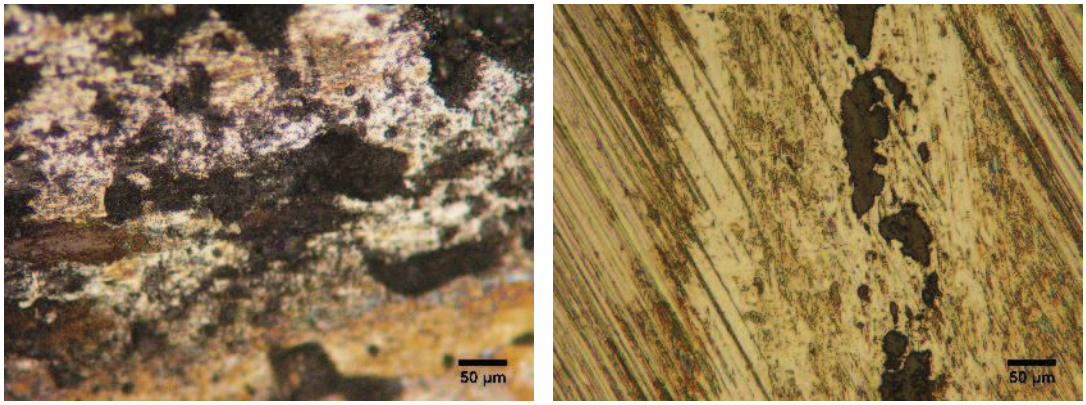
1200 °C ve 1250 °C'de 360 dk sinterlenen in-situ kompozit Fe-W-B alaşımlarından imal edilen pinlerin aşınma izleri incelendiğinde aşınmanın çok az olduğu özellikle tepe noktalarda parlatma şeklinde ortaya çıktığı buna karşılık disk malzemelerden kaynaklanan aşınma ürünlerinin kuytu bölgelerde ve vadilerde sıvanarak biriktiği tespit edilmiştir. Malzemelerin optik mikroyapılarında görülen (Şekil 5.89-5.94) beyaz bölgeler aşınma bölgelerini, gri renkte görülen bölgeler ise gözenek veya çukur kalan yerlerde diskten koparak sıvanan ve biriken bölgeleri göstermektedir. Optik mikroyapılar incelendiğinde, çelik diskin aşınması sonucu oluşan FeO numune üzerine sıvanmıştır. Ancak artan yüke bağlı olarak aşınmanın belirgin bir şekilde arttığı, parlatma şeklinde mikro abrasif aşınmaların etkin rol oynadığı ve artan yük ile birlikte yüzeyde oluşan renk değişimlerinden de anlaşılacağı üzere oksidasyonun meydana geldiği ve aşınmanın daha çok mikro abrasif karakterde olduğu tespit edilmiştir. AISI 52100 aşındırıcı disk malzeme incelendiğinde adhesiv-abrasif aşınmanın varlığı ve renk değişimine bağlı olarak mikro abrasif ve oksidatif aşınmanın etkin rol oynadığı, bununla birlikte abrasif karakterli derin çiziklerin varlığı tespit edilmiştir. Aşınma izlerinin daha derin olmasından dolayı kazıma şeklinde aşınmanın meydana geldiği anlaşılmaktadır. Bu da ağırlıklı olarak abrasif karakterde aşınma olduğunu göstermektedir.

1200 °C ve 1250 °C'de 360 dk sinterlenen MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerin 0,5 m/s hızda ve farklı yüklerde aşınma deneyleri sonucunda aşınma yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri ve EDS analizleri Şekil 5.95-5.100'de görülmektedir. SEM incelemelerinde elde edilen mikroyapılarda aşınmanın daha çok parlatma şeklinde gerçekleştiği ve artan yük ile birlikte yüzeyde nadiren görülen mikro abrasif ve oksidatif karakterde olduğu tespit edilmiştir. EDS analizlerinde elde edilen oksijen piklerinin varlığı aşınmanın oksidatif karakterde olduğunun göstergesidir. Ayrıca analizlerde demir ve oksijen piklerinin bulunması çelik diskin aşınması sonucu koparak numune yüzeyine sıvanan özellikle de gözeneklere dolan demir oksitin oluştuğunu teyit etmektedir. Bununla birlikte, sürtünme katsayısı ve aşınma oranı değerlerindeki düşüşten dolayı demir oksidin yanında bor esaslı oksidin de oluştuğu düşünülmektedir [33,34].

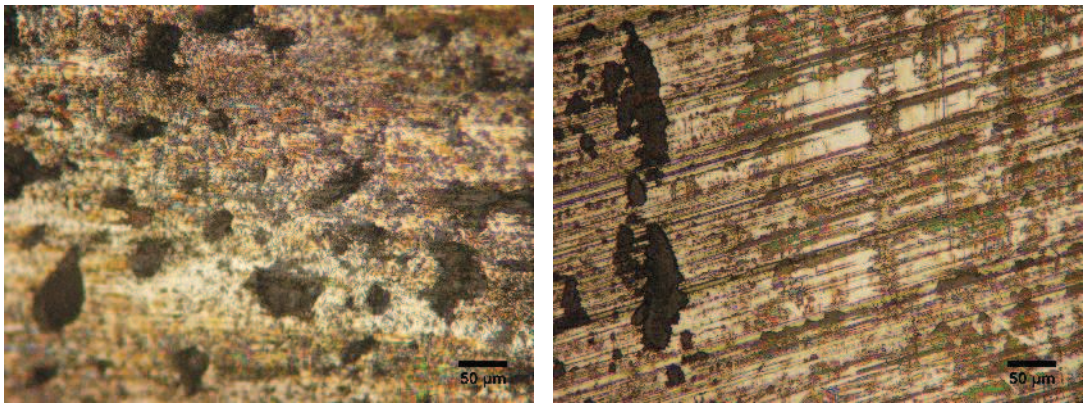
Pin Aşındırıcı Disk



(a)



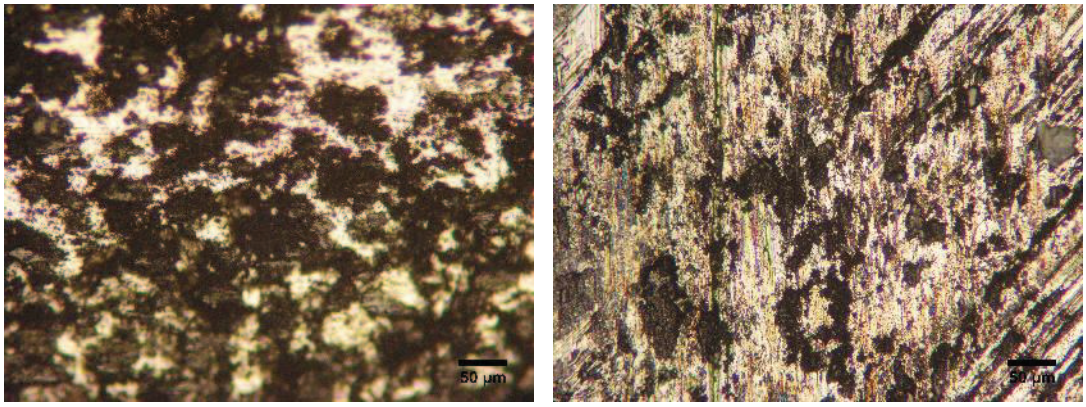
(b)



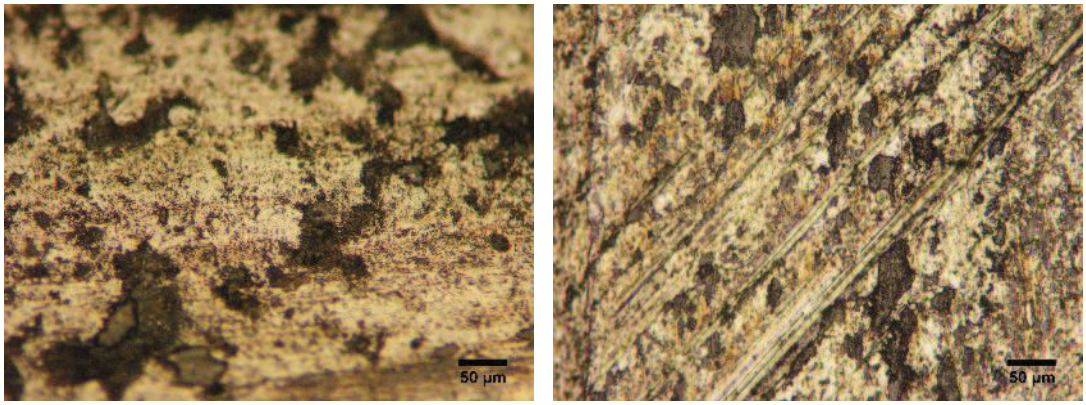
(c)

Şekil 5.89. 0,5 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında 1200 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri.

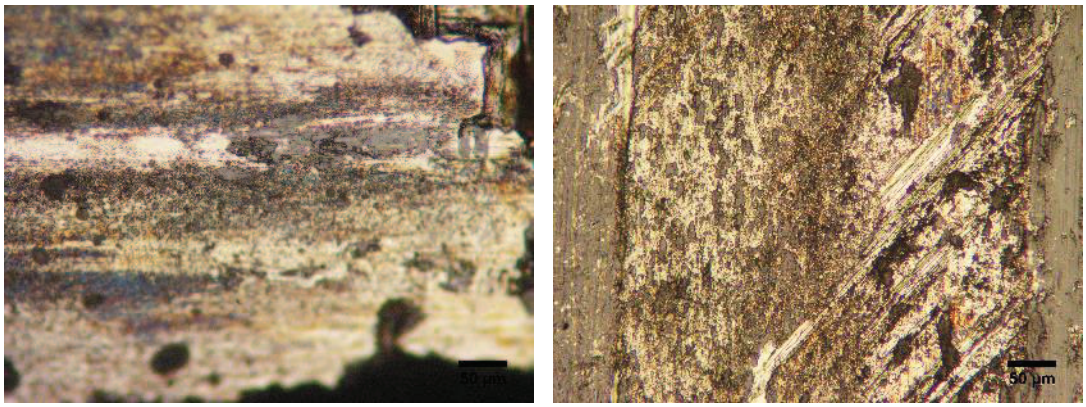
Pin Aşındırıcı Disk



(a)



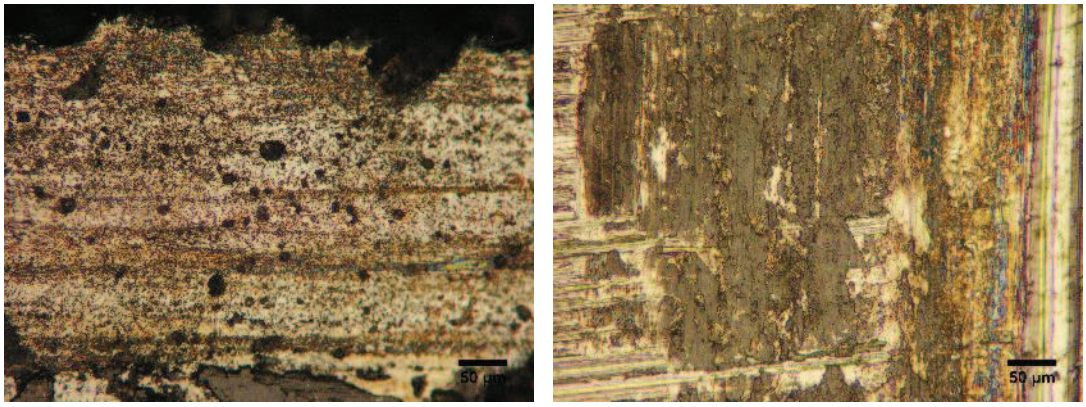
(b)



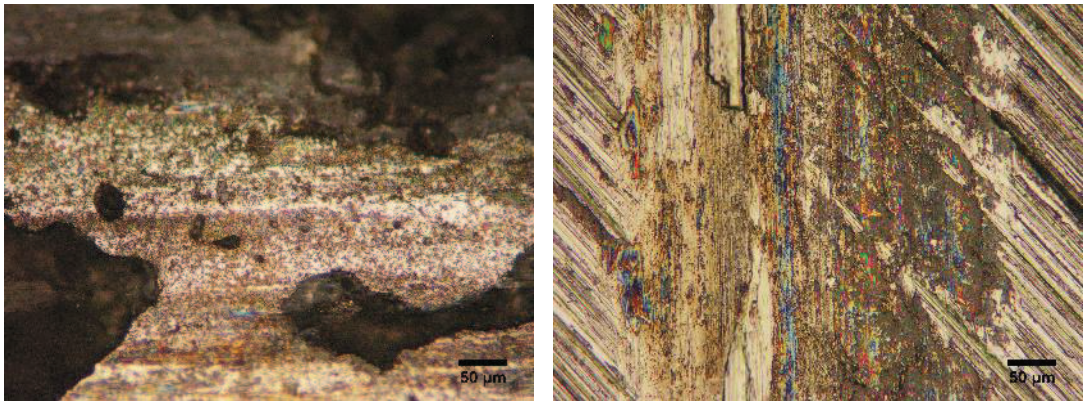
(c)

Şekil 5.90. 1 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında 1200 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri.

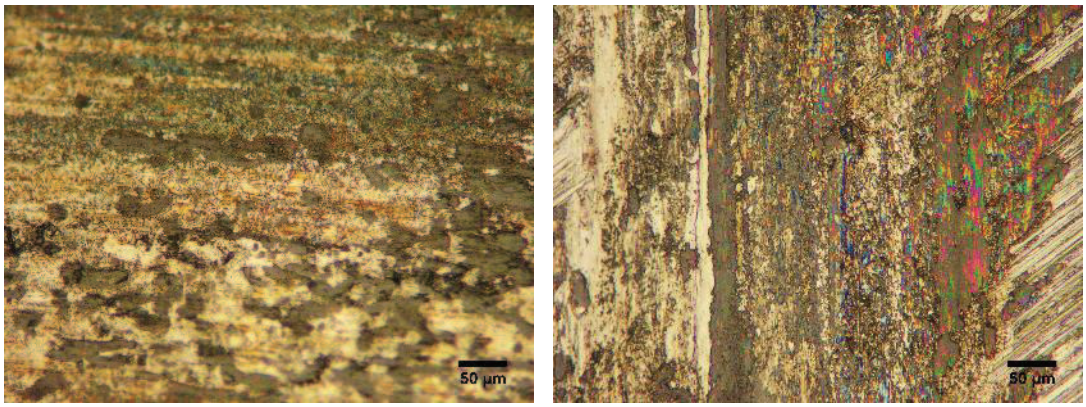
Pin Aşındırıcı Disk



(a)



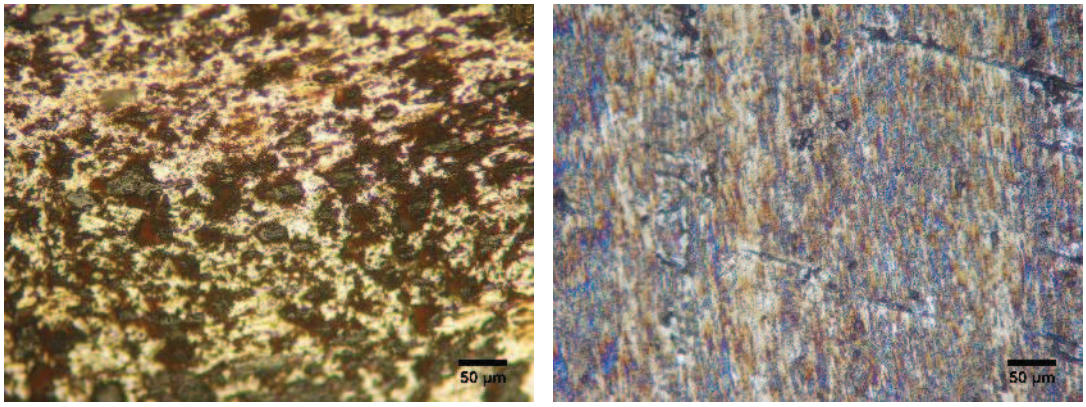
(b)



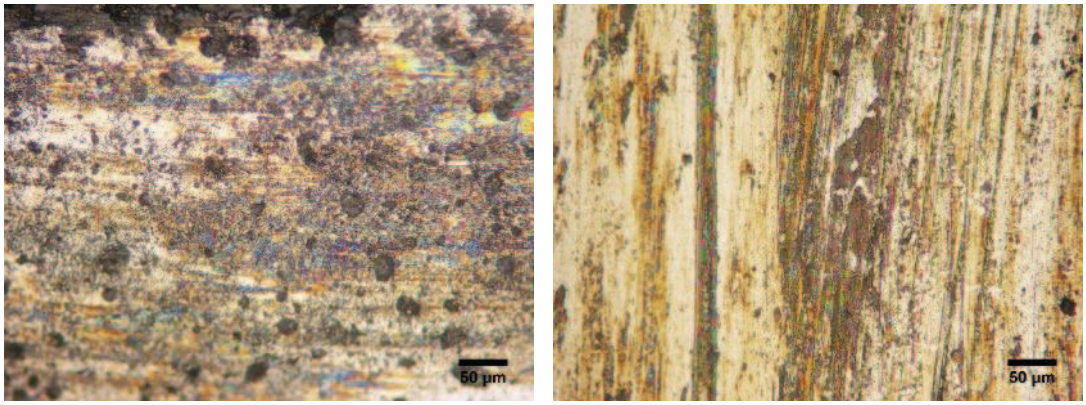
(c)

Şekil 5.91. 2 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında 1200 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri.

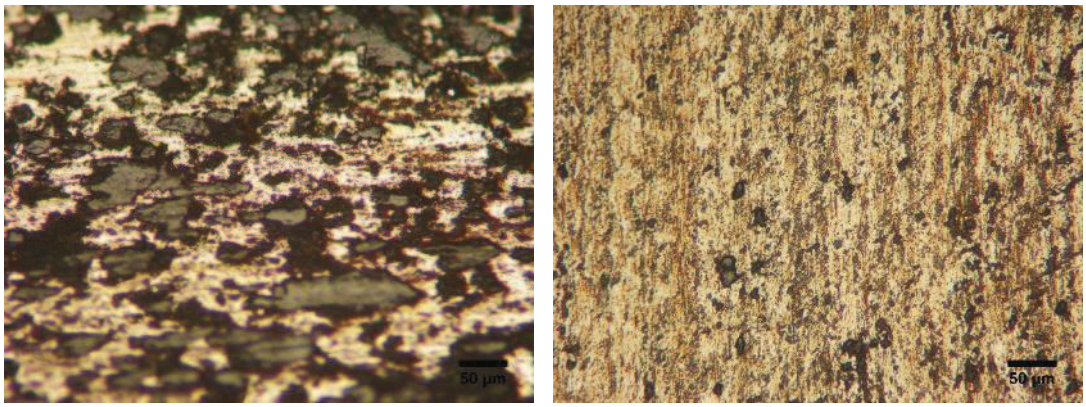
Pin Aşındırıcı Disk



(a)



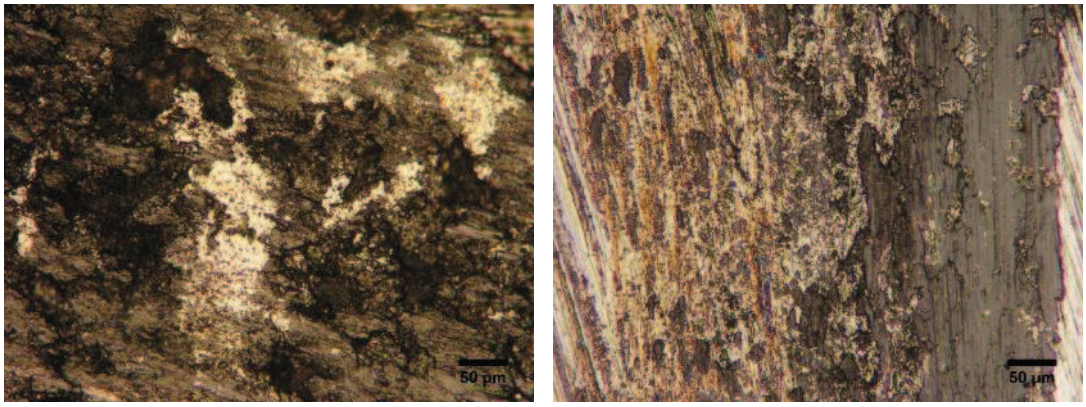
(b)



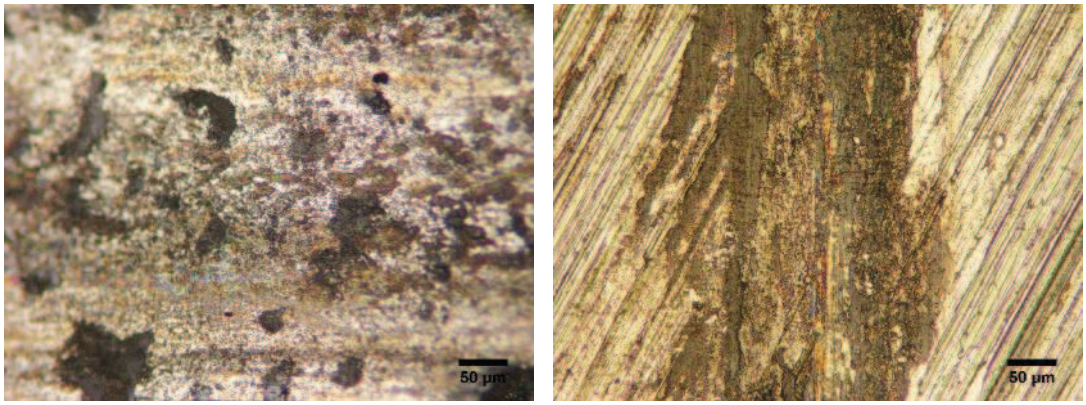
(c)

Şekil 5.92. 0,5 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında 1250 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri.

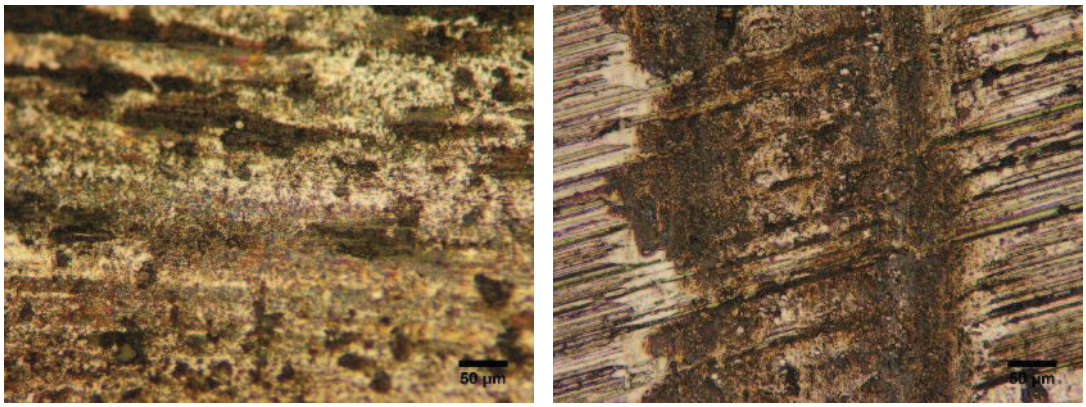
Pin Aşındırıcı Disk



(a)



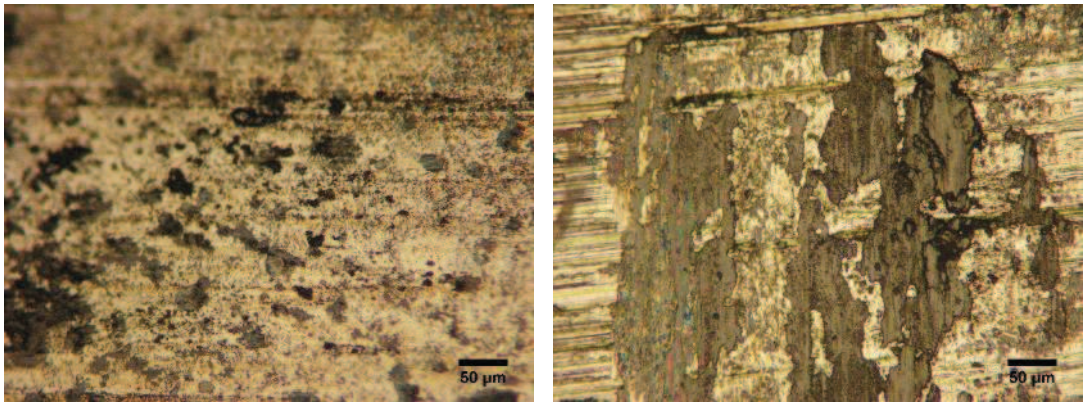
(b)



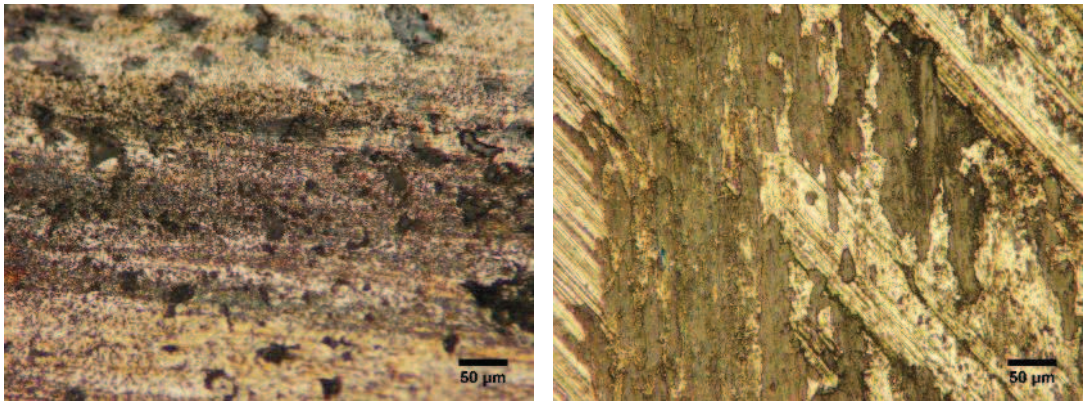
(c)

Şekil 5.93. 1 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında 1250 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri.

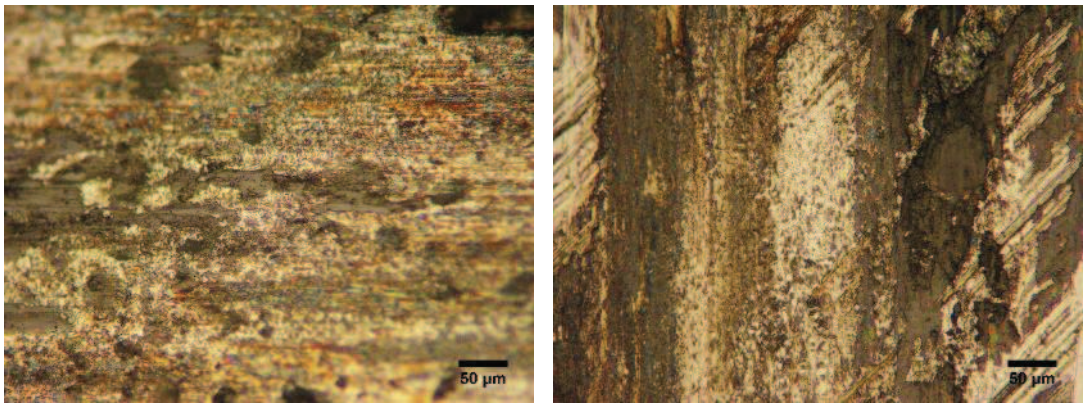
Pin Aşındırıcı Disk



(a)

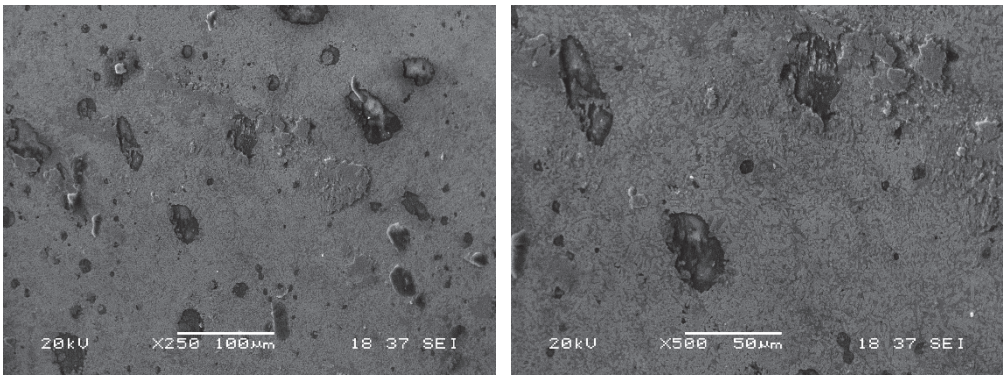


(b)

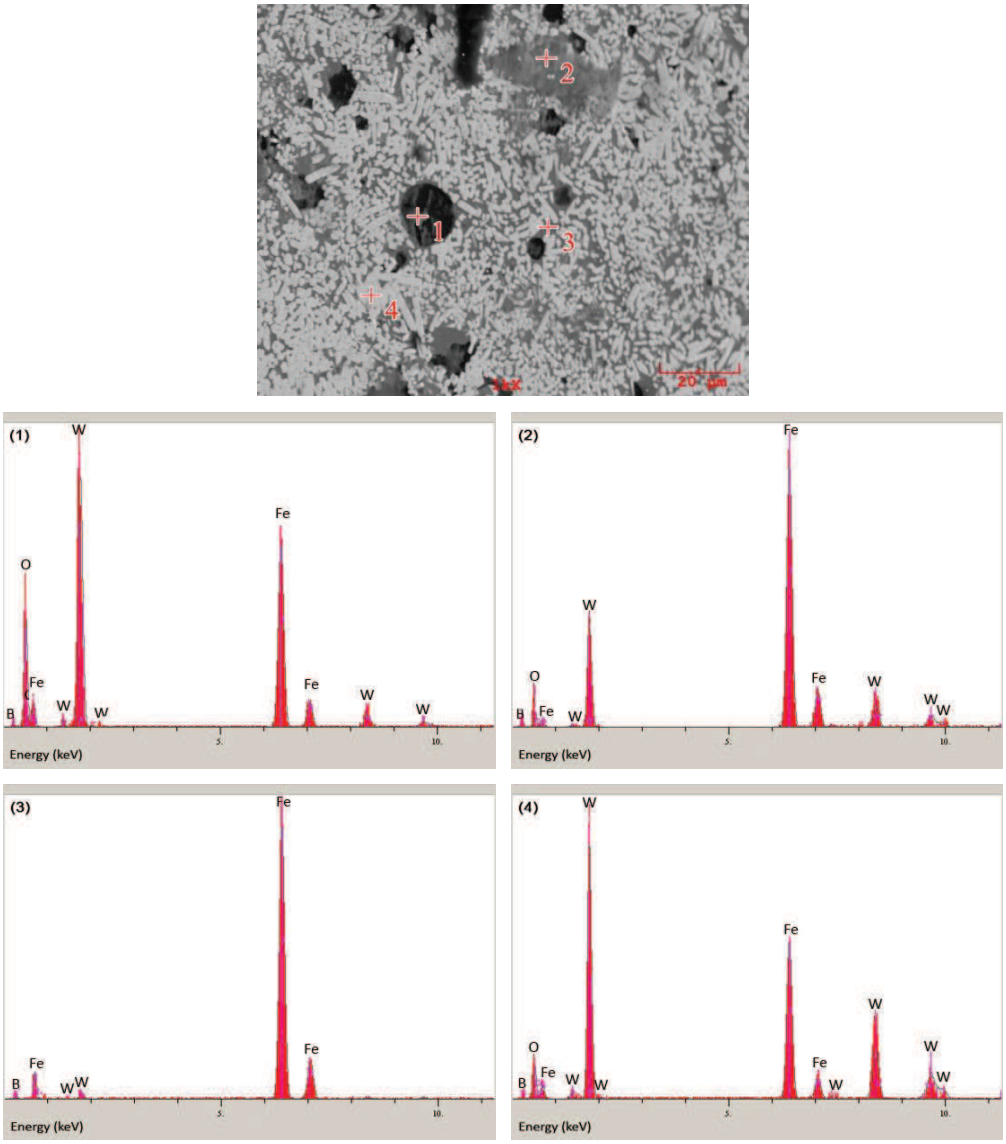


(c)

Şekil 5.94. 2 m/s kayma hızında (a) 5N, (b) 10N ve (c) 15 N yük altında 1250 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin ve AISI 52100 aşındırıcı diskin aşınma izleri.

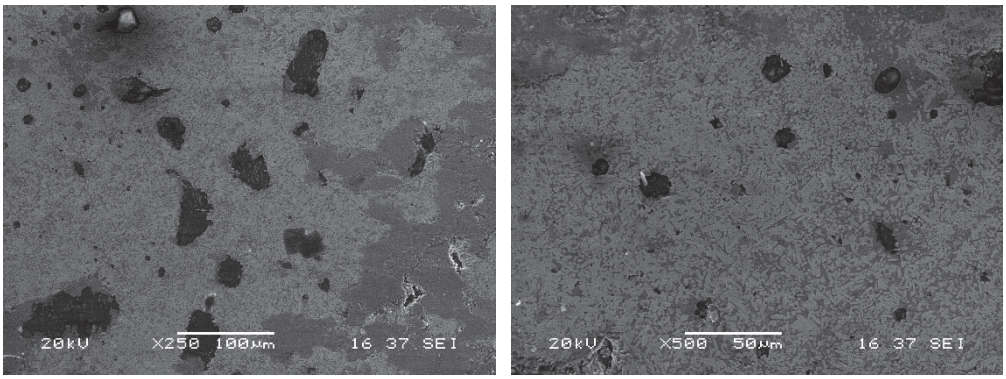


(a)

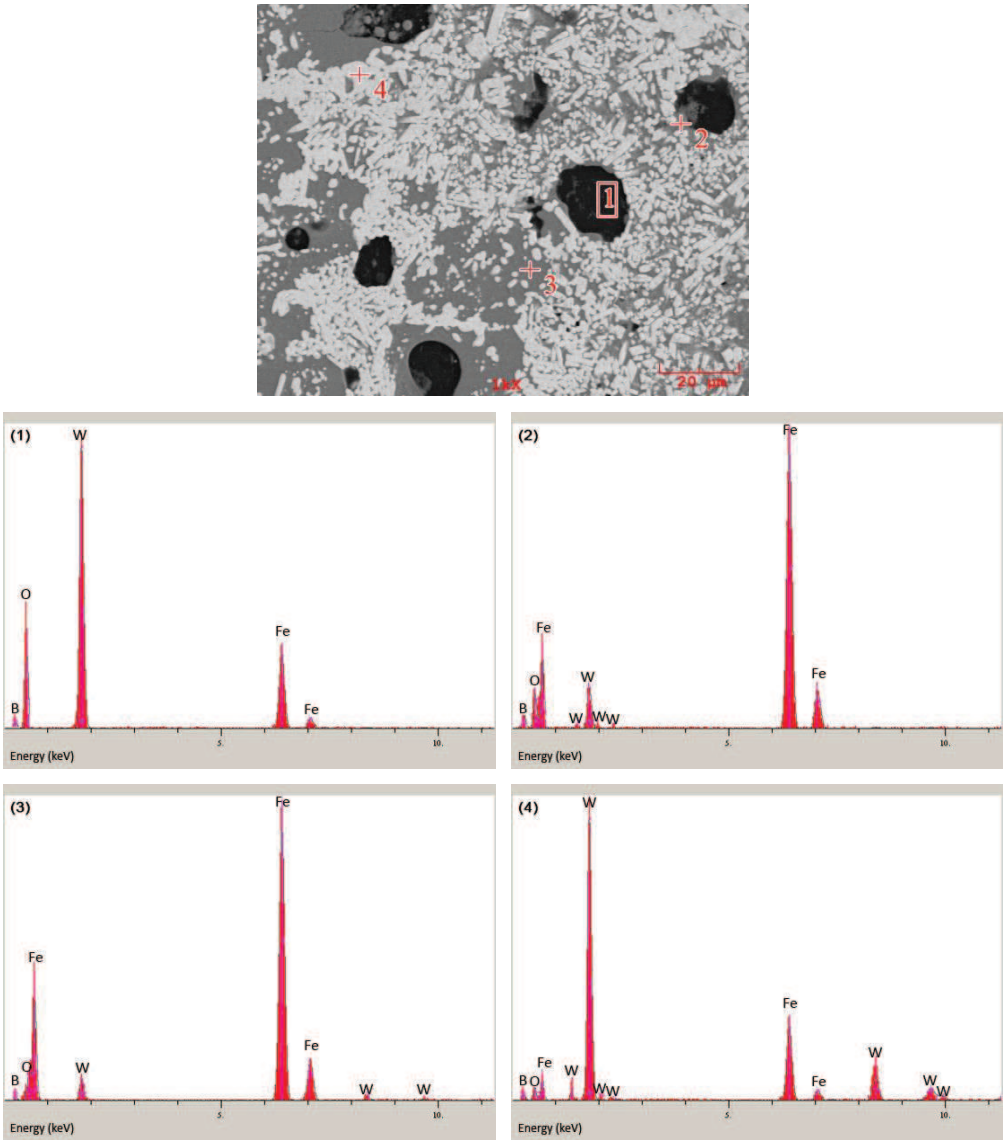


(b)

Şekil 5.95. 5N yük altında ve 0,5 m/sn hızda aşındırılan 1200 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin aşınma yüzeyinin (a) SEM mikroyapısı ve (b) EDS analizleri.

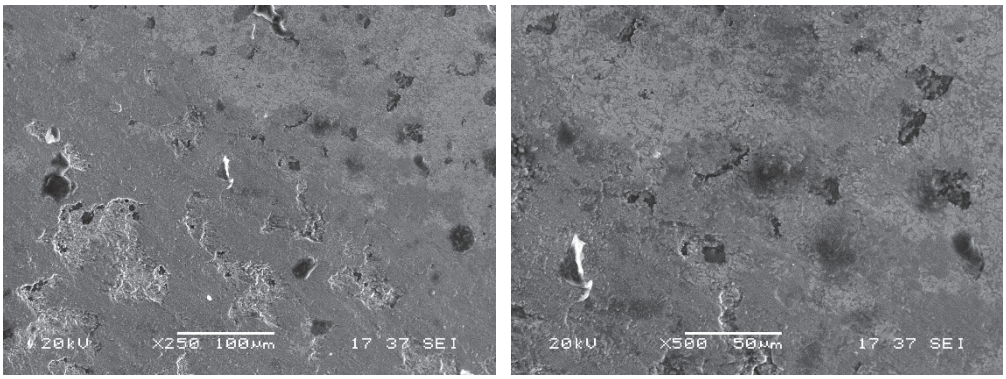


(a)

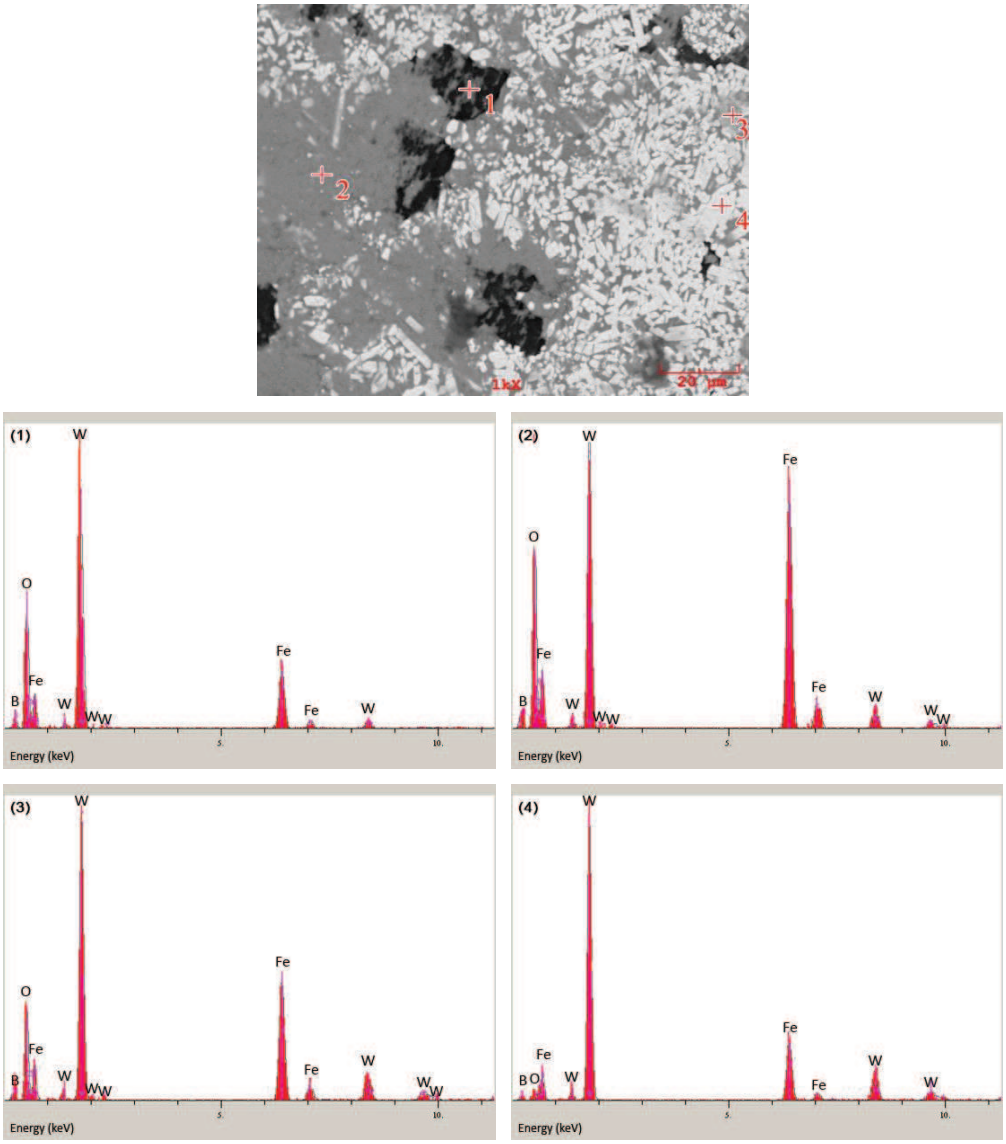


(b)

Şekil 5.96. 10N yük altında ve 0,5 m/sn hızda aşındırılan 1200 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin aşınma yüzeyinin (a) SEM mikroyapısı ve (b) EDS analizleri.

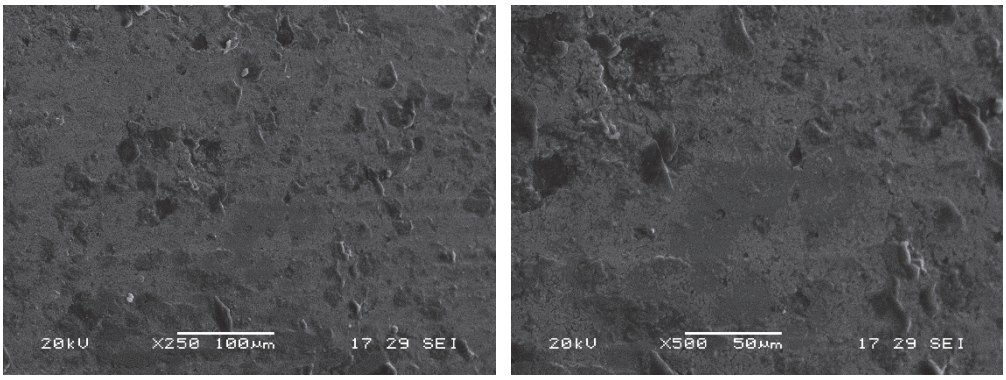


(a)

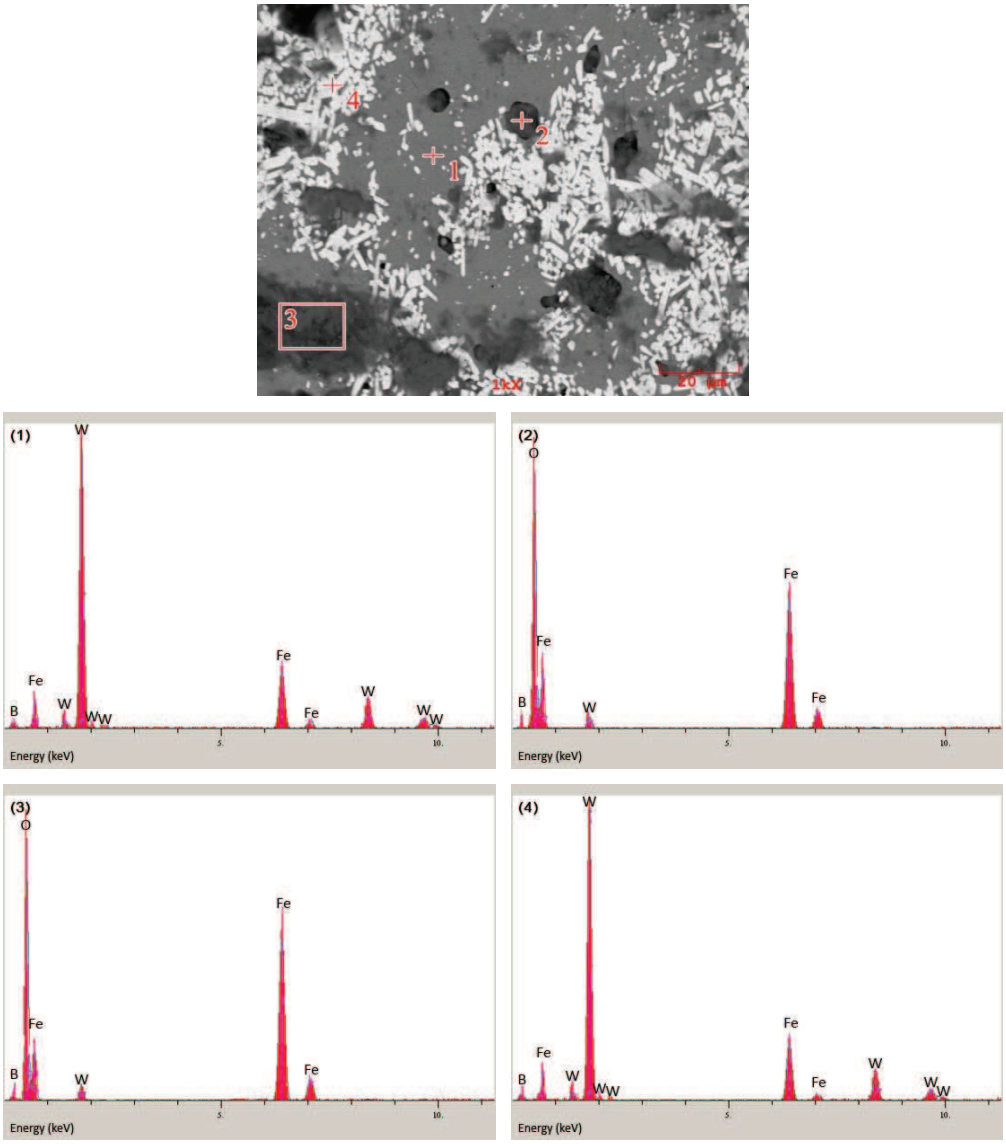


(b)

Şekil 5.97. 15N yük altında ve 0,5 m/sn hızda aşındırılan 1200 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin aşınma yüzeyinin (a) SEM mikroyapısı ve (b) EDS analizleri.

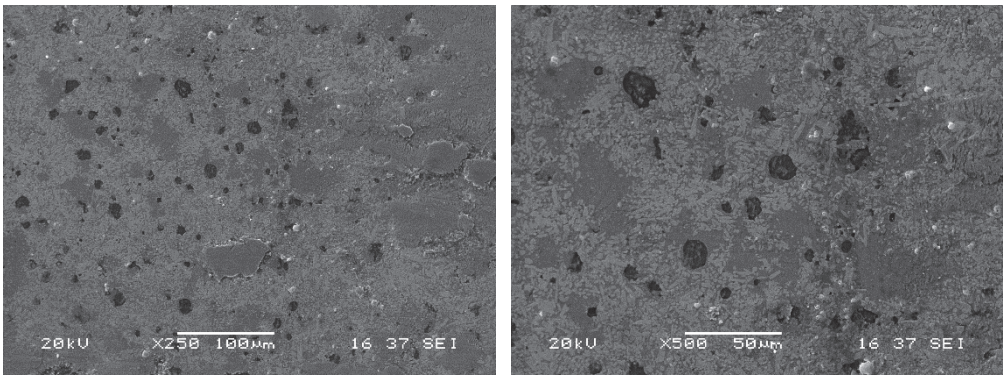


(a)

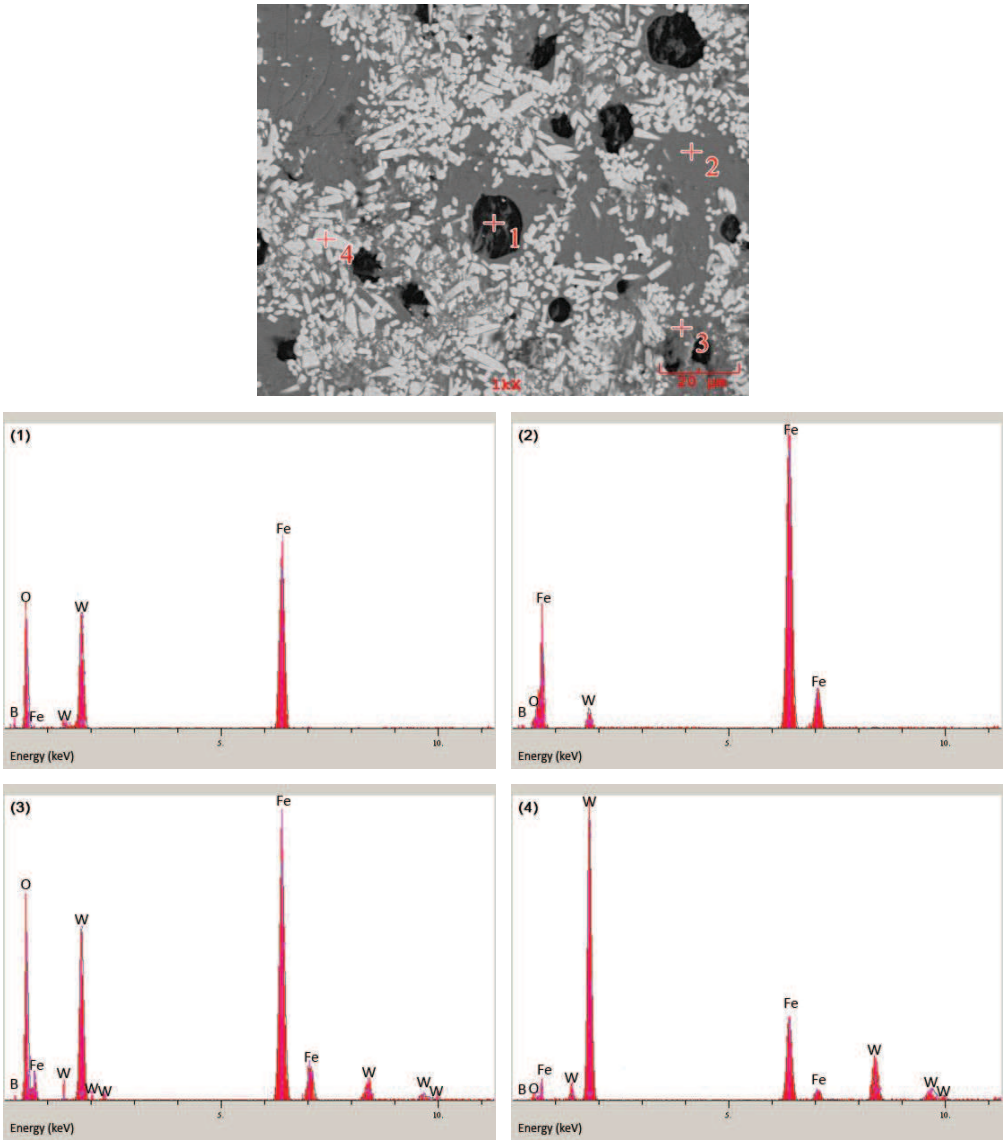


(b)

Şekil 5.98. 5N yük altında ve 0,5 m/sn hızda aşındırılan 1250 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin aşınma yüzeyinin (a) SEM mikroyapısı ve (b) EDS analizleri.

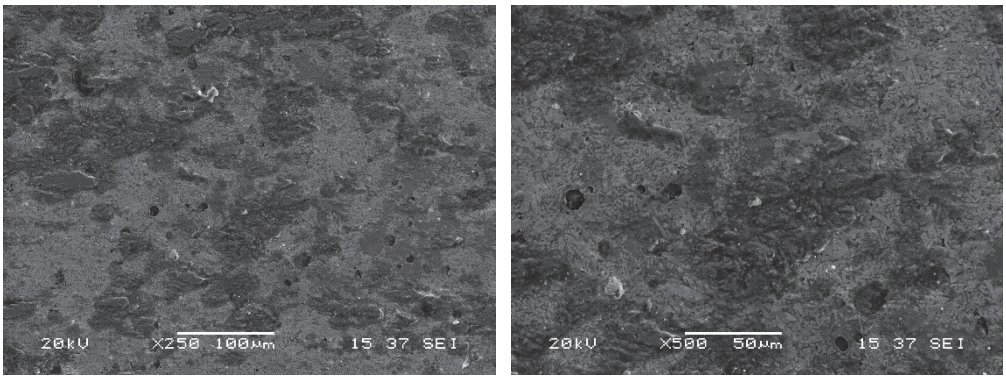


(a)

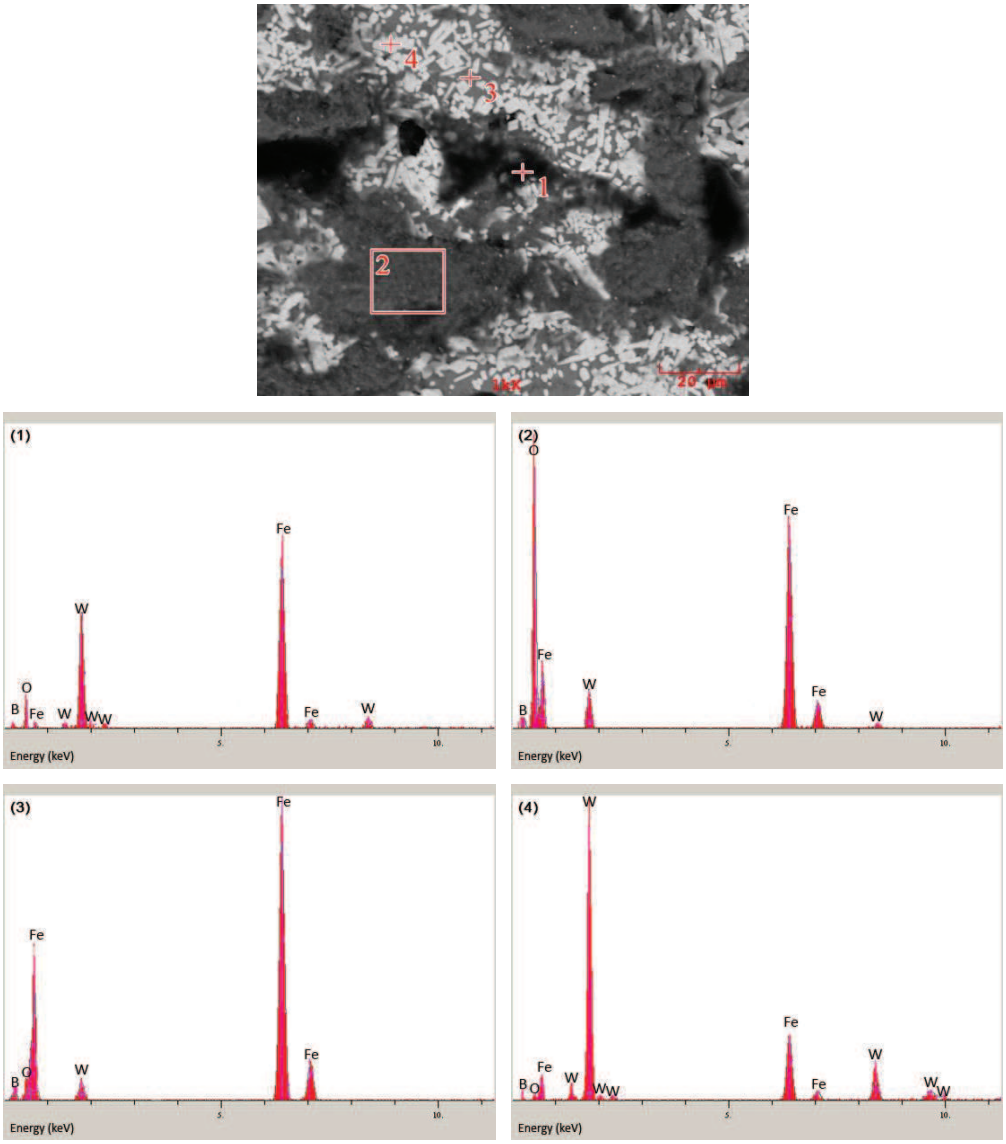


(b)

Şekil 5.99. 10N yük altında ve 0,5 m/sn hızda aşındırılan 1250 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin aşınma yüzeyinin (a) SEM mikroyapısı ve (b) EDS analizleri.



(a)



(b)

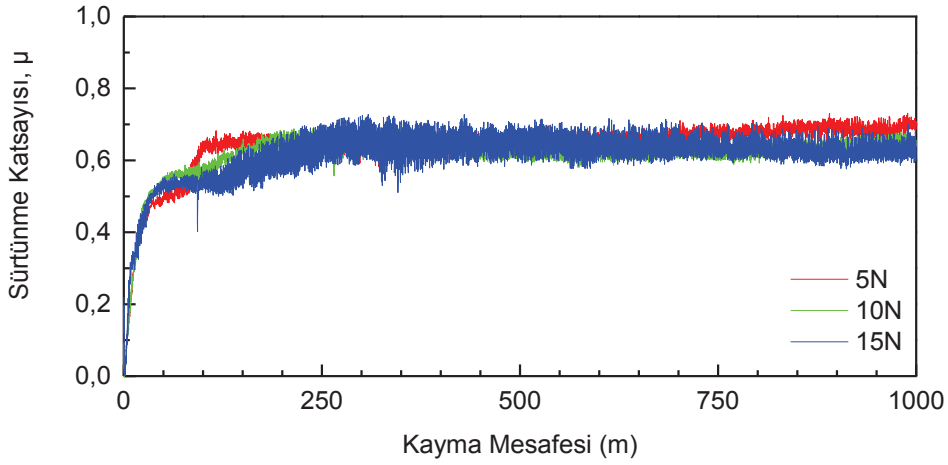
Şekil 5.100. 15N yük altında ve 0,5 m/sn hızda aşındırılan 1250 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemenin aşınma yüzeyinin (a) SEM mikroyapısı ve (b) EDS analizleri.

AISI M50 çeliği ve MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerin AISI 52100 çeliğine karşı farklı yük ve farklı kayma hızlarında gerçekleştirilen aşınma deneyleri sonucunda elde edilen sürtünme katsayısı değerleri Tablo 5.5'te verilmiştir. 0,5 m/s kayma hızında gerçekleştirilen aşınma deneyleri sonucunda 1200 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemelerde yüke bağlı olarak sürtünme katsayısı değerleri 0,56 ile 0,59 arasında değişmektedir. Bunun yanı sıra, kayma hızının 1 m/s ve 2 m/s'ye artışı ile birlikte sürtünme katsayılarında sırasıyla 0,35 - 0,39 ve 0,26 - 0,32 aralığında değişen değerlere düştüğü gözlemlenmiştir. Benzer davranış 1250 °C'de 360 dk süreyle sinterlenen malzemeler için de geçerlidir. Buna karşılık 0,5 m/s, 1 m/s ve 2 m/s kayma hızlarında AISI M50 çeliğinin sürtünme katsayısı değerlerinin sırasıyla 0,64 - 0,66, 0,57 - 0,59 ve 0,50 - 0,53 aralığında olduğu gözlemlenmiştir. AISI M50 çeliği ve MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerin 0,5 m/s kayma hızında AISI 52100 aşındırıcı diske karşı yüke bağlı olarak sürtünme katsayısı değişimleri Şekil 5.101 - 5.103'te görülmektedir. Üretilen kompozit karakterdeki malzemelerin sürtünme katsayısı değerlerinin AISI M50 çeliği ile kıyaslandığında bütün kayma hızlarında daha düşük olduğu saptanmıştır. Bununla birlikte, artan kayma hızlarında kompozit malzemelerin sürtünme katsayısında gözlemlenen düşüş AISI M50 çeliğinde gözlemlenmemiştir. Ayrıca, genel olarak bütün malzemelerde artan yük ile birlikte sürtünme katsayısı değerlerinin bütün kayma hızlarında benzer davranış gösterdiği tespit edilmiştir (Şekil 5.104-5.106). 0,5 m/s'de gerçekleştirilen aşınma deneylerinde sinterleme sıcaklığındaki artışın 5 N yük altında sürtünme katsayısı üzerine belirgin bir etkisinin olmadığı gözlemlenmiştir. Aynı şekilde yük artışına bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinde belirgin bir değişim görülmemiştir.

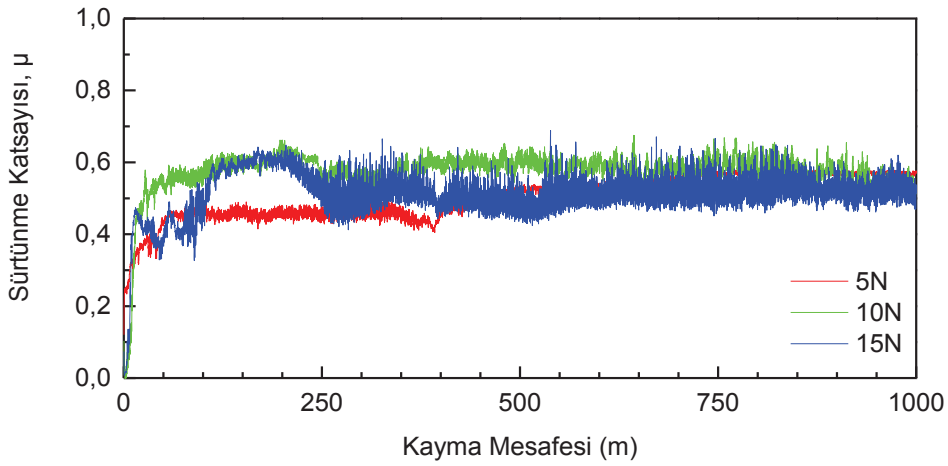
Ayrıca, AISI M50 çeliği ve MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerin aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin değişimini gösteren kontur diyagramları Sigma Plot 12.0 paket programı kullanılarak çıkarılmıştır. Şekil 5.107-5.109 sırasıyla AISI M50 çeliği, 1200 °C ve 1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip kompozit malzemenin sürtünme katsayısı değerlerinin kontur diyagramları görülmektedir.

Tablo 5.5. AISI M50 çeliği ve MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerin farklı kayma hızı ve yüklerde sürtünme katsayısı değerleri.

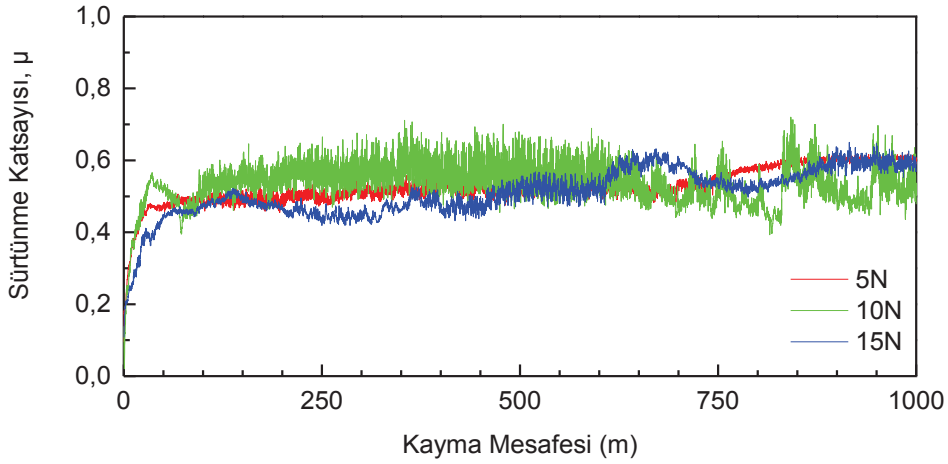
Malzeme	Kayma Hızı (m/s)	Sürtünme Katsayısı, μ		
		5N	10N	15N
AISI M50 çeliği	0,5	0,64±0,02	0,64+0,02	0,66±0,03
1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimindeki in-situ kompozit malzeme		0,56±0,01	0,58±0,03	0,59±0,03
1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimindeki in-situ kompozit malzeme		0,57±0,04	0,52±0,03	0,54±0,04
AISI M50 çeliği	1	0,57±0,03	0,59±0,02	0,59±0,04
1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimindeki in-situ kompozit malzeme		0,35±0,03	0,36±0,02	0,39±0,03
1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimindeki in-situ kompozit malzeme		0,37±0,03	0,40±0,02	0,41±0,03
AISI M50 çeliği	2	0,50±0,02	0,52±0,03	0,53±0,02
1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimindeki in-situ kompozit malzeme		0,26±0,03	0,28±0,02	0,32±0,04
1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimindeki in-situ kompozit malzeme		0,27±0,02	0,25±0,05	0,27±0,02



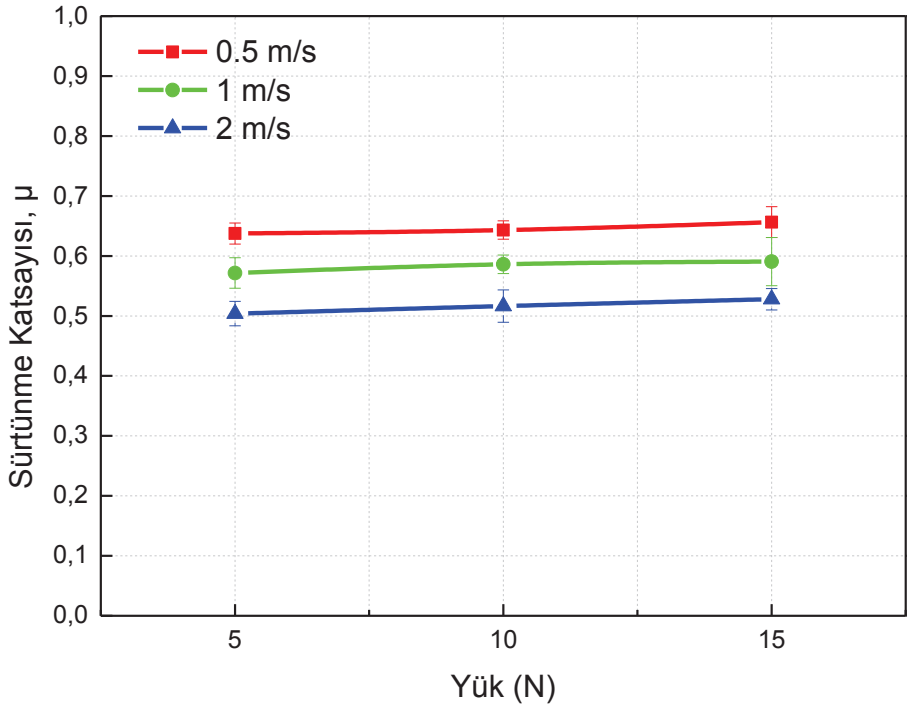
Şekil 5.101. AISI M50 çeliğinin 0,5 m/s hız ve farklı yüklerde sürtünme katsayısı - kayma mesafesi değişimi.



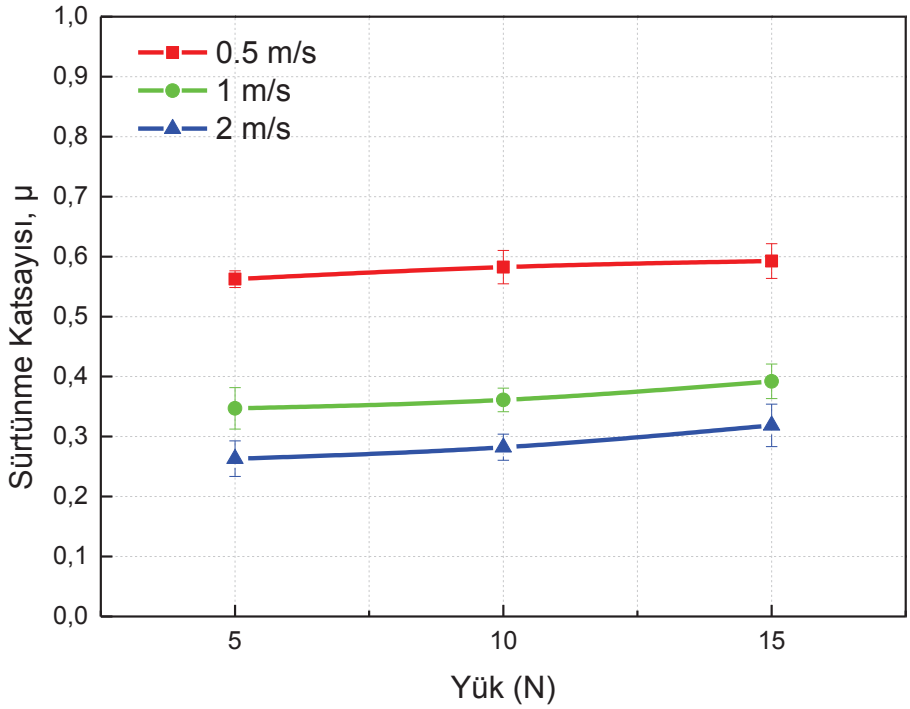
Şekil 5.102. 1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemenin 0.5 m/s hız ve farklı yüklerde sürtünme katsayısı - kayma mesafesi değişimi.



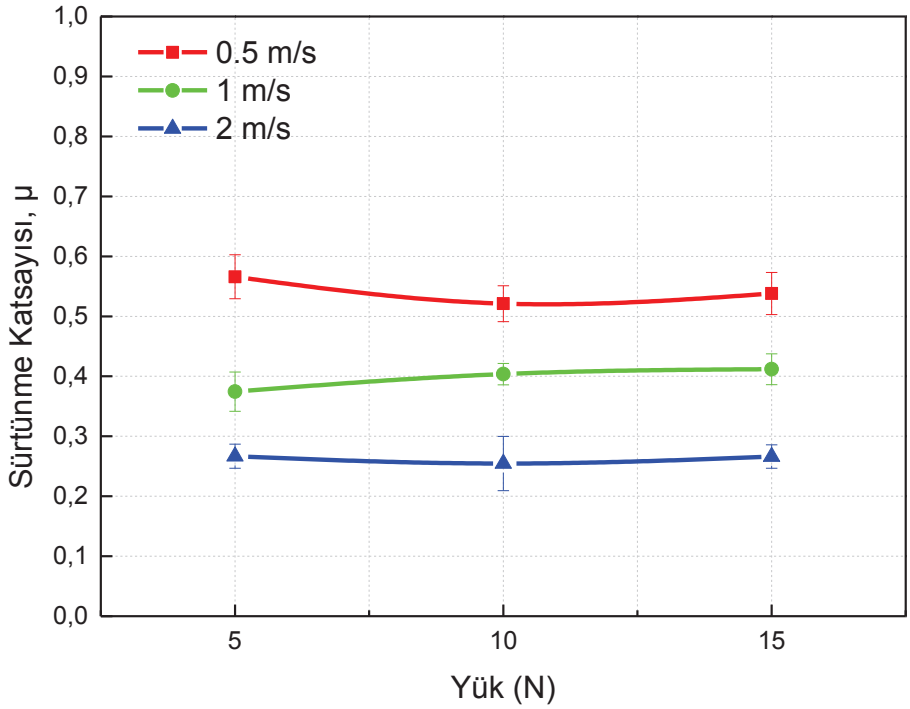
Şekil 5.103. 1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemenin 0.5 m/s hız ve farklı yüklerde sürtünme katsayısı - kayma mesafesi değişimi.



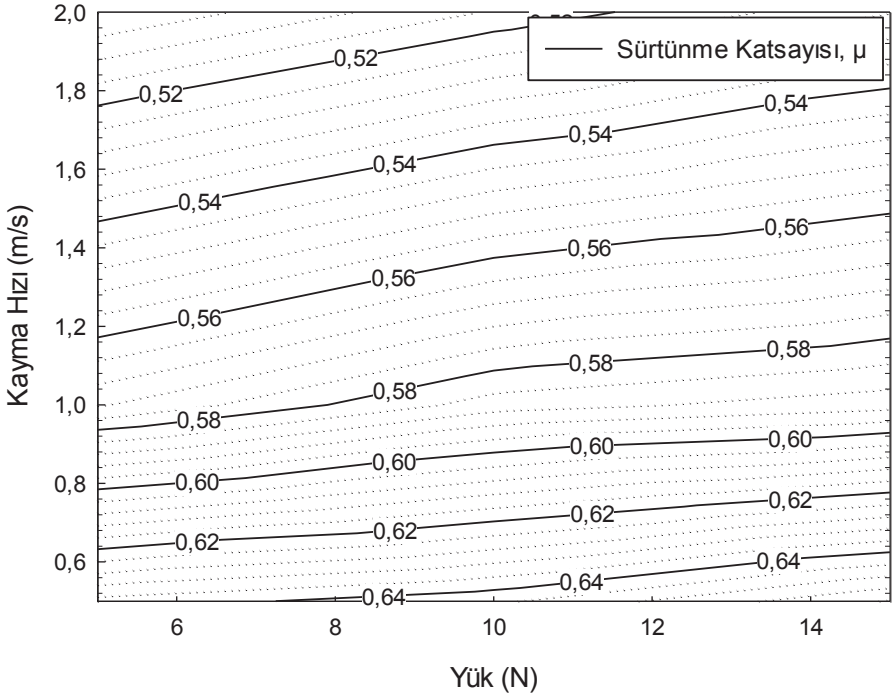
Şekil 5.104. AISI M50 çeliğinin farklı kayma hızlarında yüke bağlı olarak sürtünme katsayısı değişimi.



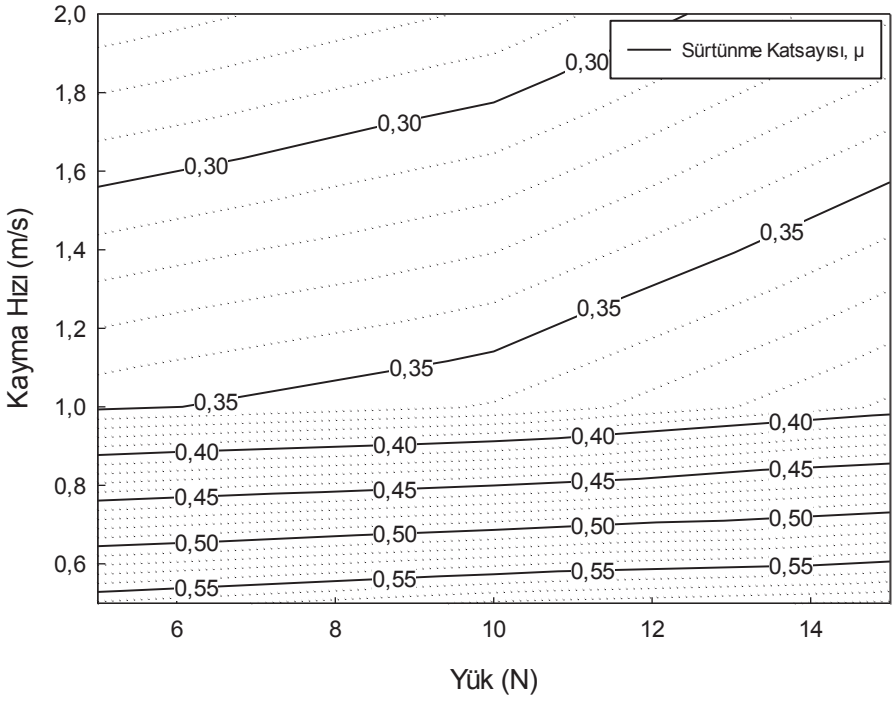
Şekil 5.105. 1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemenin farklı kayma hızlarında yüke bağlı olarak sürtünme katsayısı değişimi.



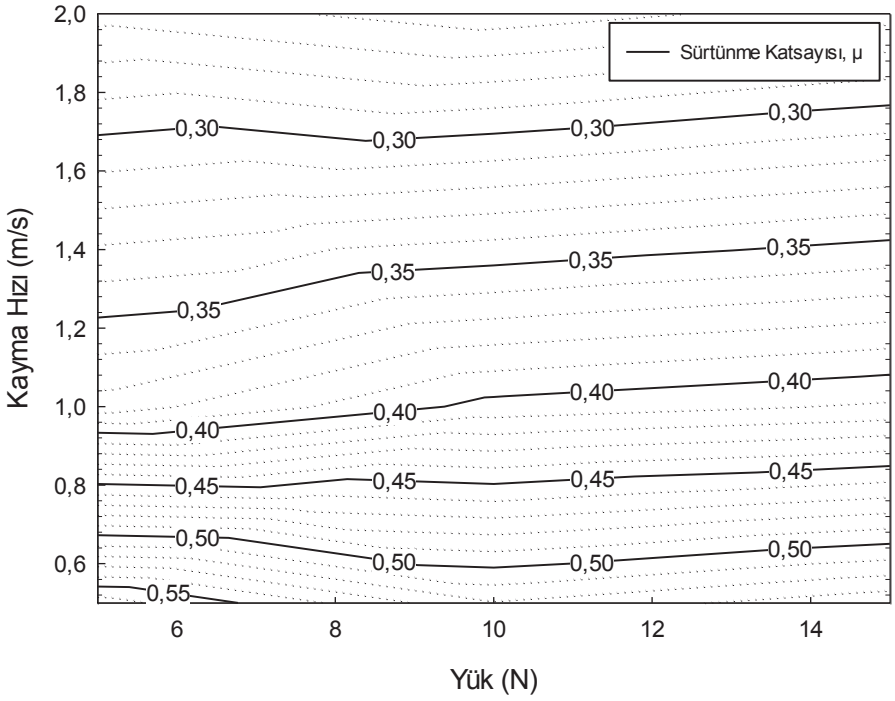
Şekil 5.106. 1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemenin farklı kayma hızlarında yüke bağlı olarak sürtünme katsayısı değişimi.



Şekil 5.107. AISI M50 çeliğinin aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin değişimi.



Şekil 5.108. 1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip kompozit malzemenin aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin değişimi.



Şekil 5.109. 1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip kompozit malzemenin aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin değişimi.

Farklı yüklerde ve farklı kayma hızlarında gerçekleştirilen aşınma deneyleri sonucunda Denklem 4.4 kullanılarak hesaplanan aşınma oranları Tablo 5.6'da verilmiştir. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde bütün malzemelerde farklı kayma hızlarında artan yük ile birlikte aşınma oranlarının arttığı görülmektedir. AISI M50 çeliği ile kıyaslandığında MD2 bileşimindeki in-situ kompozit malzemenin aşınma oranlarının daha düşük olduğu görülmektedir. Aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak AISI M50 çeliğinin ve kompozit malzemelerin aşınma oranlarındaki değişim Şekil 5.110-5.112'de görülmektedir. AISI M50, 1200 °C ve 1250 °C'de sıcaklıklarda sinterlenen kompozit malzemelerin farklı yüklerde 0.5, 1 ve 2 m/s aşınma hızlarında elde edilen aşınma oranları sırasıyla $2{,}55x10^{-5}$-$5{,}62x10^{-5}$, $1{,}65x10^{-5}$-$7{,}05x10^{-5}$ ve $1{,}9x10^{-5}$-$6{,}01x10^{-5}$olarak değişmektedir. 1200 °C'de sinterlenen kompozit malzemenin 0.5 m/s kayma hızında 5N, 10N ve 15N yük altında aşınma hızları AISI M50 çeliğine kıyasla %44,7, %12,7 ve %18,2 oranında azalmıştır. Aynı şekilde 1 m/s hız için %41,1, %6,7 ve %20,9 oranında azalırken 2 m/s hızda sırasıyla %35,1, %13,1 ve %13 oranında azalmaktadır. Benzer şekilde 1250 °C'de sinterlenen kompozit malzemenin ise 0.5 m/s kayma hızında 5N, 10N ve 15N yük altında aşınma hızları AISI M50 çeliğine kıyasla %21,3, %30,5 ve %30,2 kat azalmıştır. Aynı şekilde 1 m/s hız için %30, %28 ve %25,3 kat azalırken 2 m/s hızda, sırasıyla %25,3, %26,6 ve %18,1 kat azalmaktadır.

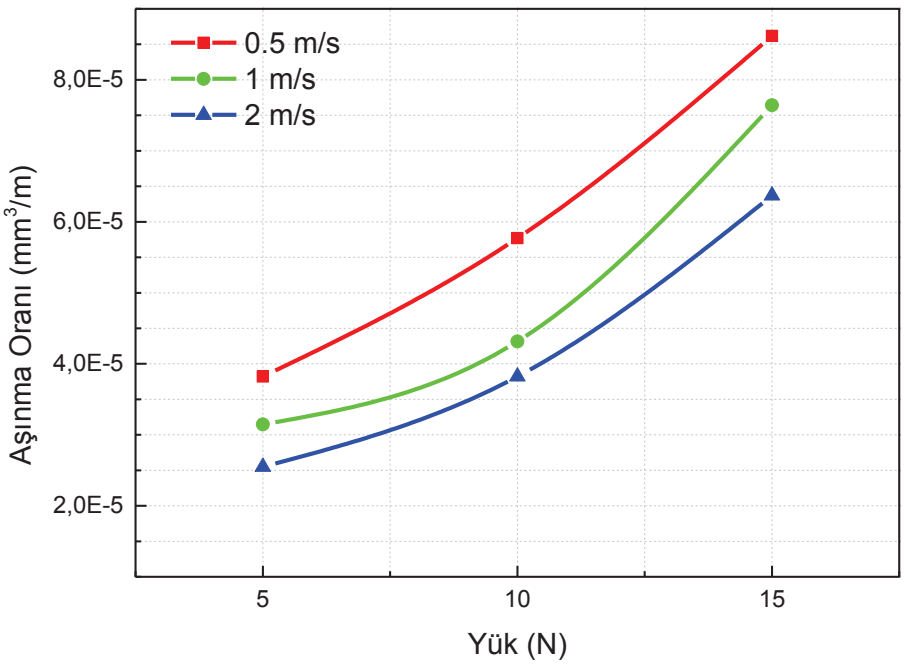
Farklı yüklerde gerçekleştirilen deneyler sırasında aşınma oranı yük artışına bağlı olarak artarken kayma hızının artmasına bağlı olarak azalmaktadır. En düşük aşınma oranı 2 m/s kayma hızında elde edilmektedir. Bunun sebebi aşınma sırasında oluşan aşınma ürünlerinin sürtünme hızına bağlı olarak pin ile disk arasında yağlayıcı özellikte üçüncü bir tabaka oluşturmasından kaynaklanmaktadır. Bu tabakanın özellikle sürtünme sırasında sıcaklık artışıyla birlikte oluşumu hızlanan oksit esaslı bileşiklerden ibaret olduğu düşünülmektedir (Şekil 5.95-5.100). Bu durum sürtünme katsayısı değerlerindeki değişimi de desteklemektedir.

Ayrıca, AISI M50 çeliği ve MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerin aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin değişimini gösteren kontur diyagramları Sigma Plot 12.0 paket programı kullanılarak

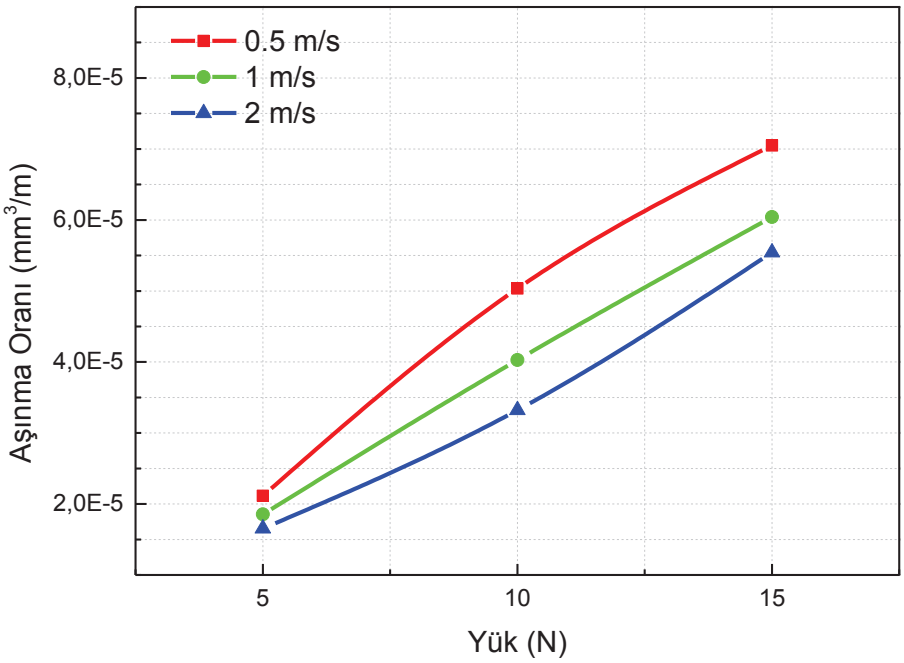
çıkarılmıştır. Şekil 5.113-5.115'te sırasıyla AISI M50 çeliği, 1200 °C ve 1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip kompozit malzemenin aşınma oranı değerlerinin kontur diyagramları görülmektedir.

Tablo 5.6. AISI M50 çeliği ve MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerin farklı kayma hızı ve yüklerde aşınma oranı değerleri.

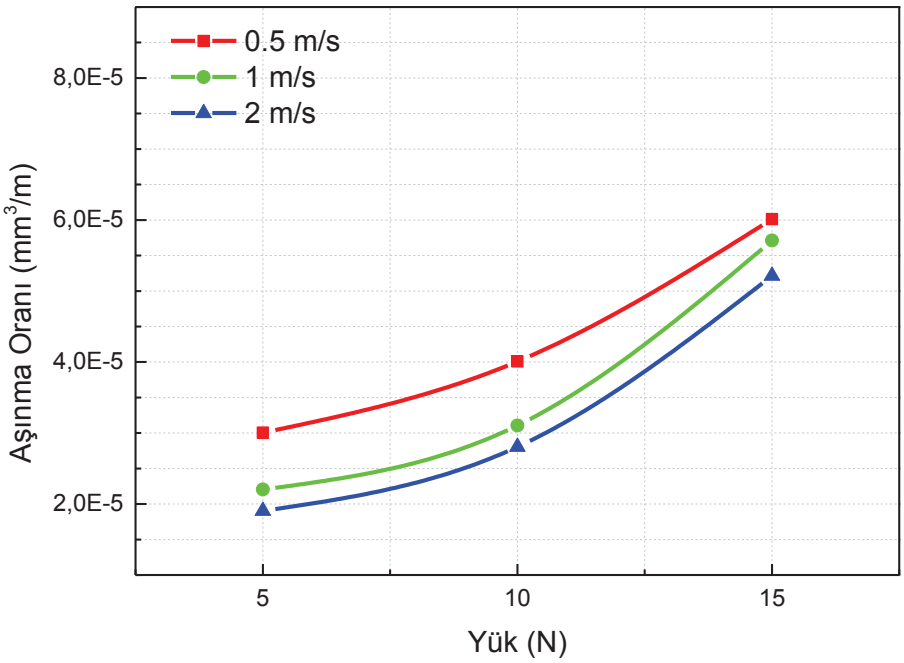
Malzeme	Kayma Hızı (m/s)	Aşınma Oranı (mm^3/m)		
		5N	10N	15N
AISI M50 çeliği	0,5	$3,82x10^{-5}$	$5,77x10^{-5}$	$8,62x10^{-5}$
1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimindeki in-situ kompozit malzeme		$2,11x10^{-5}$	$5,04x10^{-5}$	$7,05x10^{-5}$
1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimindeki in-situ kompozit malzeme		$3,01x10^{-5}$	$4,01x10^{-5}$	$6,01x10^{-5}$
AISI M50 çeliği	1	$3,15x10^{-5}$	$4,32x10^{-5}$	$7,64x10^{-5}$
1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimindeki in-situ kompozit malzeme		$1,85x10^{-5}$	$4,03x10^{-5}$	$6,04x10^{-5}$
1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimindeki in-situ kompozit malzeme		$2,20x10^{-5}$	$3,11x10^{-5}$	$5,71x10^{-5}$
AISI M50 çeliği	2	$2,55x10^{-5}$	$3,82x10^{-5}$	$6,37\ x10^{-5}$
1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimindeki in-situ kompozit malzeme		$1,65x10^{-5}$	$3,32x10^{-5}$	$5,54x10^{-5}$
1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimindeki in-situ kompozit malzeme		$1,90x10^{-5}$	$2,81x10^{-5}$	$5,21x10^{-5}$



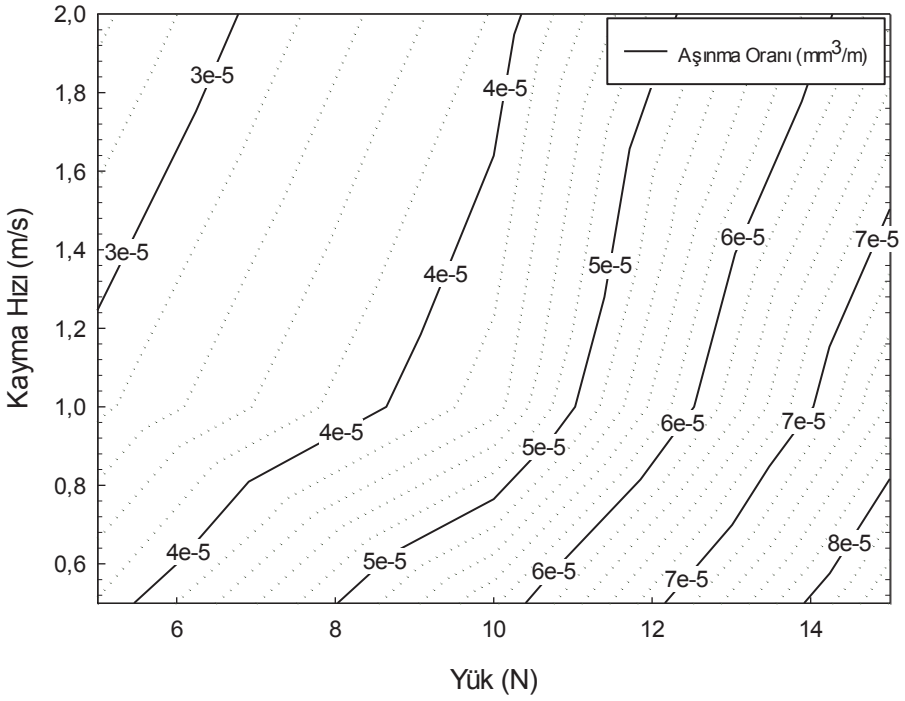
Şekil 5.110. AISI M50 çeliğinin farklı kayma hızlarında yüke bağlı olarak aşınma oranı değişimi.



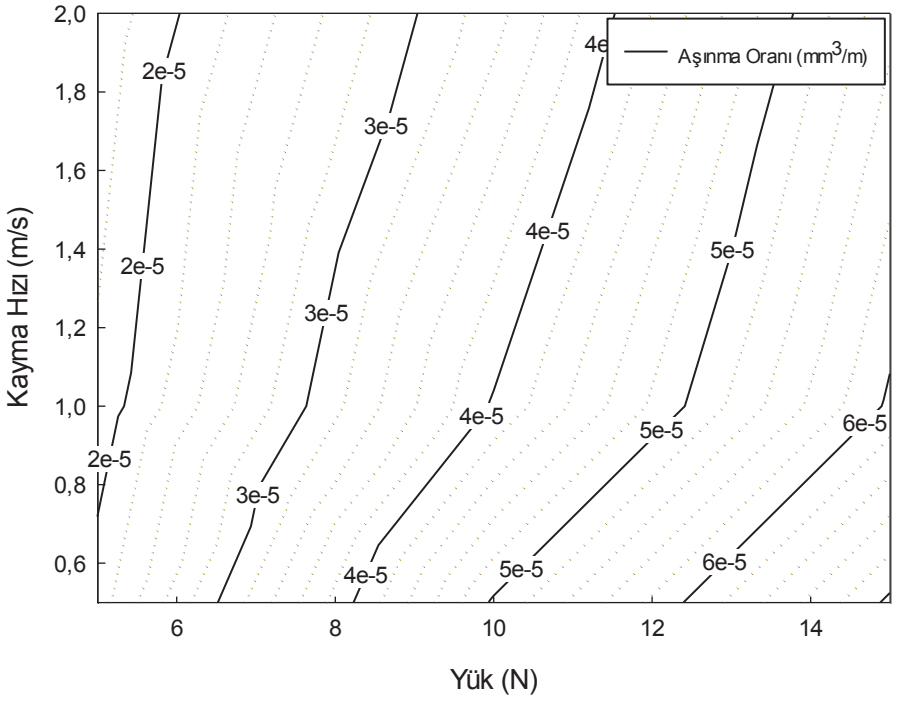
Şekil 5.111. 1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemenin farklı kayma hızlarında yüke bağlı olarak aşınma oranı değişimi.



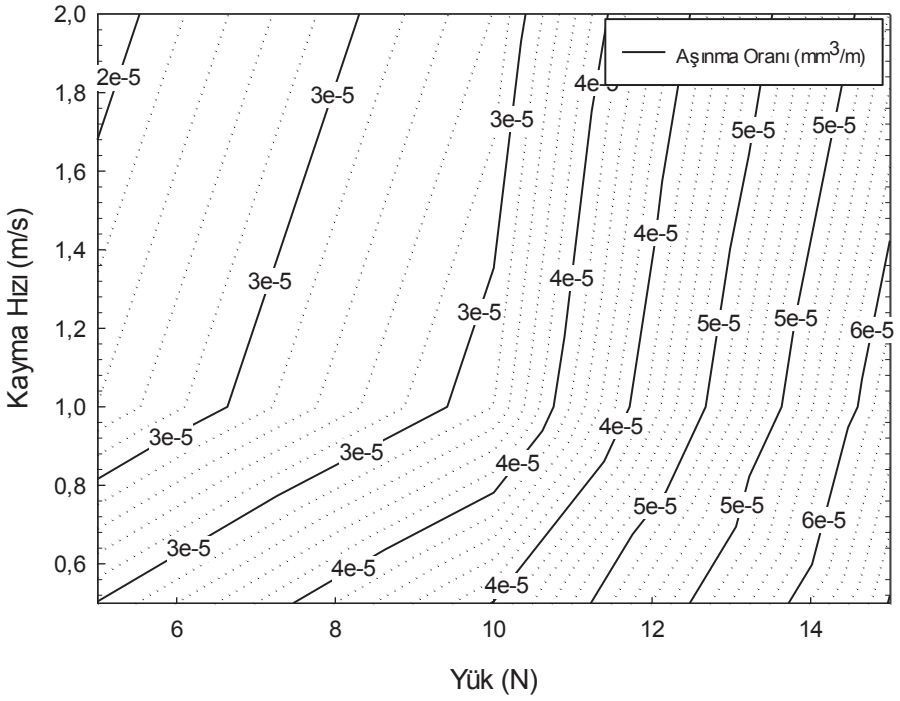
Şekil 5.112. 1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemenin farklı kayma hızlarında yüke bağlı olarak aşınma oranı değişimi.



Şekil 5.113. AISI M50 çeliğinin aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin değişimi.



Şekil 5.114. 1200 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip kompozit malzemenin aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin değişimi.



Şekil 5.115. 1250 °C'de sinterlenen MD2 bileşimine sahip kompozit malzemenin aşınma yükü ve kayma hızına bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin değişimi.

BÖLÜM 6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, ferro-tungsten, ferro-bor ve saf demir tozu kullanılarak Fe-W-B esaslı in-situ kompozit malzemelerin üretimi gerçekleştirilmiştir. 4 farklı bileşimde hazırlanan toz karışımları koruyucu atmosfer altında 20 saat MA işlemine tabi tutularak elde edilen ön alaşımlandırılmış tozların faz analizleri, yoğunluk ölçümleri, SEM ve EDS analizleri gerçekleştirilmiştir. Şekillendirme ve koruyucu atmosfer altında 1200 °C ve 1250 °C'de 120 - 360 dk süreyle sinterleme işlemlerinden geçirilen ön alaşımlandırılmış tozlardan üretilen in-situ kompozit malzemelerin mikroyapı (optik mikroskop ve SEM) incelemeleri, x-ışını difraksiyon analizleri, EDS analizleri, yoğunluk ve sertlik ölçümleri, aşınma deneyleri yapılarak karakterizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir.

6.1. Sonuçlar

Yapılan deneysel çalışmalar sonucunda bulunan sonuçlar aşağıda sırasıyla verilmiştir:

1. Deneysel çalışmalarda kullanılan -75 μm partikül boyutuna sahip ferro-tungsten tozunun düzensiz şekle sahip olduğu, ferro-bor ve demir tozlarının keskin köşeli yapıda olduğu tespit edilmiştir.
2. Başlangıç tozlarının MA işlemine tabi tutulmasıyla elde edilen ön alaşımlı tozların yapısı incelendiğinde MD1 bileşimi için çoğunluğu 10 μm'den küçük boyutlu Fe-W-B alaşım tozu elde edildiği ve tozların keskin yapıdan ziyade yuvarlak tane yapısına sahip oldukları tespit edilmiştir. MD2 bileşimine sahip toz karışımlarının MA işlemi sonrasında 10 μm'den daha küçük tozların yanı sıra 30-40 μm boyut aralığında aglomere tozların varlığı saptanmıştır. MA sonrası toz partiküllerinin düzensiz şekilli oldukları gözlemlenmiştir. MD3 ve MD4 bileşimine sahip toz karışımlarında ise toz boyutlarının mikron

seviyelere düşmesiyle birlikte aglomerasyonların büyük boyutta meydana geldiği saptanmıştır. Bileşimdeki W oranının artışı ile birlikte artan seviyede meydana gelen aglomerasyonun yüksek toz boyut dağlımı sergilemesine yol açtığı belirlenmiştir. Tüm toz bileşimleri için MA süresindeki artış ile birlikte toz boyutlarının düştüğü ve aglomerasyonların oluştuğu gözlemlenmiştir.

3. Mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulan MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimindeki ön alaşımlandırılmış tozların ölçülen yoğunluk değerleri sırasıyla 8,699 g/cm^3, 10,321 g/cm^3, 12,518 g/cm^3 ve 14,241 g/cm^3 tespit edilmiştir. Tungstenin yoğunluğu bora göre daha yüksek olduğundan bileşimdeki artan W/B (atomik) oranının yoğunluk değerlerini efektif bir şekilde arttırdığı görülmektedir.
4. Faz analizleri sonucunda başlangıç tozu olarak kullanılan demir tozunun yalnızca Fe fazını içerdiği, ferro-tunsgten tozunun W, Fe_2W ve Fe_7W_6 fazlarını içerdiği ve ferro-bor tozunun ise FeB fazının yanında eser miktarda Fe_2B fazını içerdiği tespit edilmiştir. Mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulan toz karışımlarının ise farklı oranlarda W, Fe, FeB, Fe_2B ve Fe_7W_6 fazlarını içerdiği belirlenmiştir.
5. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenerek MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşiminde üretilen in-situ kompozit malzemelerin Archimed prensibine göre ölçülen maksimum bulk yoğunluk değerleri sırasıyla 6,77 g/cm^3, 9,98 g/cm^3, 7,37 g/cm^3, 7,58 g/cm^3 olarak tespit edilmiştir. 1200 °C ve 1250 °C'de sinterlenerek üretilen in-situ kompozit malzemelerin bulk yoğunluk değerlerinin sıralaması $d_{b,MD2} > d_{b,MD4} > d_{b,MD3} > d_{b,MD1}$ olarak tespit edilmiştir. Ek olarak tüm bileşimlerdeki malzemeler için sinterleme sıcaklığı ve süresindeki artışın bulk yoğunluk değerlerini arttırdığı gözlemlenmiştir.
6. 1200 °C ve 1250 °C sıcaklık ve 120 dk, 240 dk ve 360 dk sürelerde sinterlenen MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimlerine sahip malzemelerin optik mikroskop ve SEM incelemeleri sonucunda elde edilen mikroyapı görüntülerinde genel olarak kontrast farklarının oluştuğu kompozit karaktere sahip ve farklı renklerde bölgelerin yer aldığı bir yapının varlığı tespit edilmiştir. Mikroyapılarda beyaz ve gri olmak üzere iki farklı renge sahip yapıların ve porozitelerin olduğu gözlemlenmiştir. Beyaz renkte görülen

yapının Fe-W-B esaslı fazı ve ağırlıklı olarak matrisi oluşturan gri bölgelerin ise Fe ve B esaslı fazlardan meydana geldiği hem EDS hem de XRD analizleri ile teyit edilmiştir.

7. MD1 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerin mikroyapılarında beyaz renkli oluşumların (tanesel) Fe-W-B elementlerini içerdiği ve beyaz renkteki Fe-W-B esaslı fazların arasında kalan gri renkte gözlemlenen matris yapının ağırlıklı olarak demir ve bor elementlerini içerdiği tespit edilmiştir. Yapıda siyah renkte görülen kısımların ise porozite olduğu ve miktarının sinterleme sıcaklığı ve süresindeki artışla birlikte azaldığı görülmektedir. Yapıda tespit edilen porozite oranının yüksek olması sinterlemenin yeterli düzeyde gerçekleşmediğini göstermektedir. MD2 bileşimine sahip kompozit malzemelerin mikroyapıları incelemelerinde tüm sinterleme sıcaklığı ve sürelerinde ağırlıklı olarak beyaz renkte görülen ve iğnesel (kolonsal) karakterde olan Fe-W-B esaslı yapının yanı sıra demir ve bor esaslı matris yapısının oluştuğu görülmektedir. Sinterleme süresi ve sıcaklığının artışına bağlı olarak FeWB fazının arttığı özellikle 1250 °C'de matris yapının ve porozitelerin azalmasıyla birlikte iğnesel (kolonsal) karakterli ve beyaz renkte görünen bu fazın hakim olduğu görülmektedir. Ayrıca, sinterleme süresinin de artmasıyla birlikte iğnesel (kolonsal) yapının genişlediği tespit edilmiştir. MD3 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerin mikroyapı incelemeleri sonucunda yapıda MD1 ve MD2 bileşimine kıyasla Fe-W-B esaslı tanelerin orta kısımlarında daha açık renkte görülen farklı bir yapının oluştuğu görülmüştür. İncelemelerde beyaz (W-B esaslı), açık gri (Fe-W-B esaslı) ve gri (matris: Fe-B esaslı) olmak üzere üç farklı renkte yapı tespit edilmiştir. Sinterleme sıcaklığı ve süresinin artmasına bağlı olarak Fe-W-B ve W-B yapılarının oluşumunun arttığı ve tane boyutunun büyüdüğü görülmektedir. Yapıda bulunan porozitelerinin miktarı sinterleme sıcaklığı ve süresindeki artışla birlikte azalmaktadır. MD4 bileşimine sahip malzemelerin mikroyapı incelemeleri ve EDS analizleri sonucunda sinterlemenin gerçekleşmediği, toz partikülleri arasında kısmen bağların oluşmaya başladığı ancak kompozit karakterde ve kontrast farklılıkları oluşturacak şekilde bir yapının oluşmadığı gözlemlenmiştir.

8. İn-situ kompozit malzemelerin kırık yüzey incelemelerinde sinterleme süresinin artışına bağlı olarak, taneler arasında yer alan porozite boyutlarında küçülmelerin olduğu yani yoğunluğun arttığı gözlemlenmiştir. MD1 bileşimine sahip numunelerde yaklaşık 2 μm civarında boyuta sahip mikro porozitelerin bulunduğu katı hal sinterleme karakteristik yapısı görülmüştür. Bölgesel olarak bileşim farklılığının bulunduğu, yani farklı fazların oluştuğu kısımlarda, daha düşük ergime sıcaklığına sahip olan fazların bağlayıcı etki gösterdiği ve kısmi olarak bölgesel sıvı faz sinterlemesinin varlığı da tespit edilmiştir. EDS analizleri sonucunda tanesel fazların Fe-W-B esaslı bir faz olduğu buna karşılık taneler arasında yer alan ve bağlayıcı özellik gösteren fazların daha çok Fe ve B içerdiği görülmektedir. MD2 bileşimine sahip numunelerde porozitenin çok az olduğu, tanelerin kolonsal yapıya sahip olduğu ve mikro porozitelerin taneler arsında dağınık olarak çok düşük oranlarda gerçekleştiği gözlemlenmiştir. Fe-W-B elementlerini içeren kolonsal tanelerin arasında film şeklinde ikinci fazların (Fe-B içeren) varlığı da gözlemlenmiştir. MD3 ve MD4 bileşimine sahip numunelerde yapıdaki aglomere tozların kendi içlerinde sinterleme işlemini gerçekleştirirken büyük boyutta aglomere olmuş topakların birbirleri ile sinterleme işlemini tamamlayamadıkları ve büyük boyutlu porozitelerin kaldığı görülmüştür. Sinterleme sırasında katı hal reaksiyonlarının gerçekleştiği ve Fe-W-B esaslı bileşiklerin oluştuğu, buna karşılık, yeterince yoğun kompakt yapının oluşamaması mikro yapı olarak açıkça görülmektedir.
9. MD1, MD2, MD3 ve MD4 bileşimine sahip malzemelerin kırık yüzeylerinden alınan elementel haritalama analizlerinde demirce zengin ve tungstence zengin bölgeler gözlemlenmesiyle birlikte, her iki elementin bir arada bulunduğu bölgeler de saptanmıştır. Ancak hedeflenen mikroyapı ve faz analizini sergileyen MD2 bileşimine nazaran, diğer bileşimlerde bazı bölgelerde faz dönüşümü gerçekleşmediğinden dolayı homojen elementel dağılım gerçekleşmediği görülmüştür.
10. 1200 °C'de 360 dk sinterlenen in-situ kompozit malzemelerin faz analizleri sonucunda MD1 bileşimindeki malzemelerde Fe, FeB, Fe_2B ve Fe_7W_6 fazları, MD2 bileşimindeki malzemelerde FeWB fazının yanı sıra eser miktarda Fe

ve Fe_2B fazları, MD3 bileşimindeki malzemelerde W, Fe_2W, Fe_7W_6 ve FeWB fazları ve MD4 bileşimindeki malzemelerde de W, Fe_7W_6 ve FeWB fazları tespit edilmiştir.

11. MD1, MD2 ve MD3 bileşimine sahip in-situ kompozit malzemelerin optik mikroskop ve SEM incelemelerinde elde edilen görüntülerde beyaz renkte görünen fazlardan alınan mikro sertlik değerlerinin sırasıyla 2362-2565 $HV_{0.05}$, 1815-1872 $HV_{0.05}$ ve 625-772 $HV_{0.05}$ aralığında olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca MD2 bileşimine sahip malzemelerde matris sertliğinin (gri renkte) 1345-1388 $HV_{0.05}$ aralığına sahip olduğu belirlenmiştir. Yapılan incelemelerde yoğunluk değerlerinin artış gösterdiği durumlarda sertlik değerlerinin de artış gösterdiği tespit edilmiştir. Numunelerin sertlik değerleri genellikle sinterleme süresindeki artışla birlikte artmaktadır.
12. 1200 °C ve 1250 °C'de 360 dk sinterlenen in-situ kompozit Fe-W-B alaşımlarından imal edilen pinlerin aşınma izleri incelendiğinde aşınmanın çok az olduğu özellikle tepe noktalarda parlatma şeklinde ortaya çıktığı buna karşılık disk malzemelerden kaynaklanan aşınma ürünlerinin kuytu bölgelerde ve vadilerde sıvanarak biriktiği tespit edilmiştir. Artan yüke bağlı olarak aşınmanın belirgin bir şekilde arttığı, parlatma şeklinde mikro abrasif aşınmaların etkin rol oynadığı ve artan yük ile birlikte yüzeyde oluşan renk değişimlerinden de anlaşılacağı üzere oksidasyonun meydana geldiği ve aşınmanın daha çok mikro abrasif karakterde olduğu tespit edilmiştir.
13. 1200 °C'de 360 dk sinterlenmiş MD2 bileşimine sahip malzemelerde 0,5 m/s kayma hızında gerçekleştirilen aşınma deneyleri sonucunda, yüke bağlı olarak sürtünme katsayısı değerleri 0,56 ile 0,59 arasında değişmektedir. Bunun yanı sıra, kayma hızının 1 m/s ve 2 m/s'ye artışı ile birlikte sürtünme katsayılarında sırasıyla 0,35 - 0,39 ve 0,26 - 0,32 aralığında değişen değerlere düştüğü gözlemlenmiştir. Benzer davranış 1250 °C'de 360 dk süreyle sinterlenen malzemeler için de geçerlidir.
14. Farklı yüklerde ve farklı kayma hızlarında gerçekleştirilen aşınma deneyleri sonucunda bütün malzemelerde farklı kayma hızlarında artan yük ile birlikte aşınma oranlarının arttığı ve AISI M50 çeliği ile kıyaslandığında MD2 bileşimindeki in-situ kompozit malzemenin aşınma oranlarının daha düşük

olduğu görülmüştür. Ayrıca aşınma oranının yük artışına bağlı olarak arttığı ancak kayma hızının artmasına bağlı olarak azaldığı belirlenmiştir. En düşük aşınma oranı 2 m/s kayma hızında elde edilmiş olup bu durumun aşınma sırasında oluşan oksit esaslı bileşiklerden ibaret aşınma ürünlerinin sürtünme hızına bağlı olarak pin ile disk arasında yağlayıcı özellikte üçüncü bir tabaka oluşturmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. AISI M50, 1200 °C ve 1250 °C'de sıcaklıklarda sinterlenen kompozit malzemelerin farklı yüklerde 0.5, 1 ve 2 m/s aşınma hızlarında elde edilen aşınma oranları sırasıyla $2{,}55x10^{-5}$-$5{,}62x10^{-5}$, $1{,}65x10^{-5}$-$7{,}05x10^{-5}$ ve $1{,}9x10^{-5}$-$6{,}01x10^{-5}$ olarak değişmektedir. 1200 °C'de sinterlenen kompozit malzemenin 0.5 m/s kayma hızında 5N, 10N ve 15N yük altında aşınma hızları AISI M50 çeliğine kıyasla %44,7, %12,7 ve %18,2 oranında azalmıştır. Aynı şekilde 1 m/s hız için %41,1, %6,7 ve %20,9 oranında azalırken 2 m/s hızda sırasıyla %35,1, %13,1 ve %13 oranında azalmaktadır. Benzer şekilde 1250 °C'de sinterlenen kompozit malzemenin ise 0.5 m/s kayma hızında 5N, 10N ve 15N yük altında aşınma hızları AISI M50 çeliğine kıyasla %21,3, %30,5 ve %30,2 kat azalmıştır. Aynı şekilde 1 m/s hız için %30, %28 ve %25,3 kat azalırken 2 m/s hızda, sırasıyla %25,3, %26,6 ve %18,1 kat azalmaktadır.

6.2. Öneriler

Bu çalışmada 4 farklı bileşimde Fe-W-B esaslı in-situ kompozit malzeme üretilerek mikroyapı incelemeleri, yoğunluk ve sertlik ölçümleri, faz analizleri ve aşınma deneyleri gerçekleştirilerek karakterizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir.

Gerçekleştirilen çalışmalara ilave olarak:

1. Mekanik alaşımlama işlemi farklı sürelerde ve farklı öğütme şartlarında gerçekleştirilerek mikroyapı, faz analizi ve mekanik özelliklere etkisi incelenebilir.
2. Aşınma deneyleri farklı ortamlarda yapılarak üretilen in-situ kompozit malzemelerin bu ortamlardaki davranışları incelenebilir.

3. Üretilen malzemelerin korozyon ve oksidasyon davranışlarının incelenmesi farklı bir çalışmada düşünülebilir.
4. Fe-W-B esaslı toz karışımlarına farklı elementlerin (örneğin Cr, Ni, Co vb.) etkisi malzeme özellikleri açısından incelenebilir.

KAYNAKLAR

[1] Yılmaz, Y. Fe-Nb-B Esaslı Kompozitlerin Üretimi ve Özelliklerinin İncelenmesi. Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2009.

[2] German, R.M. Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Türk Toz Metalurjisi Derneği, 2007.

[3] Yılmaz, T.A. AA 2014/Al2O3 Metal Matrisli Kompozitin Mekanik Alaşımlama Yöntemiyle Üretimi ve Yaşlandırılabilme Özelliklerinin Araştırılması. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2013.

[4] Suryanarayana, C. Mechanical alloying and milling. Progress in Materials Science, 46, 1-184, 2001.

[5] Pelit, Y. Mekanik Alaşımlama Yöntemi İle Alüminyum Esaslı Metalik Köpük Üretilebilirliğinin Araştırılması. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2012.

[6] Sümer, M. Mekanik Alaşımlama İle Üretilen Fe-Fe3C Kompozit Malzemelerde Mekanik Özelliklerin Araştırılması. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2003.

[7] Nazik, C. Alüminyum Matrisli B4C Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi. Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2013.

[8] Kaysser, W.A., Rzesnitzek, K. Principles of Atomization. İçinde: Science of Sintering. 1st Edition, Plenum Press, New York, 1989.

[9] Lawley, A. Atomization: The production of metal powders, Metal Powder Industries Federation, 1992.

[10] Klar, E. Fesko, J.W. Production of metal powders. İçinde: Metals Handbook. 9th Edition, Ohio, 1984.

[11] Yılmaz, O. Gözenekli Malzemelerin Soğuma Eğrilerinin Deneysel Olarak İncelenmesi. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2006.

[12] Özkök, Ö. alfa-Si3N4 İçeren Alüminyum Matrisli Kompozit Malzeme Üretimi ve Özelliklerinin Araştırılması. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2004.

[13] Sarı, D. Elektroliz Yöntemi İle Toz Üretiminde Anot Yüzey Alanı ve Bakır Sülfat Oranının Toz Boyutu ve Şekline Etkisinin Araştırılması. Karabük Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2010.

[14] Peştreli, D. Mekanik Alaşımlama Yönteminin WC-Co Sert Metal Sisteminin Sinterleme Davranışı Üzerine Etkisi. İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2009.

[15] Newkirk, J.W., Kosher, R.A. Designing with powder metallurgy alloys. İçinde: Handbook of Mechanical Alloy Design. New York, 2004.

[16] Kılınç, Y. Demir Bazlı Süperalaşımların Mekanik Alaşımlama Metodu İle Üretilmesi ve Özelliklerinin Araştırılması. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi, Doktora Tezi, 1999.

[17] Kang, S.L. Sintering: Densification, Grain Growth and Microstructure, Oxford:Elsevier Butterworth Heinemann, 2005.

[18] German, R.M. German, Sintering Theory and Practice, Wiley-Interscience, 1996.

[19] German, R.M. Powder Metallurgy Science (Second Edition), Metal Powder Industries Federation, 1994.

[20] German, R.M. Liquid phase sintering, Plenum Press, 1985.

[21] Koch, C.C. Intermetallic matrix composites prepared by mechanical alloying—a review. Materials Science and Engineering A, 244, 39-48, 1998.

[22] Koch, C.C. Whittenberger, J.D. Mechanical milling/alloying of intermetallics. Intermetallics. 4, 339-355, 1996.

[23] Tang, W. Zheng, Z. Wu, Y. Wang, J. Lü, J. Liu, J. Synthesis of TiB2 nanocrystalline powder by mechanical alloying. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 16, 613-617, 2006

[24] Erdem, M. Mekanik Alaşımlama Yöntemi İle Ni Esaslı Bir Süperalaşımın Üretilmesi ve Mikro Yapı, Mekanik ve Oksitlenme Özelliklerinin Araştırılması. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi Bölümü, Doktora Tezi, 2007.

[25] Çağlar, S. Ötektiküstü Al-20Si-5Fe Alaşımının Farklı Tekniklerle Üretimi ve Karkaterizasyonu. Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2013.

[26] Bostan, B. Alüminyum-Karbon Tozlarından Mekanik Alaşımlama ve Sonrası İşlemlerle Al4C3 Sentezlenmesi. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi Bölümü, Doktora Tezi, 2003.

[27] Güler, Ö. Oksit Takviyeli Bakır Kompozitin Mekanik Alaşımlama Yöntemi İle Üretilmesi ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi. Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Yüksek Lisans Tezi, 2006.

[28] Raghavan, V. B-Fe-W (Boron-Iron-Tungsten). Journal of Phase Equilibria, 24, 457-458, 2003.

[29] Yılmaz, Ş. Volkanik Bazalt Kayaçlarından Cam-Seramik Malzeme Üretim Koşullarının Araştırılması Ve Özelliklerinin İncelenmesi. İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 1997.

[30] Özdemir, Ö. Basınç Destekli Yanma Sentezi İle Üretilen Ni-Al İntermetalik Malzemelere Kobalt İlavesinin Etkisinin İncelenmesi. Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Doktora Tezi, 2004.

[31] Li, J., Li, J. Li, C. Liu, Y. Reactive synthesis of FeWB powders and preparation of bulk materials. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 46, 80-83, 2014

[32] Li, C. Li, J. Li, J. Liu, Y. Study on the synthesis behavior of Fe–W–B powders and the preparation of bulk. Advanced Powder Technology, 26, 1410-1416, 2015.

[33] Şen, Ş. Termokimyasal Borlama İşlemiyle AISI 5140, AISI 4140 ve AISI 4340 Çeliklerinin Yüzey Performanslarının Geliştirilmesi. Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Doktora Tezi, 1998.

[34] Sen, S. Sen, U. Bindal, C. Tribological properties of oxidised boride coatings grown on AISI 4140 steel. Materials Letters, 60, 3481-3486, 2006.

ÖZGEÇMİŞ

Mustafa DURMAZ, 20.07.1989'da Samsun'da doğdu. İlköğrenimini Zonguldak'ın Çaycuma ilçesinde Şehit Hasan İlköğretim Okulunda, Ortaöğrenimini de Çaycuma Fatih Lisesinde tamamladı. 2011 yılında Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Lisans Bölümünü ve Çift Anadal Programı kapsamında Makina Mühendisliği Lisans Bölümünü tamamladı. 2011-2013 yılları arasında Bozok Traktör Üretim Paz. San. ve Dış Tic. Ltd. Şti.'de Ar-Ge Mühendisi olarak çalışmalarda bulundu. 2013 yılında Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği ve Makine Mühendisliği Anabilim dallarında yüksek lisans eğitimine başladı. 2013 yılında Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde Araştırma Görevlisi olarak göreve başladı ve yüksek lisans eğitimine Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim dalında devam etti. Mustafa DURMAZ halen Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde araştıma görevlisi olarak görev yapmaktadır.