



T.C.
BATMAN ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

**MEKANİK ALAŞIMLAMA İLE ÜRETİLEN NANOYAPILI Al-Cu-Ni-Si ALAŞIM
TOZLARININ MİKROYAPISAL VE TERMAL KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

CELAL ONAT

Danışman
Doç. Dr. Mustafa OKUMUŞ

AĞUSTOS-2023
BATMAN
Her Hakkı Saklıdır

TEZ KABUL VE ONAYI

Celal ONAT tarafından hazırlanan “Mekanik alaşımlama ile üretilen nano yapılı Al-Cu-Ni-Si alaşım tozlarının mikroyapısal ve termal karakterizasyonu” adlı tez çalışması 24/08/2023 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından oy birliği ile Batman Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü FİZİK Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Başkan

Doç. Dr. Hasan ESKALEN

Danışman

Doç. Dr. Mustafa OKUMUŞ

Üye

Doç. Dr. Hasan ESKALEN

İmza

.....

.....

.....

Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Prof. Dr. Osman PAKMA
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü V.

TEZ BİLDİRİMİ

Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

DECLARATION PAGE

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all materials and results that are not original to this work.

CELAL ONAT

24/08/2023

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

MEKANİK ALAŞIMLAMA İLE ÜRETİLEN NANOYAPILI Al-Cu-Ni-Si ALAŞIM TOZLARININ MİKROYAPISAL VE TERMAL KAREKTERİZASYONU

CELAL ONAT

Batman Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Mustafa OKUMUŞ
2023, 104 Sayfa

Jüri

Doç. Dr. Mustafa OKUMUŞ
Doç. Dr. Cihat ÖZAYDIN
Doç. Dr. Hasan ESKALEN

Bu tez çalışmasında eşit atomik oranda AlCuNiSi orta entropili alaşımları farklı öğütme sürelerinde mekanik alaşımlama tekniği ile nanoyapılı toz olarak üretildi. Üretilen orta entropili nanoyapılı tozlarının mikroyapısal karakterizasyonu X-ışını kırınımı (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu/enerji dağıtıcı X-ışını (SEM/EDX) analizleri ile yapıldı ve ayrıca termal karakterizasyonu diferansiyel termal analiz (DTA) ile yapıldı. XRD sonuçları mekaniksel alaşımlama sonucunda 50-140 saat öğütmelerde intermetalik Al_2Cu , $AlNi$, $AlNi_3$ ve fcc yapılı Cu bazlı katı çözeltili fazlarının oluştuğunu gösterdi. Ayrıca XRD sonuçlarına göre öğütme süresi arttıkça alaşım tozlarında tane boyutunda küçülme olmuştur. 140 saat mekaniksel öğütme sonucunda kristal boyutunun yaklaşık 3nm, kafes geriniminin %1,15 ve diskolasyon yoğunluğu $0,11 \times 10^{18}/m^2$ olduğu bulundu. SEM/EDX analizleri öğütme süresi arttıkça alaşım tozlarında parçalanma, kırılma, topaklaşma ve kaynaklaşmalar olduğunu, ve buna bağlı olarak partikül boyutunun küçüldüğünü ve daha homojen bir yapı oluştuğunu gösterdi. DTA sonuçları sürekli ısıtma esnasında 750-800 °C sıcaklık aralığında faz dönüşümü ve kristalleşmeleri işaret eden bir dizi endotermik pikler göstermiştir. Elde edilen sonuçlara göre 140 saat öğütme ile üretilen AlCuNiSi alaşımın mikroyapısal özelliklerinin bu çalışmada üretilen diğer tüm alaşımların mikroyapısal özelliklerinden daha üstün olduğu anlaşılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Mekanik alaşımlama, Mikrosertlik, Mikroyapısal özellikler, Termal özellikler, Orta entropili alaşımlama

ABSTRACT

MS THESIS

MICROSTRUCTURAL AND THERMAL CHARACTERIZATION OF NANO-STRUCTURED Al-Cu-Ni-Si ALLOY POWDERS PRODUCED BY MECHANICAL ALLOYING

CELAL ONAT

**INSTITUTE OF GRADUATE STUDIES OF
BATMAN UNIVERSITY
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
IN PHYSICAL**

Advisor: Assoc. Prof. Dr. Mustafa OKUMUŞ

2023, 104 Pages

**Assoc. Prof. Dr. Mustafa OKUMUŞ
Assoc. Prof. Dr. Cihat ÖZAYDIN
Assoc. Prof. Dr. Hasan ESKALEN**

In this thesis, AlCuNiSi medium entropy alloys with equal atomic ratio were produced as nanostructured powder by mechanical alloying technique at different milling times. Microstructural characterization of the produced mid-entropy nanostructured powders was performed by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy/energy dispersive X-ray (SEM/EDX) analyzes, and also thermal characterization was performed by differential thermal analysis (DTA). XRD results showed that as a result of mechanical alloying, intermetallic Al_2Cu , AlNi, AlNi₃ and fcc structure Cu based solid solution phases were formed during milling for 50-140 h. In addition, according to the XRD results, as the milling time increased, the particle size of the alloy powders decreased. After 140 h of mechanical milling, it was found that the crystallite size was approximately 3nm, the lattice strain was 1.15%, and the dislocation density was $0.11 \times 10^{18}/m^2$. SEM/EDX analyzes showed that as the milling time increased, fragmentation, breakage, aggregation and cold-welds occurred in the alloy powders, and accordingly the particle size decreased and a more homogeneous structure was formed. DTA results showed a series of endothermic peaks indicating phase transformation and crystallization during continuous heating at a temperature range of 750-800 °C. According to the results obtained, it was understood that the microstructural properties of the AlCuNiSi alloy produced by milling for 140 h were superior to the microstructural properties of all other alloys produced in this study.

Keywords: Mechanical alloying, Microhardness, Microstructural properties, Thermal properties, Medium entropy alloys

ÖNSÖZ

Bu çalışmada “AlCuNiSi” orta entropili alaşımları eşit atomik oranlarında mekaniksel alaşımlama yöntemiyle farklı öğütme sürelerinde üretilip, alaşımın mikroyapısal karakterizasyonu yapılmıştır. Bu çalışmalar boyunca bana her konuda yol gösteren, yakın ilgisini eksik etmeyen ve her türlü konuda yardımcı olan sayın hocam Doç. Dr. Mustafa OKUMUŞ’a en içten teşekkürlerimi sunarım.

Eğitim ve öğretim hayatım boyunca maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen canım babam Mehmet ONAT'a ve çok sevdiğim annem Saniye ONAT'a çok teşekkür ederim. Manevi desteklerini esirgemeyen abilerim Hüseyin ONAT, Mehmet Ali ONAT ablam Tuba GÜL ve kardeşim Abdullah ONAT 'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

CELAL ONAT
BATMAN-2023

İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ABSTRACT	v
ÖNSÖZ	vi
İÇİNDEKİLER.....	vii
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	x
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xiv
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Demir Esaslı Alaşımlar.....	3
1.1.1. Çelikler.....	3
1.1.2. Dökme Demirler	4
1.2. Demir Dışı Alaşımlar.....	4
1.2.1. Alüminyum Alaşımları	5
1.2.2. Bakır alaşımları.....	5
1.2.3. Magnezyum alaşımları.....	5
1.2.4. Titanyum alaşımları	6
1.3. Yüksek, Orta ve Düşük Entropili Alaşımlar	6
1.4. Alaşımlar	11
1.4.1. Amorf alaşımlar	12
1.4.2. Kuazikristal Alaşımlar	16
1.4.3. Nanokristal Alaşımlar.....	20
1.5. Alaşım Üretim Teknikleri	21
1.5.1. Normal Katılaştırma Tekniği.....	22
1.5.2. Hızlı Katılaştırma Tekniği	22
1.5.3. Eriyik Döndürme Tekniği.....	23

1.5.4. Mekaniksel Alaşımlama Tekniği.....	24
1.5.4.1. Mekanik Alaşımlama Değirmen Çeşitleri.....	28
1.5.4.1.1. Speks Çalkalayıcı Değirmenler.....	28
1.5.4.1.2. Planeter Bilyeli Değirmenler	28
1.5.4.1.3. Atritör Değirmeni.....	29
1.5.4.2. Mekanik Alaşımlama İşlem Parametreleri	30
1.5.4.2.1. Öğütücü Kap	30
1.5.4.2.2. Öğütme Hızı.....	31
1.5.4.2.3. Öğütme Zamanı	31
1.5.4.2.4. Öğütücü Kollar.....	32
1.5.4.2.5. Öğütücü Bilyalar	32
1.5.4.2.6. Bilya Toz Oranı.....	32
1.5.4.2.7. Kabın Doluluk Oranı.....	33
1.5.4.2.8. Değirmenin Atmosferi	33
1.5.4.2.9. Sıcaklığın Etkisi	33
1.5.4.3. Mekaniksel Alaşımlama Tekniğinin Avantajları.....	33
2. KAYNAK ARAŞTIRILMASI	35
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	40
3.1. Alaşım Malzemeleri	40
3.2. Malzemelerin Hazırlanması.....	42
3.3. Mekanik Alaşımlama İşlemi.....	43
3.4. Alaşımların Karakterizasyonu	45
3.4.1. XRD Analizleri	45
3.4.2. SEM/EDX Analizleri	49
3.4.2.1. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Analizleri.....	49
3.4.2.2. Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (EDX) Analizleri	51
3.4.2.3. Diferansiyel Termal Analizi (DTA)	51

4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA	54
4.1 XRD Analiz Sonuçları.....	54
4.2. SEM/EDX Analiz Sonuçları.....	63
4.3. DTA Analiz Sonuçları	74
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	79
5.1. Sonuçlar.....	79
5.2. Öneriler.....	80
KAYNAKLAR.....	81
ÖZGEÇMİŞ	90



ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 1.1. Demir dışı metal alaşımları ve alaşım işleme teknikleri.	4
Şekil 1.2. Entropi değerlerine göre alaşımların sınıflandırılması	7
Şekil 1.3. Süperalaşım Kopma –Gerilme Mukavemet Diyagramı	10
Şekil 1.4. Amorf yapının şekli.	13
Şekil 1.5. Sıralı bir şekilde; (a) monokristal, (b) polikristal ve (c) amorf yapı	13
Şekil 1.6. Sıralı bir şekilde; (a) Fe(BCC) tek kristalli ince film-[001], (b) çok kristalli Pd ₂ Si ince film, (c) amorf Pd ₂ Si ince film. Bir dağınık ışık halkası, amorf bir malzemeden yansıyan en belirgin görüntü	14
Şekil 1.7. Au-Si alaşımının faz diyagramı.	15
Şekil 1.8. Amorf alaşımların kontrollü ısıtılmasıyla oluşturulan nanokristal yapılar.	15
Şekil 1.9. Amorf yapının oluşma mekanizmasını gösteren T-T-T diyagramı.	16
Şekil 1.10. Al ₈₆ Mn ₁₄ alaşımının kırınım modeli (Soldan sağa doğru) 2katlı 3katlı 5katlı simetri eksenleri boyunca yönelmiştir.....	17
Şekil 1.11. Diyagram A, normal bir kristalden gelen difraksiyon desenini gösterirken diyagram B, kuazikristal' den gelen difraksiyon desenini göstermektedir.....	18
Şekil 1.12. Soldan sağa; tipik amorf, kuazikristal ve normal kristal yapıların X-ışını kırınım desenleri	18
Şekil 1. 13. Kuazikristal numuneler; (a) Mg-Zn- i-Ho (b) dekağonal Al-Co- Cu numunesi ..	20
Şekil 1.14. Nanokristal malzemelerin Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) görüntüleri, (a) Pt -Fe-B-Zr alaşımı, (b) tavllanmış bakır tozu	20
Şekil 1.15. Normal katılaştırma ile üretilen Cu-bazlı alaşımın katılaşma görüntüsü	22
Şekil 1.16. Şekil 16 Eriyik eğirme yönteminin şematik gösterimi.	24
Şekil 1.17. Toz Metalurjisi Aşamaları.	25
Şekil 1.18. MA Yönteminde Başlangıç Tozlarının Deformasyon ve Karakteristiği	26
Şekil 1.19. Sünek-Gevrek Kırılma Esnasında Metal Tozların Karakterizasyonu.....	27
Şekil 1.20. Speks değirmen.....	28
Şekil 1.21. Planeter (Gezegensel) bilyeli değirmen	29
Şekil 1.22. Atritör değirmeni ve öğütücü kabı	29
Şekil 1.23. Mekanik alaşımlamada işlem parametreleri.	30
Şekil 1.24. Öğütme zamanı- Parçacık boyutu grafiği örneği	32
Şekil 3.1. Elementleri tartarken kullanılan hassas terazi.....	43

Şekil 3.2. Mekaniksel alaşımlama ekipmanının görüntüsü.....	44
Şekil 3.3. Kullanılan Bilyalar ve Havan.	44
Şekil 3.4. Elektromanyetik ışın spektrom diyagramı.	45
Şekil 3.5. X-ışını kırınımı.	46
Şekil 3.6. Tezimizde kullanılan XRD cihazı.....	47
Şekil 3.7. Tezimizde Kullanılan X- ışını cihazının kısımları.....	47
Şekil 3.8. Tezimizde yapmış olduğumuz XRD analiz sonucunun ekrana yansması.	48
Şekil 3.9. Bartın Üniversitesi bünyesinde incelemelerin yapıldığı SEM-EDX cihazı.....	49
Şekil 3.10. SEM Cihazı şematik gösterimi.	50
Şekil 3.11. Tezde kullanılan DTA cihazı.	52
Şekil 3.12. Diferansiyel termal çözümleme sisteminin şematik diyagramı.	53
Şekil 3.13. DTA cihaz referansları ve örnekleri.	53
Şekil 4.1. 0 saatte üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının XRD sonuçları.....	54
Şekil 4.2. 50 saatte üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının XRD sonuçları.....	55
Şekil 4.3. 100 saatte üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının XRD sonuçları.....	56
Şekil 4.4. 120 saatte üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının XRD sonuçları.....	57
Şekil 4.5. 140 saatte üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının XRD sonuçları.....	58
Şekil 4.6. Tüm saatlerde üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın XRD sonuçları.	59
Şekil 4.7. AlCuNiSi orta entropili alaşımın öğütme süresine bağlı kristalit boyutu ve kafes gerinimi.	60
Şekil 4.8. Öğütme süresinin bir fonksiyonu olarak orta entropi AlCuNiSi alaşımın dislokasyon yoğunluğu.....	62
Şekil 4.9. Farklı öğütme sürelerinde üretilen AlCuNiSi orta entropili alaşımın SEM görüntüleri, a): 0 saat, b): 50saat, c): 100 saat, d): 120 saat e) 140 saat.....	63
Şekil 4.10. 0 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının EDX analizi.	65
Şekil 4.11. 50 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının EDX analizi....	65
Şekil 4.12. 100 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının EDX analizi..	66
Şekil 4.13. 120 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının EDX analizi..	66
Şekil 4.14. 140 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının EDX analizi..	67
Şekil 4.15. 0 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın EDX -SEM elementel haritalaması, (a): SEM görüntüsü, (b): Elementel dağılım.	68
Şekil 4.16. 50 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın EDX -SEM elementel haritalaması, (a): SEM görüntüsü, (b): Elementel dağılım.	69

Şekil 4.17. 100 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın EDX -SEM elementel haritalaması, (a): SEM görüntüsü, (b): Elementel dağılım.....	70
Şekil 4.18. 120 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın EDX -SEM elementel haritalaması, (a): SEM görüntüsü, (b): Elementel dağılım.....	71
Şekil 4.19. 140 saat alaşımlama ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın SEM-EDX elementel haritalaması, (a): SEM görüntüsü, (b): Elementel dağılım.....	72
Şekil 4.20. 0 saat alaşımlama ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın DTA sonuçları...	74
Şekil 4.21. 50 saat alaşımlama ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın DTA sonuçları.	75
Şekil 4.22. 100saat alaşımlama ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın DTA sonuçları.	76
Şekil 4.23. 120saat alaşımlama ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın DTA sonuçları.	77
Şekil 4.24. 140saat alaşımlama ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın DTA sonuçları.	78

Çizelge listesi

Çizelge	Sayfa
Çizelge 1.1. Bilinen geleneksel alaşımların karışım entropi değerleri	9
Çizelge 1.2. Yarı kararlı alaşımların özellikleri ve kullanımları	12
Çizelge 1.3. Kuazikristaller ve kuazikristallerin simetrileri	18
Çizelge 1.4. Normal kristal, kuazikristal ve amorf yapılar arasındaki fark	19
Çizelge 1.5. Kuazikristal olarak elde edilebilen çeşitli alaşım türlerinde bulunan dodekagonal simetrik kuazikristal yapılar, dekağonal, oktağonal, ikosaedral yapılar	19
Çizelge 1. 6. Al Cu Ni ve Si elementlerinin bazı özellikleri.....	40
Çizelge 1.7. Tezde kullandığımız elementler ve belirlediğimiz yüzde olarak oranları	42

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

Al: Alüminyum

°C: Santigrat Derece

Cu: Bakır

Fe: Demir

Mpa: Megapaskal

N: Alaşım Bileşen sayısı

Ni: Nikel

Si: Silisyum

Ti: Titanyum

Zn: Çinko

Kısaltmalar

SEM: Taramalı Elektron Mikroskop

XRD: X-Işını Kırınımı

EDX: Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi

HMK: Hacim Merkezli kübik

VEC: Valans Elektronu Konsantrasyonu

YMK: Yüzey Merkezli Kübik

OM: Optik Mikroskop

ALD: Atomik Katman Biriktirme

DTA: Diferansiyel Termal Analiz

1. GİRİŞ

İnsanlar ihtiyaçlarını daha iyi karşılayabilmek için sürekli olarak teknolojiyi geliştirmiştir. Ve gelişen teknoloji ile kesintisiz bir gelişim süreci içerisine girmiştir. Bunun için bilim her alanda gerçekleştirilen yapıtların var olan özelliklerin daha iyi olanlarını açığa çıkarma gayretindedir. Bu durum ise malzeme bilimi, genetik bilimi, uzay bilimi ve benzeri alanlarda pek çok yeni araştırma fırsatına yol açmıştır. Zamanımızda sürekli gelişen malzemeler mutfak gereçlerinden havacılık endüstrisine kadar her alanda yaygın olarak kullanılmaktadır. Sonuç olarak malzeme bilimi ve nanoteknolojinin gelişmesi ile birlikte nano yapılı malzemelerin ilerlemesi ile ilgili önemli çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmalar neticesinde nanokristal, kuazikristal ve amorf gibi kararlı alaşımların bulunuşu bilindik geleneksel kristallerden daha seçkin özelliklere sahip olması sebebiyle katıların atomik yapısı ve kristalografide önemli yer bulmuştur (Klement ve ark., 1960; Shechtman ve ark., 1984; Porter ve ark., 1984; Yoshizawa ve ark., 1988). Yarı kararlı alaşımlar genellikle birçok mükemmel özelliğe sahip amorf alaşımlar atomik düzenlenmesi olmayan bir metal alaşımıdır. Kelime anlamıyla biçimsiz veya şekilsiz olan bu alaşımlar 1960 yılında Duwez ve arkadaşları tarafından hızlı katılaştırma metodu kullanılarak üretilmiştir. Üretilen ilk alaşım ikili altın-silisyum (Au-Si) amorf alaşımıdır. Amorf malzemelerin kristalizasyonu oluşmadan önce donma noktasının altına soğutularak elde edilir. Nanokristal alaşım öte yandan adet boyutları 100 nm den küçük olan çok veya tek fazlı polikristal malzemelerdir (Lu ve ark., 2006). Bu alaşımların küçük tane boyutu nedeniyle tane sınırları çok güçlüdür. Bunun nedeni özgül yüzey alanının büyük olmasındandır (Tonejc ve ark., 2002). İlk nanokristal malzemeler 1988 yılında Fe-Si -B-M (M: Cu ve Nb) tavlama ile Y.Yoshizawa ve arkadaşları tarafından keşfedilmiş ve tavlama sonrası alaşımda çok küçük parçacıkların olduğu gözlemlenmiştir. Böylece ilk kez yeni bir nanoyapılı alaşımdan bahsediyorlardı. Şimdiye kadar keşfedilen nanokristal ve amorf malzemeler, mükemmel korozyon ve oksidasyon direnci, yüksek mukavemet, mükemmel manyetik özellikler ve yüksek sertlik gibi olağanüstü özelliklere sahiptir (Suryanarayana, 1999). Dolayısıyla bu alaşımların hayatın birçok alanında uygulamaları görülebilir (Inoue, 2001). Bu üstün malzemeler nano yapılara sahiptirler ve bundan dolayı bileşenler malzeme içinde homojen olarak dağılır ve dağıldıkları için malzemenin özellikleri önemli ölçüde değişir (Inoue ve ark., 1992). Nanokristal malzemelerin birçok farklı teknik kullanılarak üretilmesi mümkündür. Çoğu araştırmacı nanokristal yapılar

oluşturmak için iki yöntem önermiştir. Tek bir yöntemle amorf alaşımların kontrollü kristalizasyonu ile doğrudan veya dolaylı olarak üretilir. Genel olarak nanokristal malzemelerin doğrudan üretimi için iki temel ilke vardır. Bunlar aşağıdan yukarıya ve yukarıdan aşağıya yöntem olarak ayrılabilir. Aşağıdan yukarıya yaklaşımlar, daha büyük ürünler oluşturmak için daha küçük yapı taşlarını birleştirmek olarak tanımlanırken, bunun bir örneği kimyasal buharların üretimidir. Yukarıdan aşağıya yaklaşımlar oluşturmak için daha büyük başlangıç malzemelerinden daha küçük ürünler inşa etmeyi içerir. Bu yaklaşıma verilebilecek örnek ise mekanik alaşımlama tekniğidir. Mekanik alaşımlama tekniği ise ısı veya kimyasal işlemlere dayanmayan homojen olarak gerçekleştirilen katı hal reaksiyonudur. Bu teknik kullanılarak mikro yapı kontrol edilebildiği için istenilen mikroyapıya sahip malzemeler üretilebilmektedir. Beraberinde bu teknikte erime sıcaklıkları birbirinden büyük ölçüde aynı olmayan elementlerin homojen karışımı ve yüksek çözünürlük limitlerine ulaşma zorlukların üstesinden gelinebilir. Bazılarını diğer tekniklerde üretimi zor olan bu teknikle nanokristal kuazikristal ve amorf alaşımlar üretilebilmektedir (Gogebakan ve ark., 2007, 2009, 2011). Sanayide kullanılan metaller genellikle saf değil, alaşım halindedir. Metal üretiminin ergitme aşamasında gerekli olan özelliklere bağlı olarak, ana metale ilave olarak bir veya daha fazla alaşım elementi ilave edilerek katılaşma sağlanmakta ve ana metalin saf halinden farklı bir yapı elde edilmektedir (Karaaslan, 2010). Bir alaşımın durumunun belirlenmesi, mevcut fazların, faz kuvvetinin, faz oranlarının, faz özelliklerinin ve bunların alaşım içindeki geometrik dağılımının incelenmesini gerektirir. Bu koşulları bilmek bize metalin özellikleri hakkında fikir verir. Alaşımlar genelde erimiş halde homojendir. Başka bir deyişle, alaşımlar sadece sıvı çözeltilerden oluşur. Katı halde, sadece tek bir katı çözelti içeren homojen olabilirler veya birçok katı çözelti, ara ürün ve saf metalik kristaller içeren heterojen iç yapılara sahip olabilirler. Bu bağlamda özellikle iki kristal tipine sahip alaşımlar görülür; saf kristal alaşımları ve karışık kristal alaşımları (Karaaslan, 2010).

Alaşımlamanın avantajları aşağıda gösterilmiştir.

1. Farklı özelliklere sahip birçok malzeme elde etmek
2. Mekanik özelliklerde değişiklik
3. Fiziksel özelliklerde değişiklik
4. Isıl işleme elverişli hale getirmek
5. Malzemelerin maliyetini azaltma
6. Korozyona karşı koruma

Alaşımların en büyük avantajı; Baz metallerin katkı metallerin özelliklerini nasıl etkilediği bilinerek seçkin özelliklere sahip yeni ürünler elde etmek mümkündür. Bu yeni ürünler uygulamanız için gereken fiziksel özelliklere sahip malzemelerin üretimine olanak tanır. Kimyasal ortam, aşınma, yorulma, yüksek sıcaklık vb. saf metallerin istenilen etkiyi sağlayamadığı durumlarda istenilen özellikleri sağlayan niteliklerde alaşımlar kullanılmaktadır. Örneğin demir yeterince sert değilse daha sert demir alaşımları içeren çelikler kullanılır. Çoğu metal, kafes yapılarında bazı safsızlık atomları içerebilir. Safsızlıklar orijinal metal atomlarının yerini aldığı anda karışık kristaller oluşur ve ara yer boşlukları tıkanıp ara yer katı çözeltileri oluşur (Megep, 2007). Metal malzemeler esas olarak demirli ve demirsiz olarak ayrılır. Demir, demir içeren malzemelerin ana bileşenidir. Diğer tüm malzemelere demir dışı malzemeler denir. Ayrıca şekillendirilebilirliklerine göre de sınıflandırılabilirler. Dökme alaşım, kalıplanması zor olan ve dökümle oluşturulan bir malzemedir. Malzemeler deforme olabiliyorsa dövülebilir alaşım denir. Malzemenin mukavemeti genellikle soğuk işleme ve ısı işleme arttırılır (Erdoğan, 2000).

1.1. Demir Esaslı Alaşımlar

En yüksek oranda üretilen metal malzeme türü demirden yapılan malzemelerdir. Bunun nedeni demirin hammadde olarak bol olması ve ekonomik olması, şekil verme kolaylığı ve çok yönlü fiziksel ve mekanik özellikleridir. En önemli dezavantajı çevrenin etkisinden dolayı zayıf korozyon direncidir. Diğer bir dezavantaj, nispeten yüksek yoğunluk ve düşük elektrik iletkenliğidir. Demir bazlı alaşımlardaki başlıca alaşım elementleri demir (Fe) ve Karbon (C)'dur. Değişen karbon oranları ile çok farklı özellikler gösterebilirler. Karbon içeriği %2,14'ten az olan demir alaşımlarına çelik, yüksek karbon içeriğine sahip demir alaşımlarına ise dökme demir denir (Satish, 2004).

1.1.1. Çelikler

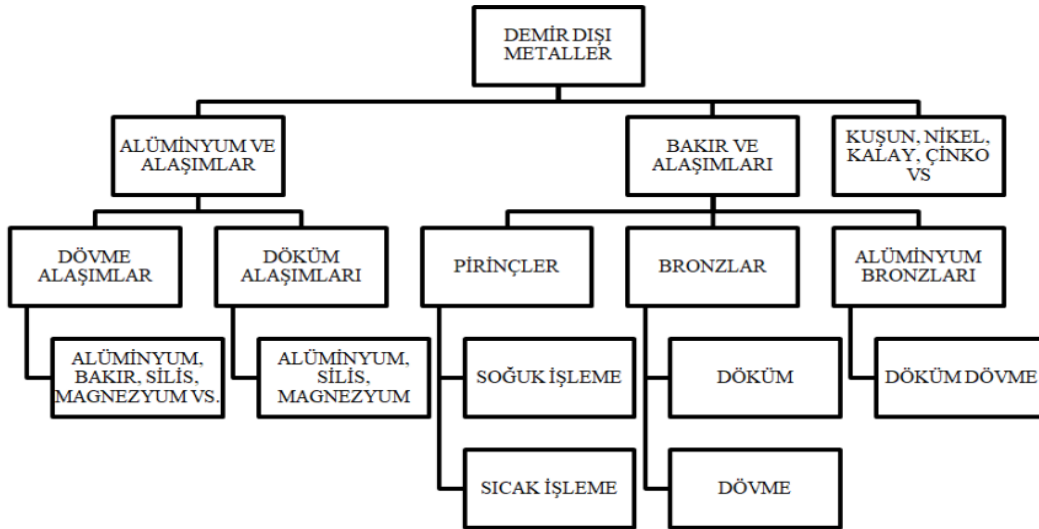
Çelik, bileşiminde %2,14'a kadar karbon içeren tüm demirli malzemeleri ifade etmek için yaygın olarak kullanılır. Ancak teknolojiye kullanılan çelikteki karbon içeriğinin üst sınırı %1,5 civarındadır. Bu karbon artışı az miktarda manganez, silikon, kükürt ve fosfor içeren bir demir-karbon alaşımları sınıfı çelik adı altında gruplandırılır. Çelik, kimyasal bileşimine, uygulama alanına, kalitesine ve şekillendirme işlemine göre sınıflandırılabilir. Çelikler genellikle karbon içeriklerine göre sınıflandırılır. Kolayca üç gruba ayrılabilirler: düşük karbonlu çelikler (ağırlıkça %C < 0,3), orta karbonlu çelikler (ağırlıkça %0,3 < C < 0,6) ve yüksek karbonlu çelikler (ağırlıkça %C > 0,6) (Satish, 2004; Gürü ve ark., 2006).

1.1.2. Dökme Demirler

Dökme demir, soğuk veya sıcak işlemeye uygun olmayan ve döküm olarak yararlanılan, karbon içeriği %2,06'dan fazla olan demir-sementit veya demir-grafit alaşımıdır. Alaşımlı dökme demirin karbon içeriği %2,06'dan az olabilir. Dökme demir genellikle ötektik bileşime yakındır çünkü dökümü kolaydır ve düzgün bir mikro yapıya sahiptir. Dökme demirde önemli bir alaşım elementi olan silisyum, ötektik noktayı sola kaydırır. Dökme demir, %2,5...5 karbon içeriğine ve yaklaşık 7,2-7,4 g/cm³ katı yoğunluğuna sahiptir. Dökme demirler, mikroyapılarına ve kırılma yüzey görünümüne göre sınıflandırılır. Çatlak yüzeyinin şekline göre sınıflandırma: 1) beyaz dökme demir, 2) kır dökme demir, mikro yapılarına göre sınıflandırma yapılırken: 1) lamel grafit 2) küresel grafit 3) vermiküler grafit ve 4) temperlenmiş grafitli dökme demirler şeklindedir. Sementit oluşumu veya demir ve karbonun ayrışması, alaşım elementlerine, parçanın soğuma hızına ve soğuma hızını etkileyen parçanın kalınlığına bağlıdır. Karbonun ayrışmasına yani grafit oluşumuna neden olan elementler karbon, silisyum, fosfor, bakır ve nikeldir. Öte yandan sementit oluşumunu destekleyen en önemli elementler manganez ve kromdur (Can, 2006).

1.2. Demir Dışı Alaşımlar

Periyodik tablonun kararlı izotop olan 92 elementinden 70'i metaldir. Ancak bunların 30 tanesi sanayide kullanılmıştır. Demirden sonra, yıllık üretime göre ilk sekiz metal şunlardır: Alüminyum, kurşun, bakır, magnezyum, kalay, çinko, krom, nikel. Bazı metaller, saf metaller yerine alaşım imalatında ek alaşım elementleri olarak kullanılır. Bu bölüm, bazı karakteristik demir dışı alaşımlar hakkında bilgi sağlar (Gürü ve ark., 2006). Şekil 1.1'de Demir dışı metal alaşımları ve alaşım işleme teknikleri gösterilmektedir.



Şekil 1.1. Demir dışı metal alaşımları ve alaşım işleme teknikleri (Gürü ve ark., 2006)

1.2.1. Alüminyum Alaşımları

Alüminyum, doğada en bol bulunan elementlerden biridir ve çelikten sonra mühendislik yapılarında en yaygın kullanılan metaldir. Alüminyumun yoğunluğu çeliğin üçte biri kadardır. Çok hafif olmalarına rağmen, bazı alüminyum alaşımları 500 MPa'yı aşan akma dayanımlarına sahiptir. Alüminyum alaşımları bu özelliklerinden dolayı hafiflik istenen uçak ve araçlar için önemlidir. Bu alaşımlar genellikle düşük yoğunluk, yüksek termal ve elektriksel iletkenlik ve yüksek korozyon direnci ile karakterize edilir. Alüminyum yüzey merkezli kübik kafes yapısı, düşük sıcaklıklarda bile kalıplamayı kolaylaştırır. Bu alaşımların ana sınırlaması, düşük erime sıcaklıklarıdır (660°C). Mukavemetleri soğuk işleme ve ısıtma işlemi artırılabilirdiğinden döküm ve dövme olmak üzere iki kısma ayrılabilirler. Si, Cu, Mg, Mn, ve Zn ana alaşım elementleridir. Son zamanlarda düşük yoğunluklu Mg, Li, ve Al, Ti gibi metaller özellikle otomobillerin ağırlık azaltılmasında büyük ilgi görüyor (Can, 2006).

1.2.2. Bakır alaşımları

Bakır, alaşımsız halde ve diğer metallerle alaşımlarda yaygın olarak kullanılmasından dolayı önemli bir mühendislik metalidir. Alaşımsız bir yapıda mükemmel bir özellik birleşimine sahiptir. Bu özellikler, bakırı elektronik endüstrisinde temel bir malzeme haline getirir. Bu özellikler, yüksek elektrik iletkenliği, korozyon direnci, imalat kolaylığı, orta gerilme mukavemeti, kontrol edilebilir tavlama özellikleri ve genel lehimleme ve birleştirme özelliklerini içerir. Pirinç ve diğer metallerle oluşan çeşitliliği de bakırı birçok mühendislik uygulamasında vazgeçilmez kılmaktadır. Pirinç bir çinko-bakır alaşımıdır. Bronz ayrıca ek Al, Sn, Ni ve Si ile desteklenebilir, bu da onu pirinçten daha dayanıklı ve korozyona dayanıklı hale getirir (Erdoğan, 2001).

1.2.3. Magnezyum alaşımları

Alüminyum ve demirden sonra dünya yüzeyinde en çok bulunan üçüncü metal olan magnezyum, gümüş grisi bir metaldir. Sanayide kullanılan en hafif metaldir. Kullanımı kolay ve uyarlanabilir. Bu avantajlarına rağmen genel yapı malzemesi olarak nadiren kullanılır. Bunun nedeni, üretim sırasındaki yüksek enerji maliyeti ve oksijene olan yüksek afinitesidir. Hegzagonal Sıkı Paket (HSP) kristal bir yapıya sahip olduğu için oda sıcaklığında kalıplanması zordur. Genellikle döküm veya sıcak presleme ile oluşturulurlar. Ana alaşım elementleri Zn, Mn ve Al'dir (Gürü ve ark., 2006).

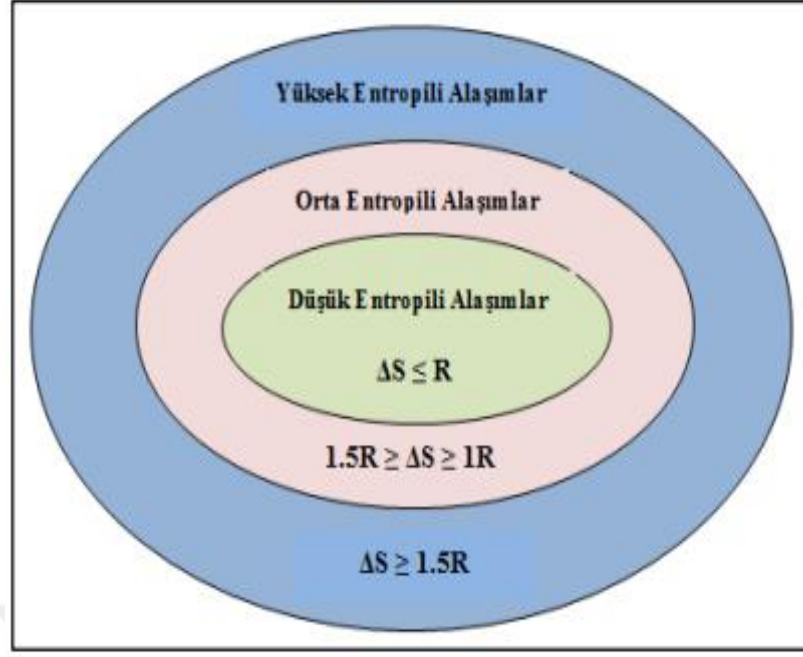
1.2.4. Titanyum alaşımları

Titanyum ve alaşımları nispeten yeni mühendislik malzemeleridir ve 1952'den beri yalnızca yapısal malzeme olarak kullanılmaktadır. Titanyum alaşımları, yüksek mukavemet-ağırlık oranına, yaklaşık 550°C'ye kadar yüksek sıcaklık özelliklerine ve özellikle oksitleyici asitler ve klorürlerde ve çoğu doğal ortamda mükemmel korozyon direncine sahiptir. Bununla birlikte, titanyum ve alaşımlarının maliyeti, yaygın olarak kullanılan metallere daha yüksektir. Ancak titanyum ve alaşımları, özel özelliklerinden yararlanılabilecek birçok yerde etkin bir şekilde kullanılmaktadır. Örneğin, titanyum alaşımlarının yüksek mukavemet-ağırlık oranı ve yüksek sıcaklık özellikleri, uçak endüstrisinde büyük önem taşımaktadır (Erdoğan, 2001).

1.3. Yüksek, Orta ve Düşük Entropili Alaşımlar

Son zamanlarda, çok bileşenli eş molar alaşımlara ve bunların türevlerine büyük ilgi duyulmaktadır. Bu alaşımlar literatürde genellikle yüksek entropili alaşımlar olarak adlandırılır. İdeal katı çözeltilerde, alaşım elementlerinin sayısı arttıkça karıştırma entropisi artar. 5 veya daha fazla alaşım elementi karışımın toplam serbest enerjiye entropik katkısının daha önemli hale geldiği, bileşik oluşumunu ve faz ayrılmasını önleyen ve katı çözeltileri stabilize eden bir büyüklüğe ulaştığı öne sürülmüştür. Buna dayanarak bu alaşımlar diğer sınıflandırmalardan farklıdır. Entropi değerine göre de sınıflandırma yapabilirsiniz. Böylece alaşım 5 veya daha fazla elementten oluşur; Alaşımdaki her bir elementin oranı %5- 35 olmak şartıyla yüksek entropili alaşımlar olarak adlandırılırlar. Tek bir ana elementten oluşan alaşımlara düşük entropili alaşımlar, iki ila dört ana alaşım elementinden oluşan alaşımlara orta entropili alaşımlar denir. Tüm çok elementli alaşımlarda, element oranları aynı konsantrasyonda olduğunda karışımın entropisi maksimuma ulaşır. Genel olarak, yüksek entropili alaşımların çoğu araştırmacısı, aynı oranda element içeren alaşımları inceler (Gali ve ark., 2013).

Yüksek entropili eş molar alaşımlar için karışım entropisi $1.61R$ limiti olarak hesaplanır. Ancak Miracle ve ark. yüksek entropili alaşımın entropi değerinin $1.5R$ olduğu bildirmektedirler (Miracle ve ark., 2014). Entropi değerleri $1.5R$ ile $1R$ arasında olan alaşımlara orta entropi alaşımları denir. Entropi değerleri $1R$ 'dan küçük olan alaşımlara düşük entropili alaşımlar denir. Şekil 1.2'de entropi değerine göre alaşım sınıflandırması gösterilmiştir. (Murty ve ark., 2019).



Şekil 1.2. Entropi değerlerine göre alaşımların sınıflandırılması (Murty ve ark., 2019)

Bir alaşımda oluşabilecek kristal yapıları, yarı kristal ve metaller arası fazların oluşumunu tahmin edebilmek için alaşımı oluşturan elementlerin temel karakteristik termodinamik ve geometrik parametreleri bilinmelidir. Entalpi ve entropinin çok bileşenli bir katı çözelti alaşım fazlarının stabilitesi üzerindeki etkisi, karışık entalpi (ΔH_{Mix}), konfigürasyon entropisi (ΔS_{conf}), omega parametresi (Ω), değerlik elektron konsantrasyonu (VEC) ve atomik boyut farkı (δ) gibi termodinamik parametrelerle açıklanabilir. Bu parametreler aşağıdaki denklemler kullanılarak hesaplanabilir;

$$\Delta H_{Mix} = \sum_{i=1, j \neq 1}^n 4\Delta H_{ij} C_i C_j \quad (1.1)$$

$$\Delta S_{Conf} = -R \sum_{i=1}^n C_i \ln C_i \quad (1.2)$$

$$\Omega = \frac{T_m \Delta S_{Conf}}{|\Delta H_{Mix}|} \quad (1.3)$$

$$VEC = \sum_{i=1}^n C_i (VEC)_i \quad (1.4)$$

$$\delta = \sqrt{\sum_{i=1}^n C_i \left(1 - \frac{r_i}{\bar{r}}\right)^2} \quad (1.5)$$

Burada; ΔH_{ij} iki element arasındaki entalpi enerjisidir, C_i ve C_j atom oranlarıdır, R gaz sabitidir. T_m ifadesi ise elde edilen alaşımı oluşturan elementlerin ortalama erime sıcaklığıdır. $T_m = \sum C_i(T_m)_i$ her bir elementin atom yarıçapı r_i ve $\bar{r}$ ortalama atomik yarıçap boyutudur.

Yapmış olduğumuz hesaplamalarda bulmuş olduğumuz değerler ΔH_{Mix} değeri -24.75 kJ/mol, ΔS_{conf} değeri 1.386R J/molK, Ω değeri 0.55, VEC değeri 7 ve δ değeri ise 6.8 % olarak hesaplanmıştır.

Yapılan literatür çalışmaları sonucunda Miracle ve arkadaşları (miracle ve ark., 2014) konfigürasyon entropi değeri $1.5R$ ile $1R$ arasında olan alaşımları orta entropi alaşım sınıfında yer aldığını ifade etmektedirler. Tezimizde yapmış olduğumuz hesaplamalarda konfigürasyon entropi değerini 1.386R olarak hesapladığımız için çalışmamızda üretilen AlCuNiSi alaşımımız orta entropili alaşım sınıfında yer almaktadır. Ayrıca VEC değeri üretilcek alaşımlarda Kristal yapının FCC + BCC olabileceğini göstermektedir.

Geleneksel alaşımlar genellikle düşük entropi değerlerine sahiptir. Hastelloy, Monel ve Inconel gibi süper alaşımlar, orta entropi alaşımlarına örnektir. Mühendislik malzemelerinin karışım entropisine göre sınıflandırılması aşağıdaki çizelge 1.1’de görülmektedir.

Çizelge 1.1. Bilinen geleneksel alaşımların karışım entropi değerleri (Yeh, 2013)

Yöntem	Alaşım	Ergiyik halde ΔS_{krs}
Co bazlı süper alaşım	Stellite 6	1,13R
BMG (metalik cam)	$Cu_{47}Zr_{11}Ti_{34}Ni_8$	1,17R
	$Zr_{53}Ti_5Cu_{16}Ni_{10}Al_{16}$	1,30R
Mg alaşımı	AZ91D	0,35R
Cu alaşımı	7-3 pirinç	0,61R
Yüksek hız takım çeliği	M2	0,73R
Al alaşımı	2024	0,29R
	7075	0,43R
Ni bazlı süper alaşım	İnconel 718	1,31R
	Hastelloy X	1,37R
Düşük alaşımlı çelik	4340	0,22R
Paslanmaz çelik	304	0,96R
	316	1,15R

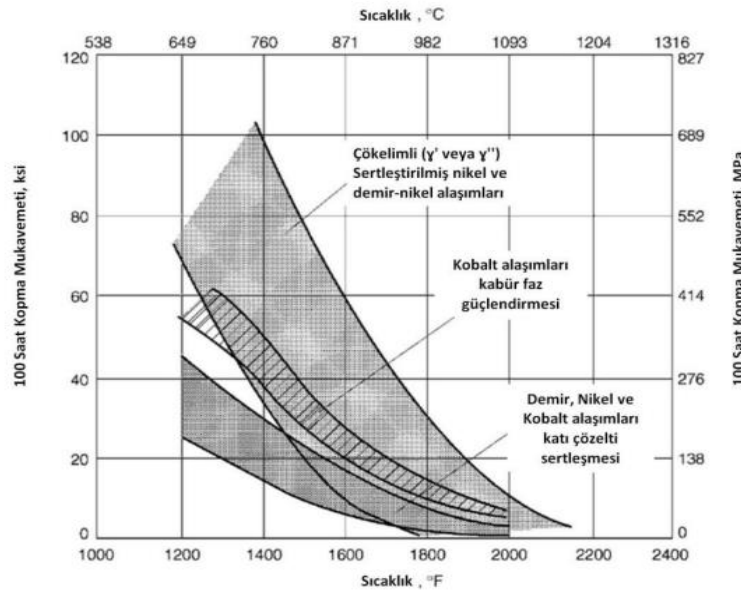
Süper alaşımlar, çalışma sıcaklıklarında yüksek mekanik özelliklerin ve mukavemetin korunması gereken yerlerde yaygın olarak kullanılır. Bu nedenle süper alaşımlar, gaz jeneratörleri için türbin motor bileşenlerinde ve endüstriyel havacılık motorlarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu da motorun daha yüksek sıcaklıklarda çalışmasını sağlar. Bu nedenle ekonomik ve çevresel üstünlük sunar (Gustafsson, 2012).

Süper alaşımlar 20. yüzyılın ortalarında geliştirildi. Süper alaşımların korozyon direnci, sürünme direnci ve yüksek sıcaklıklarda bile dayanım gibi üstün özellikleri nedeniyle süper alaşımlara olan talep artmaktadır (Pollock ve ark., 2006).

Süper alaşımlar, erime noktalarının 0,9 katına kadar etkili bir şekilde kullanılabilir. Bu alaşımların yüksek sıcaklık mekanik özellikleri çok iyidir. Süper alaşımların bu özelliği, başka herhangi bir alaşım sistemi ile karşılaştırılmaz (Andersson, 2011).

Süper alaşımların ana elementleri nikel, demir ve kobalttır. Bu açıdan bakıldığında süper alaşımlar nikel bazlı, kobalt bazlı ve demir-nikel bazlı olmak üzere üç ana kategoriye ayrılmaktadır. Süper alaşımlarda ikincil elementler Mo, W, B, Re, Al, Zr, Ta, Nb, Cr, C, ve Hf olarak tanımlanabilir. Süper alaşımların malzeme özellikleri içerdikleri ikincil elementlerin adedine bağlıdır (Donachie ve ark., 2002).

Nikel ve Kobalt bazlı süper alaşımlar, uygulamaya ve bileşime bağlı olarak dövülebilir veya dökülebilir. Şekil 1.3'te süper alaşımların gerilme-kopma mukavemeti diyagramını göstermektedir.



Şekil 1.3. Süperalaşım Kopma –Gerilme Mukavemet Diyagramı (Donachie ve ark., 2002)

Hastelloy X, güçlü, nikel bazlı, güçlendirilmiş bir alaşımdır ve yüksek sıcaklıklarda çalışan yapısal bileşenler için birincil malzemedir (King ve ark., 1981). Gaz türbini motoru kanal geçiş parçaları, enjektör parçaları, art yakıcı alev tutucu parçaları, egzoz boruları, kabin ısıtıcıları vb. için kullanılır. Endüstriyel fırınlarda kullanılması önerilir. Çünkü oksitleyici, indirgeyici ve nötr atmosferlere karşı çok dayanıklıdır. Hastelloy X alaşımı ayrıca kimyasal proses endüstrisinde susturucular, katalizör destek ızgaraları, fırın bölmeleri, piroliz prosesleri için tüpler ve hızlı kurutucu bileşenleri için kullanılır.

Inconel 625, hemen hemen 800°C'ye kadar oda sıcaklığında muhteşem karşı koyma gücüne sahip bir nikel-krom-molibden alaşımıdır (Davis ve ark., 2000). Daha üst sıcaklıklarda, karşı koyma gücü genellikle diğer katı çözelti ile daha güçlü hale getirilmiş alaşımlardan daha düşüktür. Çeşitli yüksek sıcaklık havacılık uygulamaları için Inconel 625 alaşımı, kimyasal proses endüstrisinde düşük sıcaklıkta korozyona dayanıklı bir malzeme olarak, kimyasal proses endüstrisinde ve güç endüstrisi uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Kısa süreliğine yaklaşık 815°C'ye kadar kullanılabilir. Ancak, uzun süreli çalışma koşullarında kullanım maksimum 595 °C ile sınırlıdır. Alaşım (Inconel 625) 595 °C'nin üzerinde kalıcı termal yüklere maruz kaldığında ciddi gevrekleşme meydana gelir (Anonim, 2017b).

Bu tezin amacı eşit atomik oranlarda Al-Cu-Ni-Si orta alaşımını 0-140 öğütme aralığında mekanik alaşımlama yöntemiyle üretmek ve üretilen nanoyapılı toz alaşımların mikroyapısal ve termal özelliklerini incelemektir. Teknolojik olarak oldukça önemli olduğundan uçak ve otomotiv sanayisi gibi alanlarda kullanılan malzemelerin dayanıklı olması kadar hafif olması da aranan bir özelliktir. Eğer bu nanomalzemeler çok iyi analiz edilir ve özellikleri ayrıntılı olarak incelenirse sanayinin ihtiyacı olan malzemeler daha ucuza üretilecek ve daha uzun ömürlü olacaktır.

1.4. Alaşımlar

Alaşımlar iki ya da daha fazla metalik elementin homojen karışımlarıdır. Alaşımların özellikleri birçok alanda geliştirilmiştir. Metal alaşımlarının özellikleri ve yapıları ve bileşenlerinin zengin çeşitliliği nedeniyle elektronik mühendislik ve katalizde geniş bir uygulama alanına sahiptir (Averback ve ark, 1991). Nanaoteknoloji ve malzeme biliminin gelişmesiyle birlikte malzemelerin mikroyapısı incelenmiş olup malzemelerin nano boyuttaki tavırları makro düzeydekinden farklı olduğu anlaşılmıştır. Dolayısıyla malzemelerin mikro yapısı ve özellikleri değişebilir. Bu nedenle bilinen kristalden daha güçlü özelliklere sahip yarı kararlı alaşımlar olarak bilinen kuazikristal nanokristal ve amorf alaşımlar gün geçtikçe popülerliğini artırmaktadır. Yarı kararlı alaşımlar katıların atomik yapısında ve kristalografisinde ciddi bir yer tutar. Yüksek ve üstün özellikli alaşımların kullanım alanları Çizelge 1.2'de gösterilmiştir.

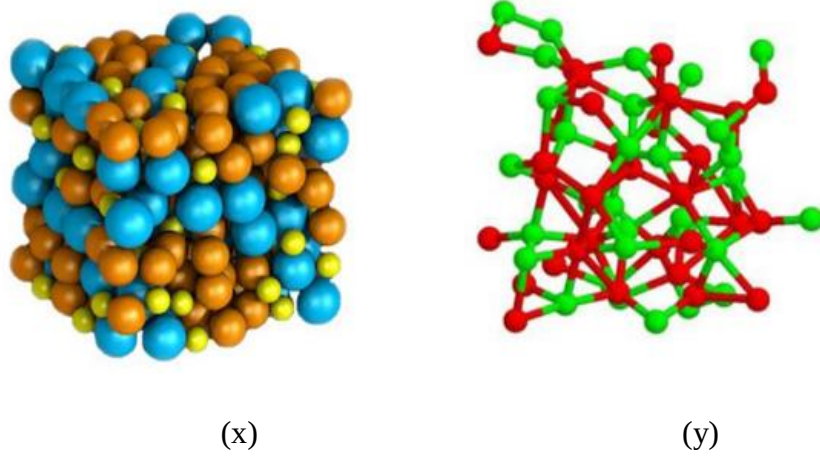
Çizelge 1.2. Yarı kararlı alaşımların özellikleri ve kullanımları (Inoue, 2001)

Özellik	Kullanım alanı
Biyo uyumlu	Protez malzemesi olarak
Yüksek hidrojen depolama	Hidrojen depolama malzemesi olarak
Yüksek yansım oranı	Optiksel duyarlı malzemelerde
Yüksek korozyon dayanımı	Uçak, gemi, füze parçası (dış muhafaza)
Yüksek akma dayanımı	Kompozit zırh uygulamaları
Yüksek dayanım/ağırlık oranı (spesifik dayanım)	Elektronik cihazlar için ince ve dolayısıyla hafif kılıf
Yüksek sertlik	Kesici malzemelerde (ameliyat bıçağı olarak)
Yüksek akustik özellikleri	Akustik emici malzemeler olarak
Yüksek elastik enerji	Spor malzemelerinde
Yüksek dayanıklılık	Makineler için yapısal malzeme olarak

Yarı kararlı malzemeleri atomik düzenlemelerine göre üç gruba ayırıyoruz. Bunlar bulunma sırasına göre amorf malzemeler, kuazikristal malzemeler ve nanokristal malzemelerdir.

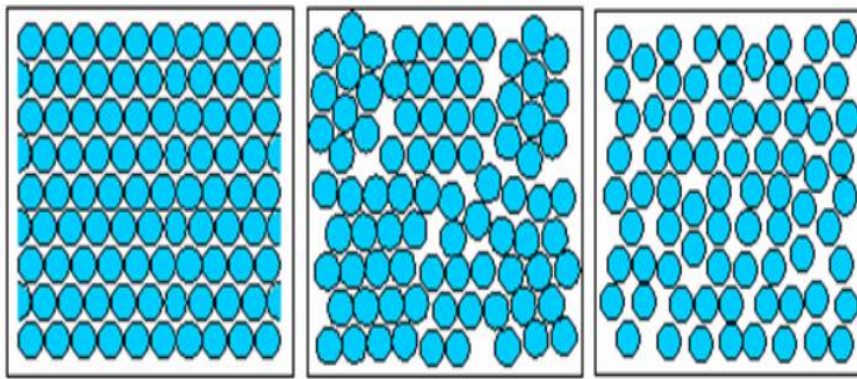
1.4.1. Amorf alaşımlar

Daha önce de belirtildiği gibi günlük hayatta kullanılan bazı malzemeler kristal değildir. Bu maddelerin atomik dizilişi gelişigüzel bir dağılım gösterir ki böyle bir atomik dizilime sahip olmayan maddelere amorf malzeme denir (Dikici, 1993). Amorf şekli olmayan anlamına gelir. Amorf alaşımların kristal yapısı yoktur, yani alaşımı oluşturan atomlar tane sınırları olmaksızın düzensiz ve rastgele dağılmıştır.



Şekil 1.4. Amorf yapının şekli (Grenèche, 2003)

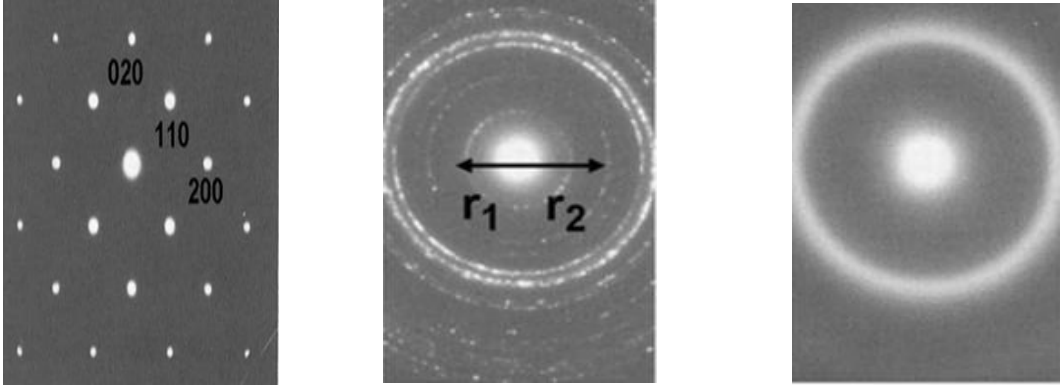
Şekil 1.4’de (x) ve (y) den de görebileceğimiz gibi atomların belli bir düzeni yoktur. Kristal gibi rastgele bir dağılım sergileyen bu yapıda birim hücre ve iyi tanımlanmış örgü yapısından bahsetmek mümkün değildir amorf malzemeler fikri ilk olarak silisyum dioksit (vitreous silica) denen kimyasal bileşikte Zachaririasen tarafından tanıtılmıştır (Grenèche, 2003). 1960 yılında Duvez ve arkadaşları tarafından hızlı katılaştırma tekniği kullanılarak ilk amorf malzemeye erişilmiştir. Ortaya çıkan ilk ikili amorf alaşımı Au-Si amorf alaşımıdır (Klement ve ark, 1960). Ayrıca uzun menzilli atomik düzenden, yani öteleme simetrisinden de yoksundurlar. Başka bir katı yapı biçimi polikristaldir. Polikristaller yerel bir kristal yapıya sahiptir, ancak bir bütün olarak tek kristal özelliği göstermezler. Birçok çok kristalli katı yapıda, bitişik kristal taneleri arasında periyodiklik yoktur. Monokristal, polikristal ve amorf yapılar arasındaki fark Şekil 1.5’de görülebilir.



Şekil 1.5. Sıralı bir şekilde; (a) monokristal, (b) polikristal ve (c) amorf yapı (Anonim, 2007a)

Şekil 1.6’da tek kristal, polikristal ve amorf numunelerin geçirimli elektron mikroskopundan (Transmission Electron Microscopy, TEM) alınan SAED (Selected Area Electron Diffraction) desenlerinden aralarındaki yapısal farklılık görülmektedir. Amorf

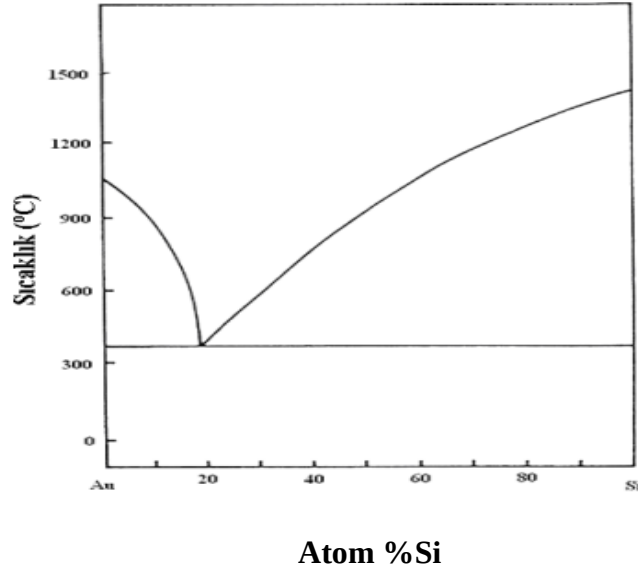
katılar, kristaller gibi uzun menzilli öteleme simetrisine (periyodisite) sahip olmadığından, kırınım spektrumları keskin tepe noktaları göstermez.



Şekil 1.6. Sıralı bir şekilde; (a) Fe(BCC) tek kristalli ince film-[001], (b) çok kristalli Pd₂Si ince film, (c) amorf Pd₂Si ince film. Bir dağınık ışık halkası, amorf bir malzemeden yansıyan en belirgin görüntü (Moeck, 2007)

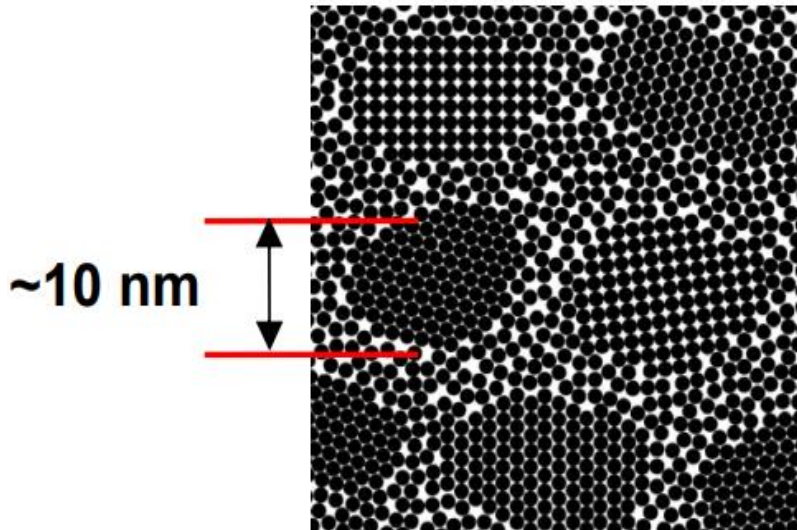
Amorf alaşımların birçok özelliği, kristal alaşımlardan çok daha üstündür. Yüksek mukavemeti, korozyon direnci ve hafifliği nedeniyle otomotiv ve uçak sanayinde, elektriksel iletkenliği, düşük ısı kaybı ve yüksek manyetik özelliği nedeniyle elektrik ve elektronik sanayinde kullanılmaktadır. Bu amorf alaşım malzemesi özellikle manyetik özelliğinden dolayı enerji dağıtım trafolarının yapımında ve teyp, video ve kayıt sistemlerinde kullanılmak üzere manyetik okuyucular başta olmak üzere birçok teknik alanda ihtiyaç duyulmaktadır. (Bhatti, 1989; Gögebakan, 1998).

Amorf alaşımlar ilk olarak 1960'larda Duwez ve diğerleri tarafından rapor edilmiştir. İkili Au-Si alaşımının hızlı katılaştırma teknolojisi ile elde edilmiştir (Klement ve ark., 1960). Şekil 1.7'deki faz diyagramından, Au-Si alaşımında derin bir ötektik bölgenin var olduğu görülebilir. Bu, alaşımın derin ötektik bölge bileşeninin amorf olarak elde edildiği anlamına gelir. Amorf alaşımlarla ilgili araştırmalar 1980'li yıllara kadar devam etmiş ancak elde edilen amorf alaşımların çok kırılgan olması ve geometrik yapılarının ince şeritler halinde olması bu alaşımların yaygın kullanıma ulaşmasını engellemiştir.



Şekil 1.7. Au-Si alaşımlarının faz diyagramı (ASM, 1990)

İlerleyen yıllarda Al-Si-Ni üçlü alaşımları ilk defa amorf formda elde edilmiş ve bu alaşımların plastisiteleri ve çok iyi mekanik özellikleri bu konuya olan ilgiyi artırmıştır. 1990'lı yıllarda birçok ikili, üçlü ve çoklu alaşım grupları amorf olarak elde edildi. Ayrıca, amorf alaşımların kristalleşmesinin kontrol edilmesinin, Şekil 1.8'de gösterildiği gibi nanokristal yapıların oluşumuna yol açtığı ve nanokristal metallerin özelliklerinin normal kristaller ve amorf metallerden daha üstün olduğu bildirilmiştir (Kim ve ark., 1994; Kim ve ark., 1997).

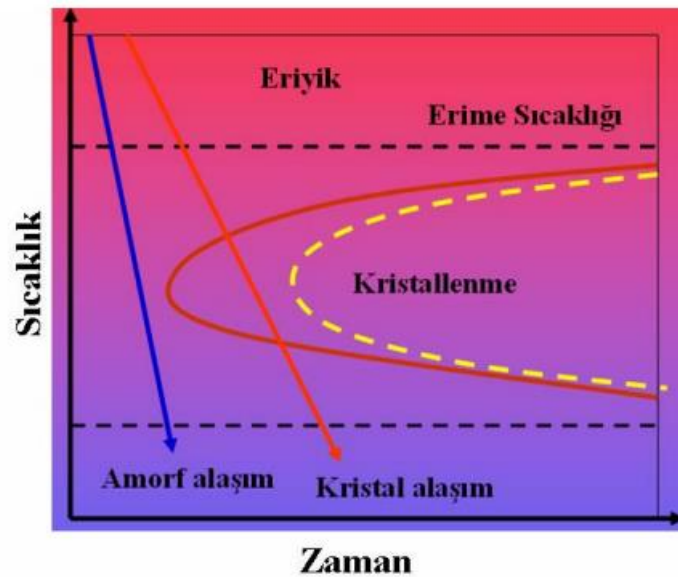


Şekil 1.8. Amorf alaşımların kontrollü ısıtılmasıyla oluşturulan nanokristal yapılar (Kim ve ark., 1997)

Amorf alaşımları üretmek için çeşitli yöntemler kullanılmıştır (Jones, 1983). Bunlar arasında en yaygın olarak kullanılan yöntem, hızlı katılaştırma tekniklerinden biri olan eriyik

döndürme yöntemidir. Bu yöntemde alaşım sıvı halde ergitildikten hemen sonra katılaştırılır. Katılaşma çok hızlı olursa ve tam alt soğuma elde edilebilirse, sıvı halde düzensiz dağılan atomların sıvı halde kristal yapı (atomik düzen) oluşturacak zamanı olmayacak ve bu kısa sürede katılar donacaktır. Bu durumda sıvı, katı hale gelmesine rağmen atomik dağılımı açısından sıvıya benzeyecektir. Yani, amorf alaşımlar, atomik dağılım açısından sıvılara benzer katılar olabilir. Alaşım, geleneksel katılaştırma ile soğutulursa, katılaşması belirli bir süre alacaktır, bu süre zarfında atomlar hareket edecek ve bir kristal yapı oluşturacaktır (Gögebakan, 1992). Ayrıca, son araştırmalar, birçok Zr esaslı, Mg bazlı çok alaşımlı grupların, hızlı katılaşmaya ihtiyaç duymadan normal katılaşma ile şekilsiz hale getirilebileceğini göstermiştir.

Katılaşma olgusu, Zaman-Sıcaklık Dönüşüm Diyagramı (T-T-T) kullanılarak daha iyi anlaşılabilir. Şekil 1.9, kristalleşme reaksiyonunun zaman-sıcaklık değişim diyagramını göstermektedir. Bu şekle göre, amorf bir yapı oluşturmak için, malzemenin ilk kristalleşme eğrisini kesintiye uğratmadan sıvı halden oda sıcaklığına kadar soğutulması gerekir. Bu çok kısa pıhtılaşma süreleri gerektirir. Bu nedenle kristalleşmeden kaçınılmalıdır. Bu, hızlı katılaştırma teknolojisi ile elde edilebilir. Amorf bir alaşım elde etmek için belirli kriterlerin karşılanması gerekir. Bu kriterler literatürde iyi belgelenmiştir (Gögebakan, 1998).



Şekil 1.9. Amorf yapının oluşma mekanizmasını gösteren T-T-T diyagramı (Gilman, 1985; Siegrist ve ark. 2006)

1.4.2. Kuazikristal Alaşımlar

Kuazikristaller ilk olarak 1984 yılında Shechtman ve arkadaşları tarafından rapor edilmiştir. Katılaştırılmış Al-Mn alaşımlarının TEM çalışmaları sırasında ortaya çıkarılmıştır.

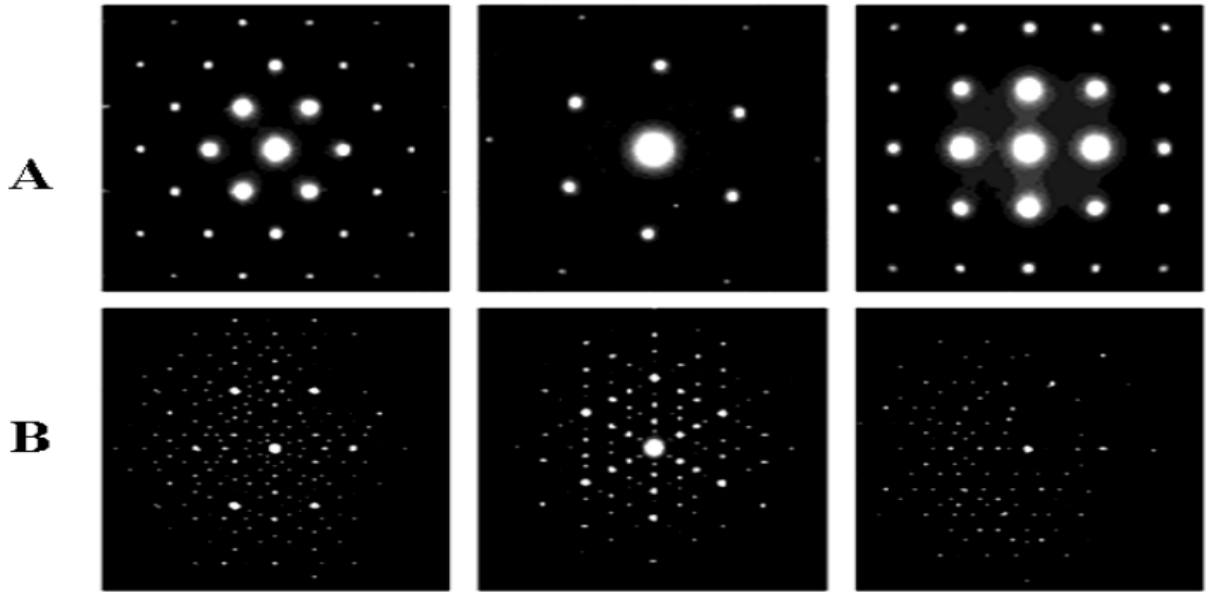
Şekil 1.10'da gösterildiği gibi $\text{Al}_{86}\text{Mn}_{14}$ alaşımının kırınım modeli 2- 3- ve 5- kat dönme simetrisine sahip keskin bragg tepe noktalarından oluşur AlMn alaşımı 12 adet 5- katlı 20 adet 3- katlı eksenlerle beraber ikozahedral simetrisine sahipti bu yüzden alaşıma ikazohedral Al-Mn adı verildi. (kısaca, i-AlMn)



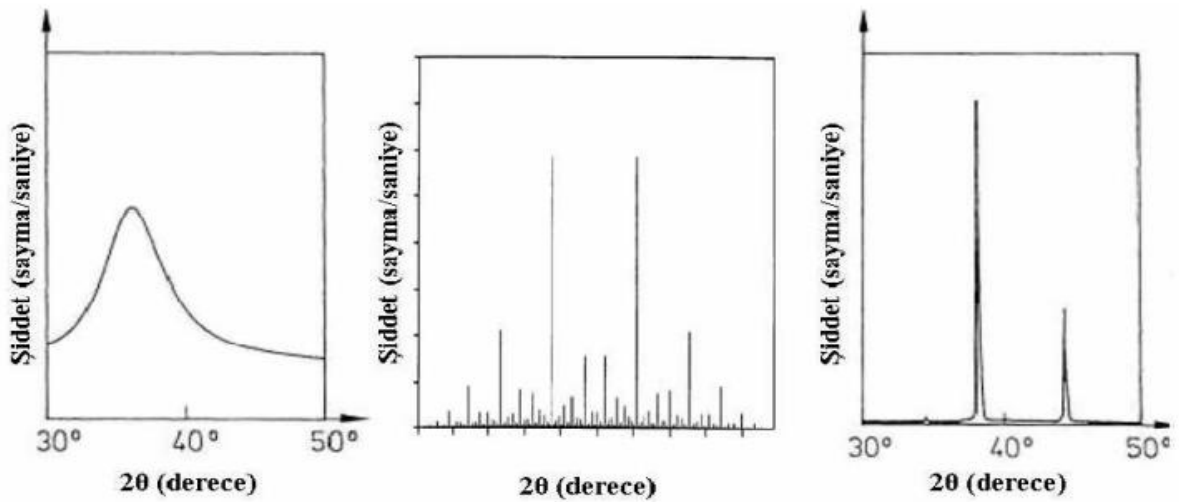
Şekil1.10. $\text{Al}_{86}\text{Mn}_{14}$ alaşımının kırınım modeli (Soldan sağa doğru) 2katlı 3katlı 5katlı simetri eksenleri boyunca yönelmiştir. (Shechtman ve ark., 1984)

Bu yapının keskin bragg zirveleri uzun menzilli düzenliliği gösteriyordu ancak bu düzenlilik kristallerin düzenliğinden farklıdır. Kristal yapılarda bilinen 2- ,3- ,4-,ve 6- katlı simetrilerin dışında bir ikozahedral yani 5-katlı simetri sergiliyordu. Gelecekteki araştırmalarda bu konuya olan ilgi hızla artış göstermiş ve bilinen kristal modellerinden ayrı olarak incelenmeye başlanmıştır (Pauling, L., 1985). Bu konuda yapılan araştırmalar, birçok ürünün hızlı katılaşma ile üretildiğini göstermiştir. İkili ve üçlü alaşım gruplarında, beş derece ($2\pi/5$), sekiz derece ($2\pi/8$), on derece ($2\pi/10$) ve on iki kat ($2\pi/12$) simetriye sahip yeni bir kristal yapının ortaya çıkışına sebep oldu. Yarı kristaller ve simetrileri Çizelge 1.3'te verilmiştir. Bu yeni malzeme grubuna kuazikristal (kristalimsi, sanki kristal) olarak adlandırılmıştır. Kuazikristal terimi ilk olarak Levine ve Steinhardt tarafından kullanılmıştır. Bu nedenle yarı kristaller, klasik kristaller (bilinen kristaller, sıradan kristaller) ve amorf malzemelerden sonra üçüncü katı malzeme grubu (tür) olarak adlandırılır. Şekil 1.11'de sıradan kristallerin ve yarı kristallerin kırınım desenleri arasındaki farkı açıkça göstermektedir. Kuazikristaller olarak adlandırılan bu katı malzemeler, benzersiz bir uzun menzil düzenliliği sergilerken, ancak sıradan kristallerde bulunan dönme simetrisi özelliklerinden yoksundur. Uzun menzilli periyodikliğinin varlığı, bu malzemelerin bir dereceye kadar kristal karaktere sahip olduğunu gösterirken, dönme simetrisinin olmaması, bunların daha amorf bir karakter sergilediğini gösterir. Bu nedenle kuazikristaller, kristal ve amorf yapıların veya her ikisinin karışımında bulunan maddelerdir. Şekil 1.12'de tipik amorf, yarı kristal ve kristal yapılar için X ışını kırınımındaki farkı açıkça göstermektedir.

Çizelge 1.4'te ayrıca, kuazikristal, normal kristal ve amorf yapılar arasındaki bazı farklılıkları göstermektedir.



Şekil 1. 11. Diyagram A, normal bir kristalden gelen difraksiyon desenini gösterirken diyagram B, kuazikristal'den gelen difraksiyon desenini göstermektedir (Shon, 2007)



Şekil 1. 12 Soldan sağa; tipik amorf, kuazikristal ve normal kristal yapıların X-ışını kırınım desenleri (Eckert, 2007)

Çizelge 1.3. Kuazikristaller ve kuazikristallerin simetrileri (Pauling, L., 1985)

Kuazikristal	n-katlı simetri	Kübik örgüler
dodekagonal	12	Basit
dekagonal	10	Basit
Oktagonal	8	Basit, cisim merkezli
İkozahedral	5	Basit, cisim merkezli, yüzey merkezli

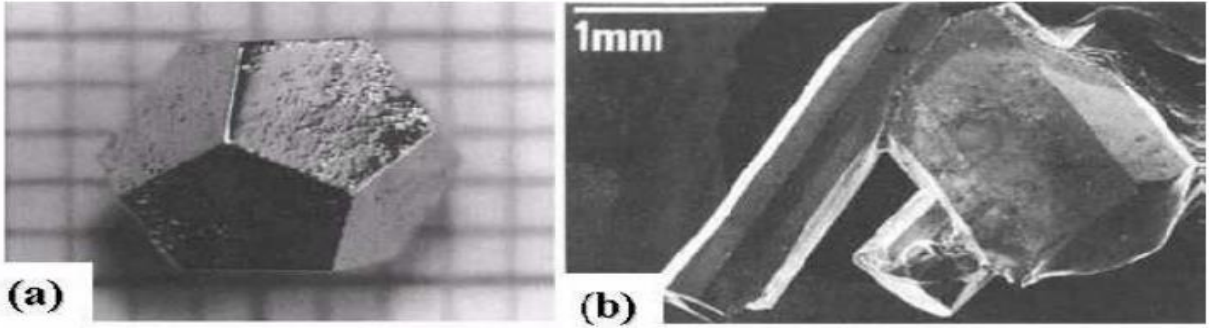
Çizelge 1.4. Normal kristal, kuazikristal ve amorf yapılar arasındaki fark (Pauling, L., 1985)

	Kristal	Kuazikristal	Amorf
Öteleme düzeni	Periyodik	Kuaziperiyodik	Yok
Uzun-mesafe düzen	Var	Var	Yok
Birim hücre	Var	Yok	Yok
Dönme simetrisi	2-, 3-, 4-, 6- katlı eksen	5-, 8-, 10-, 12-katlı eksen	Yok

Kuazikristal malzemeler arasında, yalnızca 5 kat dönme simetrisine sahip yarı kristaller tüm üç boyutlu yönlerde kuazi periyodiklik sergiler. Diğer yarı kristal türleri, yani 8 katlı, 10 katlı ve 12 katlı (dekagonal) dönme simetrisine sahip Kuazikristaller, bir ve iki boyutta Kuaziperiyodiklik sergiler (Hafner, 1999). Kuazikristaller olarak mevcut olan bazı alaşımlar ve yapıları Çizelge 1.5'te listelenmiştir (Saarivirta, 2004). Ayrıca Al-Cu-Co numunesi Şekil 1.13.(b)'de gösterilen dekagonal yapıya sahiptir. Ve Zn-Mg-Ho numunesi Şekil 1.13.(a)'da gösterilen ikozahedral yapıya sahiptir. Bilinen kristallerde periyodiklik, atomik bir düzenin kaydırılmasıyla veya genel olarak birim hücrenin tekrarlanmasıyla elde edilir. Bununla birlikte, kuazikristallerdeki kuaziperiyodiklik, birbirinden bağımsız olarak farklı düzenlilikle tekrar eden yeni kalıplarla sağlanır (Yıldız, 1995). En iyi bilinen kuazikristal türleri şunlardır: Tek boyutta Fibonacci zinciri, iki boyutta Penrose örgüsü, üç boyutta ikosahedral fazlarıdır (Avar, 2007).

Çizelge 1.5. Kuazikristal olarak elde edilebilen çeşitli alaşım türlerinde bulunan dodekagonal simetrlili kuazikristal yapılar, dekagonal, oktagonal, ikozahedral yapılar (Saarivirta, 2004)

Kuazikristal Yapılar	Alaşımlar
Yeni tip ikozahedra	Yb-Cd
Dodekagonal	Ta-Te, Ni-V-Si, Co-Cu, Al-Co-Fe-Cr, Ni-Cr
Dekagonal	Al-Ni-Fe, Al-Pd-Ru, Al-Pd-Os, Al-Os, Al-Cu-Co, Al-Cu-Fe-Co, Al-Cu-Co-Si, Al-Co-FeCr-O, Al-Cr-Si, Al-Ni-Fe, Al-Ni-Rh, Al-Cu-Rh, Zn-Mg-Y, Zn-Mg-Sm, Zn-Mg-Ho, Al-Mn, Al-Pd, Al-Co-Ni, Al-Pd-Fe, Al-Fe
Oktagonal	Mn-Si, Ni-V-Si, Ni-Cr-Si
İkozahedral	Al-Mn-Si, Al-Mn-Cu, Al-CuRu, Al-Cu-Os, Al-V-Si, Al-Pd-Ru, Al-PdRe, Al-Pd-Mg, Al-Rh-Si, Ti-Fe-Si, TiZr-Ni, Mg-Li-Al, Mg-Zn-Ho, Al-Cu-Fe, Al-Mn, Al-Cr, Al-Mg-Zn, Al-Li-Cu, Al Mn-Zn, Mg-Zn-Y, Cd-Mg-Tb, Al-Pd-Mn



Şekil 1. 13. Kuazikristal numuneler; (a) Mg-Zn-i-Ho (Fisher ve ark., 2000). (b) dekağonal Al-Co- Cu numunesi (Wittmann, 1993)

Kuazikristal malzemelerin özelliklerinden bazılarını şöyle verebiliriz:

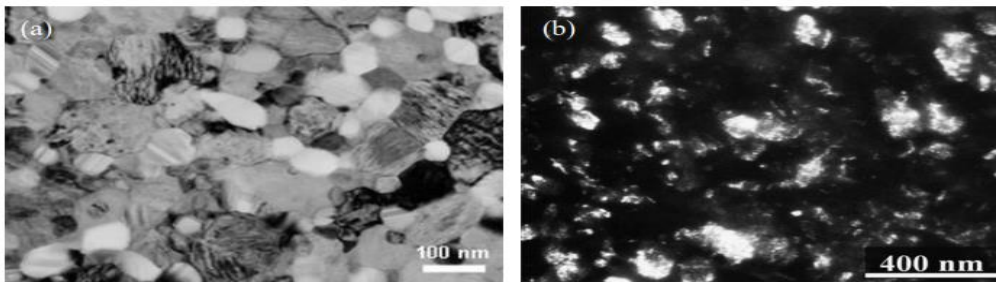
Düşük elektrik ve ısı iletkenliği, yüksek sertlik, düşük yüzey enerjisi iyi oksidasyon ve korozyon direnci, alışıktır olmayan optik özellikler.

Sıradan kristallerde kusurlar ve safsızlıklar arttıkça elektrik direnci artar ancak kuazikristallerde yapının düzenliliği arttıkça elektrik direnci artar.

Bilinen kristallerin aksine kuazikristallerin iletkenliği sıcaklıkla artar düşük sıcaklıklarda ise oldukça yüksek direncine sahiptirler (Avar, 2007).

1.4.3. Nanokristal Alaşımlar

Nanokristal malzemeler 100 nm den küçük tane boyutları ile yarı kararlı malzemeler olarak tanımlanabilir (Lu, 2006). Bu malzemelerin fiziksel ve kimyasal özellikleri genellikle amorf ve kristal malzemelerden farklıdır. Bu fark genellikle yüksek tane sınırı sayısına, küçük tane boyutuna ve geniş özgül yüzey alanına atfedilir (Tonejc, 2002). Nanokristal malzemeler "nanoyapılıdır" ve bunlara "nanometre boyutlu" ve "çok küçük parçacıklar" gibi adlar verilir. Şekil 1.14(a)'da nanokristal Fe-Pt-Zr-B alaışımının TEM görüntüleri, Şekil 1.14(b)'de nanokristal öğütülmüş bakır tozunun TEM görüntüleri görülmektedir.



Şekil 1.14. Nanokristal malzemelerin Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) görüntüleri, (a) Pt -Fe-B-Zr alaışımı, (b) tavlanmış bakır tozu (Khoshkhoo, 2011)

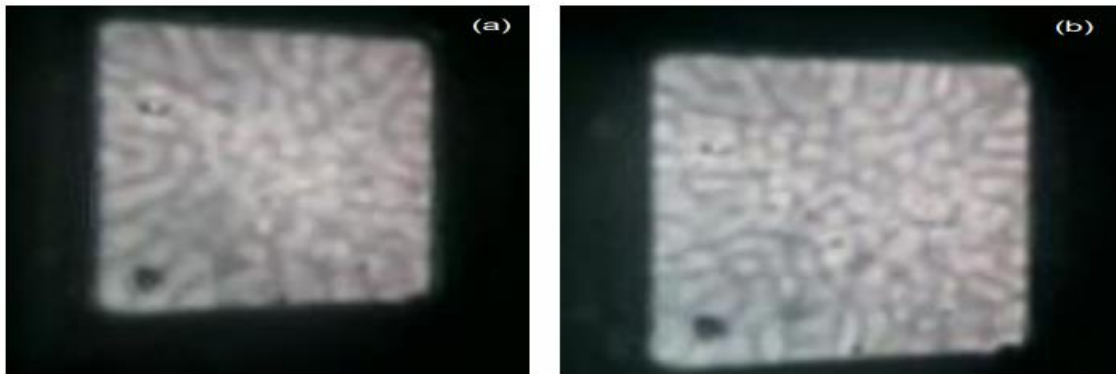
İlk nanokristal malzeme 1988'de Y. Yoshizawa ve diğerleri tarafından rapor edildi. Amorf Si-Fe-B-M alaşımlarının (M: Cu ve Nb) tavlanmasıyla keşfedilmiştir. Araştırma, alaşımın çok küçük parçacıklar içerdiğini ortaya çıkardı. Böylece nanoyapılı demir bazlı yeni bir alaşım elde edilmiş oldu (Yoshizawa ve ark., 1988). Nanoyapılı malzemeler ayrıca çok iyi manyetik özelliklere sahiptir. Nanokristal yapı, düşük etkili manyetokristal anizotropiyi ve düşük manyetostriksiyonu (manyetik kasılma) destekler. Bu iki manyetik fazlı sistem, muhteşem yumuşak manyetik özellikler sergiler. Bu özellikler, kristal fazın hacim oranına (tane boyutu ve yoğunluk) bağlıdır. Şimdiye kadar, oda sıcaklığında doygunluk manyetizasyonunun (~1,2 T) ve yüksek geçirgenliğin (~105 1 kHz) en iyi kombinasyonuna, nanokristal alaşım $\text{Fe}_{73.5}\text{CuNb}_3\text{Si}_{13.3}\text{B}_9$ tarafından elde edildi (Grenèche, 2003). Mükemmel manyetik özelliklere sahip olan bu malzemeler çeşitli alanlarda da aktif olarak kullanılır. Örneğin, nanoyapılı demir oksit hem bilimsel hem de teknolojik uygulamalara sahiptir. Tıpta kontrast geliştirme, manyetik ilaç dağıtımı, manyetik rezonans görüntüleme (MRI), ferrosivilerin üretimi, manyetik kayıt ortamı ve nanokompozit üretimi vb. açısından büyük önem taşımaktadır (Cvejic ve ark., 2006). Sıradan kristallerden daha üstün özelliklere sahip nanokristal alaşımları üretmenin birçok yolu vardır. Bunlar; katmanlı çift hidroksitler, kimyasal çöktürme, sol-jel bağlı yakma, mikro emülsiyon ve mekanik alaşımlama teknikleridir. Bunlar arasında mekanik alaşımlama teknolojisi, katı malzemelerin üretimini kolaylaştırdığı için son yıllarda en çok ilgiyi üzerine çekmiştir (BawaWaje ve ark., 2010). Kristal boyutunu hesaplamak, nanoyapılı malzemeler oluşturmak kadar önemlidir. Hesaplamaları yapmanın birkaç yolu vardır. Bu yöntemler: Geçirgen elektron mikroskobu (TEM), Debye-Scherrer denklemi, Warren-Averbach yöntemi, Williamson-Hall yöntemi, Halder-Wagner yöntemi ve Rietveld Refinement yöntemidir.

1.5. Alaşım Üretim Teknikleri

Alaşımların üretilmesinin en önemli nedeni, doğal elementlerin istenilen tüm özelliklere sahip olmamasıdır. Bu nedenle istenilen özelliklere sahip elementler bir araya getirilerek istenilen özelliklere sahip alaşımlar oluşturulur. İstenilen özelliklere sahip bir alaşım üretmek için, üretim teknolojisinin alaşım üzerindeki etkisini bilmek gerekir. Günümüzde bilimin en önemli alanlarını ilgilendiren iki önemli soru var. Birincisi, istenen özelliklere sahip alaşım grupları ile ilgilidir. İkincisi, bu alaşımları yapmak için kullanılan teknolojidir. Bu nedenle imal edilen malzemenin maliyetinin düşük olması ve imalatının kolay olması önemli olup, bazı araştırmalar yapılarak bazı alaşım üretim teknikleri geliştirilmiştir.

1.5.1. Normal Katılaştırma Tekniği

En eski alaşım üretim tekniklerinden biri geleneksel katılaştırma tekniğidir. Bu teknolojiye, alaşımı oluşturan elementler önce bir potada yüksek sıcaklıkta eritilerek bir sıvı (eriyik) oluşturulur. Erimiş alaşımı homojenleştirmek için karıştırılır ve ortam sıcaklığına soğumaya bırakılır. Katılaşacak erimiş metal miktarına bağlı olarak, alaşımın tamamen katılaşması bir gün veya daha uzun sürebilir. Pota ve ortam sıcaklığına bağlı olarak alaşıma verilen ısı azalacak ve alaşım katılaşacaktır. Bu işleme normal katılaştırma tekniği (NK) denir. NK teknolojisini kullanarak istediğiniz miktarda alaşım üretebilirsiniz. Şekil 1.15 bir potada NK işlemi kullanılarak üretilen Cu bazlı bir alaşımın katılaşmasını göstermektedir. NK tekniğinde, sıvı-katı ara yüzey direnci ve aşırı ısınma olmadığında, eriyiğin yüzeyinde hemen tam bir kabuk oluşur. Katılaşma, alaşım çekirdeklenmesi ve büyümesi ile gerçekleşir. Alaşım katılaştığında, atomlar termodinamik yasalarına göre en düşük enerji seviyesine ulaşır. Bu teknikle yapılan alaşımlar kristal formdadır. Bunun nedeni, kristallerin en düşük serbest enerji durumuna sahip katılar olmasıdır (Jones, 1982).



Şekil 1.15. Normal katılaştırma ile üretilen Cu-bazlı alaşımın katılaşma görüntüsü (Gündeş, 2010)

1.5.2. Hızlı Katılaştırma Tekniği

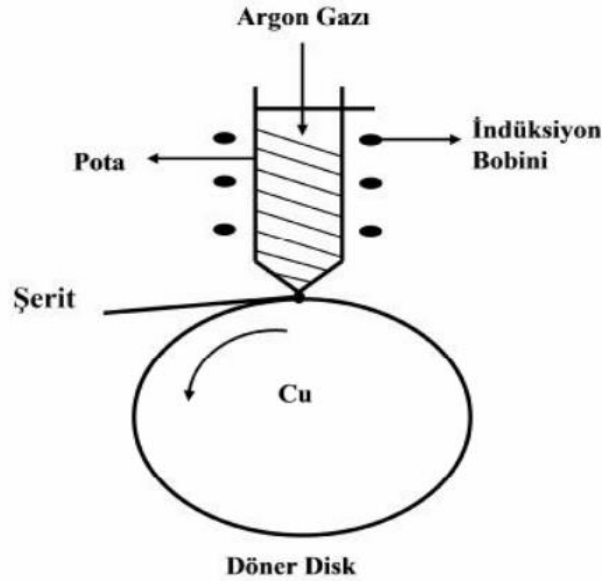
Son yıllarda hızlı katılaşma hakkında çok araştırma yapılmıştır. Yüksek soğutma hızlarında elde edilen küçük soğutma ölçeği mikro yapıyı iyileştirir ve mekanik özellikleri iyileştirir. Hızlı katılaştırma tekniklerinde alaşımlı geçiş metallerinin çözünürlükleri normal dengedekinden çok daha yüksektir. Bununla birlikte alüminyum kafes alaşım elementlerinin içindeki denge katı çözünürlüğü oldukça sınırlıdır. Alüminyum alaşımlarının bu sertleştirme işlemleri için özellikle yararlı olduğu kanıtlanmıştır (Rajabi ve ark., 2009). Metal eriyiklerinin hızlı katılaştırma tekniğinin ilk olarak 1960 yılında Duwez tarafından bulunduğu bilinmektedir. İlk alüminyum bazlı amorf alaşımlar 1981 yılında Al-Fe-B alaşımları ve üçlü AlCoB dahil edilerek tanımlanmıştır (Warlimont , 2001; Chen ve ark., 2013; Zhanga ve ark.,

2003). Metaller ve alaşımlarının hızlı katılaşmasını sağlamak için bu yöntemler de dahil olmak üzere çeşitli yöntemler geliştirilmiştir bu yöntemler şunlardır:

- (i) Damlacık yöntemleri: Erimiş metali soğuk havaya veya inert gaza maruz bırakma işlemi (atomizasyon katılaşma)
- (ii) Jet yöntemleri: Bir erimiş metal akışı sürekli olarak şeritler halinde oluşturulur dönen bir soğutma çarkı (eriyik döndürme) ile sıkıştırılır ve atılır
- (iii) Yüzey eritme teknolojisi: Döküm alaşım yüzeyinin hızlı erimesi yüksek katılaşma hızına sahip erimiş külçelerin çıkarılması işlemi (lazer yüzey işlemi) (Lin ve ark., 2017; Katgerman ve ark., 2004; Karaköse ve ark., 2011).

1.5.3. Eriyik Döndürme Tekniği

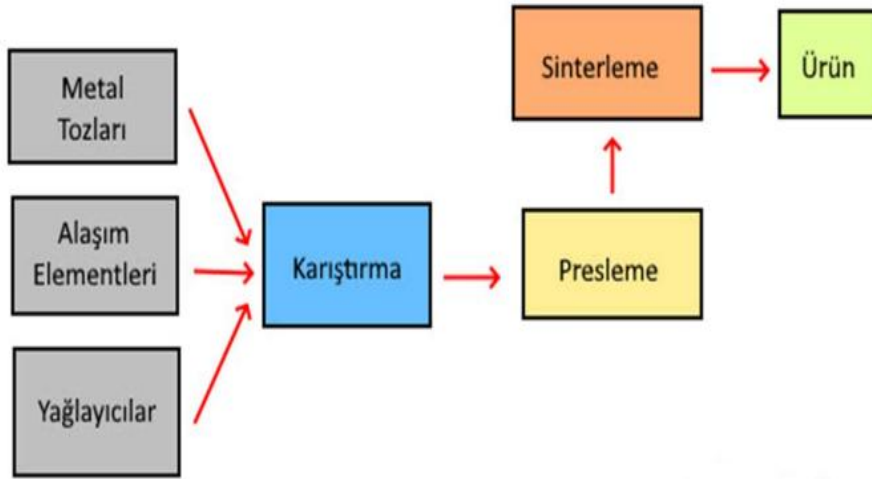
Hızlı Katılaştırma tekniklerinde en yaygın olanı eriyik döndürme işlemidir. Bu işlem erimiş malzemenin gaz basıncını damlacıklar halinde dönen bir disk üzerine bırakarak basit bir ani soğutma olayıdır. Dönen disk sayesinde alaşım şeritler halinde yapılır. Bu sistemde üretim kısmı esas olarak resistansla ısıtılan grafit pota ve silindirik soğutucu tabandan oluşmaktadır. Grafit potadaki malzeme potanın etrafına sarılmış bir endüksiyon bobini kullanılarak eritilir ve potanın tabanındaki bir delikten inert gaz basıncı altında hızla dönen bir diskin yüzeyine püskürtülür. Dönen diskin yüzeyi ile temas halindeki eriyik aniden katılaşır ve bir şerit oluşturur. Bu şekilli şeritler katılaşma parametrelerine bağlı olarak farklı uzunluk, genişlik ve kalınlıklarda elde edilir. Şeritlerin farklı şekillerde oluşmasına neden olan üç şey vardır. Birincisi uygulanan basınç, ikincisi dönen diskin hızı, üçüncüsü ise düşen eriyiğin açısı ve hızla dönen diskin yüzeyindeki çizginin pota ağzının genişliğidir (Gillen, 1985). Ticari olarak bu tekniğe yönelik araştırmalar öncelikle bant üretimine yöneliktir. Daha sonra hızlı katılaşmanın bir katının diğerinde çözünürlüğü geliştirdiği, mikroyapısal büzülmenin homojenliği geliştirdiği ve yarı kararlı bir duruma ulaşıldığı ara malzemelerin üretiminde kullanılmıştır. Eriyik eğirme işlemi şematik olarak Şekil 1.16'da gösterilmiştir.



Şekil 1.16. Eriyik eđirme yönteminin şematik gösterimi (Gillen, 1985)

1.5.4. Mekaniksel Alaşımlama Tekniđi

Mekanik alaşımlama (MA), yüksek mukavemetli malzemeler üretmek için katı tozları periyodik olarak birbirine kaynaklama ve bu kaynakları daha ince ve daha düzgün bir yapıya dönüştürme işlemidir. MA, elementel toz karışımlarından homojen malzeme üretim yöntemi ilk olarak 1966'da International Nickel Corporation (INCO) Laboratuvarında John Benjamin Paul D. Merica ve diđerleri, tarafından geliştirilmiştir. En popüler MA yapım yöntemi bilyalı değirmendir. Plastik deformasyonu yüksek metal partiküllerin parçalanmasından sonra soğuk kaynak işlemi ile partikül oluşumunu sağlar. Ewan C. Macqwen bu süreci ilk olarak "mekanik alaşımlama" olarak adlandırdı (Bedir, 2019). Toz Metalurjisi (T/M) Çeşitli metal işleme teknikleri, yüksek kaliteli, karmaşık parçaların ekonomik üretimini sağlar. Çeşitli boyut, şekil ve paketleme özelliklerine sahip metal tozlarını güçlü, hassas ve yüksek performanslı parçalara dönüştürür. TM günümüzün verimsizliklerine, enerjisine ve hammaddelerine yanıt verme yeteneđine sahip olduğundan temaları gelişmeye devam ediyor. Metal tozu teknolojisinin yaygın kullanımı ve aynı anda yeni tozlara olan talep nedeniyle, metal tozu üretim teknolojileri kalite, maliyet, güncel performans gereksinimleri ve yeni uygulamaları karşılamak için teknolojik olarak sürekli gelişmekte ve değışmektedir (Turgut, 2009).

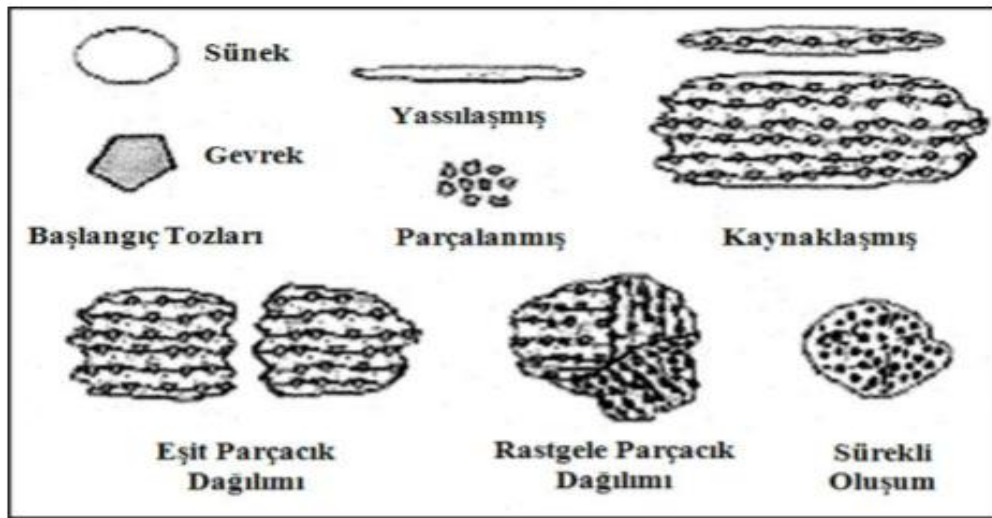


Şekil 1.17. Toz Metalurjisi Aşamaları (Turgut, 2009)

Toz metalürjisi kullanım adımları Şekil 1.17 'de gösterilmiştir. Metal tozu toplama, en önemli TM işlemlerinden biridir. Seri üretimle ilgilenen firmalar, tozun kendisini veya diğer üreticilerden hazır olarak temin edebilirler. Metalin mekanik ve kimyasal özelliklerini iyileştirmek için bazı alaşım elementleri eklenir. Bununla birlikte, TM katı parçacıklar içerdiğinden, katkı maddesi alaşımı partiküllerin homojenleştirilmesi daha zordur. Bu nedenle çeşitli karıştırma yöntemleri geliştirilmiştir. Metal tozları karıştırıldıktan sonra preslemede, metal bileşenleri daha eşit ve düzenli bir şekilde sıkıştırılır. Metal tozlarının karıştırılması için özel karıştırma ekipmanlarında uzun süre karıştırılan metal tozları ve yağlayıcı partiküller oldukça homojen bir yapıya sahiptir. Metal tozlarının boyutu ve şekli, bunların uygun şekilde karıştırılmasında önemli bir rol oynar. Karıştırıcılar ve karıştırma süreleri bu parametreler dikkate alınarak belirlenir. Pres işleme seri üretime uygun olarak yapılmakta ve kısa sürede çok sayıda parça imal edilmektedir. Presleme işleminden sonra ürünün şekli orijinaline yakın olacaktır. Ancak metaller arasındaki bağ zayıf olduğu için o kadar kırılığandır ki en ufak bir dokunuşa bile kopar. Üretilen parçalar sinterleme sonrası stabil olup kullanıma hazırdır. Presleme sırasında kalıp boşluğuna giren fazla toz metal, cihaza bağlı pabuç ile silinerek alt ve üst plakalar arasındaki şekil kalıp içinde sıkıştırılır. Alt plakanın hareketi ile sıkıştırılan metal parçalar çıkarılır. Üretilen parçalar sinterleme için yüksek kaliteli bir fırına konur. Sinterleme işlemi, sıkıştırılmış metal tozları arasında güçlü bir bağ ve kombinasyon sağladığı için TM'nin en önemli aşamalarından biridir. Sinterleme işlemi, bu metalin erime sıcaklığının hemen altındaki bir sıcaklıkta gerçekleşir. Metal tozları, parçacık boyutunu artırmak için birleşir. Aynı zamanda metal tozları arasındaki boşluğu azaltır. Soğuduktan sonra sağlam bir ürün üretilir (Turgut, 2009; Dikici, 2010).

Toz metalürjisi ile üretilen malzemelerin sayısı her geçen gün artmaktadır. Buna paralel olarak, mevcut performansı iyileştirmek için teknolojinin gelişmesiyle sürekli güncellenen, daha kaliteli ve daha ucuz bir üretim yöntemi olan bir toz tipine ihtiyaç vardır (Bedir, 2019). Toz metalurjisi ön ürünleri, bitmiş metal tozlarından elde edilir. Doğada doğrudan bulunmayan imalat sürecine bağlı olarak başlangıç ürünü belirlenir ve yapının fiziksel özellikleri büyük ölçüde belirlenebilir. Toz metalurjinin temel amacı, farklı özelliklerde, proses koşullarına optimum düzeyde uygun tozlar üretmektir. Toz üretim prosesleri; mekanik prosesler, kimyasal prosesler, elektroliz prosesleri ve atomizasyon prosesleri olmak üzere dört kategoride incelenmektedir (Turgut, 2009; Batıbay, 2014).

Kurutulmuş katı tozlar, yüksek enerjili bilyalı değirmenlerde atış darbesinin etkisiyle aralıklı olarak kaynaştırılır ve daha ince, homojen bir mikro yapı, yüksek mukavemet ve nano boyutlu katı üretim tekniği olarak tanımlanabilir. Mekanik alaşımlama işlemleri, homojen ve mükemmel yakın malzeme sentezine izin verir. Bu nedenle günümüzde en çok tercih edilen imalat yönteminin başında gelir (Turgut, 2009). Şekil 1.18'de MA Yönteminde Başlangıç Tozlarının Deformasyon ve Karakteristiği gösterilmektedir.



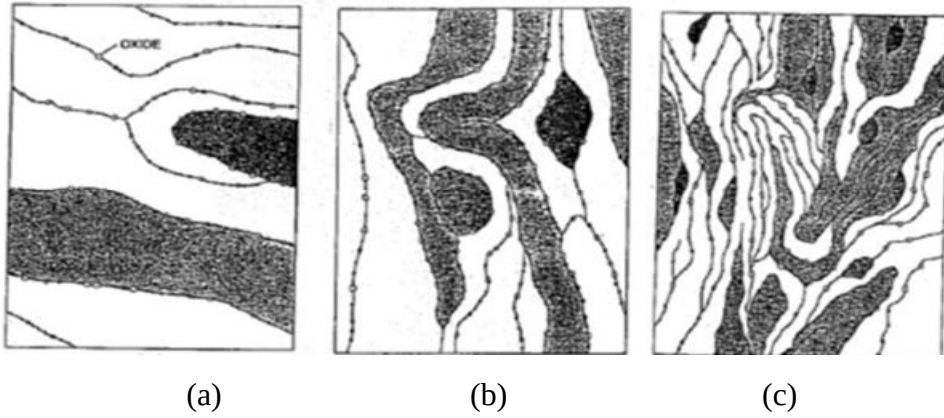
Şekil 1.18. MA Yönteminde Başlangıç Tozlarının Deformasyon ve Karakteristiği (Batıbay, 2014)

Mekanik alaşımlamada, alaşımı elde etmek için alaşım malzemesi üç farklı özelliğe sahip olabilir. Şunlar;

- Sünek- Sünek,
- Sünek- Gevrek,
- Gevrek- Gevrek

MA sünek alaşımlama işleminde, başlangıç tozu öğütülmeye başladığında sünek malzeme düzleştirilir ve kırılgan malzeme minimum tane boyutuna ve maksimum doyma eşiğine ulaşana kadar tane boyutu küçültülür. Böylece alaşımlar, malzemeler arasında bir kırma ve soğuk kaynak işlemiyle alaşım oluşturulur (Bedir, 2019).

Mekanik alaşımlar için ideal ürün karışımı Benjamin tarafından %15 sünek olarak belirlenmiştir. Başarılı alaşımlama, birbirini izleyen soğuk kaynak ve toz parçacıklarının kırılması ile gerçekleşir. Soğuk kaynakta taneler sünek değildir. Soğuk kaynak, malzemeyi yassı kek haline getirir. Zamanla deformasyon sertleşmesi oluşur. Ve malzemeyi daha kırılgan hale getirerek eş boyutlarda bir malzeme oluşturur. Sertlik ve tane boyutu, işleme sırasında doyma eğilimindedir. Bu işlemde tozun öğütme ortamından kolaylıkla ayrılabilmesi, toz malzemenin homojen bir yapıya sahip olduğunu gösterir. Sünek kırılgan alaşımlamada; Kırılgan oksit parçacıkları sünek bir matris içinde dağılır. Sünek metal parçacıklar, bilye-toz çarpışmalarıyla düzleştirilir (yassı kekler), kırılgan oksit intermetalik bileşikler ayrıştırılır. Esnek parçalar sertleştirme işleminin etkisi altındadır. Aynı anda lameller bükülür ve incelirler (Bedir, 2019; Dikici, 2010).



Şekil 1.19. Sünek-Gevrek Kırılma Esnasında Metal Tozların Karakterizasyonu (Batıbay, 2014)

Şekil 1.19a'da, kırılgan tanecik boşluğa sıkıca oturur. Şekil 1.19b'de sünek taneler gerinim sertleşmesine uğrar ve lameller kıvrılmaya ve incelmeye başlar. Şekil 1.19c'de kanatçıklar arasındaki boşluk taşlama ilerledikçe azalır. Lameller incelir. Sünek matriste eşit olarak dağılırlar. Gevrek faz homojen bir matris halinde çözülebildiğinde homojen bir yapı oluşturulur (Batıbay, 2014).

Kırılgan alaşımlamada ise Gevrek-Gevrek alaşımlamalarda; iki veya daha fazla kırılgan bileşenden oluşan tozlar arasında alaşımlama mümkün değildir. Aslında sünek bileşimin olmaması kaynaklamayı engeller. Amorf faz, meydana gelir. Amorf faz, çekme

sınırına (minimum toz boyutu) ulaştığında malzeme sünekmiş gibi davranmaya başlar. Kırılgan eklemler, öğütme sırasında hidrostatik basınç nedeniyle mikro deformasyon, yüzey deformasyonu, sıcaklık artışını, hidrostatik gerilim ile gerçekleşen plastik deformasyonu tamamen içerir (Bedir, 2019; Batıbay, 2014).

1.5.4.1. Mekanik Alaşımlama Değirmen Çeşitleri

1.5.4.1.1. Speks Çalkalayıcı Değirmenler

Spex öğütücü, küçük hacimlerde tozu (yaklaşık 15 gram) öğüten ve laboratuvar araştırmalarında yaygın olarak kullanılan bir öğütücü türüdür. Öğütme işlemine tabi tutulacak toz bilyalarla birlikte öğütme haznesine konur. Bu kaplar cihaza yerleştirilir ve bir mengeneye sabitlenir. Cihazı kilitledikten sonra öğütme işlemi başlar. Kazan, 1200 rpm hızla üç yönde titreştirilerek alaşımlama işleminin yapılmasına olanak sağlar. İleri geri sallanırken, fincan ucunun yanal hareketiyle birleşerek fincan hareket ettikçe sembolik olarak sekiz şekil çizer. Toplar birbirleriyle ve kapla çarpıştıkça tozlar mekanik olarak alaşımlanır. Spex tipi cihaz. Tungsten karbür, silisyum nitrür, alümina, zirkonyum, sertleştirilmiş çelik, plastik öğütme kapları ve paslanmaz çelik kullanır. Şekil 1.20’de Speks değirmen gösterilmektedir (Kurtuluş, 2022; Aytekin).



Şekil 1.20. Speks değirmen (Kurtuluş, 2022; Aytekin)

1.5.4.1.2. Planeter Bilyeli Değirmenler

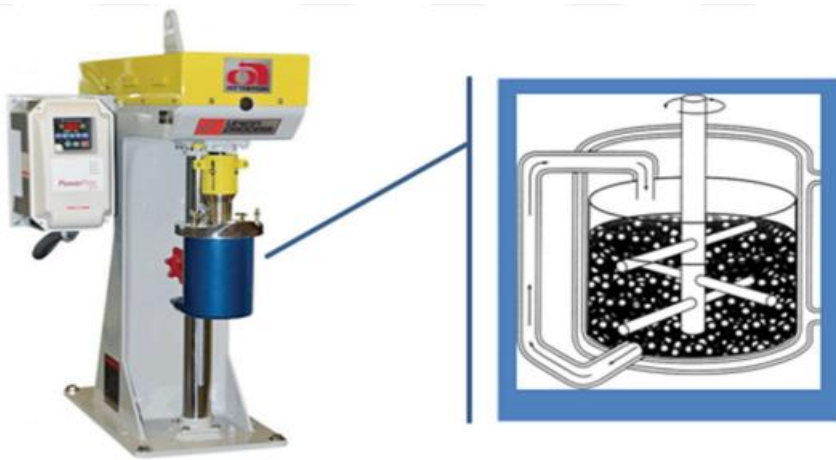
Planet bilyalı değirmenler, specx değirmenlere göre 400 rpm gibi çok düşük bir hızda çalışır ve daha düşük enerji olarak ifade edilebilir. Bununla birlikte, bu değirmenler aynı anda birden fazla tozu alaşımlama yeteneğine sahiptir. Bu cihazın kabı, alttaki büyük bir diskin etkisi altında kendi eksenini etrafında geniş çaplı bir dönüş gerçekleştirir. (Suryanarayana, 2001). Şekil 1.21’de alümina öğütme kavanozları ve alümina bilyaları olan bir gezegensel bilyeli değirmeni göstermektedir.



Şekil 1.21. Planeter (Gezegensel) bilyeli değirmen (Rydin ve ark., 1993)

1.5.4.1.3. Atritör Değirmeni

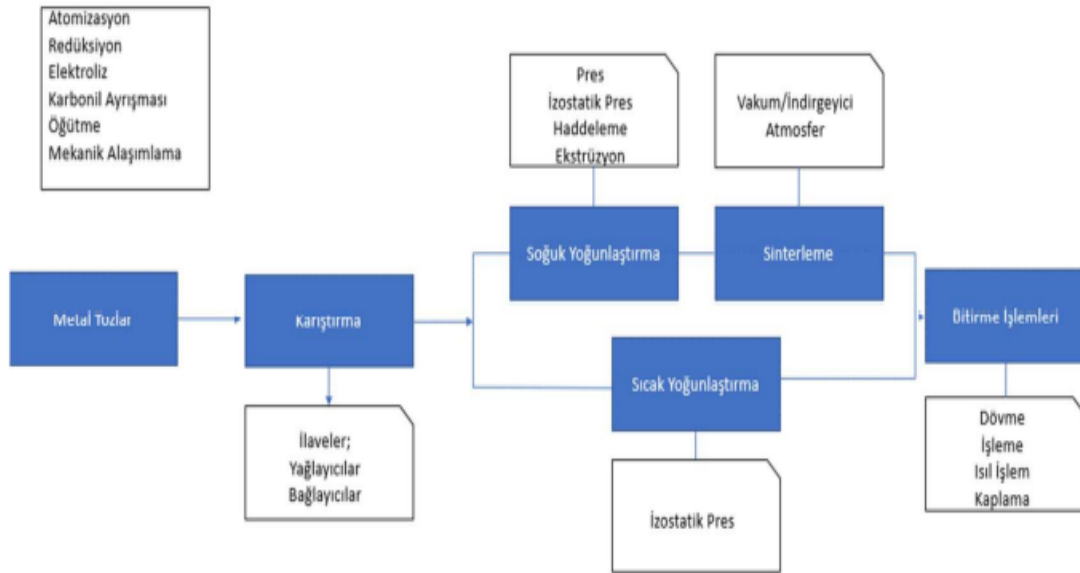
Yatay bir tamburdan oluşan atritör değirmenin yarısı küçük çelik bilyalarla doldurulmuştur. Yüksek devirde öğütme miktarı artar. Merkezkaç kuvveti etkisi yerçekimi etkisini aştığında, top tamburun duvarına çarpmaya başlar ve öğütmede azalma meydana gelir. Öğütücüdeki karıştırma kollarından oluşan dikey bir mil bulunur. Karıştırma kolu bilyeler arasında oluşan kuvvet sayesinde mekanik tozun küçülmesini sağlar. Bu şekilde alaşımlama gerçekleşir. Atritörlü değirmende laboratuvar ortamında tek seferde 0,5 ile 40 kg arasında alaşım tozu üretilmektedir. Bununla birlikte, bir endüstriyel bilyalı değirmen, bir seferde 1200 kg'a kadar toz üretebilir (Rydin ve ark., 1993). Toz miktarı arttıkça öğütme süresi de artar. Şekil 1.22'de bir atritör değirmenini göstermektedir.



Şekil 1.22. Atritör değirmeni ve öğütücü kabı (Rydin ve ark., 1993)

1.5.4.2. Mekanik Alaşımlama İşlem Parametreleri

MA sürecinde kullanılan birçok parametre vardır. Bu parametreler; İşlemden kullanılan tozun hammaddesi, öğütücü kap, öğütme kolları, öğütücü tipi, öğütme hızı, öğütme süresi, öğütücü bilyeleri, kabın doluluk oranı, toz/bilye oranı, değirmenin sıcaklığı ve değirmenin atmosferi gibi parametrelerdir. MA ile sentezlenen alaşım tozunun elde edilen bileşimi, işlemden kullanılan parametrelerden etkilenir. Örneğin, aynı başlangıç tozu ile farklı değirmenlerde farklı zamanlarda farklı elde edilen bileşimler elde edilir (Szewczak ve ark., 1999). MA yönteminde kullanılan öğütücü tipi, başlangıç tozunun miktarı ve kütlesine, elde edilen alaşıma, işleme hızına, işleme sıcaklığına ve elde edilen tozun boyutuna göre seçilir. Tüm bu parametreler, kullanılan değirmen tipinden büyük ölçüde etkilenir. Bu nedenle öğütücü tipinizi dikkatli bir şekilde seçmeniz önemlidir. Şekil 1.23'te Mekanik alaşımlamada işlem parametreleri gösterilmektedir.



Şekil 1.23. Mekanik alaşımlamada işlem parametreleri (Szewczak ve ark, 1999)

1.5.4.2.1. Öğütücü Kap

Öğütme çanağının malzeme cinsi çok önemlidir çünkü öğütme sırasında uygulanan kuvvetler sonucunda toz halindeki malzemenin kimyasal özellikleri değişebilmektedir. Kavanozları öğütmek için öğütme haznesi yapımında, takım çeliği, rulman çeliği, paslanmaz çelik, sertleştirilmiş krom çeliği kullanılmaktadır (Sankhla ve ark., 2018). Değirmen malzemesi değirmen tozundan farklıysa öğütme kovanının malzeme karışımı tozla kirlenmiş olabilir. Öte yandan, malzemeler aynı ise, malzeme duvardan ayrıldığı için tozdaki bir

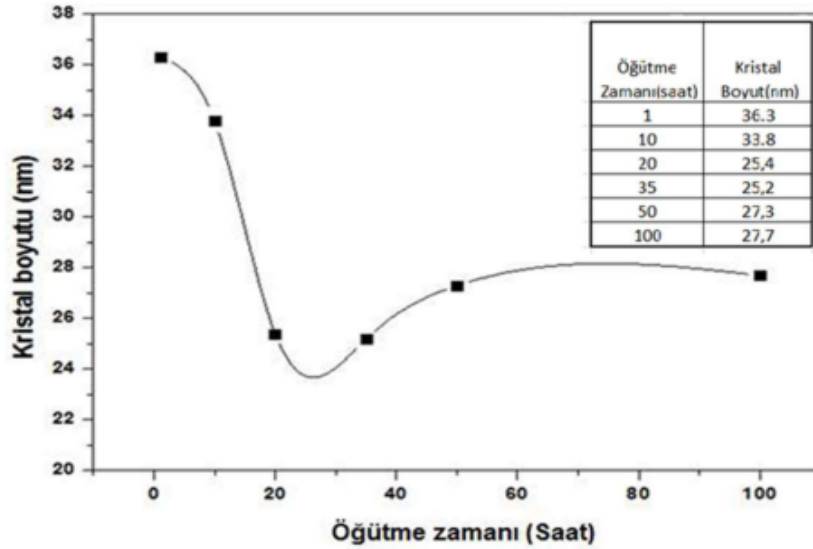
bileşenin miktarı artar ve nihai ürünün kimyasal özellikleri değişir. Sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sert krom çeliği, paslanmaz çelik, WC-Co, WC kaplamalı çelik ve yatak çeliği başlıca öğütme kabı malzemeleridir. Öğütme parçalarının malzemesi, öğütme kabının malzemesi ile aynıdır. Tozun öğütme kabı ve öğütme bilyelerinden ayrılan malzemeler tarafından kirlenmesini önlemek için tercihen aynı malzemedan yapırlar (Okumuş, 2020; Erkuş, 2019).

1.5.4.2.2. Öğütme Hızı

Dönme hızı arttıkça öğütme hızı da artar ancak değirmenin tasarımı ve kullanılan malzemelerin mekanik özellikleri bu tasarımı sınırlayan faktörlerdir. Maksimum darbe enerjisi oluşturmak için maksimum hız kritik hızdan düşük olmalıdır (Yıldız ve ark., 2005). Geleneksel yatay milli bilyalı değirmenin dönme hızının artırılması, bilyenin merkezkaç kuvvetinin etkisi altında duvara yapışmasını sağlayacak ve darbe etkisi büyük ölçüde azalacaktır. Bunun için topun belirli bir yükseklikten düşebilmesi için çalışma hızının kritik hızdan düşük olması gerekir. Diğer bir sınırlama sıcaklıkla ilgilidir. Bazı durumlarda sıcaklığın artan oranda artırılması, örneğin daha homojen bir alaşıma izin verdiği için difüzyonun beklendiği bir süreçte avantaj olarak görülebilir, ancak diğer durumlarda sıcaklık arttırılmamalıdır. Çünkü Kimyasal değişimler ve artan kirlilik gibi bu istenmeyen sonuçlara yol açabilir (Suryanarayana, 2001).

1.5.4.2.3. Öğütme Zamanı

Öğütme zamanı en önemli faktördür. Toz tanecikleri arasında kırılma, büzülme ve soğuk kaynamanın sağlanabilmesi için öğütme süresi belirlenmelidir. Uzun süreli öğütme, tozu kirlitebileceği için bazı istenmeyen durumlar ve aynı zamanda istenmeyen fazların oluşmasına neden olabilir (Suryanarayana, 2001). Öğütme süresi; öğütücü tipine, bilya-toz oranına, öğütme yoğunluğuna ve sıcaklığa bağlıdır. Arttırılmış öğütme işlemi; öğütme işlemi toz kirlenmesine ve alaşım içerisinde istenmeyen yapıların oluşmasına neden olduğundan yeterli sürede yapılmalıdır (Sankhla ve ark., 2018; Yılmaz, 2020). Öğütme süresine karşı toz boyutunun bir grafiği Şekil 1.24'te gösterilmektedir.



Şekil 1.24. Öğütme zamanı- Parçacık boyutu grafiği örneği (Okumuş, 2020)

1.5.4.2.4. Öğütücü Kollar

Paslanmaz çelik, sertleştirilmiş çelik, krom çelik, takım çeliği öğütücü kolunun ana malzemeleridir. Sertliği artırmak için yüksek alaşımlı çeliğin yanı sıra Ni, Ti, Zr, Va gibi malzemeler de eklenebilir. Öğütücü kolunun malzemesi zorlanarak paslanabileceğinden ve toz halindeki malzemelerimizi kirletebileceğinden, sertlik değeri yüksek ve sıcaklık dayanımı yüksek bir malzeme seçilmesi önemlidir (Erkuş, 2019).

1.5.4.2.5. Öğütücü Bilyalar

Bilyelerde, öğütme kolları ile uyumlu olarak aynı malzemeler seçilmeli ve öğütme sırasında yüzeyi aşındırmamak ve mekanik aksamın kimyasal bileşimine zarar vermemek için toplar zamanla aşındırıcı tozun kimyasal bileşimi ile kaplanabilir. Maksimum öğütme verimliliği için topların boyutu ve ağırlığı optimal olmalıdır (Erkuş, 2019).

1.5.4.2.6. Bilya Toz Oranı

Bilya tozunun oranı, öğütme süresini ve işleme sıcaklığını büyük ölçüde etkiler. Bilye/toz oranı düşük olduğunda olası çarpışma sayısı az olacağından öğütme süresi artırılabilir. Aynı şekilde, yüksek bir Biye-toz oranı haznedeki boşluk hacmini azaltacak ve böylece öğütme süresini uzatacak olan darbe hızını azaltacaktır (Yıldız ve ark., 2005). Oda hacminin bir fonksiyonu olarak Bilye-toz oranının belirlenmesi, minimum sürede optimum çarpışma sayısını elde etmek için önemlidir. Speks değirmenlerde, bilya-toz oranı 10:1'i seçilmelidir. Atritörlü değirmenlerde oran 50:1 veya daha yüksek olmalıdır (Yılmaz, 2020).

1.5.4.2.7. Kabın Doluluk Oranı

Öğütme haznesinin doluluk derecesi de bir diğer önemli parametredir. Değirmendeki bilye ve toz miktarı az ise öğütme başına elde edilen toz miktarı azalacaktır. Toz parçacıkları arasındaki alaşımlama işlemi, bilye tozunun hamur üzerine uyguladığı kuvvetleri içerdiğinden, bilyeler ve toz, öğütme kabında serbestçe hareket edebilmelidir. Bu oran öğütme kavanozunun % 50'sine kadarını içermelidir (Erkuş, 2019).

1.5.4.2.8. Değirmenin Atmosferi

Öğütülen tozun saflığı doğrudan fabrikanın atmosferi ile ilgilidir. Öğütme haznesi içindeki hava vakumlanmalı veya helyum ve argon gazı kullanılarak havadaki yabancı maddelerin toza girmesi engellenmelidir. Oksidasyonu veya toz kirliliğini önlemek için kullanılan en yaygın gaz, yüksek saflıkta argon gazıdır. Alaşım tozu ile havanın etkileşime girmesini istediğimiz durumlar olabilir ve bu durumlar için farklı atmosferik gazlar tercih edilebilir. Nitrür oluşturmak için değirmen atmosferine azot ekleyerek ve hidrit oluşturmak için değirmen atmosferine bir miktar hidrojen ekleyerek yapılabilirler (Yılmaz, 2020).

İnce toz istendiğinde ıslak öğütme tercih edilebilir. İnce taneli malzemeler istendiğinde yaş öğütme, kuru öğütmeye göre daha iyi sonuç verir. Yaş öğütme öğütülmüş tozu kirleteceği için günümüzde kuru öğütme tercih edilmektedir.

1.5.4.2.9. Sıcaklığın Etkisi

MA elde etmek için en önemli faktörlerden biri sıcaklıktır. Ara faz (amorfe) oluşumunda sıcaklık büyük ölçüde etkilenir. Doğru alaşımı yapmak için uygun sıcaklık kombinasyonunu belirlemek gerekir. Öğütme hızı vuruş sayısı ile orantılı olduğu için sıcaklık da artacaktır (Yıldız ve ark., 2005).

1.5.4.3. Mekaniksel Alaşımlama Tekniğinin Avantajları

MA işlemiyle üretilen birinci sınıf malzemelerin özelliklerinden bazıları şunlardır: (Bloor ve ark., 1999)

Mekanik öğütme temel olarak, katı malzemenin inert bir ortamda bilyeli öğütme işlemine tabi tutulduğu bir toz metalürjisi işlemidir. Öğütme işlemi katı hal difüzyon işlemi olduğu için sıvı halde olmayan karışımlardan da yapılabilir. Yani alaşımları oluşturan elementlerin eritilmesine gerek yoktur.

Bu teknoloji, türbin kanatlarının üretimi için geliştirilen "oksit dağılımıyla güçlendirilmiş" (ODS) malzemeler olarak bilinen malzemeleri üretmek için kullanılabilir.

Mekanik taşlama işlemi, gelişmiş malzemelerin tasarımına izin veren birkaç yeni teknolojiden biridir.

Mekanik öğütme işlemleri, diğer tekniklerle üretilmesi zor veya imkansız olan alaşımları üretir.

Metaller arası fazlar, çok farklı erime sıcaklıklarına sahip elementlerle oluşabilir.

Nanokristal malzemeler oluşturmak için uygun bir tekniktir.

Mukavemet için mekanik öğütmenin en önemli rolü, sistem içinde düzgün dağılmış oksit parçacıkları oluşturmaktır.

Mekanik öğütme işlemi ile elde edilen tozun yapısı tamamen homojen hale getirilebilir.

Diğer imalat işlemlerinin aksine, alaşımları termodinamik olarak oluştururken herhangi bir bileşimsel sınır yoktur. Bu sayede bilinenin ötesinde çok çeşitli kombinasyonlarda malzeme imal etmek mümkündür.

Bir kerede büyük miktarlarda toz ve alaşım üretmek mümkündür.

Malzeme ve alaşımların üretim maliyetlerini azaltarak üretimin doğrudan olmasını sağlar.

Performans ve birim fiyatı göz önüne alındığında düşük maliyetli malzeme üretimi mümkündür.

Bu teknikle aşırı doymuş katı kompozitler, nanokristal, amorf ve yarı kristal malzemeler üretilir.

2. KAYNAK ARAŞTIRILMASI

Uzun (1998), yaptığı çalışmada MS işlemi ile farklı soğutma hızlarında katılaştırılmış Al-(8-12-16) Si alaşımlarının fiziksel özelliklerini incelemiştir. Üretilen hızlı katılaştırılmış alaşımların XRD analizleri, yalnızca alaşım bileşimine karşılık gelen Al ve-Si fazını gözlemlemiştir. Hızlı katılaştırılmış şeridin XRD analizinde, aynı bileşimdeki külçe alaşımında gözlenmeyen Al_2O_3 fazının bir kırınım modeli gözlemlenmiştir. TEM ve SEM incelemeleri, bu fazın yüzeyde oluşan çok ince bir oksit tabakasından kaynaklandığını varsaymıştır. DSC analizi sonuçlarına göre, her üç numunede de belirli sıcaklıklarda iki ekzotermik pik gözlemlenmiştir. İlk pik, Al' de çözünmüş bir silisyum çökeltisi olarak yorumlanmıştır. Bununla birlikte, ikincisinin kökeni tespit edilmemiştir. Katılma hızı arttıkça disk ve yüzeyi sertleşir ve daha homojen bir yapıya büründüğünü, diskin OM ve SEM 'i ve tüm bantların hava yüzeyleri incelendiğinde, tüm bantların disk yüzeylerinin hava yüzeyine göre daha ince bir mikroyapıya sahip olduğunu hızlı katılma alaşımların mikrosertlik testi katılaştırılmış şeritlerin mikro sertliğinin ignot alaşımına kıyasla önemli ölçüde arttığını bulmuşlardır.

McKay ve ark. (2001), melt spinning tekniği ile üretilen Al-Si -Ni alaşımlarında heterojen çekirdeklenmeyi incelemişler $Al_{70}Ni_{13}Si_{17}$ alaşımının kristalleşme davranışı DSC ve XRD ile incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar, bu alaşım sisteminin çekirdeklenmeye uygun olduğunu belirtmişlerdir. DSC çalışmasında, sürekli ısıtmada üç ekzotermik pik gözlemlemiştir. Ayrıca izotermal tavlama sırasında pikler gözlenmiş ve Avrami sabiti (n) 2,8-3,2 olarak bulmuşlardır. XRD analizinde üretilen alaşım bantlarının amorf bir yapıya sahip olduğunu gözlemlemiştir.

Lojen ve ark. (2005), hızlı katılaştırma yöntemiyle Al-Cu-Ni şekil hafızalı alaşım (SHA) şeritlerini başarıyla üretmişler. Cu-Al-Ni şekil hafızalı alaşımların, mükemmel fonksiyonel yorulma direncine sahip yüksek sıcaklık şekil hafızalı alaşımlar (SMA) olduğuna dikkat çekmişlerdir. Ayrıca, tüm fabrikasyon şerit alaşımlarının tek yönlü bir şekil hafıza etkisine sahip olduğunu da bulmuşlardır.

Zhang ve ark (2006), Ni-Si bazlı alaşımların kaynaklanabilirliğini ve mikro yapısını araştırmışlardır. Nikel-silikon bazlı alaşımların kaynaklanabilirliğinin, dökülebilirlikleri nedeniyle zayıf olduğu bulunmuştur. Ni-Si-B-Nb % (76-20-3-1) alaşımının $600^{\circ}C$ 'ye ön ısıtmadan sonra kaynaklanabilirliğinin daha kolay olduğunun kanısına varmışlardır.

Weimin ve ark. (2006), oda sıcaklığında Silisyum ilavesinin Co-Ni alaşım sistemlerinde şekil hafızası üzerindeki etkisini incelemiştir. Ni-Co-Si üçlü alaşımları üzerine yapılan çalışmada, Ni-Co alaşımına Silisyum elementi katılarak şekil hafıza etkisinin ve kritik dayanımının arttığı bulunmuştur.

Choi ve ark. (2007), yaptıkları çalışmada mekanik alaşımlama teknikleri ile $Al_{82}La_{10}Fe_4Ni_4$, $Al_{88}La_9Fe_3Ni_3$ ve $Al_{85}La_6Fe_3Ni_3$ alaşımlarını üretmişlerdir. Bu çalışmada bilya-toz oranı 20:1 ve öğütme hızı 300 rpm idi. Üretilen alaşımlardan sadece $Al_{82}La_{10}Fe_4Ni_4$ alaşımı 350 saatlik öğütme sonucunda tamamen amorf yapıya sahip olarak elde edilmiştir. $Al_{88}La_9Fe_3Ni_3$ ve $Al_{85}La_6Fe_3Ni_3$ alaşımları 300 saatlik öğütme sonunda kısmen amorf formda elde edilmiştir. Amorf $Al_{82}La_{10}Fe_4Ni_4$ alaşımının DSC analizi, 640K ve 700K'de ekzotermik tepe noktaları ve 566K'da bir camsı geçiş sıcaklığı ortaya çıktığını tespit etmişlerdir.

Sajadi ve ark. (2008), nikel bazlı süper alaşım UDIMET 500 'ü araştırmışlardır. Bu alaşım, korozyon direnci, yüksek stabilite ve yüksek sıcaklıklarda mukavemete sahip bir alaşımdır. Dolayısıyla bu alaşım, yüksek sıcaklıktaki gaz türbini bileşenlerinin imalatında kullanılabilecek bir yapıya sahiptir ve UDIMET 500, yüksek performanslı gaz türbinlerinin ikinci kademe kanatlarının imalatında kullanılır. Mikro yapı ağırlıklı olarak östenitik γ matrisidir ve matris içinde dağılmış düzenli ve γ' çökeltiler ve karbürlerden oluşur. Alaşımlar, çökeltilme sertleştirme mekanizmaları sayesinde uygun mikro yapı ve mukavemet kazanırlar. Isıl işlem parametreleri: homojenleşme süresi ve sıcaklığı, kısmi erime ve yaşlandırma sıcaklığı, homojenleşmenin soğuma hızı ve erime sıcaklığı alaşımın mikroyapısını etkilemekte ve bu parametreler arasında kısmi çözelti soğutma oranı en etkilidir sonucuna varmışlardır.

Ritcher ve ark. (2008), bir piston alaşımı olan Al-Si-Ni alaşımı üzerinde çalışmış ve bu alaşımın mekanik dayanımının, farklı sıcaklıklarda bile artan nikel içeriği ile arttığını gözlemlemişlerdir. Ancak sertlikte herhangi bir değişiklik gözlememişlerdir.

Ouyang ve ark. (2008), yaptıkları bir araştırmada, 200 saatlik öğütmenin ardından üretilen amorf bir $Al_{82}Fe_5Ni_{54}Ce_8$ alaşımının kristalizasyon çalışmasını gerçekleştirmişlerdir. Amorf toz alaşımın DTA analizinde yalnızca bir ekzotermik pik gözlemlemişlerdir. Kissinger denklemiyle hesaplanan bu pikin aktivasyon enerjisi 165.4 ± 7.9 kJ/mol olduğunu hesaplamışlardır. Ayrıca kristalizasyon işleminden sonra alaşım XRD ile incelenmiş ve yapı içerisinde $Al_{82}Ce_3$ ve $Al_3(Ni,Fe)$ intermetalik fazların olduğu gözlemişlerdir.

Chen ve ark. (2008), mekanik alaşımlama ile hazırlanan $Al_{90-x}Fe_5Ni_5Ce_x$ ($x = 0, 2, 5, 7, 8, 9, 10$) alaşımlarını araştırmışlardır. Mekanik alaşımlama sırasındaki mikroyapısal değişiklikler, SEM DTA ve XRD kullanılarak incelemişlerdir. Ce elementi içeriği %5'ten %9'a çıkarıldığında 200 saat alaşımlamadan sonra amorf faz oluşumu gerçekleştiğini gözlemlemişlerdir. Ancak Ce elementinin bileşim oranı arttıkça alaşımların kristalleşme sıcaklığı değerinin arttığını gözlemlemişlerdir.

Sheng ve ark. (2009), ötektik Ni-33Al-28Cr-6Mo alaşımlarının mikro yapısını incelemişler. Bu alaşım geleneksel olarak döküm ve enjeksiyon kalıplama teknikleri ile üretilmiştir. Dy'nin eklenmesi üzerine Ni_5Dy fazının, hücreler arası bölgede NiAl ve Cr(Mo) fazları arasındaki arayüzde dibe çöktüğünü bulmuşlar. Alışılmış döküm alaşımları ile kıyaslandığında, enjeksiyon döküm alaşımlarının mikro yapısı, ince katmanlı aralık, yüksek ötektik hücre alanı ve ince ve düzgün dağılmış Ni_5Dy fazları ile iyi bir şekilde en iyi duruma getirilip elde edilmiştir. Ayrıca mekanik testler, enjeksiyonla kalıplanmış alaşımların mekanik özelliklerinin oda sıcaklığında önemli ölçüde iyileşme gösterdiğini bulmuşlardır.

Gögebakan ve ark. (2009), yapmış oldukları çalışmada hızlı katılaştıran $Al_{70}Ni_{13}Si_{17}$ amorf alaşımlarını diferansiyel tarama kalorimetrisi (DSC) ve X-ışını difraktometrisi (XRD) ile incelemişlerdir. $Al_{70}Ni_{13}Si_{17}$ amorf alaşımlarını şeritler halinde, 10 m/s'den daha yüksek hızlarda eriyik döndürme tekniği ile elde üretilmiştir. DSC 'de sürekli ısıtma sırasında amorf $Al_{70}Ni_{13}Si_{17}$ alaşımlarının kristalleşmesi üç aşamada gerçekleşmiştir, Fcc-Al ve altıgen fazların oluşumu, fcc-Al ve hegzagonal fazların büyümesi, fcc-Si ve ortorombik Al_3Ni fazlarının oluşumu gözlenmiştir. 10 m/s'den daha yüksek döndürme hızlarında hazırlanan Şekilsiz şeritlerin esnek olduğunu ve oluşan şeritlerin çok kırılğan olduğunu bulmuşlardır. Aynı zamanda XRD izlerinin şekilsiz yapıya karşılık gelen geniş bir amorf yapıyı temsil eden geniş bir pik noktası göstermiştir. XRD izi, elementel Al, Si fazlarına ve intermetalik Al_3Ni fazına karşılık gelen piklerin oluştuğunu bulmuşlardır.

Zhangz ve ark. (2009), 850 °C'de üçlü Fe-Ni-Si'nin faz dengesini araştırmışlardır. Ve Fe-Si-Ni üçlü sistemi, çelik endüstrisindeki çok önemli yapılardan birini temsil ettiğini ayrıca Fe-Si-Ni alaşımlarında östenitik fazın varlığının ek şekil hafıza yetenekleri sağladığını gözlemlemişler, Fe-Si-Ni faz diyagramı ile ilgili bilgiler olması gerektiği kadar kapsamlı olmadığını bulmuşlardır.

Prashant ve ark. (2009), yapmış oldukları çalışmalarda, $Al_{70}Y_{16}Ni_{10}Co_4$ alaşımının, mekanik alaşımlama işleminde 200 saatlik mekanik alaşımlamadan sonra amorf formda elde edildiğini bildirmişlerdir. Bilya/toz oranı 10:1 ve makine hızı 150 rpm olarak ayarlanmıştır. Elde edilen amorf toz alaşımların kristalizasyon çalışmalarında yapısında, Al_5Co_2 , Al_2Y , Al_3Ni_2 ve fcc-Al, fazlarının oluştuğu gözlemlenmiştir.

Yang ve ark. (2011), geleneksel katılaştırma yöntemleriyle hacimli amorf Cu-Ti-Zr-Ni alaşımlarını üretmişlerdir. Alaşımın mikro yapısı, X-ışını kırınımı (XRD) ve transmisyon elektron mikroskobu (TEM) ile incelemişlerdir. XRD ve TEM analizi, test alaşımlarının derin ötektik yapısının $CuTi_2-Cu_{10}Zr_7$, $Cu_3Ti-CuZr$, $Cu_3Ti-Cu_{10}Zr_7-CuZr$ ötektiklerinden oluştuğunu gözlemlenmiştir.

Izadinia ve ark. (2011), eriyik döndürme teknikleriyle üretilen şekil hafızalı ve nanoyapılı Cu-13,2Al-5,1Ni alaşımlarının mikro yapısını ve özelliklerini incelemişlerdir. Üretilen alaşımların mikro yapılarını ve özelliklerini SEM, XRD, DSC ve AFM ile karakterize etmişlerdir. Elde edilen sonuçlara göre, nanoyapılı şeritler tek yönlü bir şekil hafıza etkisi sergilemektedir. Eriyik eğirme tekniği ile elde edilen nanoyapılar sayesinde alaşımın şekil hafıza özelliklerinin büyük ölçüde iyileştirildiğini bildirmişlerdir. Nanopartiküllerin ve nanopartiküllerin şekil hafızalı alaşımlar üzerinde çok önemli bir etkiye sahip olduğunu açıklamışlardır. Ek olarak, nanoyapıların tamamen homojen malzemeler verdiğini keşfetmişlerdir.

Karaköse ve ark. (2012), Ni-x wt. % Si (x = 5, 10, 15, 20) içeren alaşımların mekanik ve katılma davranışlarını araştırmışlardır. Bu alaşımda artan silisyum elementi ile tane boyutunda önemli bir artış gözlenmiştir. Ni-Si alaşımlarına %10 ila %15 Sillisyum ilavesinin dendrit yapısında ciddi bir değişikliğe neden olduğu gözlemlenmiştir. Katılma sırasında Ni_3Si ve Ni_2Si 'nin faz oranının artmasıyla sertliğin doğru orantılı olarak arttığı sonucuna varmışlardır.

Muratov ve ark. (2014), Al-Si-Ni üçlü alaşımlarını araştırmışlardır. Al-Si-Ni atomlarının alaşımların etkileşimlerinin atomların yapısını etkileyebildiği gözlemlenmiştir. Oda sıcaklığında Al-Si-Ni yapısında bol miktarda Al'nin sadece Al_3Ni ve Al_3Ni_2 fazlarında bulunduğu ve bunun sonucunda pek çok uygun metalik malzemenin ortaya çıktığını vurgulamışlardır.

Gögebakan ve ark. (2015), ikili Si-Ni alaşımlarının yapısal ve mekanik özelliklerini araştırmışlardır. Ve bu çalışmada ötektik hücre yapısının Si-Ni oranı ile değiştiğini

gözlemlemişlerdir. Ayrıca $\text{Ni}_{70}\text{Si}_{30}$ bileşimine sahip alaşımda en yüksek sertlik noktasının ötektik noktaya en yakın bölgede elde edildiğini bulmuşlardır. Silisyum içeriğindeki bu artışla birlikte sertlik değerinin de düştüğünü tespit etmişlerdir.

Unnikrishnan ve ark. (2017), kobalt, titanyum ve silisyum elementlerinin yüksek entropili alaşımlar üstündeki etkilerini incelemişlerdir. Bu elementlerin yüksek entropili alaşımların sertliğini yükseltmede önemli faktörler olduğunu bulmuşlardır. Araştırma sonucunda ayrıca yüksek entropili alaşımın sertliğinin konvansiyonel alaşıma göre daha yüksek, aşınma faktörü oranının ise konvansiyonel alaşıma göre daha düşük olduğunu tespit etmişler.

Xiao ve ark. (2017), $\text{AlCoCuFeNi-(Cr,Ti)}$ yüksek entropi alaşımları üzerine bir çalışmada YEA'nın mikro yapısını, mekanik davranışını ve korozyon davranışını araştırmışlardır. Yüksek entropi alaşımlarına %16,7 ilavelerde Cr ve Ti elementlerinin davranışlarını incelemişlerdir. Bu çalışmada, Cr'nin titanyum ile aynı oranda hacimli merkezli kübik katı çözelti fazı oluşturduğunu bulmuşlardır.

Avar ve ark. (2017), mekanik alaşımlama (MA) teknolojisi kullanılarak $\text{Al}_{85}\text{Co}_7\text{Y}_8$ alaşımını üretmişlerdir. Elde edilen alaşımların mikroyapısal özellikleri SEM ve XRD ile, termal özelliklerde değişiklik ise DTA ile incelenmiştir. MA ile hazırlanan $\text{Al}_{85}\text{Co}_7\text{Y}_8$ alaşımında aşırı doymuş bir fcc-Al katı çözelti fazı tespit edilmiştir. Elde edilen alaşımın tane boyutunun 300 saatlik öğütme sonunda yaklaşık 16 nm olduğu bulmuşlardır.

Fu ve ark. (2018), çalışmalarında yüksek entropili bir $\text{TiNiFeCrCoAl-TiB}_2\text{-TiC}$ bağlayıcıyı alaşımlarını araştırmışlardır. Yüksek entropili TiB_2 ve TiC alaşımlarının 1550°C 'de %67'ye varan yoğunluklar üretebileceğini iddia etmişler ve yüksek entropili TiB_2 ve TiC alaşımlarının yüksek kırılma tokluğu sergilediğini bulmuşlardır.

Yurkova ve ark. (2019), mekanik alaşımlama ile üretilen kıvılcım plazması ile sinterlenmiş yüksek entropili AlCuNiFeCr alaşımının mikro yapısı ve mekanik özellikleri üzerine bir çalışma yürütmüşlerdir. Mekanik alaşımlamada çözünürlüğün yüksek olması nedeniyle dengenin oluşmadığını ve katı çözeltilerin oluştuğunu bulduklarını belirtmişlerdir. Bu (Fe,Cr) kafesin, $(\text{Cr, Fe})_{23}\text{C}_6$ fazını temsil eden katı çözeltilerin yüz merkezli kübik (FCC) bir kafes yapısına sahip olduğunu belirlemişler. Kıvılcım plazma ile sinterlenmiş yüksek entropi alaşımı AlCuNiFeCr 'nin basınç dayanımı, 25°C sıcaklık koşulunda 1960MPa ve 800°C test sıcaklığında 110MPa olduğunu işaret etmişlerdir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Alaşım Malzemeleri

Bu tez çalışmasında alüminyum (Al), bakır (Cu), nikel (Ni), ve silisyum (Si) elementleri kullanılarak orta entropili AlCuNiSi alaşımı mekaniksel alaşımlama yöntemi ile farklı öğütme sürelerinde üretilecektir. Çalışmada kullanılacak elementel tozlara ait bazı özellikler Tablo 3.1’de verilmiştir.

Çizelge 1. 6. Al Cu Ni ve Si elementlerinin bazı özellikleri (Al-Obaidi, 2018)

Özellik	Al	Cu	Ni	Si
Atom numarası	13	29	28	14
Atom kütlesi	26,981u	63,546 u	58,693 u	28,085 u
Yoğunluk	2.70 g/cm ³	8,96 g/cm ³	8,908 g/cm ³	2,3290 g/cm ³
Erime noktası	660,3 °C	1085 °C	1455°C	1410°C
Kaynama noktası	2470 °C	2562 °C	2913°C	3265°C
Kristal yapısı	Yüzey Merkezli Kübik	Yüzey Merkezli Kübik	Yüzey Merkezli Kübik	Yüzey Merkezli Kübik
Vickers sertliği	167 MPa	369 MPa	638 MPa	29GPa

Alüminyum gümüş rengi ve birçok özelliği ile günlük hayatımızın hemen hemen her alanında vazgeçilmez bir metal malzemedir. Al, boksit minarallerinden çıkarılan üçüncü en bol metalik elementtir ve yer kabuğunda yaklaşık %8 rezervi vardır. 50 yıldır endüstriyel kullanım için çelikten sonra ikinci sıradadır ve uygulama yelpazesi genişlemektedir (Al-Obaidi, 2018). Ayrıca birçok T/M bazlı üründe Al elementinin hafif, ucuz, korozyona dayanıklı, düşük yoğunluklu, yüksek iletkenlik, yüksek termal özellikler, kolay işlenebilirlik, yüksek özgül mukavemet ve diğer elementlerle iyi bir bağ oluşturması bu metalin kullanılmasının ana sebeplerindendir Al, magnezyumdan sonra en hafif metaldir (Ateş, 2012). Alüminyum ve alaşım tozlarının T/M prosesi kullanılarak imalatta kullanımı, düşük basınçta şekillendirilebilirlikleri, yüksek mukavemet-ağırlık oranları, yüksek elektrik ve termal iletkenlikleri ve mükemmel korozyon dirençleri nedeniyle çok yüksektir (Sameljuk ve ark., 2004; Avcı ve ark., 2021). Olağanüstü hafifliği nedeniyle bir aracın ağırlığının 100 kg’a kadar hafifletilebilir ve 100km’de 0,3-0,4 litre yakıt tasarrufu sağlar (Gökçe ve ark., 2011). Bu özellikler Al’ı otomotiv, havacılık ve uzay endüstrileri haline getirmektedir Saf Al, yeterli mekanik özelliklere sahip değildir ve bu nedenle birçok elementle alaşımlıdır. Alüminyuma değişen oranlarda Si, Cu, Nb, Ti ve Mg gibi elementlerin eklenmesi ile elde edilen alaşımların mekanik özelliklerini iyileştirdiği tespitinde bulunulmuştur (Wang ve ark., 2008; Köprülü ve ark., 2018). Yapılan inceleme sonucunda Al tüketim aralığı ilk dört sırada %27 ile inşaat

sektörü, %25 ile otomotiv sektörü, %15 ile ambalaj sektörü ve %10 ile enerji sektörü yer almıştır (Çakanyıldırım ve ark., 2021).

Periyodik tabloda Cu ile temsil edilen, metalik kahverengi bir görünüme sahip olan bakır, doğada az miktarda bulunmaktadır. Genellikle sülfürlü, oksitli ve kompleks yapıda bulunan Cu elementi 1B geçiş grubu elementidir (Ünal ve ark., 2016). Bakır gümüşten sonra ikinci en yüksek elektrik iletkenliğine sahiptir. Bakır alaşımlarının endüstride kullanımı sürekli genişlemektedir. Cu bazlı malzemelerin yoğunluğa göre düşük mukavemete sahip olduğu bilinmektedir. Ancak alaşımlamadan sonra sertleşebilme özelliğinden dolayı Al için ana alaşım elementi olarak tercih edilmektedir. Ayrıca elektriksel ve ısı iletkenliği yüksek olan Cu elementinin Al alaşımlarının dayanım ve fiziksel özelliklerini büyük ölçüde etkilediği bilinmektedir. Bu nedenle, Al-Cu bazlı alaşımlar T/M proses araştırmalarında yaygın olarak kullanılmaktadır (Schaffer ve ark., 2001).

Silisyum; yer yüzünün yaklaşık %28'ini oluşturan ve oksijenden sonra doğada en fazla bulunan elementtir. Saf kristal silikon opak, parlak koyu gri, sert, kırılğan bir yarı iletken katıdır. Elektriksel iletkenlik artan sıcaklıkla azalır. Çelik dökümlerin fiziksel mukavemetini ve özgül ağırlığını artırır. Manganez gibi silisyum da tüm çeliklerde bulunan bir elementtir. Çelik yapımında, demir cevheri veya tuğlalardan bir miktar silis, fırın astarına çeliğin kendisine girer. Silikon çeliğin tanımı; bileşiminde %0,4'ten fazla silikon içeren çeliklerde kullanılır. Çelikte silikon bulunması, esneklik üzerinde zararlı bir etkiye sahiptir, ancak benzer oranda, çekme mukavemetindeki her %1'lik artış, 10 kg/mm²'lik bir çekme mukavemetinin akma mukavemetini de artırır. Silisyumlu malzemeler, işlenebilirliği zayıf ve korozyon direnci yüksek olan ince, karmaşık şekilli parçalar için kullanılır. %5'ten fazla silisyum içeren alaşımlar için en önemli işlem, geniş kenarlı silikon kristallerini, oluşumlarını önlemek için sıvı sodyum formuyla karıştırarak modifiye etmektir. Silisyum ilavesi akışkanlığı ve korozyon direncini artırır. Tane küçültme ve modifikasyon işlemleriyle iyi işlenebilirlik elde edilebilir. Alaşımlama için silisyum ve bakır birlikte kullanılabilir (Zeren, 2008).

Nikel Doğada bileşik olarak bulunur. Ana mineralleri pentlantit (Fe,Ni)₉S₈), millerit (NiS), moşerit (Ni₁₁As₈), magnezyum ve alüminyum içeren silikat bileşikleridir. Serbest halde göktaşı yapılarında demir ile birlikte bulunur. Geçiş metallerinin temel özelliklerini gösterir. Nikel asitlere, bazlara ve diğer oksitleyici maddelere karşı direnme yönelimindedir. Bu sebeple birçok alaşımın yapısına girer. Kuru havalardan etkilenmezler. Ancak ortam nemli ise yüzeyde çok ince bir tabaka halinde oksitlenir. Oksitler katıdır ve gözeneksizdir, dolayısıyla

metalin içini korurlar. Nikel bir hidrojenasyon katalizörüdür. Karbon monoksit, 45-70°C'de nikel tetra karbonili ($\text{Ni}(\text{CO})_4$) oluşturur. Bu kompleksin izolasyonu çok saf nikel verir. Nikel bileşikleri genellikle +2'dir, ancak +1, +3 ve +4 değerlikli bileşikler de mevcuttur. Nikelin tetra karbonilde 0 değerliklidir. Nikel +2 bileşikleri yeşildir. Saf nikel veya düşük alaşımlı nikel, kimyasal saldırılara karşı dayanıklıdır. Atmosferik korozyona karşı bile metalik bir parlaklık sergiler, bu da onu çok yönlü hale getirir ve çelik, bakır ve alüminyum gibi alaşımların elektrolitik kaplamasında kullanılır. Nikel, kadmiyum pillerde ve elektronik endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Nikel-krom-demir alaşımları, tel şeklindeki metal ağların imalatında, tescilli alaşımların imalatında ve dönen makinelerin bağlantısında kullanılan temel elementlerdir (Tezcan ve ark., 2007).

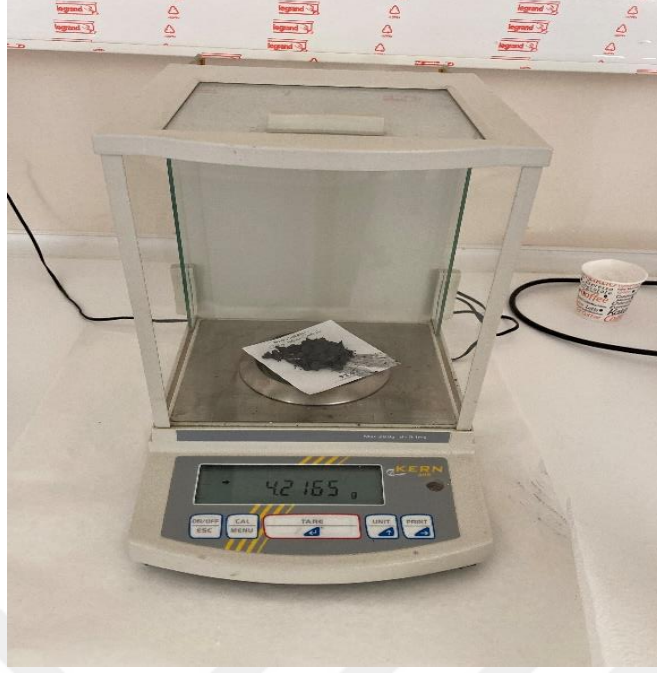
3.2. Malzemelerin Hazırlanması

Bu çalışmada üretilecek Al-Cu-Ni-Si orta entropili alaşımı için literatür çalışmaları dikkate alınarak elementel tozlar eşit atomik oranlarda tartılarak alaşım tozları hazırlanmıştır. Çalışmada kullanılan elementel tozlar ve ağırlıkça atomik oranları Tablo 3.2 de verilmiştir.

Çizelge 1.7. Tezde kullandığımız elementler ve belirlediğimiz yüzde olarak oranları

Tezde kullandığımız Elementler	Atomik Ağırlıkça oran (% at.)
Alüminyum	25
Bakır	25
Nikel	25
Silisyum	25

Elementleri tartmak için Batman Üniversitesi Fen-Edebiyat fakültesi, Fizik Bölümü, Laboratuvarında bulunmakta olan 0,1 mg hassasiyetli 'KERN' markalı hassas terazi (şekil 3.1) kullanılmıştır.



Şekil 3.1. Elementleri tartarken kullanılan hassas terazi

Tablo 3.2’de belirlenen oranda elementler hazır hale getirildi. Ve Şekil 3.1’de gösterilen terazi ile AlCuNiSi alaşımının başlangıç tozları hazırlandı. Hazır hale getirilen tozlar mekanik alaşımlama cihazında 50, 100, 120 ve 140 saat öğütme sürelerinde alaşımlandı. Buradaki amaç literatüre yeni ve yüksek özellikli orta entropili nanoyapılı alaşım olan AlCuNiSi alaşımını kazandırmaktır.

3.3. Mekanik Alaşımlama İşlemi

Mekanik alaşımlama (MA), bir havan içerisinde katı tozların bilyeler kullanılarak alaşımlandırılmasıdır. MA işlemi ile üretilen alaşımlara herhangi bir ısıtma işlemi uygulanmamıştır. Bu çalışma sırasında üretilen AlCuNiSi alaşım tozu Batman Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Laboratuvarında bulunan XQM-2 marka mekanik alaşımlama cihazı kullanılarak öğütülmüştür.



Şekil 3.2. Mekaniksel alaşımlama ekipmanının görüntüsü



Şekil 3.3. Kullanılan Bilyalar ve Havan

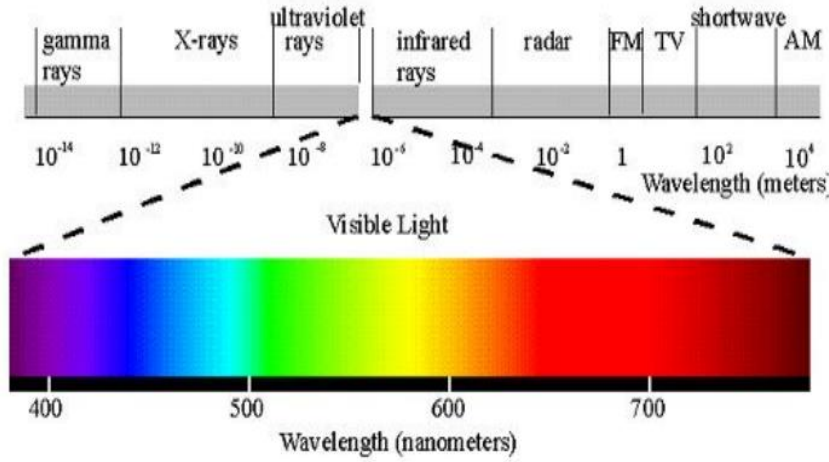
Çalışma prensibi, paslanmaz çelik bilyalar (316L) 10:1 bilya toz oranı ile paslanmaz çelik havana yerleştirilir, 20 dakika 350 rpm'de çalıştırılıp ve 20 dakika bekletildikten sonra, 50, 100, 120 ve 140 saat öğütme sürelerinde mekanik alaşımlama işlemi yapıldı.

3.4. Alaşımın Karakterizasyonu

3.4.1. XRD Analizleri

Tarihsel olarak, katılardaki atomların ve moleküllerin yapısı X-ışınları kırınım çalışmaları ile elde edilmiştir ve X-ışınları artık yeni malzemelerin geliştirilmesinde çok önemli bir rol oynamaktadır. X-ışınları, görünür ışıktan daha kısa dalga boylarına (daha yüksek frekanslara) sahip görünmez, oldukça nüfuz eden elektromanyetik dalgalarlardır.

X ışınlarının dalga boyu aralığı 10^{-8} ila 10^{-11} m ve karşılık gelen frekansları yaklaşık 3×10^{-16} ila 3×10^{-19} Hz civarındadır.



Şekil 3.4. Elektromanyetik ışın spektrom diyagramı (Karatutlu, 2015)

Işığın kırınımı, dalgalar küçük boşluklardan (yarıklardan), engellerden veya keskin noktalardan geçtiğinde meydana gelir. Bir dalga böyle bir yerden geçerken düz yolundan sapar. Kırınım deneylerinde elde edilen karanlık-ışık girişim desenleri, ışığın dalga doğası ile açıklanabilir. Dalga tepe noktaları, parlak çizgiler oluşturmak için birbirini destekler ve karanlık çizgiler oluşturmak için birbirini yok eder.

Kristallerin yapısı, gelen ışığın kırınım modeli incelenerek belirlenebilir. Gelen ışın yalnızca belirli yönlerde kırınıma uğrar. Kristal yapı hakkında bilgi, kırınım yönü ve karşılık gelen radyasyon şiddeti ölçülerek elde edilir.

Kristal, X-ışınları için üç boyutlu bir kırınım ızgarası görevi görür. Bir kırınım deneyinde, ızgara çizgilerinin aralığı, kırınım maksimumlarının aralığına bağlıdır. Kırınım maksimumları, kristalde kırılan X-ışınları da birim hücrenin boyutu hakkında bilgi sağlar. Kırınım çizgilerinin yoğunluğunun ölçülmesi, birim hücre içindeki atomların dizilişleri hakkında bilgi sağlar.

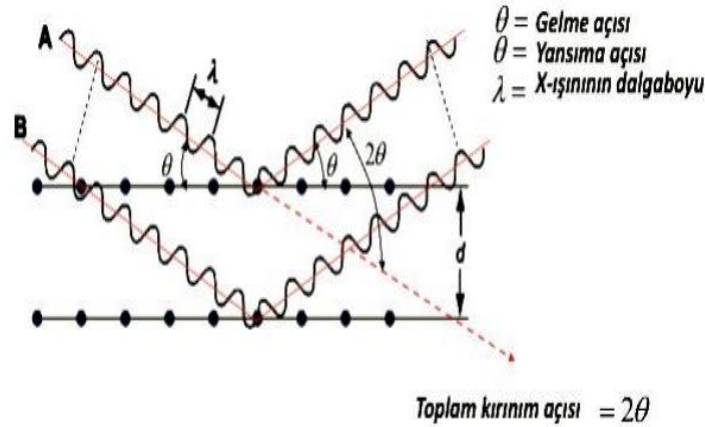
Çok ince taneli malzemeleri analiz ederken kırınım çizgilerinin genişliği artar. Yani, parçacık boyutu ne kadar küçük olursa, kırınım çizgisi o kadar kaba olur ve bu pürüzlülüğü kırınım çizgisinin maksimum genişliğinin yarısı olarak ölçmek alışılmış bir şey olmuştur (Cullity ve ark., 1978).

İngiliz fizikçi “Sir W.H. Bragg” ve oğlu “Sir W.L. Bragg” 1913'te X ışınlarının bir kristale belirli bir açıyla (θ) çarptığında nasıl yansıdığını açıklayan bir ilişki geliştirdiler. Bu gözlem, X ışınlarından gelen dalga girişiminin bir örneğidir.

Kristallerdeki kırınım olgusu, Bragg yasasına göre fiziksel modeller oluşturur. Tek dalga boylu X-ışınları karşılıklı olarak paralel atomik düzlemlere yönlendirildiğinde, ışınlar yansıtılır. Gelen ve yansıyan ışınların arasındaki yol farkı

$$2d \sin\theta = n\lambda \quad (n=0,2,3\dots) \quad (3.1)$$

Burada 'da θ , saçılan elektron ışını ile kristal düzlem arasındaki açı olarak tanımlanır. Yapıcı girişimin meydana gelmesi için, farklı düzlemlerden saçıcılar arasındaki yol farkı, dalga boyunun bir tamsayı katı olmalıdır. Şekil 3.5'te görüldüğü gibi, gelen ışın yönü ile saçılan ışın arasındaki açı 2θ 'dir. Bu, deneysel olarak ölçülen açıdır.



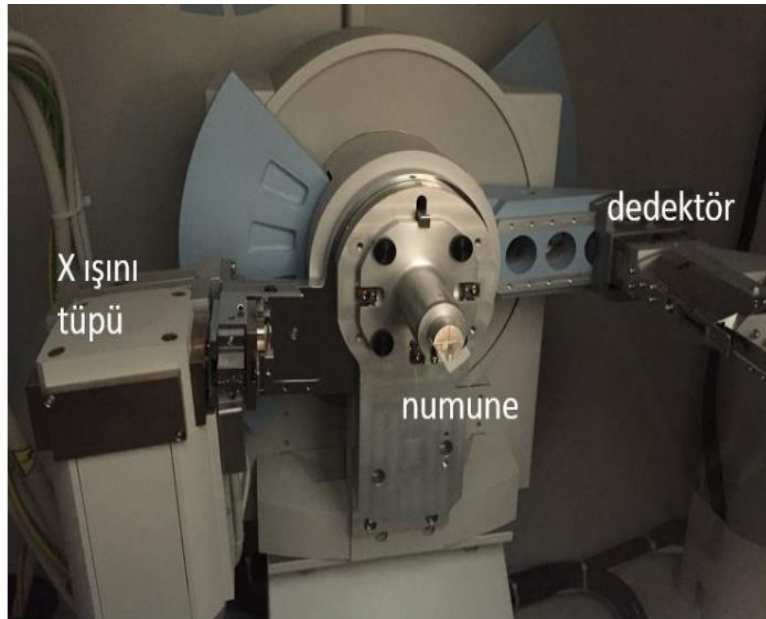
Şekil 3.5. X-ışını kırınımı (Karatutlu, 2015)

X-ışınları ile faz tanımlaması, X-ışınları kullanılarak kolaylıkla gerçekleştirilir. Literatürde en yaygın kullanılan yöntem olan X-ışınları kırınımı, malzemelerin kristal yapılarını analiz etmek için kullanılmaktadır. Kristalin karakteristik faz modeli de gösterilmiştir. Bu çalışmada Al-Cu-Ni-Si alaşımlarının mekanik alaşımlama yöntemi ile

hazırlanan alaşımlarının Rigaku MiniFlex II marka XRD cihazı kullanılarak yapısal faz analizi üzerine bir XRD çalışması yapılmıştır. Cihazın çalışma parametreleri; 30 mA akım ve 40kV voltaj ile Cu-K α radyasyonu ($\lambda=0,154056$ nm) olan $2\theta = 10-90^\circ$ açisal aralık $0,02^\circ$ adım boyutu ve $0,5(2\theta/s)$ hızında ölçümler yapılmıştır. XRD analizleri Batman Üniversitesi Merkezi araştırma laboratuvarında bulunan XRD cihazı ile yapılmıştır. Analizlerin yapıldığı XRD cihazı ile ilgili fotoğraf Şekil 3.6 da verilmiştir.

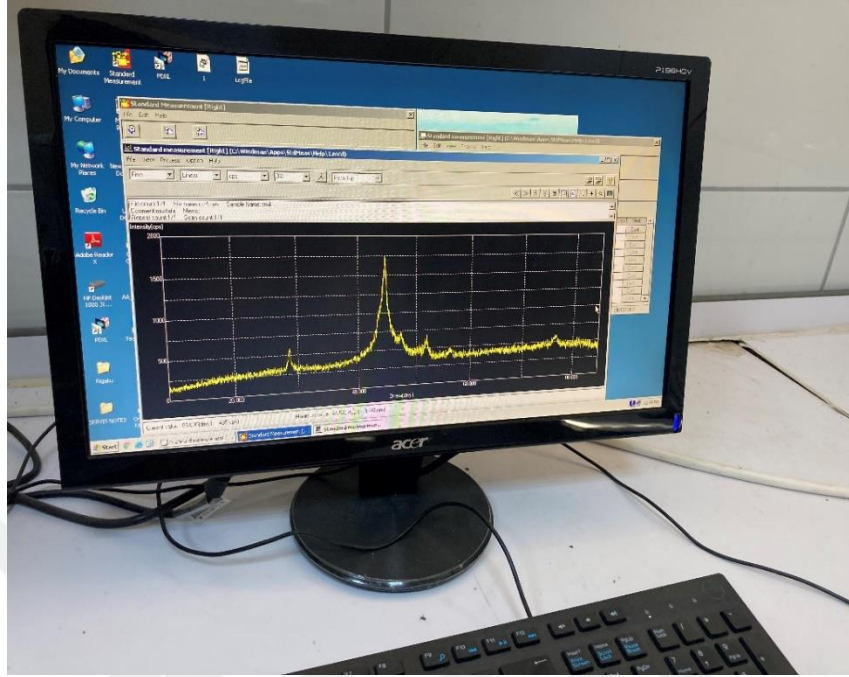


Şekil 3.6. Tezimizde kullanılan XRD cihazı



Şekil 3.7. Tezimizde Kullanılan X- ışını cihazının kısımları (Karatutlu, 2015)

Şekil 3.8’ de AlCuNiSi orta entropili alaşımın XRD analizinden bir fotoğraf görülmektedir.



Şekil 3.8. Tezimizde yapmış olduğumuz XRD analiz sonucunun ekrana yansması

XRD verilerini kullanarak kristal boyutu hesaplamaları literatürde en yaygın kullanılan denklemlerden biri olan Debye-Scherrer denklemi kullanılarak yapılmıştır. Kullanılan denklem 3.2’te gösterilmiştir.

D ortalama kristal boyutu, λ kullanılan X-ışınlarının dalga boyu, B maksimum şiddetli yarı pik genişliği (radyan) ve Θ Bragg kırınım açısıdır. XRD analizinde dislokasyon yoğunluğunu hesaplamak için kullanılan denklem 3.3 kullanılmaktadır.

Buna ek olarak, alaşımlarda kafes gerilmesini hesaplamak için en sık kullanılan denklem olan Stokes-Wilson denklemi (Cullity ve ark., 2001) kullanılmıştır. Bu formül Denklem 3.4 ile verilmektedir.

Burada ϵ kafes gerinimini gösterir, β maksimum şiddetli pikin yarı yükseklikteki tam genişlik değerini θ pikin yansıma açısını göstermektedir.

$$D = \frac{0,9\lambda}{B \cdot \cos \theta} \quad (3.2)$$

$$\rho_D = \frac{1}{D^2} \quad (3.3)$$

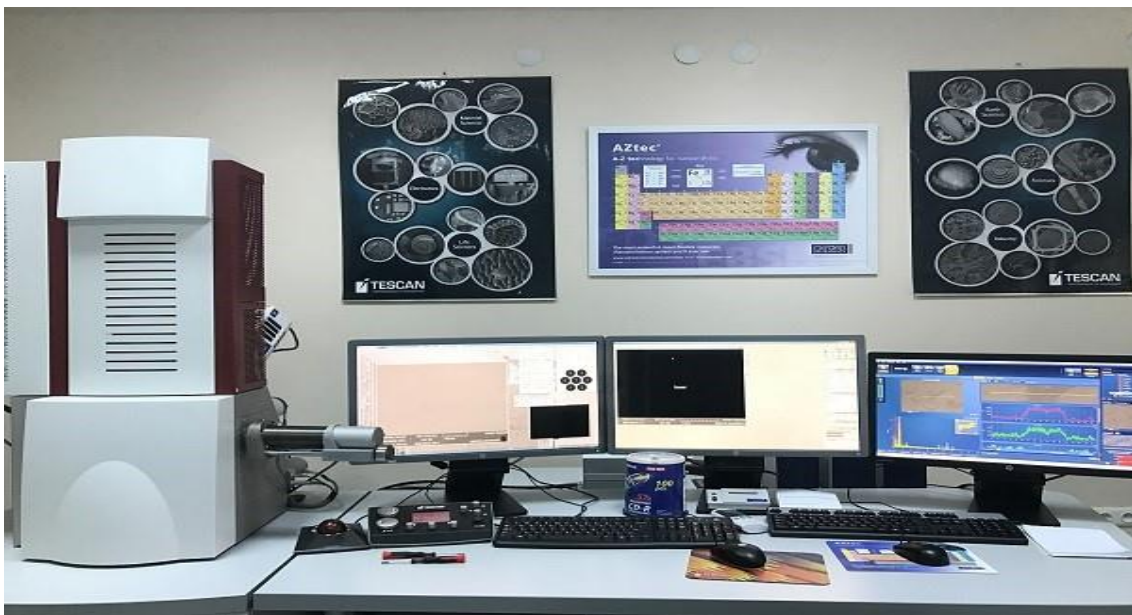
$$\varepsilon = \frac{\beta}{4 \tan \theta} \quad (3.4)$$

3.4.2. SEM/EDX Analizleri

3.4.2.1. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Analizleri

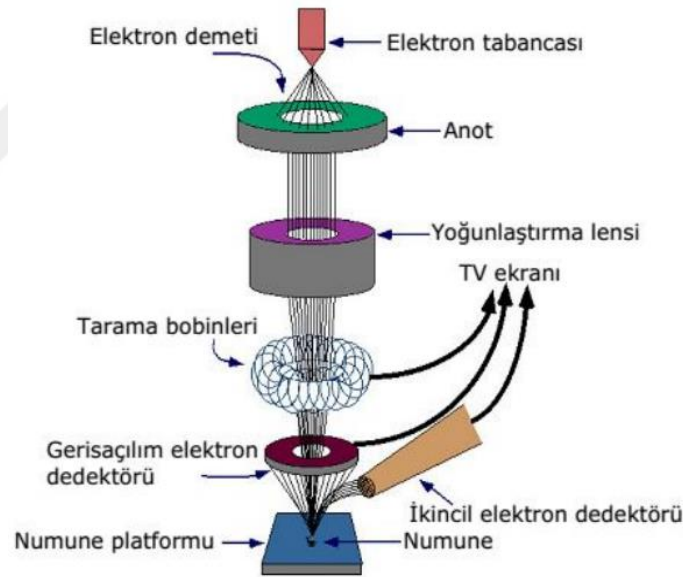
Taramalı elektron mikroskobu, vakum ortamında üretilen ve aynı ortamda elektromanyetik lensler kullanılarak yüksek çözünürlüklü bir görüntüye seyreltilen bir elektron ışını ile malzemeleri analiz etme fırsatı verir. Elektron demetinin malzeme ile etkileşiminden yansıyan ışınlar veya geri yansıyan elektronlar sayılarak bir görüntü oluşturulur.

Yaptığımız bu çalışma için Bartın Üniversitesi Merkezi laboratuvarında bulunan TESCAN MAIA3 XMU marka SEM cihazı kullanılmıştır. (Şekil 3.9).



Şekil 3.9. Bartın Üniversitesi bünyesinde incelemelerin yapıldığı SEM-EDX cihazı

Bir taramalı elektron mikroskobu üç bölümden oluşur: bir optik kolon, bir numune odası ve bir görüntüleme sistemi. Optik kolon kısmında, elektron ışını üreten bir elektron tabancası, elektronları örneğe doğru hızlandırmak için yüksek voltaj uygulayan bir anot plakası, ince bir elektron ışını üreten bir yoğunlaştırıcı mercek ve bir objektif mercek içerir. Bu mercek ve ışını numuneye odaklamak için elektron ışınının numune yüzeyiyle ilişkili çeşitli çaplarda apartürler ve örnek yüzeyini Tarama için tarama bobinleri içerir. Mercek sistemleri, bir elektromanyetik alan kullanarak bir elektron ışını numune üzerinde keskinleştirir veya odaklar. Tüm optik kolon ve numune belirli bir vakum derecesinde tutulur. Numune odasında, numune inceleme için uygun şartlara getirilir. Görüntüleme sisteminde, elektron demetinin numune ile etkileşimi ile üretilen çeşitli elektronları ve ışınları toplayan bir dedektör, bunların sinyal çoğaltıcıları ve elektron demetini numune yüzeyindeki bir ekranla senkronize olarak tarayan bir manyetik bobin bulunur. Elektron tabancasından yayılan birincil elektronlar, numune yüzeyi ile çeşitli şekillerde etkileşime girer.



Şekil 3.10. SEM Cihazı şematik gösterimi (Savaşkan, 1986)

Etkileşen birincil elektronlar numune yüzeyine çarptığında ve çok az enerji kaybıyla dağıldığında, bu elektronlara geri saçılan elektronlar denir. Birincil elektronlar numune yüzeyiyle çarpışıp enerjilerinin bir kısmını kaybettiklerinde ikincil elektronlar olarak adlandırılırlar. İkincil elektronlar, numune odasında bir sintilatör tarafından toplanır ve ikincil bir elektron görüntüsüne dönüştürülür. İkincil elektronlar, numune yüzeyinden 10 nm'den daha az bir derinlikten gelir ve numunenin yüksek çözünürlüklü bir topografya görüntüsüyle sonuçlanır.

Gelen ışının diğer elektronları numune tarafından emilerek toprağa iletilir ve ortaya çıkan akıma "örnek akım" denir. Numunenin birincil elektronlarla numunelerin etkileşimi sırasında, numune tarafından X-ışınları da yayılır. Gözlenen her farklı etkileşim, SEM'de farklı bir görüntüleme yöntemi oluşturur. Bu yöntemler kısaca şunlardır:

Sekonder elektronik yöntem: esas olarak yüzey topografyasını gösterir.

Geri saçılan elektron yöntemi: Yüzey topografisini ve kimyasal dağılımını ve cilalı pürüzsüz yüzeyler üzerindeki dağılım etkisini gösterir.

X ışınları görüntü yöntemi: Kimyasal bileşim dağılımını gösterir. Bu yöntem elektron mikroskobu analizi olarak bilinir. Örnek akımı yöntemi: Geri saçılan elektron yöntemine benzer bir görüntü üretir. Ancak görüntü kontrastı tersine çevrilir (Savaşkan, 1986).

3.4.2.2. Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (EDX) Analizleri

Bu çalışmada Bartın Üniversitesi Merkezi araştırma laboratuvarında bulunan TESCAN MAIA3 XMU marka bir SEM cihazına entegre EDX modülü kullanılmıştır. Alaşımın ekrandaki SEM görüntüsüne bakılırken farklı olduğu görülen bölgeler X-ışınları ile ışınlanarak o bölgelerdeki atomik çeşitlilik ve oranlar belirlenmektedir (bkz. Şekil 3.9).

3.4.2.3. Diferansiyel Termal Analizi (DTA)

Mekanik alaşımlama işlemi ile üretilen AlCuNiSi alaşımlarının termal özelliklerini analiz etmek için Bartın Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarında bulunan STA-7300 Hitachi Diferansiyel Termal Analiz cihazı (DTA) kullanıldı. Bu analitik yöntemin amacı, sürekli sıcaklık altında faz geçişi ve kristalleşme sonucu enerji değişimini belirlemek olduğundan, üretilen numunelerin mikroyapılarında hem faz geçişini hem de kristalleşmeyi incelemektir. Toz alaşımlar Seramik kaplara konularak azot gazı altında incelendi. Şekil 3.11, çalışmamızda kullanılan DTA cihazını göstermektedir.

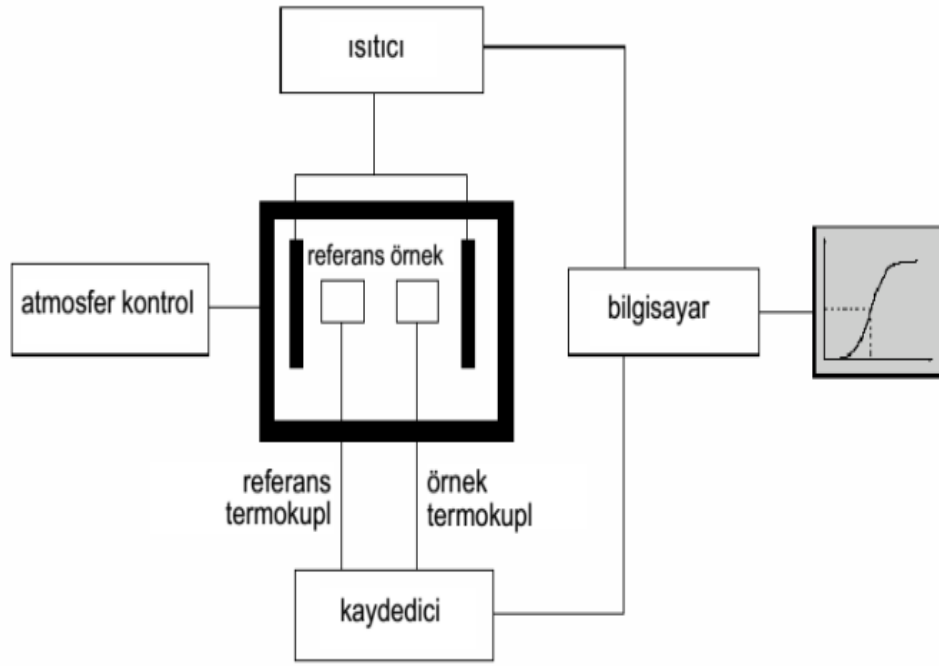


Şekil 3.11. Tezde kullanılan DTA cihazı

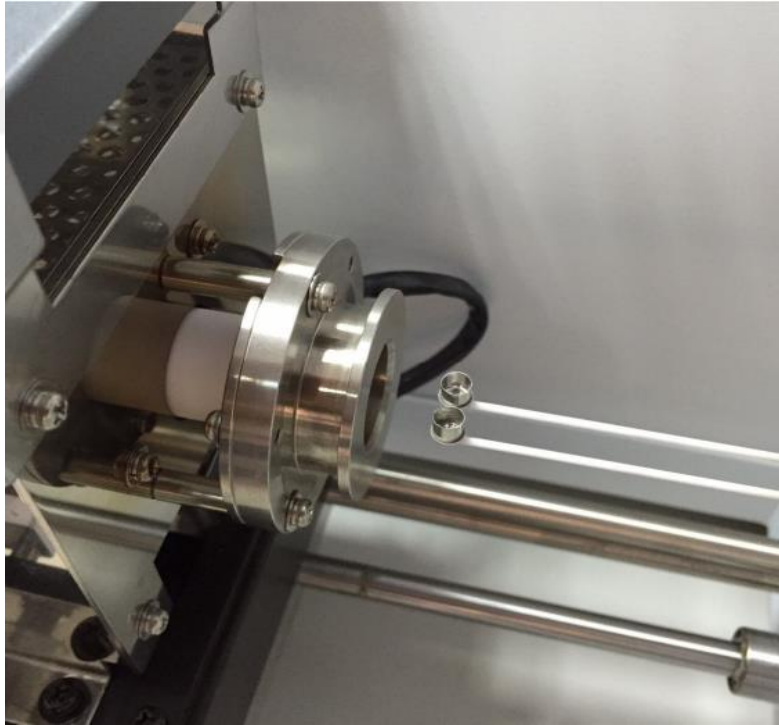
Diferansiyel termal analiz cihazı (DTA), bir numune ısıtıldığında, soğutulduğunda veya sabit bir sıcaklıkta tutulduğunda emilen veya salınan ısı (enerji) miktarını ölçen bir cihazdır. Bu cihaz, referans ile numune arasındaki sıcaklık farkını (veya numuneye olan mesafeyi) zamanın veya sıcaklığın bir fonksiyonu olarak görüntüler. Bir numunenin sıcaklığa tepkisi, numunenin yapısı, kalitesi, saflığı ve raf ömrü hakkında bilgi sağlar.

Sistem tarafından emilen ısı, DTA kimyasal sistemi (numune) ile inert bir referans bileşik (alüminyum, silisyum karbür veya cam parçacıkları gibi) arasındaki sıcaklık farkı ölçülerek izlenir. Çalışma sırasında sistem sıcaklığı ve referans sıcaklık sürekli olarak artar. Numune ve referans arasındaki sıcaklık farkı, sıcaklığın bir fonksiyonu olarak izlenir.

Şekil 3.12, DTA sisteminin çalışma şemasını göstermektedir. Tartılan numuneyi ve referans malzemeleri Şekil 3.13'te gösterildiği gibi küçük bir kaba yerleştirilir. Sisteme bağlı bir programlama kontrol termokuplu fırınının sıcaklık artışını doğrusal bir oranda kontrol eder. Örnek bir termokup ve bir referans termokup seri olarak bağlanmıştır. Numune veya referanstaki sıcaklık farklılıkları akım oluşturur ve artan akım, programlayıcı içindeki kalemin konumunu değiştirir.



Şekil 3.12. Diferansiyel termal çözümleme sisteminin şematik diyagramı (Karatutlu, 2015)



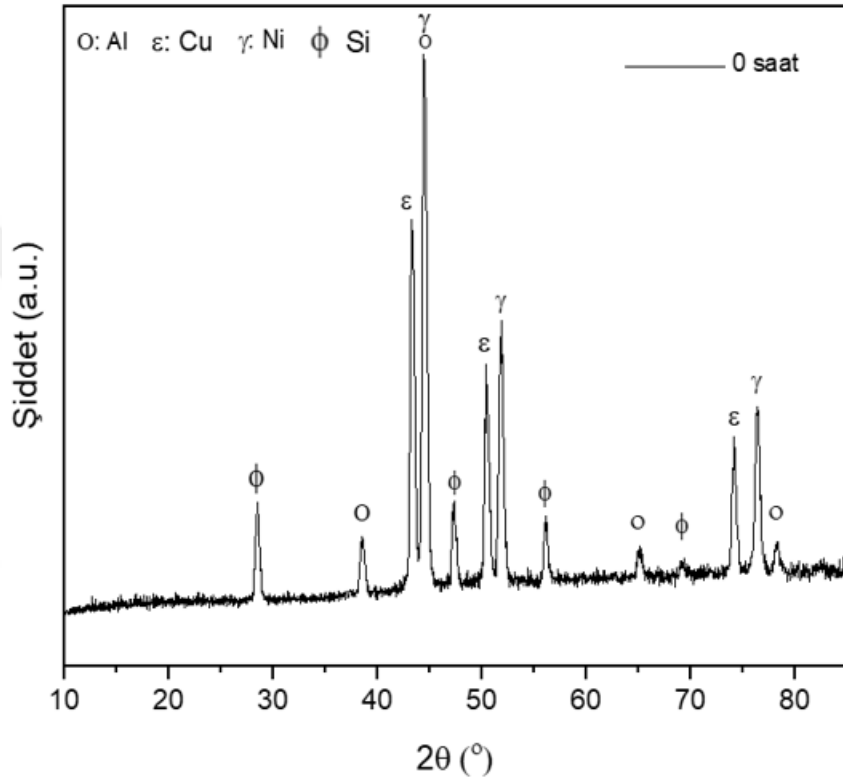
Şekil 3.13. DTA cihaz referansları ve örnekleri (Karatutlu, 2015)

Yaptığımız deneylerde numunelerin faz geçişlerini, kararlı ve yarı kararlı fazlarını belirtmek için DTA cihazı kullanıldı. DTA ölçümleri; 50 ile 1000 °C arasında 20 °C/dk hızla, yaklaşık 30–40 mg ağırlığında sürekli nitrojen atmosferi altında gerçekleştirildi.

4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

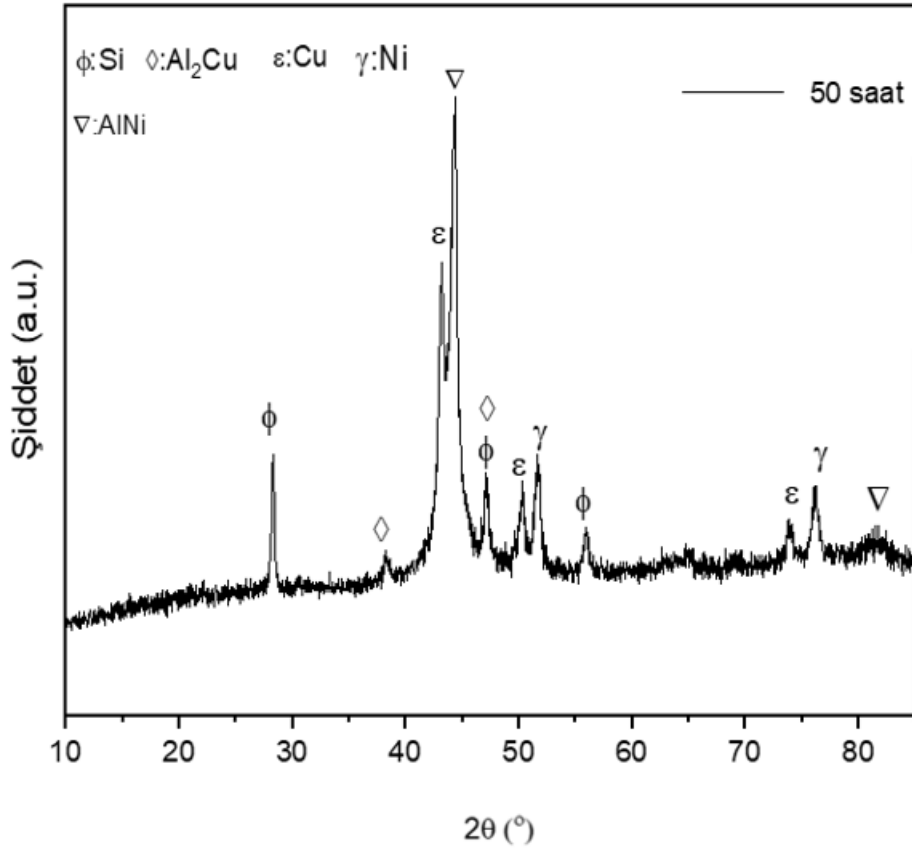
4.1 XRD Analiz Sonuçları

AlCuNiSi orta entropili alaşımı oluşturmak için elementel tozlar mekaniksel öğütme metodu ile 0, 50, 100, 120, 140 saat öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Öğütme süresine bağlı olarak tozların mikro yapılarında meydana gelen değişiklikler ve kristalik faz değişimleri XRD analizleri ile incelenmiştir.



Şekil 4.1. 0 saatte üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının XRD sonuçları

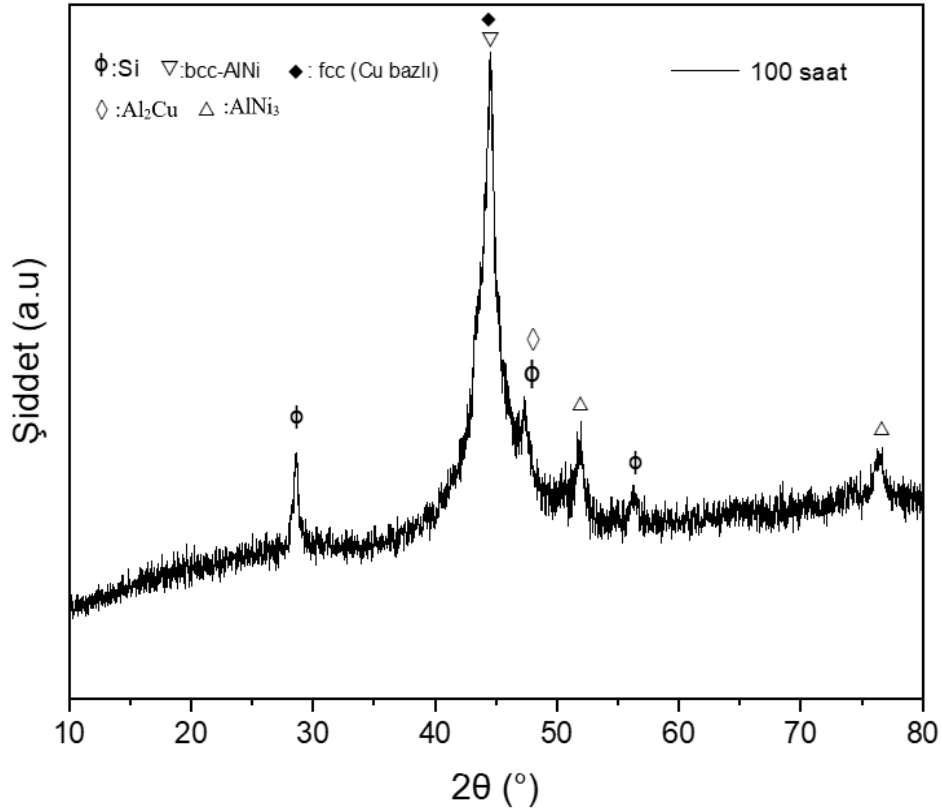
Şekil 4.1’de AlCuNiSi orta entropili alaşımların mekaniksel alaşımlama yapılmadan (0 saat) başlangıç tozlarına ait XRD analiz sonuçları görülmektedir. Şekil 4.1’de görüldüğü gibi 0 saat öğütmede tozlar herhangi bir öğütme işlemine tabi tutulmadığı için AlCuNiSi alaşım tozlarına ait alüminyum (Al), bakır (Cu), nikel (Ni) ve silisyum (Si) fazlarına ait pikler gözlenmiştir. Öğütme işlemi olmadığı için tozlar arasında herhangi bir intermetalik faz pikinin oluşmadığı gözlenmiştir.



Şekil 4.2. 50 saatte üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının XRD sonuçları

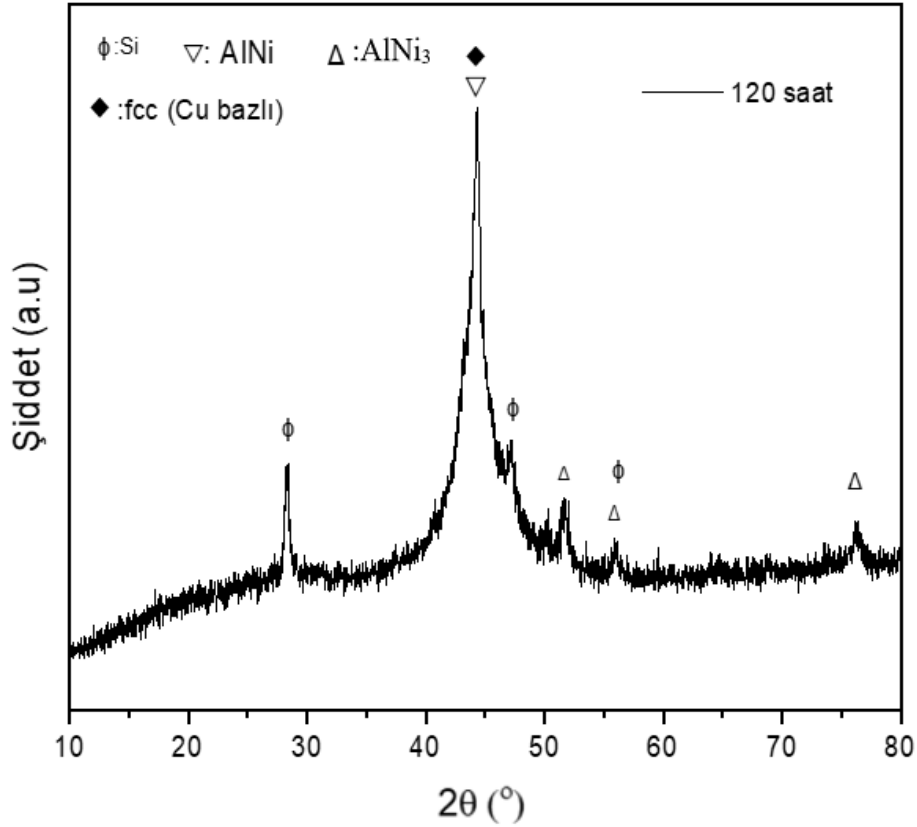
Şekil 4.2’de AlCuNiSi orta entropili alaşımların 50 saat mekanik alaşımlama sonucu elde edilen XRD sonuçları görülmektedir. Şekil 4.2 ‘de görüldüğü gibi AlCuNiSi orta entropili alaşımlarının 50 saat öğütülmesi sonucunda silisyum, bakır ve nikelin tamamen çözünmediği alaşım içerisinde saf olarak bulunduğu XRD sonuçları ile anlaşılmaktadır. Ancak Şekil 4.2’de görüldüğü gibi mekanik alaşımlama etkisiyle alaşım tozlarının kırılma ve kaynaklanmalara maruz kalmasıyla Al fazının çözünerek Cu ve Ni fazları ile yeni intermetalik Al₂Cu ve AlNi fazlarını oluşturduğu gözlemlenmiştir. Al₂Cu fazı $2\theta \cong 38.36^\circ$ ve $2\theta \cong 46.36^\circ$ olduğu gözlenirken AlNi (ICDD: 00-020-0019, kristal sistem: kübik, pm3m, 221) fazı $2\theta \cong 44.85^\circ$ ve $2\theta \cong 81.54^\circ$ ’de gözlenmiştir. Al₂Cu fazı ve AlNi fazının ICDD’ ye uygunluğu görülmüştür.

Taşar (2021), yapmış olduğu çalışmada toz metalürjisi yöntemi ile üretilen bor ve nikel katkılı A356 alaşımının mikroyapı ve mekanik özelliklerinin incelenmesi adlı çalışmasında A356 alaşımında belirlenen Al, Si, Al₉Si, Al₅FeSi fazlarına ek olarak Ni ilavesiyle yapıda AlNi fazının oluştuğunu bildirmiştir.



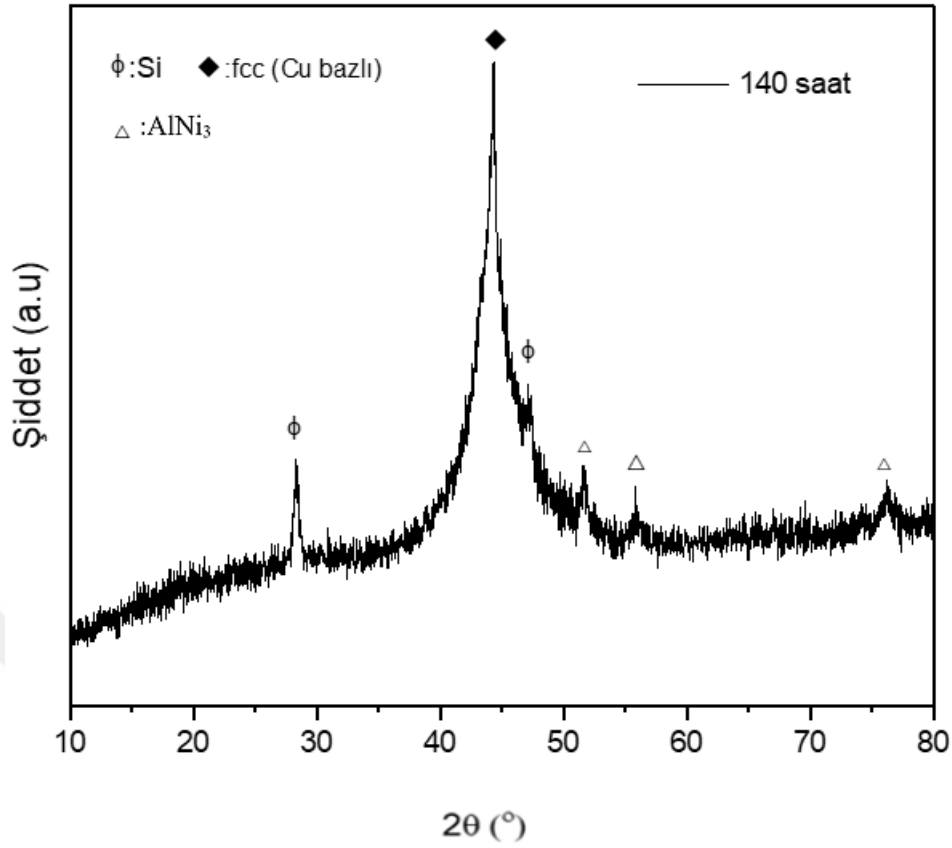
Şekil 4.3. 100 saatte üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının XRD sonuçları

Şekil 4.3'te AlCuNiSi orta entropili alaşımının 100 saat mekanik alaşımlama sonucu elde edilen XRD sonuçları görülmektedir. Şekil 4.3'te görüldüğü gibi AlCuNiSi alaşımını oluşturan elementlerden sadece silisyuma ait XRD pikleri görülmektedir. 100 saat öğütme sonucunda silisyum diğer elementlerle herhangi bir reaksiyona girmediği veya bir katı çözelti fazı oluşturmadığı anlaşılmaktadır. Alaşımı oluşturan Al, Cu, Ni fazları yüksek enerjili mekanik alaşımlama etkisiyle Şekil 4.3'te görüldüğü alaşım içerisinde fcc yapılı Cu-bazlı katı çözelti fazı oluşmuştur. Ayrıca 100 saat öğütme sonucunda intermetalik bcc yapılı AlNi fazı yanında fcc yapılı intermetalik AlNi₃ fazı da oluşmuştur. fcc yapılı Cu-bazlı katı çözelti fazı $2\theta \cong 44.45^\circ$ 'te gözlenirken AlNi₃ (ICDD: 00-021-0008, tetragonal, p4/mmm, 123) fazı $2\theta \cong 52.33^\circ$ 'te ve $2\theta \cong 76.46^\circ$ 'da gözlenmiştir. Sonuç olarak 100 saat öğütme sonucunda AlCuNiSi orta entropili alaşımda fcc ile bcc yapı bir arada oluşmuştur.



Şekil 4.4. 120 saatte üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımlarının XRD sonuçları

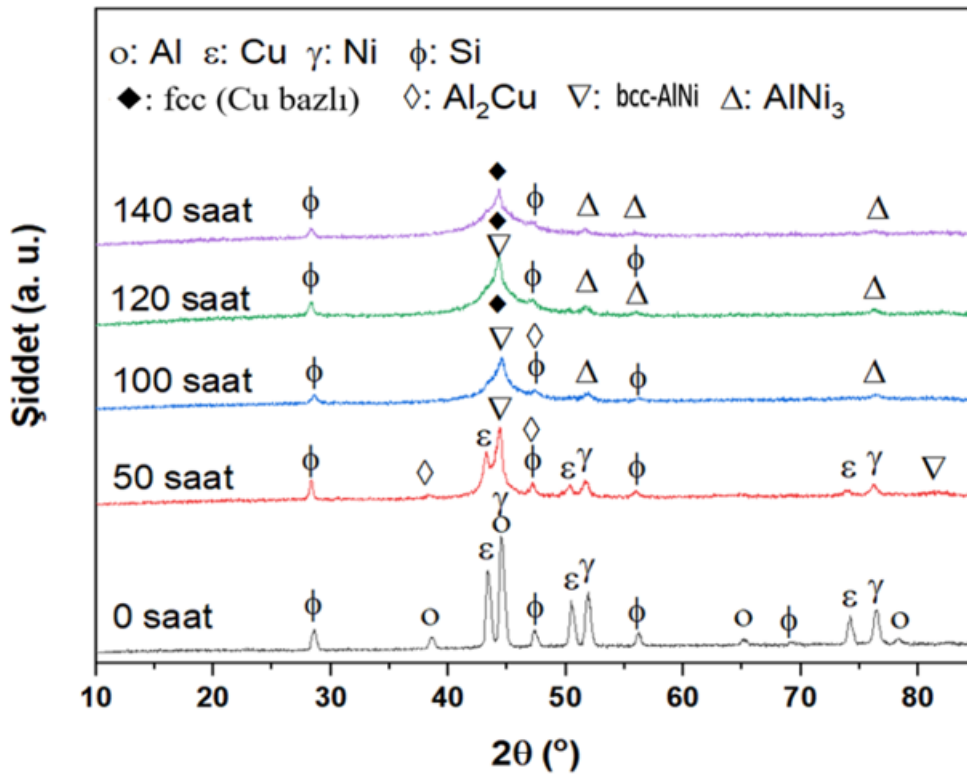
Şekil 4.4'te AlCuNiSi orta entropili alaşımların 120 saat mekanik alaşımlama sonucu elde edilen XRD sonuçları görülmektedir. Şekil 4.4'te görüldüğü gibi AlCuNiSi alaşımını oluşturan elementlerden sadece silisyuma ait XRD pikleri görülmektedir. 120 saat öğütme sonucunda da silisyumun diğer elementlerle herhangi bir reaksiyona girmediği veya bir katı çözelti fazı oluşturmadığı anlaşılmaktadır. Şekil 4.4'te görüldüğü gibi 120 saat öğütme sonunda fcc yapılı Cu- bazlı katı çözelti fazı ve intermetalik bcc yapılı AlNi fazı ile fcc yapılı AlNi₃ fazı oluşmuştur. elde edilen sonuçlar 100 saat öğütme sonuçları ile yaklaşık aynıdır. Çok az miktarda pik açısı kaymaları gözlenmiştir. Örneğin fcc-Cu bazlı katı çözelti fazı $2\theta \cong 44.92^\circ$ 'de gözlenirken intermetalik fcc-AlNi₃ fazı $2\theta \cong 53.35^\circ$, $2\theta \cong 57.33^\circ$ ve $2\theta \cong 77.83^\circ$ 'te gözlenmiştir.



Şekil 4.5. 140 saatte üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımlarının XRD sonuçları

Eşit kütle oranlarında Al-Cu-Ni-Si elementel tozlarından mekaniksel alaşımlama tekniği ile 140 saat öğütme ile üretilen AlCuNiSi orta entropili alaşımın XRD sonuçları şekil 4.5'te görülmektedir. Şekil 4.5'te görüldüğü gibi AlCuNiSi alaşımını oluşturan elementlere ait XRD paterlerinden sadece silisyum piki gözlenirken diğer elementler Al, Ni ve Cu alaşım içinde çözündüğü ve yeni fazlar oluşturduğu anlaşılmıştır. Silisyum kristal yapısı ve bağ oluşturma özelliği Al, Cu ve Ni elementinin kristal yapılarından farklı olduğu için 140 saat öğütme sonucunda bile herhangi bir reaksiyona girmediği veya bir kısmının çözelti fazı oluşturmadığı XRD sonuçlarında açıkça görülmüştür. Sonuç olarak AlCuNiSi elemental tozlarının 140 saat öğütülmesi sonucunda silisyum elementinin tamamen çözünmediği alaşım içinde bir kısmının fcc-Si fazı olarak görüldüğü anlaşılmıştır. Alaşım içerisinde kalan miktarların da çözünmesi için ya alaşımlama süresi artırılmalı ya da Si atomik oranının azaltılması gerekir.

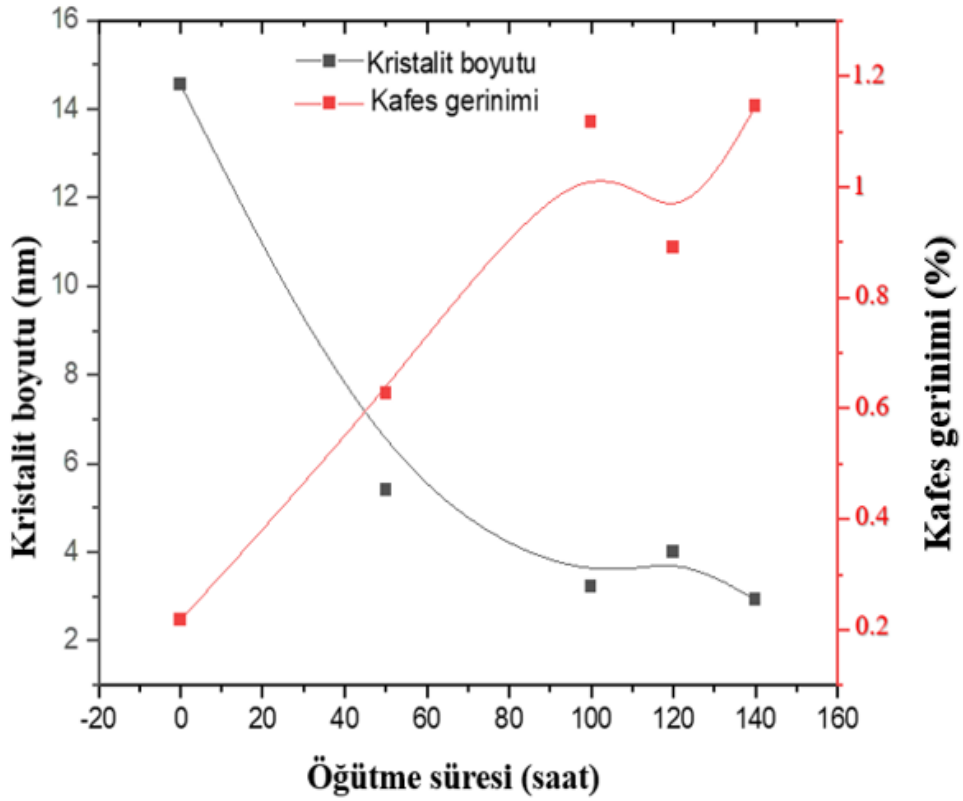
Şekil 4.6 incelendiğinde AlCuNiSi orta entropili alaşımda öğütme süresi 50 saate çıktığında Al faz pikinin tamamen kaybolduğu yani Al fazının AlCuNiSi alaşımı içinde çözündüğü görülmektedir. Al'nin çözünmesi sonrasında Al_2Cu fazının oluştuğu ve bu fazlarında 100 saat öğütmeden sonra kaybolduğu görülmektedir. Ayrıca 50 saat öğütme sonrasında oluşan bcc yapılı AlNi fazının 140 saat öğütmelerden sonraki durumlarda kaybolduğu görülmüştür. 100 saat öğütme sonrasında fcc yapılı AlNi_3 fazının oluştuğu görülmektedir. Silisyum fazına ait pik sayılarının azaldığı ve pik şiddetlerinin azaldığı görülmekte bu durum Si elementel tozlarının alaşım içerisinde tamamen çözünmediği bir kısmının fcc-Si fazı olarak varlığını koruduğu anlaşılmaktadır. Ayrıca mekaniksel öğütme süresi 0'dan 140 saate doğru arttıkça pik şiddetlerinde azalma ve pik ayaklarında bir genişleme görülmektedir. Bu durumun sebebi yüksek enerjili mekanik alaşımlamanın etkisiyle kırılmalar sonucu partikül boyutlarının azalmasından veya intermetalik reaksiyonlar sonrası yeni intermetalik fazların oluşmasından kaynaklandığı söylenebilir. Ayrıca bu durum öğütme süresi arttıkça alaşımda amorflaşma miktarının artması olarak da açıklanabilir. Elde edilen sonuçların birçok geleneksel Al bazlı alaşımın mekanik öğütme sonuçları ile uyumlu olduğu görülmüştür (Suryanarayana, 2004; Calin ve ark., 2004; Benameur ve ark., 1994; Das ve ark., 2005; Samanta ve ark., 2007; Deng ve ark., 2020).



Şekil 4.6. Tüm saatlerde üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın XRD sonuçları

Şekil 4.6 göz önüne alındığında, intermetalik fazların ve katı çözelti fazlarının XRD pikleri, öğütme süresinin bir fonksiyonu olarak gözlenir. Artan mekanik alaşımlama süresi ile pik ayakları arasındaki mesafenin artış gösterdiği açıkça belli olmaktadır. Öğütme süresi arttıkça kristallerin boyutunun azalması ve kafes geriniminin artışına bağlı olarak pik ayaklarının genişliğindeki artış alaşımlamanın gerçekleştiğini gösterir. Ayrıca alaşımlama süresine bağlı olarak pik şiddetinde azalma gözlemlendiği görülür. Bu düşüşün nedeni partikül boyutudur. Partikül boyutunun azalmasından kaynaklandığını söyleyebiliriz (Arslan, 2019). Pik yoğunluğunda azalma ve pik genişliğinde artış birçok çalışmada amorfizasyon ile açıklanmıştır.

Orta entropili AlCuNiSi alaşımı için öğütme süresinin bir fonksiyonu olarak kristal boyutunun ve kafes gerilmesinin değişimini gösteren grafik Şekil 4.7'de gösterilmektedir.



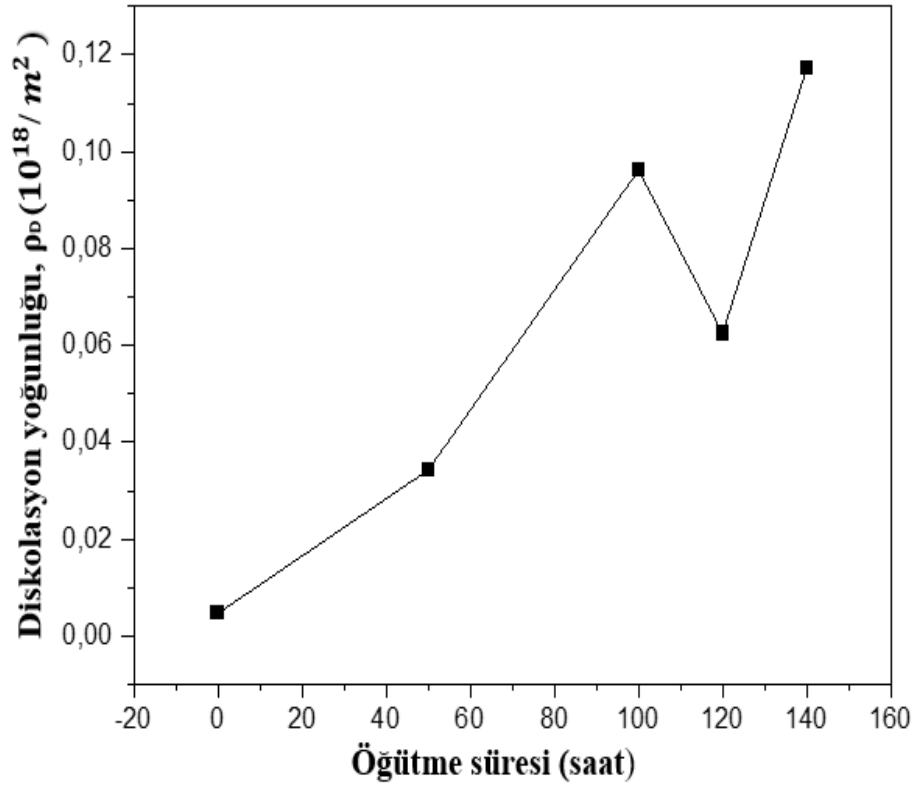
Şekil 4. 7. AlCuNiSi orta entropili alaşımın öğütme süresine bağlı kristalit boyutu ve kafes gerinimi

Şekil 4.7'den görülebileceği gibi, mekanik alaşımlamada öğütme süresinin artması kafes gerilmesini artırır ve kristalit boyutunu azaltır. Kristalit boyutları, Debye-Scherrer denklemindeki her numunenin maksimum şiddetli XRD pikine göre elde edilen değerler kullanılarak hesaplandı. Hesaplama sonucunda mekanik alaşımlama başlamadan önce kristalit boyutu yaklaşık 15 nm idi yani öğütme süresi 0 saat iken öğütme süresi 140 saate

çıkarıldığında kristalit boyutu yaklaşık 3 nm olmuştur. artan öğütme süresi ile kristalit boyutunun azaldığı ve kafes geriniminin arttığı bulunmuştur. Alaşımların kristal boyutundaki değişiklik kafes gerimine neden olur. Bu değişim, mekanik alaşımlama yoluyla mekanik alaşımların üretilmesinin yaygın bir sonucudur (Suryanarayana, 2004). Bunun nedeni, alaşım bileşenlerinin, yani toz parçacıklarının, öğütme sırasında sürekli olarak kırılma, parçalanma ve soğuk kaynak gibi deformasyonlara maruz kalmasıdır. Bu şekilde, yüksek enerjili topların enerjisi, yok edilen toz partiküllerinde partiküllerinde depolanır ve bu da kafes geriniminin artmasına neden olur. Ek olarak, kafes gerinimindeki artışın bir başka nedeni de: Öğütme süresi ne kadar uzun olursa, öğütme işleminde kullanılan bilyaların toz üzerindeki etkisi o kadar fazla olur. Bu nedenle, toz parçacıklarının kristalit boyutu daha da küçüldükçe kafes gerinim değeri artmaya devam eder. Uzun süreli öğütme sırasında, alaşım tozu bir aşamada doygunluğa ulaştığında tane boyutu değeri neredeyse sabitlenir. Bu süre zarfında kafes gerinim değeri değişmez. Bu sonuçlar literatürde ilgili çalışmalarda bildirilmiştir (Mula ve ark., 2009; Nayak ve ark., 2010).

Şekil 4.7'de gösterildiği gibi, AlCuNiSi alaşımının kristal boyutu ve kafes gerinimindeki bu değişiklikler, X-ışını (XRD) şiddetinin azalmasına yol açar (Zhang ve ark., 2014). Öğütme 100 ile 120 saate çıkarıldığında kristalit boyutlarında bir miktar artış gözlenir. Bu, alaşımın öğütülmesi sırasında kristallerin işlendiğini, soğuk kaynaklaşmalar olduğu ve aynı zamanda kafes geriniminde azalmanın sonucu sertleştiğini gösterir. Öğütme süresi 140 saate çıkarıldığında kristalit boyutunda aşırı bir değişim olmamakla birlikte yaklaşık 3nm olarak hesaplanmıştır. Kafes gerilmesinin 120 ila 140 saat arasındaki hızlı artışı, alaşımdaki çatlakların, kırılmaların yüksek olduğunu ve kafes çarpılmaların arttığını gösterir. Kristal fazlardaki birçok dislokasyon hareketi, kafes gerilmeleri nedeniyle alaşım elementlerinde meydana gelen plastik deformasyonlar tarafından engellenir. Bu durum malzemenin mekanik özelliklerini değiştirebilir.

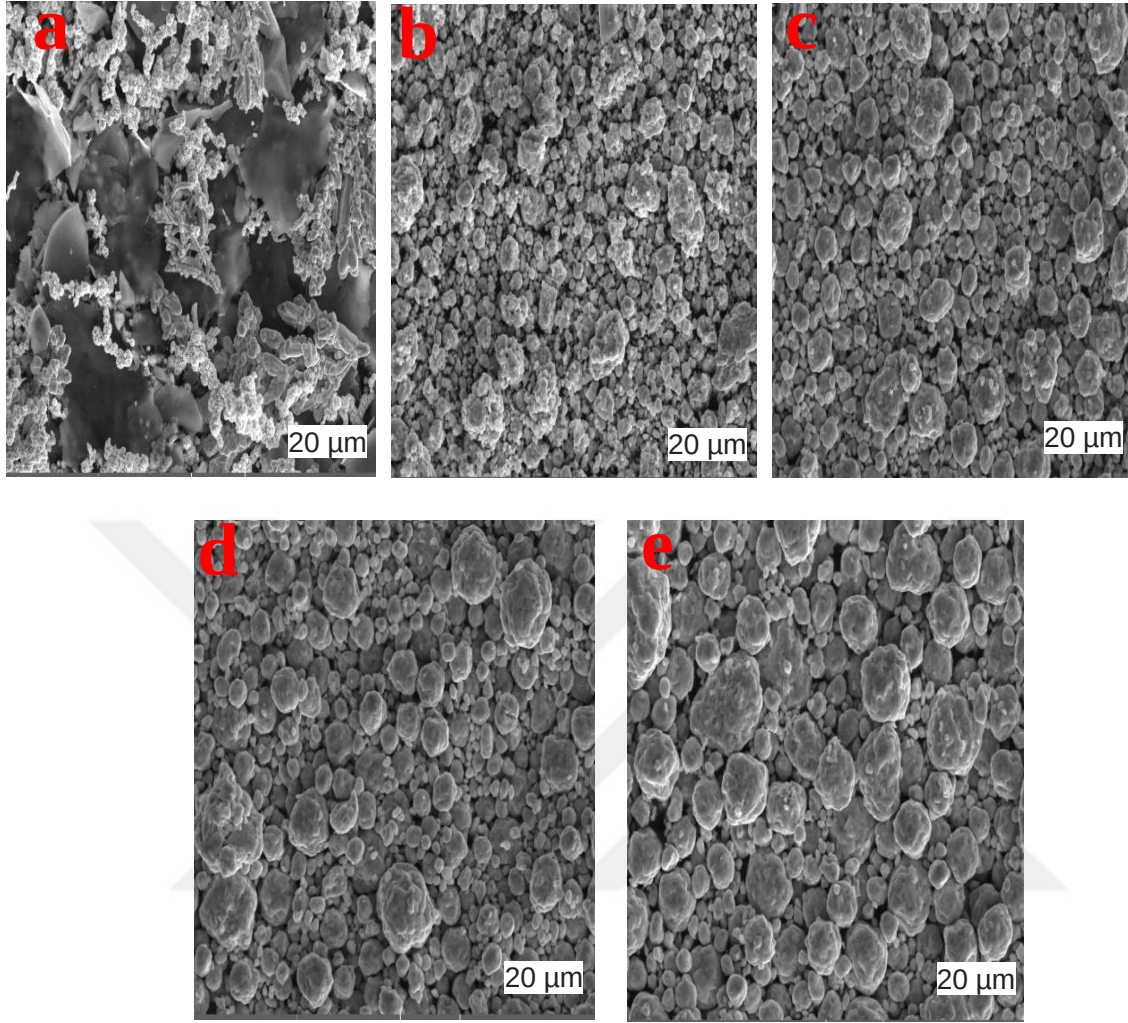
Şekil 4.8, öğütme süresinin bir fonksiyonu olarak orta entropili AlCuNiSi alaşımının dislokasyon yoğunluğunu göstermektedir.



Şekil 4. 8. Öğütme süresinin bir fonksiyonu olarak orta entropi AlCuNiSi alaşımın dislokasyon yoğunluğu

Şekilde 4.8’de görüldüğü gibi 0 ila 100 saat aralığında dislokasyon yoğunluğunda dramatik bir artış görülmektedir. 100 saat ile 120 saat arasında dislokasyon yoğunluğu azalmakta olup 120 saatten sonra dislokasyon yoğunluğunun tekrar hızlı bir şekilde arttığı görülmektedir. Alaşım elementlerinin dağılımı, öğütme sırasında aniden değişir ve kristal fazda düzensizliklere neden olur. Öğütme süresi arttıkça, AlCuNiSi orta entropili alaşımında yeni fazlar oluşur, bu da faz dağılımında keskin bir değişime ve sonuç olarak dislokasyon yoğunluğunda hızlı bir artışa neden olur. Dislokasyon yoğunluğundaki bir artış, orta entropili AlCuNiSi alaşımlarında düzensizliğin artmasına neden olur. Dislokasyon yoğunluğunun yüksek olması kafesteki şekil değiştirmelerin de yüksek olduğunu gösterir.

4.2. SEM/EDX Analiz Sonuçları



Şekil 4.9. Farklı öğütme sürelerinde üretilen AlCuNiSi orta entropili alaşımın SEM görüntüleri, a): 0 saat, b): 50saat, c): 100 saat, d): 120 saat e) 140 saat

Mekanik alaşımlama yöntemi ile farklı öğütme sürelerinde üretilen AlCuNiSi orta entropili alaşımın SEM görüntüleri Şekil 4.9’de verilmiştir. MA işleminde, toz partiküller öğütücü bilyeleri ve duvarları arasında ezilir ve birbirini takip eden bir dizi farklı kırma mekanizması ortaya çıkar (Suryanarayana, 2001). MA sırasında, toz şiddetli darbelerle sürekli olarak kırılır, düzleştirilir ve soğuk kaynak yapılır. MA süresi arttıkça bu işlemler alaşım tozu deforme olana ve deformasyon sertleşmesi oluşana kadar devam eder. Deformasyon sonucu yeni fazlar oluşması ile alaşımlama olur ve bu işlemler sırasında parçalanma ve kırılma oranları birbirine çok yakın olduğundan, bu olaydan sonra tane boyutu değişimi çok küçüktür ve genellikle önemli bir değişiklik gözlenmez (Raanaei ve ark, 2017). MA işlemi öncesi ve sonrasında elde edilen tozların partikül boyutu ve morfolojileri genellikle birbirinden farklıdır.

Deneylerde kullanılan Al, Cu, Ni ve Si elementlerine ait başlangıç tozlarının SEM görüntüsü Şekil 4.9'de verilmiştir. Bu görüntü incelendiği zaman:

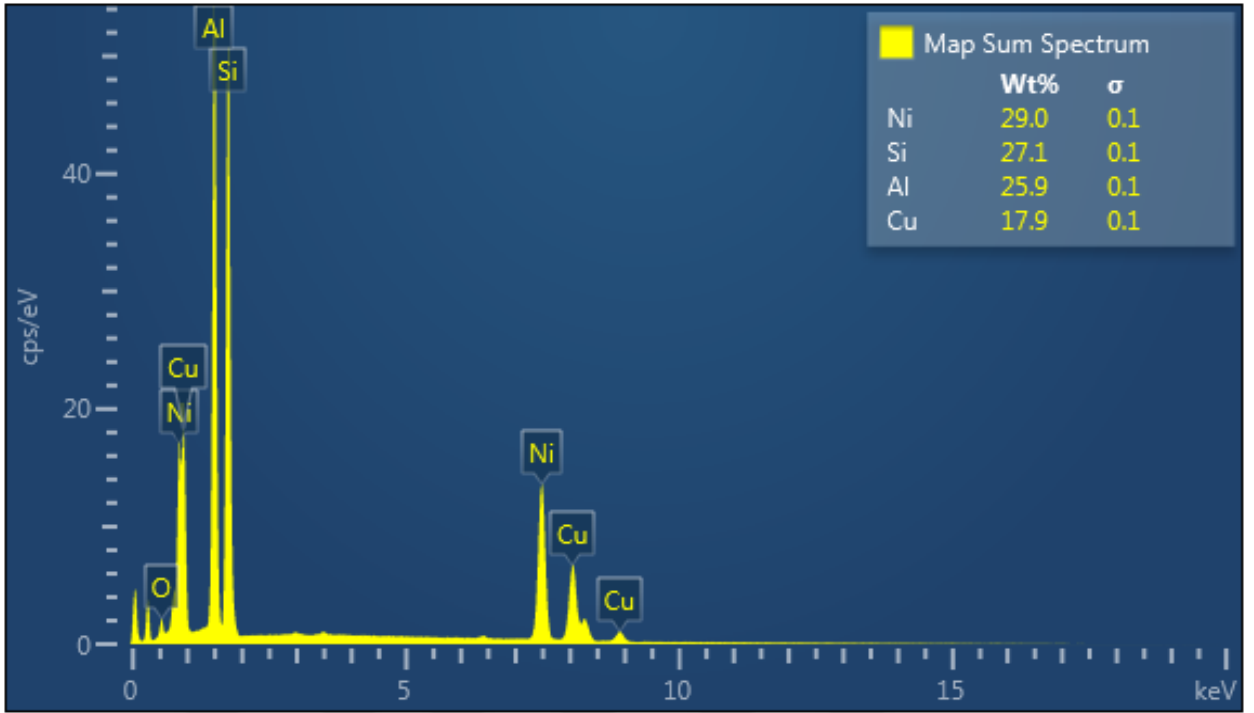
Şekil 4.9'a da görüldüğü gibi her bir elemente ait başlangıç tozlarının yani 0 saat öğütme olmadığında partikül büyüklüklerinin ve şekillerinin birbirlerinden farklı olduğu net olarak görülmekte ve fazın hangi elemente ait olduğu görülmektedir.

Şekil 4.9b'de görüldüğü gibi 50 saatlik öğütme sonunda aşırı deformasyon sonucu kırılmaların olduğu ve tane boyutunda azalmaların olduğu açıkça görülmektedir. Aynı zamanda topaklaşma ve kaynaklaşmaların olduğu görülmekte bu da yeni fazların oluşumunu ifade etmektedir.

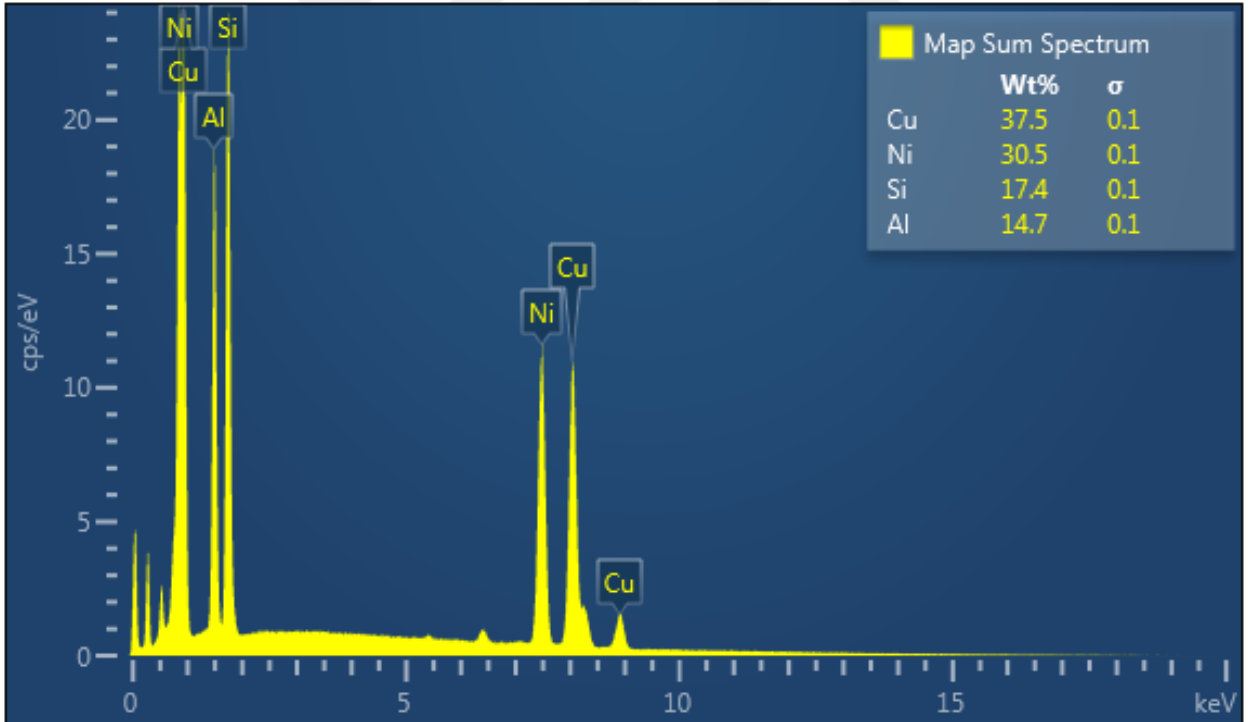
Şekil 4.9c'de görüldüğü gibi 100 saatlik öğütme sonucunda partikül boyutlarında küçülme meydana gelmekle beraber öğütme süresinin artmasıyla beraber daha homojen bir yapı meydana gelmiştir.

Şekil 4.9d'de gösterildiği gibi, 120 saatlik öğütme sonrasında alışımda aşırı deformasyon ve soğuk kaynak nedeniyle yeni kristal yapılar oluşmuştur. Aynı zamanda elementel tozların da birbirleriyle reaksiyona girerek alaşım oluşturmaya başladığını görüyoruz.

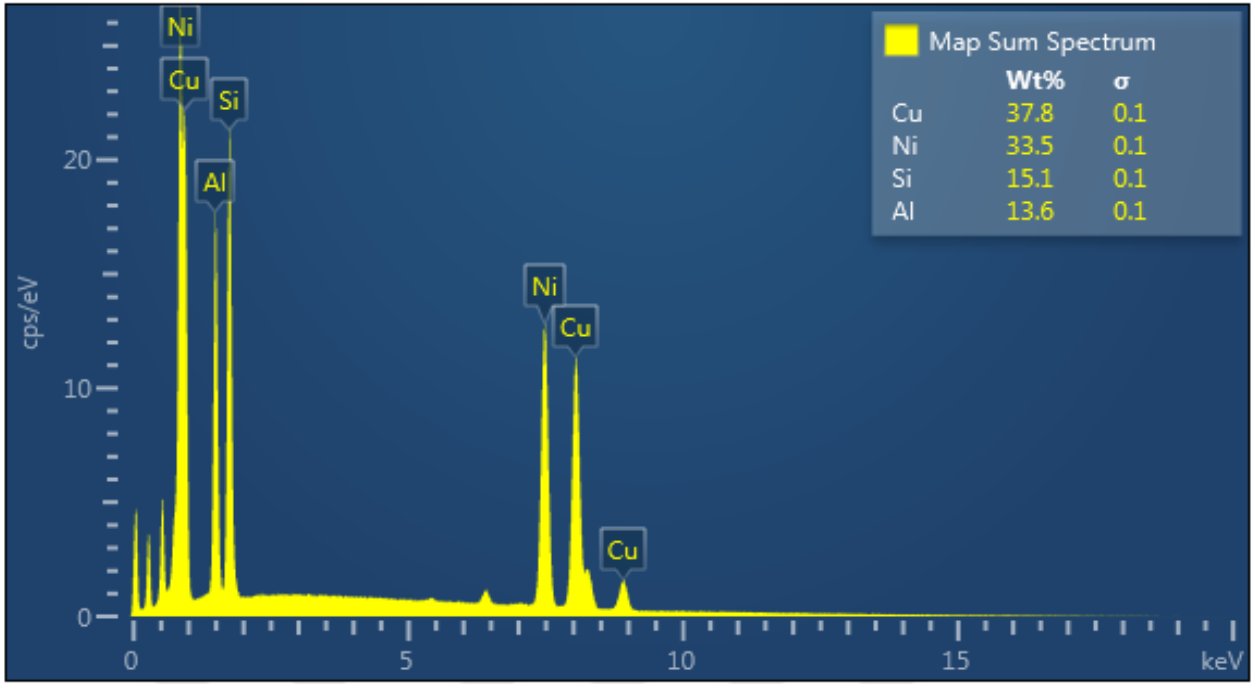
Şekil 4.9e'den görülebileceği gibi, 140 saatlik öğütme sonrasında mekanik alaşımlama ile elde edilen alaşım nano boyutta ve küresel şekillidir 140 saatte Üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımı 0, 50, 100, 120 saat'te üretilen orta entropili alaşımlardan daha homojen olduğu görülmektedir. Buradan alaşım elementlerinin boyutunun küçüldüğü ve nanokristal bir mikro yapının olduğu sonucuna varılmıştır. SEM sonuçlarının XRD sonuçları ile uyumlu olduğu görülmektedir.



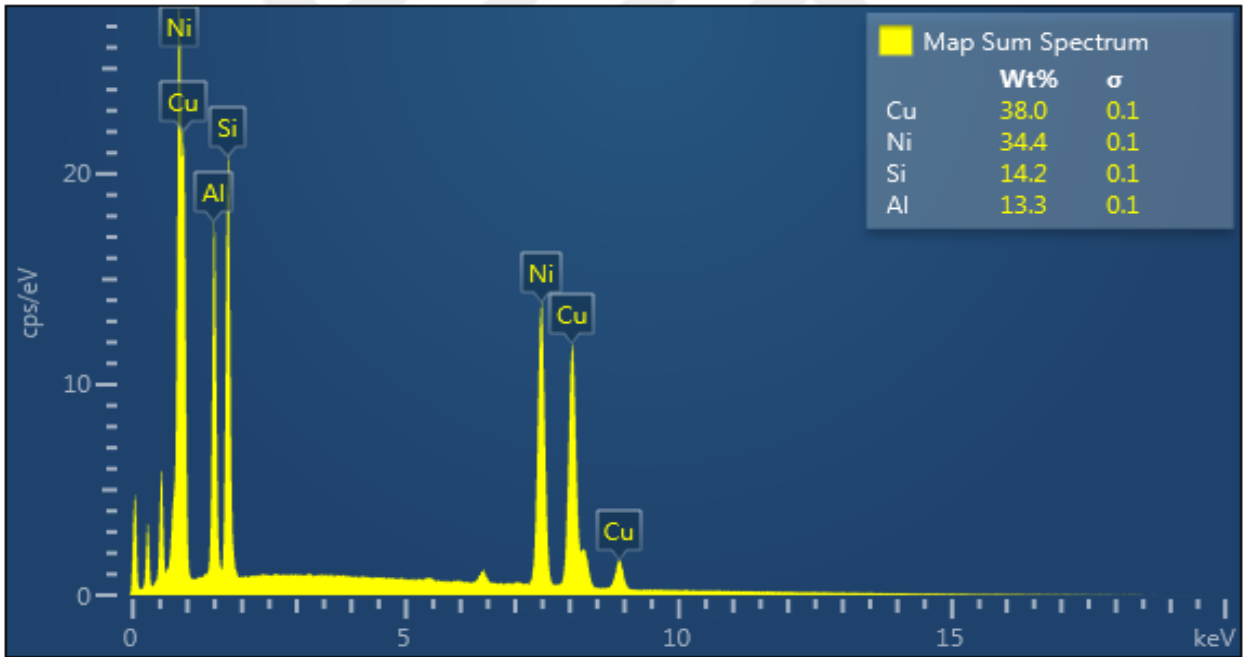
Şekil 4.10. 0 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımasının EDX analizi



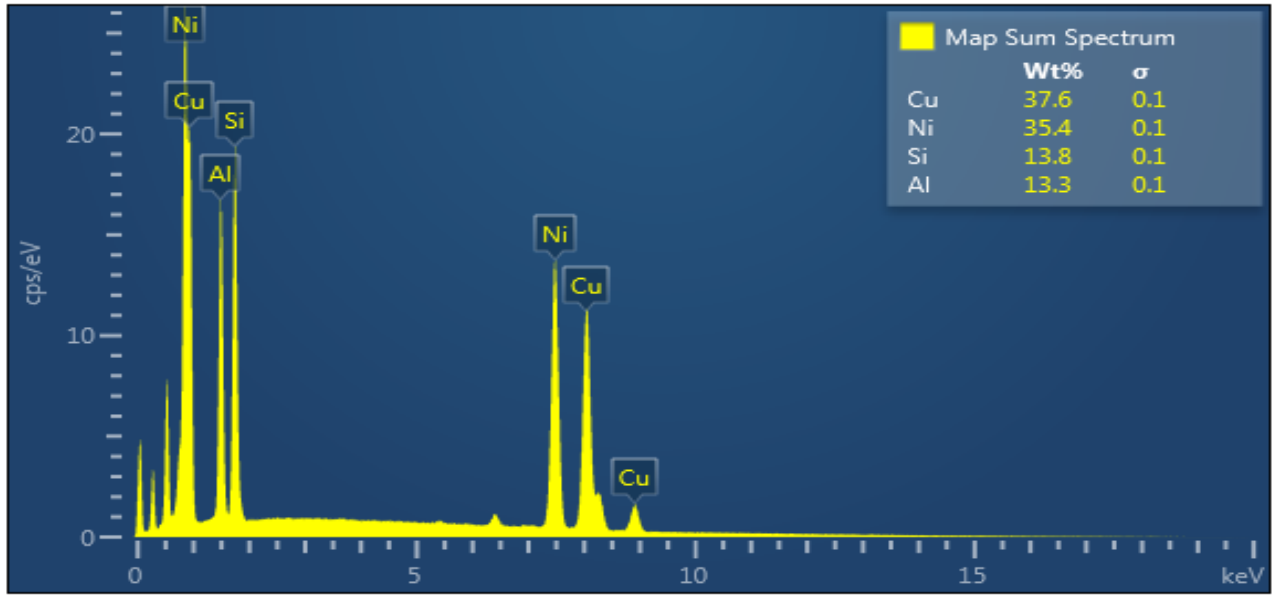
Şekil 4.11. 50 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımasının EDX analizi



Şekil 4.12. 100 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının EDX analizi



Şekil 4.13. 120 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının EDX analizi

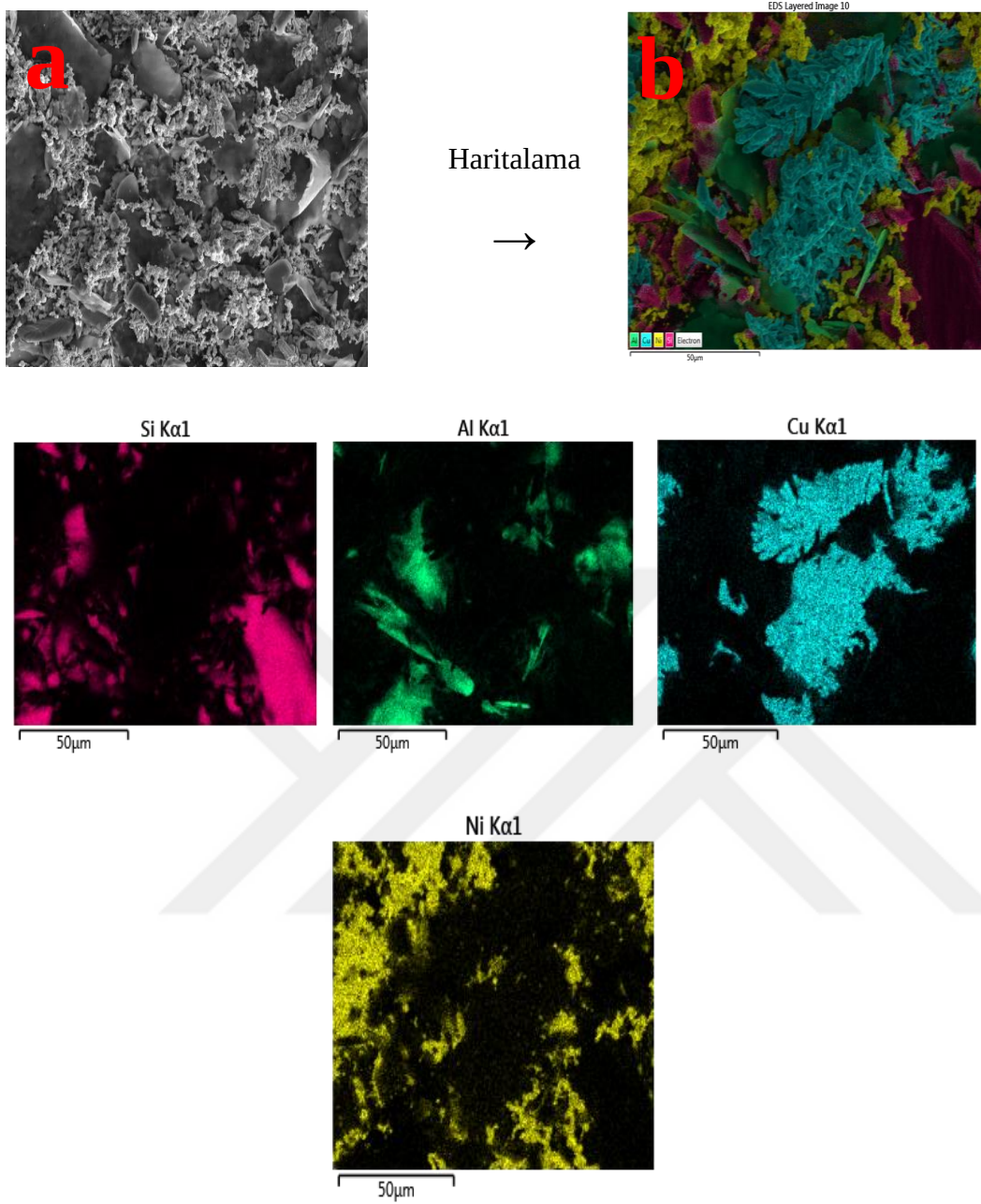


Şekil 4.14. 140 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımlarının EDX analizi

Şekil 4.10, Şekil 4.11, Şekil 4.12, Şekil 4.13 ve Şekil 4.14 'te mekanik alaşımlama ile 0, 50, 100, 120 ve 140 saatte üretilen AlCuNiSi orta entropili alaşımların EDX analiz sonuçları verilmiştir. EDX grafikleri incelendiği zaman ise alaşım elementlerinin saf bileşenlere ait elementel piklerin olduğu ve alaşım içerisinde istenmeyen elementlere ait herhangi bir pikin görülmediği tespit edilmiştir. Ayrıca, Şekil 4.10, Şekil 4.11, Şekil 4.12, Şekil 4.13 ve Şekil 4.14 'te verilen tablolarda görülen değerler mekanik alaşımlama ile üretilen AlCuNiSi orta entropili alaşımların yaklaşık olarak alaşımların ağırlık (wt.) % ve atomik (at.) % değerlerine karşılık gelir. Bu, EDX ve XRD analizlerinin sonuçları arasında uyumluluk sağlar.

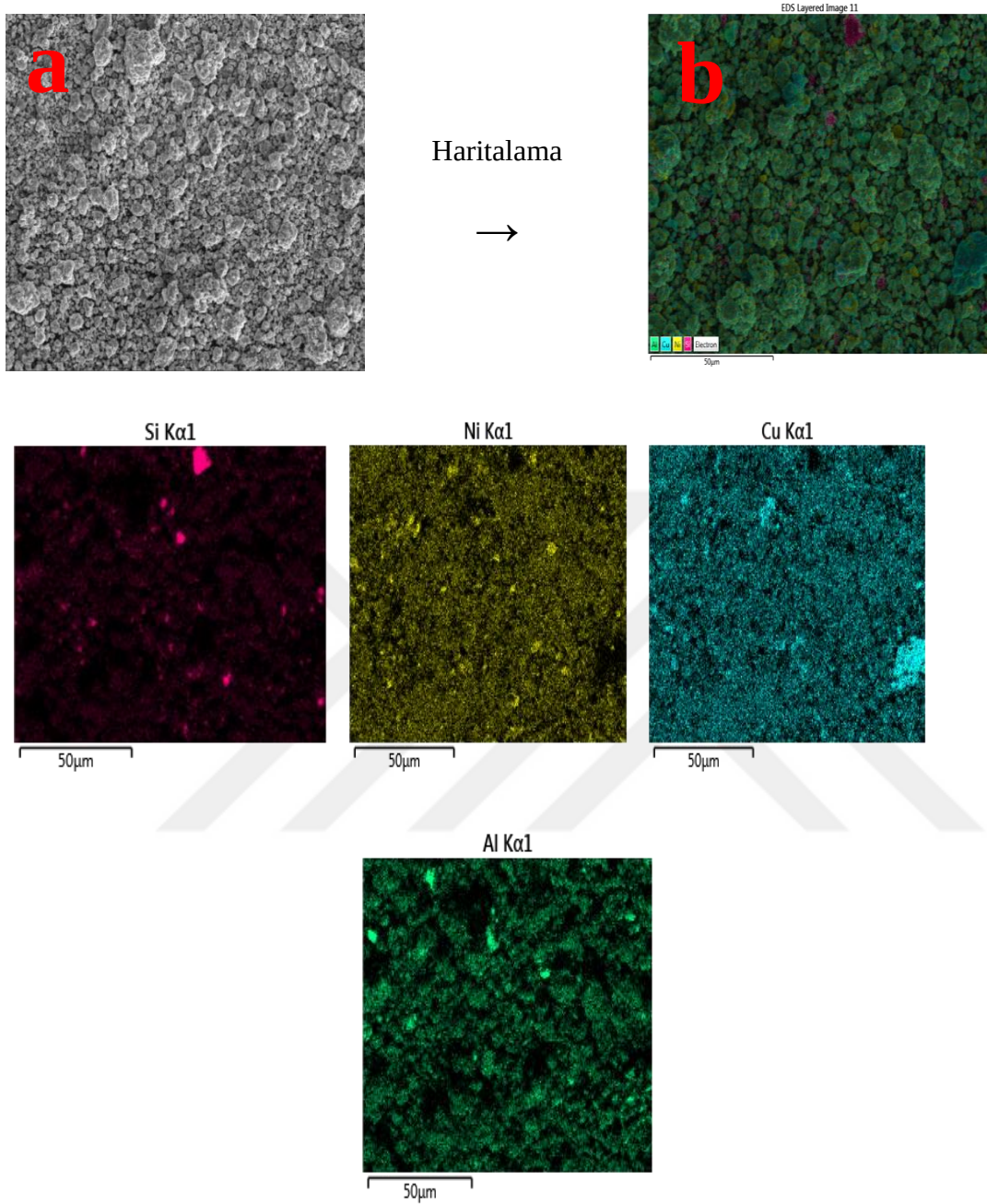
Mekanik alaşımlama yöntemi ile farklı sürelerde üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımlarının alaşım bileşenlerinin alaşım içindeki dağılım durumunu yani alaşımların mikroyapısının homojenlik durumunu belirlemek için SEM-EDX haritalaması yapıldı.

0 saat, 50 saat, 100 saat, 120 saat ve 140 saat öğütme ile üretilen alaşımlardan elde edilen haritalama sonuçları sırasıyla Şekil 4.15 Şekil 4.16, Şekil 4.17, Şekil 4.18 've Şekil 4.19'da görülmektedir. Şekil 4.15b Şekil 4.16b, Şekil 4.17b, Şekil 4.18b 've Şekil 4.19b'de açıkça görüldüğü gibi Şekillerde 0, 50, 100, 120 saat öğütme işlemi nedeniyle element dağılımında homojenlik öğütme süresi arttıkça artmaktadır. 140 saat öğütülerek üretilen alaşımdan elde edilen haritalama sonuçları Şekil 4.19'da gösterilmektedir. Şekil 4.19b'de açıkça görülebileceği gibi, 140 saat öğütme sonrasında temel elementel dağılımın homojenlik durumu 0, 50, 100, 120 saat öğütme ile üretilen alaşımlardan daha iyi olduğu açıkça görülmektedir.



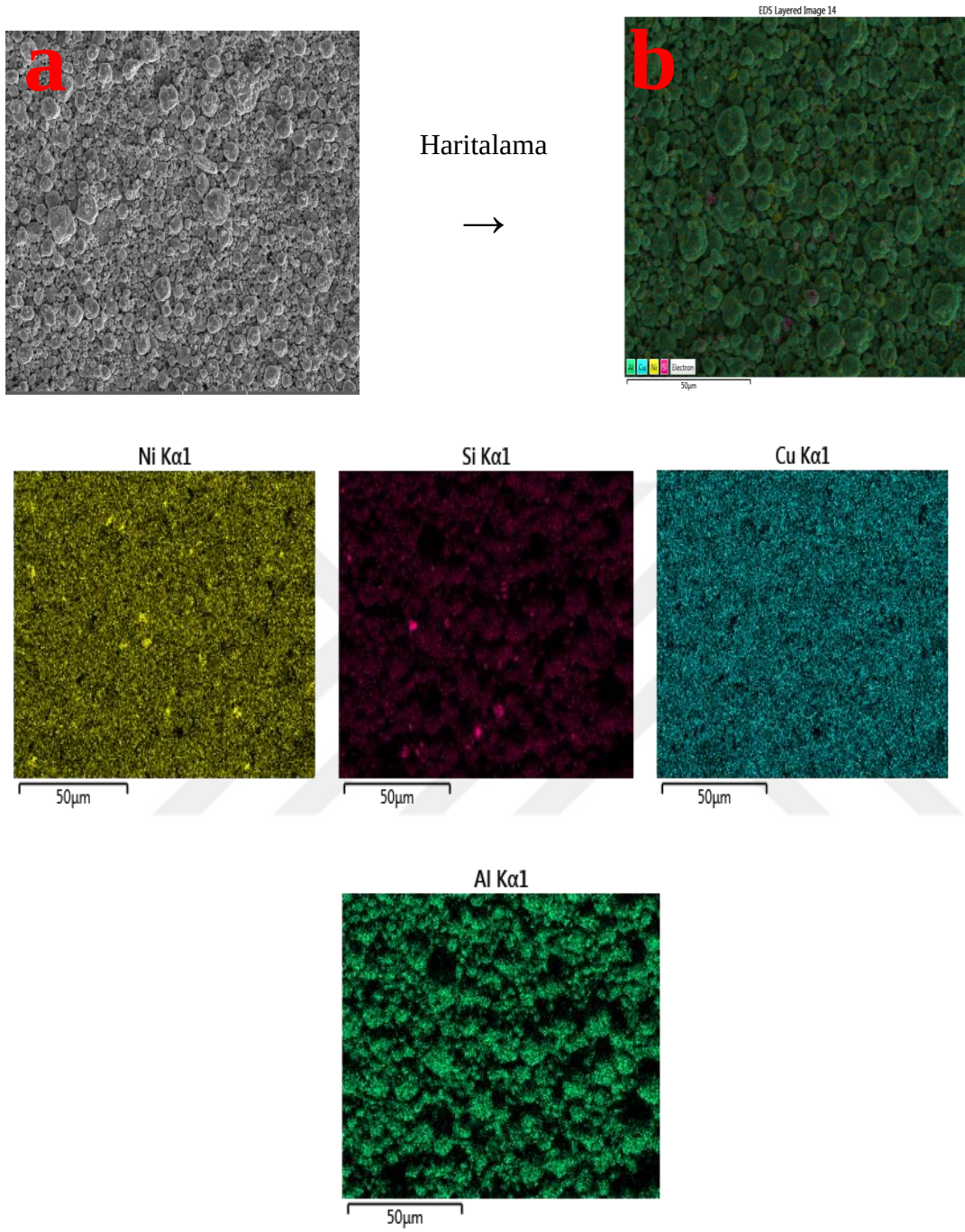
Şekil 4.15. 0 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının EDX -SEM elementel haritalaması, (a): SEM görüntüsü, (b): Elementel dağılım

Şekil 4.15a’da görüldüğü gibi her bir elemente ait başlangıç tozlarının öğütme olmadığında partikül büyüklüklerinin ve şekillerinin birbirlerinden farklı olduğu görülmektedir. Şekil 4.5b’de görüldüğü gibi öğütme olmadığından bütün elementlere ait partikül büyüklükleri ve şekilleri görülmekte olup herhangi bir kırılma veya aglomerasyon (topaklanma) görülmemektedir.



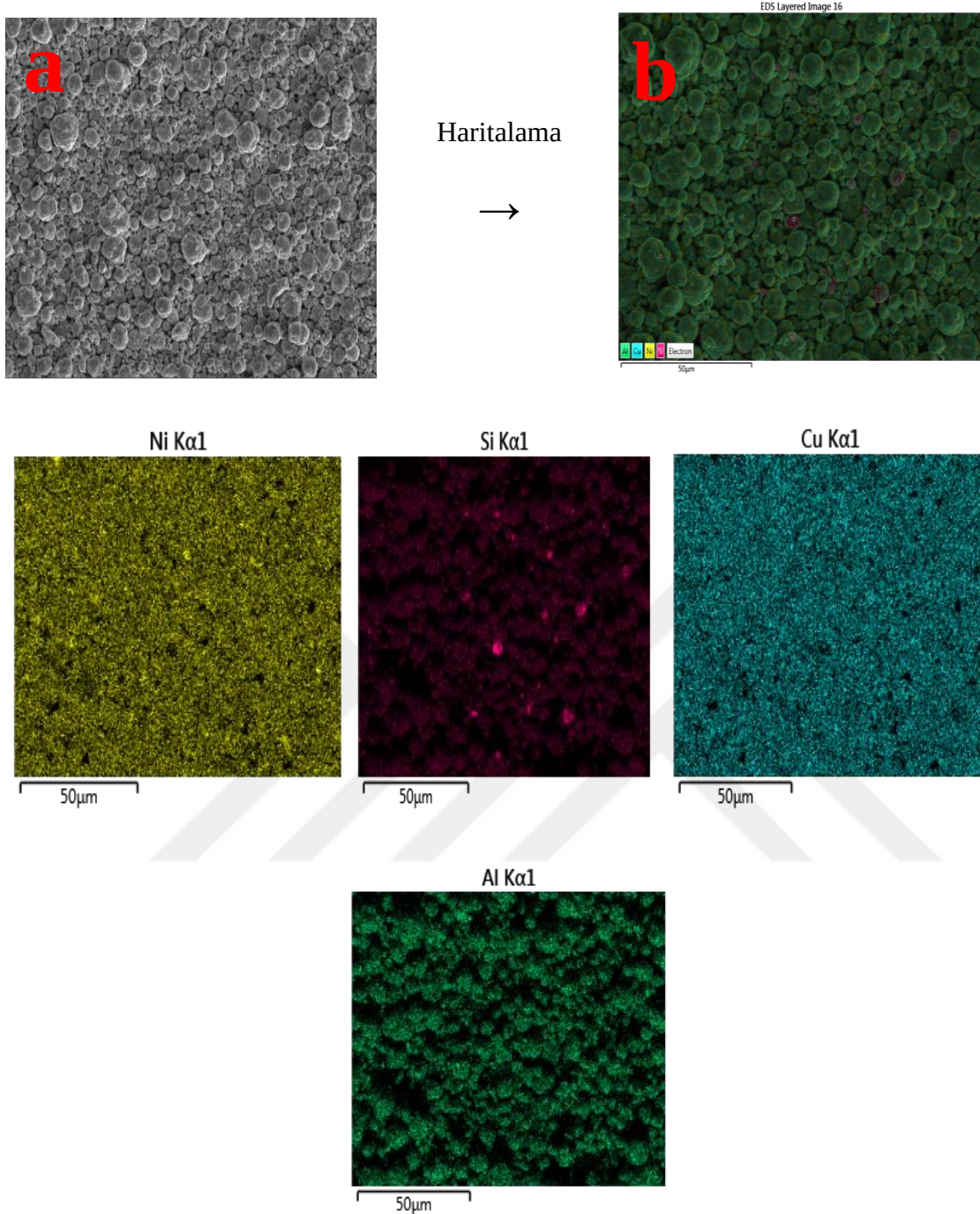
Şekil 4.16. 50 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın EDX -SEM elementel haritalaması, (a): SEM görüntüsü, (b): Elementel dağılım

Şekil 4.16a’da görüldüğü gibi 50 saatlik öğütme sonunda kırılmaların olduğu tane boyutunda azalmaların olduğu gözlenmektedir. Parçacıklar düzensiz şekilli görünmekte ve alaşım tozunda yer yer kaynaklaşmaların olduğu görülmemektedir. Şekil 4.16b’de görüldüğü gibi 50 saat öğütme sonucunda elementel dağılımda tam bir homojenlik sağlanmamış olup az miktarda aglomerasyon (topaklanma) görülmektedir.



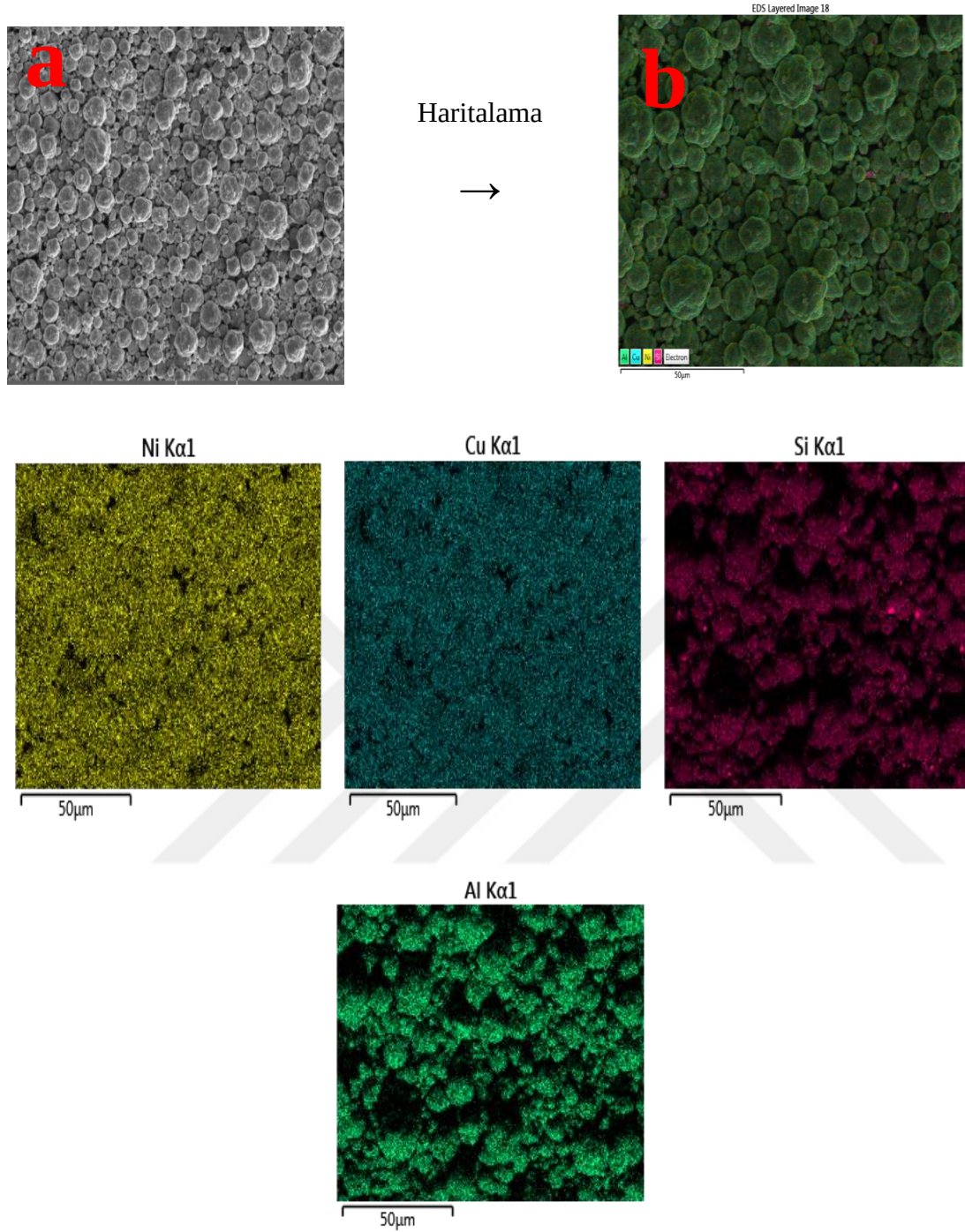
Şekil 4.17. 100 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşıminın EDX -SEM elementel haritalaması, (a): SEM görüntüsü, (b): Elementel dağılım

Şekil 4.17a’da görüldüğü gibi 100 saatlik öğütme sonucunda partikül boyutlarında küçülme meydana gelmekle beraber öğütme süresinin artmasıyla beraber daha homojen bir yapı meydana gelmiştir. Şekil 4.17b’de görüldüğü üzere 100 saatte üretilen alaşımda aşırı deformasyona bağlı topaklaşma (aglomerasyon), çatlama ve parçalanma gözlenmiştir.



Şekil 4.18. 120 saatlik öğütme ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın EDX -SEM elementel haritalaması, (a): SEM görüntüsü, (b): Elementel dağılım

Şekil 4.18a’da gösterildiği gibi, 120 saatlik öğütme sonrasında alaşımda aşırı deformasyon ve soğuk kaynak nedeniyle yeni kristal yapıların oluştuğu anlaşılmaktadır. Aynı zamanda elementel tozların da birbirleriyle reaksiyona girerek alaşım oluşturmaya başladığını görüyoruz. Şekil 4.18b’de görüldüğü gibi öğütme süresi 120 saate çıkınca, parçacık boyutunun azaldığı topaklaşmaların boyutunda azalmaların olduğu ve oluşan partiküllerin şeklinin küresele doğru gittiği anlaşılmaktadır.



Şekil 4.19. 140 saat alaşımlama ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımlarının SEM-EDX elementel haritalaması, (a): SEM görüntüsü, (b): Elementel dağılım

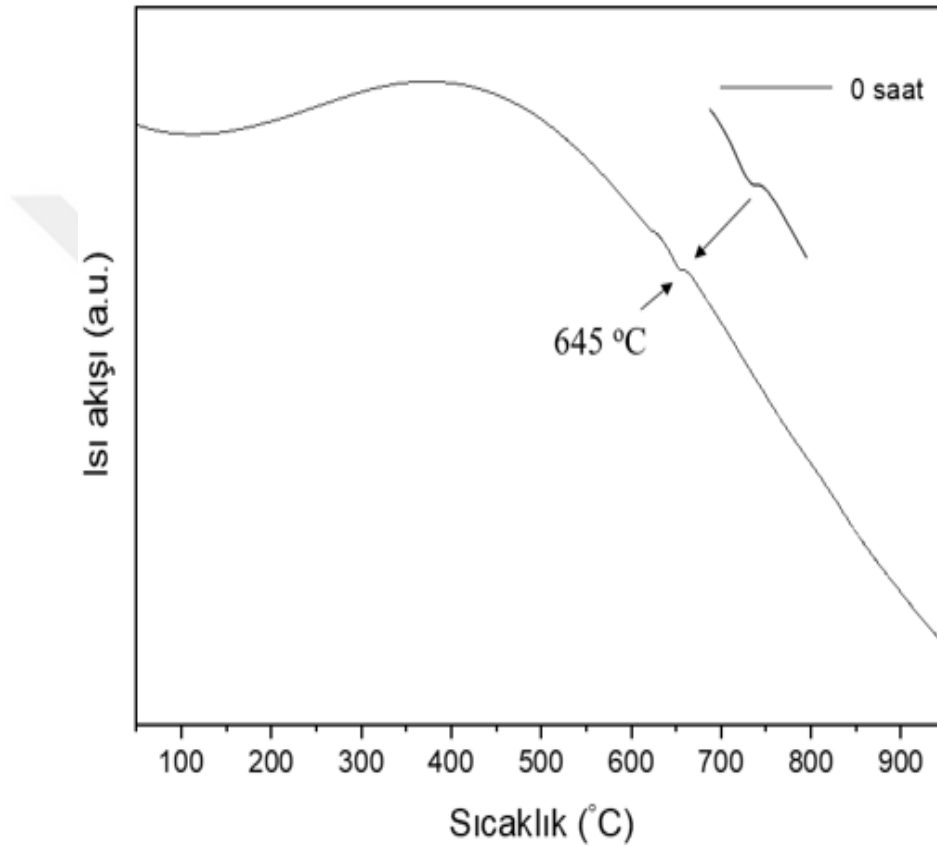
Şekil 4.19a’da görülebileceği gibi, 140 saatlik öğütme sonrasında mekanik alaşımlama ile elde edilen alaşım nano boyutta ve küresel şekillidir 140 saatte üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımı 0, 50, 100, 120 saat’te üretilen orta entropili alaşımlardan daha homojen olduğu görülmektedir. Buradan alaşım elementlerinin boyutunun küçüldüğü ve nanokristal mikroyapının oluştuğu sonucuna varılmıştır. Şekil 4.19b’de Görüldüğü gibi 140 saatlik bir öğütme süresinde yüksek enerjili deformasyon sonucu kırılan taneciklerin bir araya gelerek

soğuk kaynağa uğrayarak intermetalik ve katı çözelti fazları ile ilgili yeni küresel taneciklerin oluşturduğu açıkça görülmektedir.

140 saat öğütme ile üretilen AlCuNiSi orta entropili alaşımın Şekil 4.9e’de SEM ve Şekil 4.14’te EDX analiz sonuçları verilmiştir. 4. 9e’da görüldüğü gibi SEM görüntüsü alınan bölgeden Şekil 4.14’te EDX taraması sonucu alınmıştır. Yapılan işlemler sonucunda alaşımı oluşturan elementler için pikler elde edilmiştir. Ayrıca tablo aynı şekle sahip alaşımları oluşturan kimyasal elementlerin ağırlıklarını ve atomik oranlarını göstermektedir. Bu çalışmamızda üretilen alaşımların orijinal oranlarına çok yakındır. Bu sonuçlara göre, orta entropili bir AlCuNiSi alaşımı 140 saatlik öğütme sonrasında homojen bir şekilde üretilmiştir. Alaşım elementlerinin homojen dağılımını göstermek için SEM haritalaması yapıldı. Ve elde edilen sonuç Şekil 4.9a, Şekil4.9b, Şekil 4.9c, Şekil4.9d, ve Şekil4.9e’de verilmiştir. Şekil 4.9e’de görüldüğü gibi mekanik alaşımlama tekniği ile 140 saat öğütülerek üretilen AlCuNiSi orta entropi alaşımı homojenize edilmiştir. Buytoz ve arkadaşları (2014), homojen bir yapının malzemenin mekanik özelliklerini olumlu yönde etkilediğini çalışmalarında bildirmişlerdir.

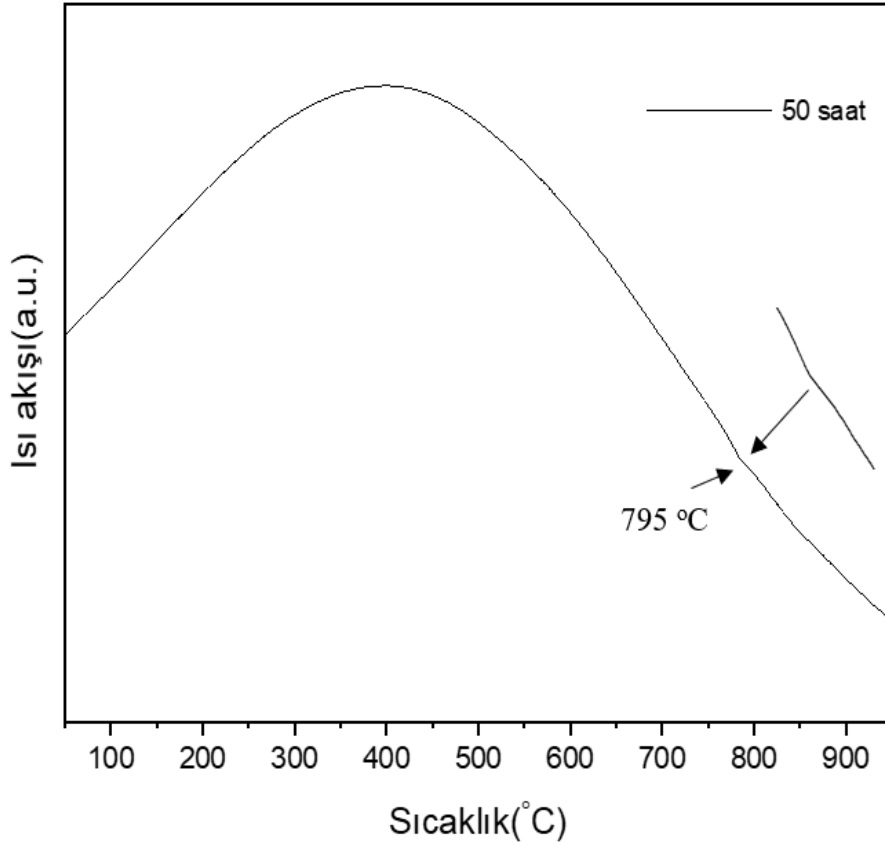
4.3. DTA Analiz Sonuçları

Mekanik alaşımlama ile 0-140 saatte üretilen AlCuNiSi orta entropi alaşımının termal özelliklerini test etmek için DTA analizi yapıldı. DTA ile malzemede sıcaklığa bağlı olarak kristalleşme ve erimeyi işaret eden faz geçiş reaksiyonları tespit edilebilmektedir. Tez kapsamında DTA sonuçları Şekil 4.20, Şekil 4.21, Şekil 4.22, Şekil 4.23 ve Şekil 4.24'te görüldüğü gibi verilmiştir.



Şekil 4.20. 0 saat alaşımlama ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın DTA sonuçları

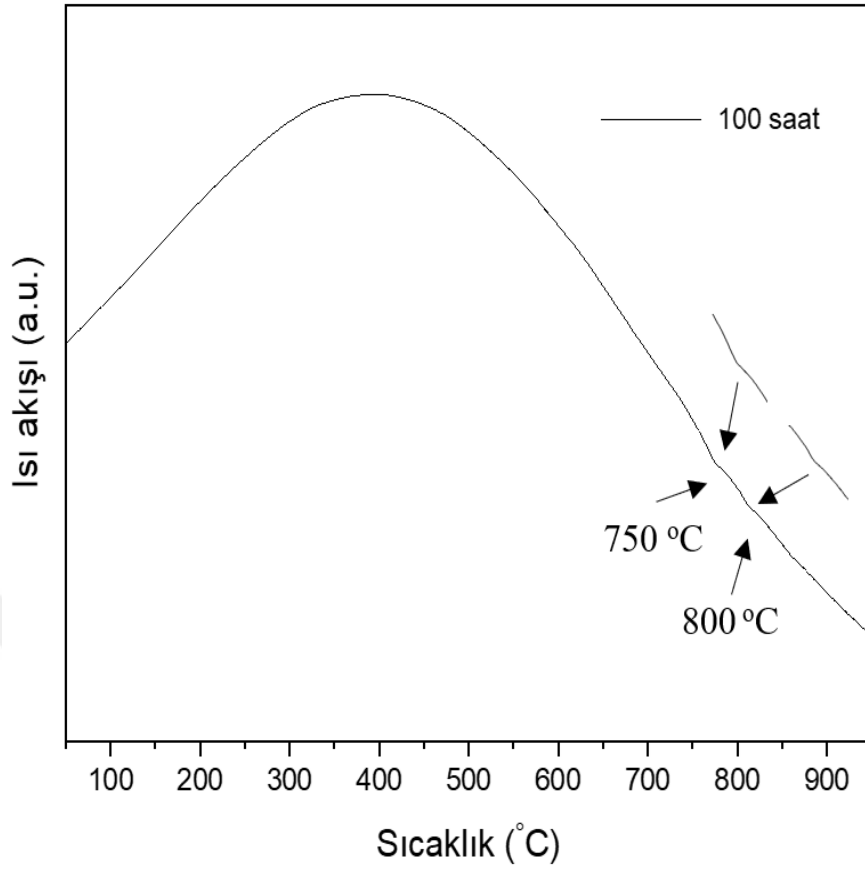
Şekil 4.20'de görüldüğü gibi 0 saatlik öğütme ile üretilen AlCuNiSi orta entropili alaşım tozlarının termal analizleri görülmektedir. Şekil 4.20'de görüldüğü gibi yaklaşık 645 °C sıcaklık değerinde görülen pik tane sınırları ve boşluklar etrafındaki saf Al fazının eridiğini işaret eden endotermik reaksiyonu ifade etmektedir.



Şekil 4.21. 50 saat alaşımlama ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının DTA sonuçları

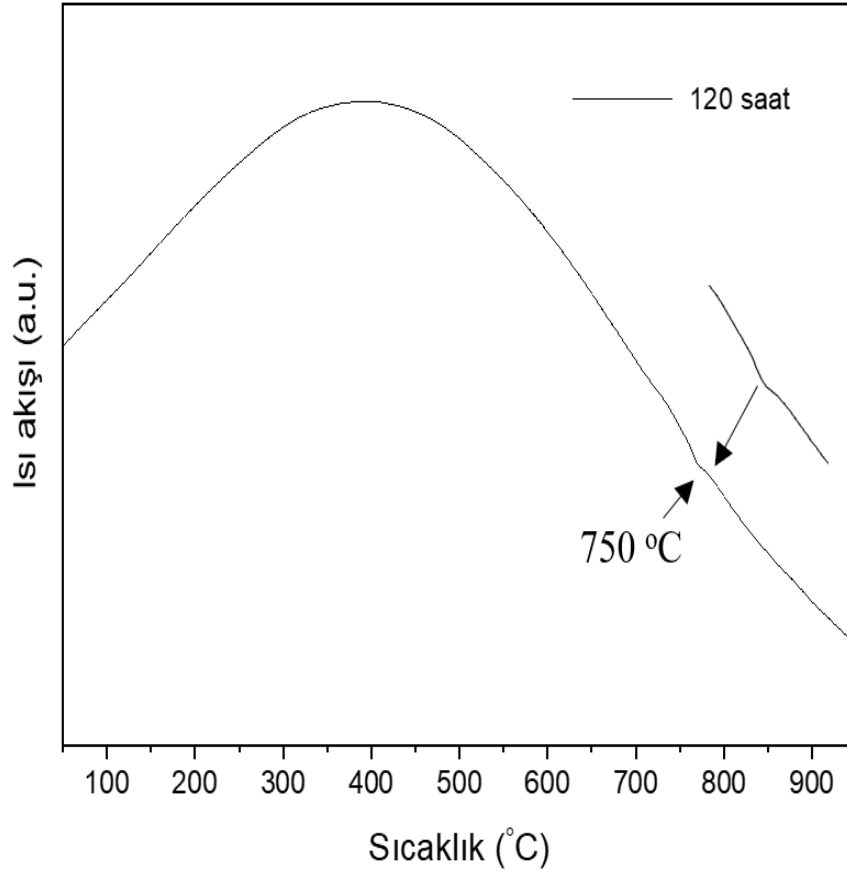
Şekil 4.21’de görüldüğü gibi 50 saatlik öğütme ile üretilen AlCuNiSi orta entropili alaşım tozlarının termal analizleri görülmektedir. Şekil 4.21’de görüldüğü gibi yaklaşık 795 °C sıcaklık değerinde görülen pik Al_2Cu ve AlNi ikili fazın ötektik noktasında erimeyi işaret eden endotermik reaksiyonu ifade etmektedir.

Okumuş (2020), yapmış olduğu çalışmada mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilen nanoyapılı $\text{Al}_{66}\text{Co}_{20}\text{Cu}_{14}$ tozlarının termal ve mikroyapısal özellikleri adlı çalışmasında $\text{Al}_{66}\text{Co}_{20}\text{Cu}_{14}$ alaşımı sürekli ısıtma sırasında 450-650 °C aralığında Al_2Cu fazının oluştuğunu bildirmiştir.



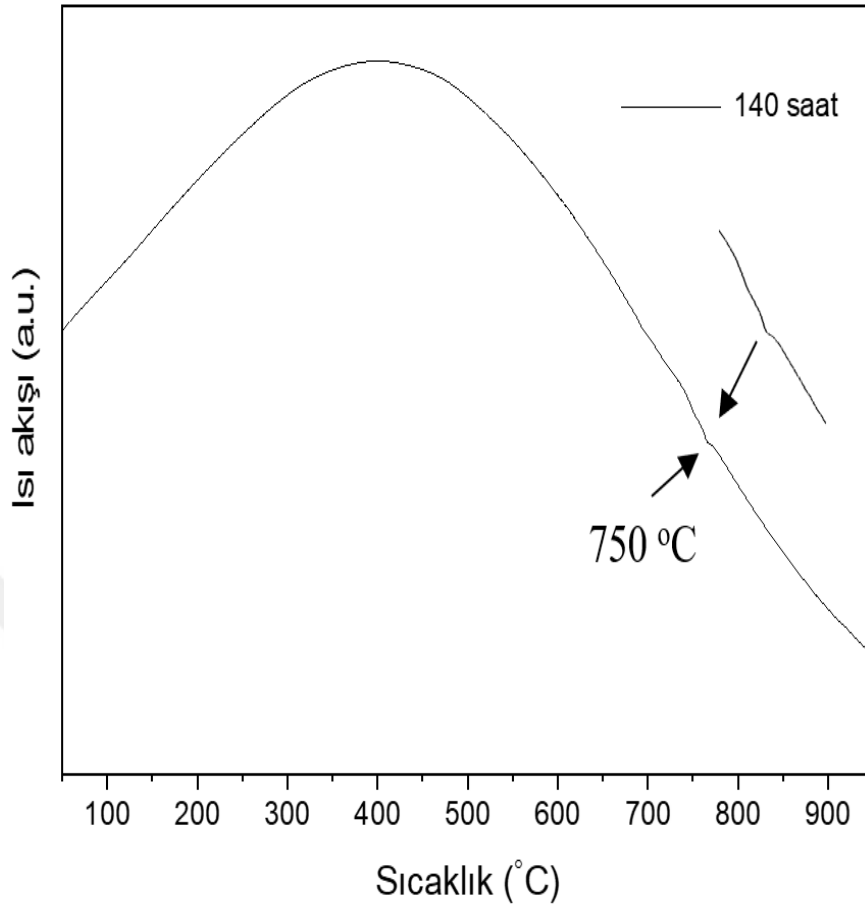
Şekil 4.22.100 saat alaşımlama ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımın DTA sonuçları

Şekil 4.22’de görüldüğü görüldüğü gibi 100 saatlik öğütme ile üretilen AlCuNiSi orta entropili alaşım tozlarının termal analizleri görülmektedir. Şekil 4.22’de görüldüğü gibi yaklaşık 750 °C sıcaklık değerinde görülen pik fcc yapılı Cu bazlı katı çözelti fazının eridiğini işaret eden endotermik reaksiyonu ifade etmektedir.



Şekil 4.23. 120 saat alaşımlama ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının DTA sonuçları

Şekil 4.23'te görüldüğü gibi 120 saatlik öğütme ile üretilen AlCuNiSi orta entropili alaşım tozlarının termal analizleri görülmektedir. Şekil 4.23'te görüldüğü gibi yaklaşık 750 °C sıcaklık değerinde görülen pik fcc yapılı Cu bazlı katı çözelti fazının eridiğini işaret eden endotermik reaksiyon pikidir.



Şekil 4.24. 140 saat alaşımlama ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının DTA sonuçları

Şekil 4.24'te görüldüğü gibi 140 saatlik öğütme ile üretilen AlCuNiSi orta entropili alaşım tozlarının termal analizleri görülmektedir. Şekil 4.23'te görüldüğü gibi yaklaşık 750 °C sıcaklık değerinde görülen endotermik pik fcc yapılı Cu bazlı katı çözelti fazının erimeye başladığını ifade etmektedir. Elde edilen DTA sonuçlarının XRD sonuçları ile uyumlu olduğu görülmektedir.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1. Sonuçlar

Orta entropi alaşımları üzerine yapılan çalışmalar, bu alaşımların özelliklerinin bazı geleneksel alaşımlardan daha üstün olduğunu göstermiştir. Bu doğrultuda yürütülen bu tez çalışmasında mekanik alaşımlama işlemi ile orta entropili AlCuNiSi alaşımları üretilmiştir. Üretilen toz alaşımlar XRD, DTA ve SEM/EDX cihazları kullanılarak analiz edilmiştir.

Mekanik alaşımlama ile toz halinde üretilen AlCuNiSi orta entropili alaşımlarda yapılan XRD sonuçları mekaniksel alaşımlama sonucunda 50-140 saat öğütme süresince aşırı deformasyon etkisiyle tanecik boyutunda kırılmalar ve tanecikler arası kaynaklaşma reaksiyonları sonucu intermetalik Al_2Cu , AlNi ve AlNi₃ fazlarının oluştuğu ayrıca fcc yapılı Cu bazlı katı çözelti fazının da oluştuğu görülmüştür. Öğütme süresi arttıkça kristalit boyutunda azalmaların olduğu, kafes geriniminde ve diskolasyon yoğunluğunda artış olduğu görülmüştür. 140 saat mekaniksel öğütme ile üretilen numunenin XRD analiz sonucunda elde edilen maksimum şiddetli pik dataları kullanılarak kristal boyutunun yaklaşık 3nm, kafes geriniminin %1,15 ve diskolasyon yoğunluğu $0,11 \times 10^{18}/m^2$ olduğu hesaplandı. XRD kırınım desenlerinde ortaya çıkan piklerin pik şiddetleri öğütme süresi artışıyla azalırken pik genişliği artmıştır. XRD sonuçlarında elde edilen en önemli sonuç AlCuNiSi orta entropili alaşımında mekaniksel öğütme sonucu fcc yapılı katı çözelti fazlarının oluşmasının tespit edilmesi ve silisyum fazının 140 saat mekaniksel alaşımlama sonucunda tamamen yeni bir faz oluşturamadığının tespit edilmesidir.

Toz halinde mekanik alaşımlama ile üretilen orta entropili AlCuNiSi alaşımının SEM/EDX analiz sonuçları, alaşım tozu içerisinde parçalanma, kırılma, aglomerasyon ve kaynaklaşmaların meydana geldiğini ve artan öğütme süresi ile tane boyutunun azaldığını ve daha homojen bir yapının oluştuğunu göstermiştir. EDX sonuçları üretilen AlCuNiSi orta entropili alaşımında alaşım bileşenleri ile ilgili piklerin oluştuğunu, bileşenlerin pikleri dışında herhangi bir istenmeyen fazı işaret eden pik oluşmadığını göstermiştir.

Mekanik alaşımlama ile tozlar halinde hazırlanan orta entropili AlCuNiSi alaşımları için DTA sonuçları, sürekli ısıtma sırasında erimeyi işaret eden endotermik piklerin oluştuğunu göstermiştir. DTA analiz sonuçları 645 °C’de Al fazının erimeye başladığını ve yaklaşık 750 °C’de fcc yapılı Cu bazlı katı çözelti fazlarının eridiğini işaret eden endotermik piklerin oluştuğunu göstermiştir.

5.2. Öneriler

Bir alaşımlama yöntemi olan mekanik alaşımlama yerine, alaşım elementleri sıvılaştırılarak döküm yöntemleri ile alaşım hazırlanıp, alaşımın mikro yapısı ve mekanik özellikleri araştırılabilir. Ayrıca alaşım içerisindeki bileşenlerin kütlece oranları değiştirilerek yeni tür alaşımlar üretilebilir.

AlCuNiSi orta entropi alaşımlarının mikro yapısını ve mekanik özelliklerini arttırmak için alaşıma Ti (titanyum) ve Kobalt (Kobalt) gibi elementler eklenerek yeni tür yüksek entropili alaşımlar üretilebilir ve karakterizasyonu yapılabilir.

Alaşımlarımızın sinterlenmesi ve preslenmesinden sonra, sinterleme sıcaklığı ve pres basıncı parametreleri değiştirilerek mekanik özellikleri üzerindeki etkiler incelenebilir.



KAYNAKLAR

- Al-Obaidi, K.N.M., 2018, Aa2014 ve Elementel Al Ve Cu Tozları Kullanılarak T/M Parça imalatı şartlarının Deneyisel Araştırılması, Yüksek Lisans, *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Isparta, 100s.
- Anonim, 2007a., <http://www.İstanbul.Edu.Tr/Fen/Fizik>, Web, [Erişim Tarihi:4 Ekim 2022].
- Anonim., 2017b., Haynes international Report H-3073E Haynes 625 alloy, Retrieved from.
- Andersson, J., 2011, Weldability of Precipitation Hardening Superalloys – Influence of Microstructure, Phd., *Chalmers University Of Technology*, Göteborg, Sweden.
- Arslan, E.C., 2019, TiC/AA7075 Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretimi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans, *Konya Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü*, Konya, 45-55.
- ASM Hand Book. 1990, *International Binary Alloy Phase Diagrams*, Second Edition.
- Ateş, E.A., 2012, Toz metalurjisi ile üretilen AA2014-Al4C3 sistemlerine yaşlandırma ısı işleminin uygulanması ve mikroyapısal özelliklerinin araştırılması, Yüksek Lisans *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara. 99s.
- Avar, B., 2007, Al-Cu-Fe Kuazikristal Alaşımların Mekaniksel Öğütme (Mechanical Alloying), Normal Katılaştırma (Conventional Solidification) ve Hızlı Katılaştırma (Rapid Solidification) ile Üretilmesi ve Özelliklerinin İncelenmesi, *Kahramanmaraş*.
- Avar, B., Gögebakan, M., 2017 , Mekanik Alaşımla Süresince Al85Co7Y8 Alaşımının Faz Değişimi. *Marmara Fen Bilimleri Dergisi*, 29(2), 54-59.
- Avci, U. ve Güleç, A., 2021, Effect of Different Sintering Temperatures on Microstructure and Mechanical Properties for Pure Al Material Produced by Powder Metallurgy, *El-Cezeri Journal of Science and Engineering*, 8(1), 462–470s.
- Averback, R. S., Bernholc, J. and Nelson, D. L., 1991, “Clusters and cluster-assembled materials”, *Materials Research Society Symposium Proceeding*, Pittsburgh, 206-210.
- Aytekin, Y., "Türkiye'nin Jeoloji, Maden ve Metalurji Mühendisliği Branşlarında Teknik Eleman İhtiyacı." *Bilimsel Madencilik Dergisi*, 12.2: 27-30.
- Batıbay, A.B., 2013, Alümina-geçiş Metali İkili Sistemlerin Zırh Malzemesi Olarak İncelenmesi, Yüksek Lisans, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, 95s.
- Bedir, A., 2019, Fe esaslı Ti+ Ni3Al+ Al2O3 takviyeli kompozitte mekanik alaşımlama yönteminin etkisi, Yüksek Lisans, *Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Tekirdağ, 73s.
- Benameur, T., Inoue, A., Masumoto, T., 1994, Crystalline to amorphous phase transition in Al-Ni-Co system during mechanical alloying, *Materials Transactions, JIM*, 35, 451-457.

- Bhatti, A.R., 1989, Effect of Heat Treatment on Metallic Glasses. Oxford Üniversitesi, PhD Thesis, *institute of science*, United Kingdom.
- Bloor, D., Brook, R.J., Flemings, M.C., Mahajan, S., 1999, *The Encyclopedia of Materials*. Pergamon Press, Oxford, U.K.
- Buytoz, S., Dagdelen, F., Islak, S., Kok, M., Kir, D., ve Ercan, E., 2014, Effect of the TiC content on microstructure and thermal properties of Cu–TiC composites prepared by powder metallurgy, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 117(3), 1277-128.
- BawaWaje, S., Mansor, H., WanDaud, Y., Zulkifly, A., 2010, X-ray diffraction studies on crystallite size evolution of CoFe₂O₄ nanoparticles prepared using mechanical alloying and sintering, *Applied Surface Science*, 256, 3122-3127s.
- Calin, M., Grahl, H., Adam, M., Eckert, J., Schultz, L., 2004, Synthesis and thermal stability of ball-milled and melt-quenched amorphous and nanostructured Al–NiNd–Co alloys, *Journal of Materials Science*, 39, 5295-5298.
- Can A. Ç. , 2006, Tasarımcı Mühendisler İçin Malzeme Bilgisi, *Birsen Yayınevi*, İstanbul, 1-318.
- Cullity, B., 1978, Elements of X-Ray diffraction, *Addison-Wesley Publis, Comp.*, 287- 310, London.
- Cullity, B.D., Stock, S.R., 2001, Elements of X-ray diffraction 3 rd int. Edition, *Prentice Hall, New-Jersey*, USA. 664s.
- Chen Z.H. , Zhou, T., Chen, Yan, H.G., Chen, J.H. , 2008, Ce ilavesiyle hızlı katılaşılan Mg–Zn–Ca alaşımlarının mikroyapı karakterizasyonu ve mekanik özellikleri, *Malzeme Bilimi ve Teknolojisi*, 24(7) 848-855.
- Choi, P.P., Kim, J.S., Nguyen, O.T.H., Kwon, D.H., Kwon, Y.S., Kim, J.C., 2007, Al–LaNiFe bulk metallic glasses produced by mechanical alloying and spark-plasma sintering, *Material Science and Engineering*, A 449-451: 1119-1122.
- Chen, S., Chen, J., Lin, S., Lin, Y., 2013, Effects of B upon glass forming ability of 86 Al₇₈Y₈Ni₅ amorphous alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 565 29–36.
- Cvejic, Z., Rakic, S., Kremenovic, A., Antic, B., Jovalekic, C., Colomban, P., 2006, Nanosize ferrites obtained by ball milling: Crystal structure, cation distribution, size-strain analysis and Raman investigations, *Solid State Scien* , 8(8), 908-915.
- Çakanyıldırım, Ç. ve Gürü, M., 2021, Alüminyum Üretim Teknolojilerindeki Gelişmeler, Çevreye Etkisi ve Uygulama Alanları, *Politeknik Dergisi*, 24(2), 585– 592s.
- Das, N., Dey, G.K., Murty, B.S., Pabi, S.K., 2005, On amorphization and nanocomposite formation in Al–Ni–Ti system by mechanical alloying, *Pramana Journal of Physics*, 65: 831-840.
- Davis, J. R., ve Committee, I. H., 2000, Nickel, Cobalt, and Their Alloys: *ASM International*.
- Deng, H.W., Xie, Z.M., Wang, M.M., Chen, Y., Liu, R., Yang, J.F., Zhang, T., Wang, X.P., Fang, Q.F., Liu, C.S., Xiong, Y., 2020, A nanocrystalline AlCoCuNi medium-entropy alloy with high thermal stability via entropy and boundary engineering, *Materials Sc*.
- Dikici, B., 2010, Toz Metalurjisi Yöntemiyle Nikel Titanyum Alaşımlarının Üretimi, Yüksek Lisans, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, 69s.

- Dikici, M., 1993, Katıhal Fiziğine Giriş, *19 Mayıs Üniversitesi Yayınları*, Samsun, 1s.
- Donachie, M. J., ve Donachie, S. J. 2002., Superalloys: A Technical Guide, 2nd Edition: *ASM International*.
- Eckert, J., 2007, Metastabile Phasen Für Neue Hochleistungswerkstoffe, FG Physicalische Metallkunde, *Darmstadt Teknik Üniversitesi*, Darmstadt (yayınlanmamış).
- Erkuş, S., 2019, Mekanik alaşımlama yöntemi ile süperiletken magnezyum diborür (MgB₂) üretimi, Doktora, *Fen bilimleri Enstitüsü*, Eskişehir, 106s.
- Erdoğan M., 2000, Mühendislik alaşımlarının yapı ve özellikleri 1.cilt, *Nobel Yayın Dağıtım*, Ankara, 1-338.
- Erdoğan M., 2001, Mühendislik alaşımlarının yapı ve özellikleri demir dışı alaşımlar cilt 2, *Nobel Yayın Dağıtım*, Ankara, 339-602.
- Fisher, I.R., Kramer, M.J., Islam, Z. Wiener, T.A., Kracher, A., Ross, A.R., Lograsso, T.A, Goldman, A.I., Canfield, P.C., 2000, Growth of large single-grain quasicrystals from high-temperature metallic solutions, *Materials Science and Engineering: A*, 294–296, 10-16s.
- Fu, Z., Koc, R., 2018, TiNiFeCrCoAl high-entropy alloys as novel metallic binders for TiB₂-TiC based composites, *Materials Science & Engineering A*, 735, 302–309.
- Gali, A., George, E.P., 2013, Tensile properties of high- and medium-entropy alloys, *Intermetallics*, 39, 74-78.
- Gillen, A.G, 1985, Rapid Solidification of Ni-Al Alloys by The Melt-Spinning, *Doktora Process Department of Metallurgy and Science of Materials*, Oxford. 20-28s.
- Gilman, J.J., 1985, Metallic Glass Materials, *Fontiers in Materials Technologies Elsevier, Materials Science Monograph*, 26s.
- Gustafsson, D., 2012, High Temperature Fatigue Crack Propagation Behavior of Inconel 718, Doctoral, *Linköping University*, Linköping, Sweden.
- Gürü, M. ve Yalçın, H., 2006, Malzeme Bilgisi, *Palme Yayıncılık*, Ankara, 1-492.
- Gögebakan, M., 1992, Al-Ni Alaşımlarının Melt-Spinning Metoduyla Hızlı Katılaştırılması, Fiziksel ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans, *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kayseri, 65s.
- Gögebakan, M., 1998, Amorphous and Nanocrystalline Al-based Alloys, Doctorate, *institute of science*, Oxford Üniversitesi, 164s.
- Gogebakan, M., Avar, B., 2007, : “Formation and Microstructure of Quasicrystalline Al-Cu Fe Alloys by Mechanical Alloying”, *American Institute of Physics*, AIP Conf. Proc. – Vol.899, Issue.1, p.603.
- Gögebakan, M., ve Okumus, M., 2009, Structure and crystallization kinetics of amorphous Al--Ni--Si alloy, *Materials Science*, (0137-1339), 27(2).
- Gogebakan, M., Avar, B., Uzun, O., 2009, : “Quasicrystalline phase formation in the conventionally solidified Al-Cu-Fe system”, *Materials Science-Poland – Vol.27, No.3*, p.919-926).

- Gogebakan, M., Avar, B., Tarakci M., 2011 : “Microstructures and mechanical properties of conventionally solidified Al₆₃Cu₂₅Fe₁₂ alloy during heat treatment”, *Journal of Alloys and Compounds* – Vol.509, Supp.1 p.316-319.
- Göğebakan, M., Kurşun, C., Gündüz, K. O., Tarakçı, M., Gencer, Y. , 2015, Microstructural and Mechanical Properties of binary Ni–Si Eutectic Alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, Sayı:643, s.219–S225.
- Gökçe, A., Findik, F. ve Kurt, A.O., 2011, Microstructural examination and properties of premixed Al-Cu-Mg powder metallurgy alloy, *Elsevier, Materials Characterization*, 62, 730–735s.
- Grenèche, J. M., 2003, Soft Magnetic Nanocrystalline Alloys, *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials* 5, 133 – 138s.
- Gündeş, A., 2010, Al-Re-Tm Amorf Alaşımların Üretilmesi Ve Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora, *Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kahramanmaraş, 16-17s.
- Hafner, J., 1999, Electronic Structure of Quasicrystals, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 4: 289 – 294.
- Inoue, A., 2001, *Materials Science and Engineering*, Bulk amorphous and nanocrystalline alloys with high functional properties, A 304–306, 1–10s.
- Inoue, A., Horio, Y., Kim, Y.H., Masumoto, T., 1992, Elevated-Temperature Strength of an Al₈₈Ni₉Ce₂Fe₁ Amorphous Alloys Containing Nanoscale Fcc-Al Particles, *Researchgate*, 33(7): 669-674.
- Izadina, M., Dehghani, K., 2011, Structure and properties of nanostructured Cu_{13.2}Al-5.1Ni shape memory alloy produced by melt spinning, *Trans, Researchgate, Nonferros Met. Soc. China* 21, 2037-2043s.
- Jones, H., 1982, Rapid Solidification of Metal and Alloys, *The Institution of Metallurgist*, London. p. 337-351.
- Jones, H., 1983, Rapid Solidification of Metals and Alloys, *Institute of Metallurgists*, London, 337-351s.
- Katgerman, L., Dom, F., 2004, Rapidly solidified aluminium alloys by melt-spinning, *Researchgate, Materials Science and Engineering*, A375-3771212-1216.
- Karaaslan A., 2010, Mühendislik Alaşımları İçin Faz Diyagramları, *Literatür Yayınları*, 1-343.
- Karaköse, E., Keskin, M., 2012, Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Intermetallic Ni–xSi (x = 5, 10, 15, 20) Alloys, *Journal of Alloys and Compounds* Sayı:528, s.63– 69.
- Karaköse, E., Keskin, M., 2011, Structural investigations of mechanical properties of Al based rapidly solidified alloys, *Researchgate, Materials and Design* 32 4970–4979.
- Karatutlu Ö., 2015, Ni₅₅ Si₄₀ M₅ (M=Co, Fe, Al) Alaşımlarının Ark Ergitme Yöntemi ile elde edilmesi ve yapısal, mekaniksel ve ısısal özelliklerini incelenmesi, Yüksek lisans, *Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kahramanmaraş, 80s.
- Kim, Y.H., Hiraga, K., Inoue, A., Masumoto, T., JO, H.H. 1994, Mater. Trans. JIM, 35. 294.

- Kim, W.T., Gogebakan, M., Cantor, B. ,1997, *Mater. Sci. Eng.*, A226-228, 178.
- King, J. F., McCoy, H. E. and Rittenhouse, P. L., 1981, Weldability Evaluations And Weldment Properties Of Hastelloy X, *Researchgate*, Oak Ridge National Laboratory Oak Ridge, Tennessee.
- Klement, W., Willens, R. H., Duwez, P. O. L. ,1960, Non-crystalline structure in solidified gold–silicon alloys, *Nature*, 187(4740), 869-870.
- Khoshkhoo, S.M., 2011, Grain and crystallite size evaluation of cryomilled pure copper, *Journal of Alloys and Compounds*, 509, 343–347s.
- Köprülü, K., Mutlu, N., Kurt, A., Gülenç, B., Y.Ö., 2018, Al + % 4,5 Cu Ön Karışımli Tozların Alaşımlanması Isıl işlemlerin Etkisi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, Part C: Tasarım ve Teknoloji, 6(2), 283–293s.
- Kurtuluş M.A., 2022, Mekanik alaşımlama Yöntemi ile üretilen TiMoNb esaslı yüksek entropili refrakter alaşımların mikroyapısal, mekanik ve termal özelliklerin Cr ve W etkisinin incelenmesi, Yüksek lisans, *Mersin Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Mersin, 108s.
- Lu, W., Yang, L., Yan, B., Huang, W.H., Lu, B., 2006, Nanocrystalline Fe₈₄Nb₇B₉ alloys prepared by mechanical alloying and ultra-high-pressure consolidation, *Journal of Alloys and Compounds*, 413, 85–89s.
- Lojen, G., An˘zel, I., Kneissl, A., Križman, A., Unterweger, E., Kosec, B., Bizjak, M., 2005, Microstructure of rapidly solidified Cu–Al–Ni shape memory alloy ribbons, *Journal of Materials Processing Technology*, 162–163, 220–229s.
- Lin, Y., Mao, S., Yan, Z., Zhang, Y., Wang, L., 2017, The enhanced microhardness in a rapidly solidified Al alloy, *Researchgate*, Materials Science & Engineering A 692 182-191.
- Mckay, B.J., Cizek, P., Schumacher P., O'reilly, K.A.Q., 2001, Heterogeneous nucleation in an Al-Ni-Si alloy studied using a metallic glass technique, *Elsevier*, Mater. Sci. Eng. A304-306, 240-244.
- Megep, 2007, Alaşım Metalleri Ve Kimyasallar, T.C. Millî Eğitim Bakanlığı, Ankara 1-35.
- Miracle, D. B., Miller, J. D., Senkov, O. N., Woodward, C., Uchic, M. D., and Tiley, J., 2014, "Exploration and Development of High Entropy Alloys for Structural Applications", *Entropy*, 16 (1): 494–525 .
- Moeck, P., 2007, Topic 3D-TEM, *Ders Notu*, Department of Physics, Portland State University, Portland, (yayınlanmamış).
- Mula, S., Ghosh, S., Pabi, S.K., 2009, On the formation of phases by mechanical alloying and their thermal stability in Al-Mn-Ce system, *Elsevier*, Powder Technology, 191: 176-181.
- Muratov, O.S. Roik, O.S., Kazimirov, V.P., Golovataya, N.V., Nosenko, V.K., Zelinskaya, G.M., Mika, T.M., Sokol'skii, V.E., 2014, X-ray diffraction studies of the Ni–Si and Al–Ni–Si Melts, *Journal of Molecular Liquids*, 200, s.213–222.
- Murty, B. S., Yeh, J.-W., Ranganathan, S., and Bhattacharjee, P. P., 2019, "High-Entropy Alloys", *Elsevier*, 390.

- Nayak, S.S., Wollgarten, M., Banhart, J., Pabi, S.K., Murty, B.S., 2010, Nanocomposites and an extremely hard nanocrystalline intermetallic of Al-Fe alloys prepared by mechanical alloying, *Elsevier, Material Science and Engineering A*, 527: 2370-2378.
- Okumuş, M., 2020, "Mekanik Alaşımlama Yöntemi ile Üretilen Nanoyapılı Al₆₆Co₂₀Cu₁₄ Tozlarının Termal ve Mikroyapısal Özellikleri." *Bitlis Eren Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi* 9.1, 366-375.
- Ouyang, Y., Zhang, J., Chen, H., Liao, S., Zhong, X., 2008, Crystallization study of amorphous Al₈₂Fe₅Ni₅Ce₈ alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 454: 359-363 .
- Pauling, L., 1985, Apparent Icosahedral Symmetry is Due to Directed Multiple Twinning of Cubic Crystals. *Nature*, 317 (5): 512-514.
- Porter, D.A., Easterling, K.E., 1984, Phase Transformation in Metals and Alloys, *Van Nostrand and Reinhold*, New York, 1-17: 217-223.
- Pollock, T. M., Sammy A.T., 2006, "Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure, and Properties", *Journal Of Propulsion And Power*, 22(2), 361-374.
- Prashanth, K.G., Scudino, S., Murty, B.S., Eckert, J., 2009, Crystallization kinetics and consolidation of mechanically alloyed Al₇₀Y₁₆Ni₁₀Co₄ glassy powders, *Journal of Alloys and Compounds*, 477: 171-177.
- Rajabi, M., Vahidi, M., Simchi, A. and Davami, P., 2009, Microstructural evolution of Al-20Si-5Fe alloy during rapid solidification and hot consolidation, *ResearchGate*, Vol. 28, No. 6, Dec p. 639.
- Rajabi, M., Simchi, A., Davami, P., 2008, Microstructure and mechanical properties of Al-20Si-5Fe-2X (X = Cu, Ni, Cr) alloys produced by melt-spinning, *Elsevier, Materials Science and Engineering A* 492 443-449.
- Raanaei, H., Fakhraee, M., 2017, Synthesis and characterization of nanocrystalline Co-Fe-Nb-Ta-B alloy, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 438, 144- 151. doi:10.1016/j.jmmm.2017.04.080.
- Richter, A. Chen, C.L. Smith, R., McGee, E., Thomson, R.C., Kenny, S.D., 2008, Hot stage nanoindentation in multi-component Al-Ni-Si alloys, *Elsevier, Experiment and simulation, Materials Science and Engineering*. Sayı:494, s.367-379.
- Rydin, R. W., Maurice, D. and Courtney, T. H., 1993, Milling dynamics: Part I. Attritor dynamics: Results of a cinematographic study, *Metallurgical transactions*, A 24.1 175-185.
- Sarıvırt, E.H., 2004, Microstructure, Fabrication and Properties of Quasicrystalline Al-Cu-Fe Alloys: a review, *Journal Alloys Compounds*, 363: 150 - 174.
- Sajjadi, S.A., Elahifar, H.R., Farhangi, H., 2008, Effects of cooling rate on the microstructure and mechanical properties of the Ni-base superalloy UDIMET 500, *Elsevier, J. Alloys Comp.* 455, 215-220.
- Samanta, A., Manna, I., Chattopadhyay, P.P., 2007, Phase evolution in Al-Ni-(Ti, Nb, Zr) powder blends by mechanical alloying, *Elsevier, Material Science and Engineering A*, 464: 306-314.

- Sameljuk, A. V., Neikov, O.D., Krajnikov, A. V., Milman, Y. V. ve Thompson, G.E., 2004, Corrosion behaviour of powder metallurgical and cast Al–Zn–Mg base alloys. *Corrosion Science*, Pergamon, 46, 147–158s.
- Sankhla, A., et, al., 2018, Mechanical alloying of optimized Mg₂ (Si, Sn) solid solutions: understanding phase evolution and tuning synthesis parameters for thermoelectric applications, *ACS Applied Energy Materials*, 1.2 531-542.
- Satish V. Kailas, 2004, Material Science, Dept. of Mechanical Engineering, *Indian Institute of Science*, Bangalore, 402-426.
- Savaşkan, T., 1986, Elektron Mikroskoplarının Endüstriyel Problemlere Uygulanması, *Karadeniz Teknik Üniversitesi Genel Yayın No: 108*.
- Schaffer, G.B., Sercombe, T.B. ve Lumley, R.N., 2001, Liquid phase sintering of aluminum alloys, *ResearchGate*, Materials Chemistry and Physics, 67, 85–91s.
- Shechtman, D., Blech, I., Gratias, D., Cahn, J.W., 1984, *Physical Review Letters*, 53: 1951-1953s.
- Sheng, L.Y., Guo, J.T., Tian, Y.X., Zhou, L.Z., Ye, H.Q., 2009, Microstructure and mechanical properties of rapidly solidified NiAl–Cr (Mo) eutectic alloy doped with trace Dy, *Alloys Comp*, 475:730–734.
- Shon, Y-Ho., 2007, Imperfection and Microscopy. Ders Notu, EGN 3365 Structures and Properties of Materials, *University of Central Florida* (yayınlanmamış).
- Siegrist, M.E., Loffler, J.F., 2006, Metallic Glasses as a Matrix Material for Diamond-Metal Composites. Ders Notu, *Laboratory of Metal Physics and Technology*, ETH Zürich (yayınlanmamış).
- Suryanarayana, C., 1999, Non-equilibrium Processing of Materials. Pergamon, *Elsevier*.
- Suryanarayana, C., 2004, Mechanical alloying and milling, *ResearchGate*, Marcel Dekker, New York, USA. 466s.
- Suryanarayana, C., 2001, "Mechanical alloying and milling." *Progress in materials science*, *Elsevier*, 46.1-2 1-184.
- Szewczak, E., and Wyrzykowski, J.W., 1999, "Influence of the mechanical alloying parameters on crystallite size of Ti-Al powders." *Nanostructured Materials*, *ResearchGate*, 12.1-4 171-174.
- Taşar, B., 2021, Investigation Of The Microstructure And Mechanical Properties Of Boron And Nickel Added A356 Alloy Produced By Powder Metallurgy Method , Doctoral, *Graduate Education Institute*, Karabük Universty.
- Tezcan R., Tezcan H., 2007, Metallerin Kimyası, *Nobel Yayın Dağıtım*, Ankara s.190- 231.
- Tonejc, A., Djerdj, I., Tonejc,A., 2002, An analysis of evolution of grain size-lattice parameters dependence in nanocrystalline TiO anatase, *ResearchGate*, Materials Science and Engineering C 19, 85–89s.

- Turgut, Ö., 2009, Nanokristalin Mg₂Ni metallerarası bileşiğinin mekanik alaşımlandırma ve mekanik alaşımlandırma sonrası tavlama ile üretilerek yapısal özelliklerinin karşılaştırılması, Yüksek Lisans, Eskişehir Osman Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, 82s.
- Unnikrishnan, T. G., Paul, C., Sellamuthu, R., Arul, S., 2017, An investigation on the effects of Co, Ti and Si on microstructure, hardness and wear properties of AlCuNiFe based entropy alloys, *Science Direct, Materials Today*, 4, 178–187.
- Uzun, O., 1998, Değişik Soğutma Hızlarında Melt Spinning Metodu İle Üretilen Hızlı Katılaştırılmış Alüminyum-Silisyum Alaşımlarının Yapı ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 190s.
- Ünal, İ.H., Tuncel, S., Yücel, M.B., Yoleri, B. ve Arslan, M., 2016, Türkiye Ve Dünyada Bakır. Maden Tetkik Ve Arama Genel Müdürlüğü Fizibilite Etütleri Dairesi Başkanlığı, <https://www.mta.gov.tr/v30/sayfalar/bilgiMerkezi/madenserisi/Bakir.pdf>, [Erişim tarihi 5 Ocak 2022].
- Warlimont, H., 2001, Amorphous metals driving materials and process innovations. *Materials Science and Engineering, ResearchGate*, A304–306 ,61–67.
- Wang, H., Zhang, R., Hu, X., Wang, C.A. ve Huang, Y., 2008, Characterization of a powder metallurgy SiC/Cu-Al composite. *Journal of Materials Processing Technology*, 197, 43–48s.
- Weimin, Z., Yan, L., Bohong, J., Pingnan, Z.Z., Yan, L., Bohong, J., Pingnan Z., 2006, Effect of adding Si on shape memory effect in Co–Ni alloy system, *ResearchGate, Materials Science and Engineering A* 438–440, s.468–471.
- Wittmann, R., 1993, Elektronenmikroskopische, Metallurgische und Mechanische Untersuchungen der Dekagonalen Phase im System Al-Co-Cu (-Si), doctorate, KFA Jülich, Germany.
- Xiao, Z., Zhanga, X., Bian, Y.W., 2003, Microstructural characterization of a rapidly solidified Al–5 Sb alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 351 184- 189.
- Xiao D.H., Zhou, P.F., Wu, W.Q., Diao, H.Y., Gao, M.C., Song, M., Liaw, P.K., 2017, Microstructure, mechanical and corrosion behaviors of AlCoCuFeNi-(Cr,Ti) high entropy alloys, *Elsevier, Materials and Design*, 116 438–447.
- Yang, Y.J., Zhou, R., Wei, S.D., Liu, D.Y., Xu, H.L., Li, S.L., 2011, Microstructural evolution of slowly solidified Cu-Ti-Zr-Ni amorphous alloy, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 357, 1516–1521s.
- Yeh, J. W., 2013, "Alloy Design Strategies and Future Trends in High-Entropy Alloys", *JOM - Journal Of The Minerals, ResearchGate, Metals And Materials Society*, 65: 1759–1771 .
- Yıldız, A., 1995, A New Technique to Calculate The Electronic Structure of Disordered and Quasicrystals Systems in Two Dimensions, doctorate, *institute of science*, Leicester Üniversitesi, Leicester, England.
- Yıldız, K. and Alp, A., 2005, "Metalurjik proseslerde mekanik aktivasyon, *Metal Dünyası*, 146 119-121.

- Yılmaz, A., 2020, Nb-V Mikroalaşım Çeliğinde Mekanik Alaşımlama Süresinin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklere Etkisi, <https://DergiPark.org.tr> [Erişim Tarihi 12 Şubat 2022].
- Yoshizawa, Y., Oguma, S., and Yamauchi, K., 1988, New Fe-based Soft Magnetic Alloys Composed of Ultrafine Grain Structure, *J. Appl. Phys.*, 64: 6044.
- Yurkova, A.I., Cherniavsky, V.V., Bolbut, V., Krüger, M., Bogomol, I., 2019, Structure formation and mechanical properties of the high-entropy AlCuNiFeCr alloy prepared by mechanical alloying and spark plasma sintering, *Journal of Alloys and Compounds*.
- Zeren, M., 2008, *Toz Metalürisine Giriş Kocaeli Üniversitesi*, s.47-68.
- Zhang, S., Liu, Q., Yang, J., 2006, Weldability and Microstructure of Nickel-Silicon Based Alloys, *Journal of Iron and Steel Research, International*, 13(3) s.61-67.
- Zhang Z., Bian X., Wang Y., 2003, Microstructural characterization of a rapidly solidified Al-5 Sb alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 351 184- 189.
- Zhang, Y., Zuo, T., Tang, Z., Gao, M.C., Dahmen, K.A., Liaw, P.K., Lu, Z.P., 2014, Microstructures and properties of high-entropy alloys. *Progress in Materials Science*, 61, 1-93. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.10.001> [Erişim Tarihi 15 Eylül 2022].
- Zhangz, W., 2009, Phase equilibria of the Fe-Ni-Si system at 850 °C, *Journal of Alloys and Compounds, ResearchGate*, Sayı 481, s.509-514.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Celal ONAT
Uyruğu : T.C.

EĞİTİM

Derece	Adı, İlçe, İl	Bitirme Yılı
Üniversite	: Tunceli Üniversitesi, Merkez, Tunceli	2015
Üniversite	: İstanbul Üniversitesi, Çocuk gelişimi, Sarıyer, İstanbul	2022
Yüksek Lisans	: Batman Üniversitesi, Fizik Bölümü Merkez, Batman	2023
Formasyon	: Siirt üniversitesi, Merkez, Siirt	2017

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görevi
2018-2019	Özel Batman Basut Mesleki ve Teknik Anadolu Lisesi Batman/Merkez	Elektrik Elektronik Öğretmeni
2020-2022	Özel Batman İnci Mesleki ve Teknik Anadolu Lisesi Batman/Merkez	Elektrik Elektronik Öğretmeni
2022-.....	Sultanbeyli Sabiha Gökçen MTAL İstanbul/Sultanbeyli	Uçak Elektroniği Öğretmeni

UZMANLIK ALANI

Katı Hal Fiziği

YABANCI DİLLER

İngilizce