

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMLERİ İLE ÜRETİLMİŞ
Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg MATRİKSİLİ VE CeO₂, Y₂O₃, La₂O₃ PEKİŞTİRİCİLİ
KOMPOZİTLERİN GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Emre TEKOĞLU

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

OCAK 2015

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMLERİ İLE ÜRETİLMİŞ
Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg MATRİKSİLİ VE CeO₂, Y₂O₃, La₂O₃ PEKİŞTİRİCİLİ
KOMPOZİTLERİN GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Emre TEKOĞLU
(521121008)**

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. M. Lütfi ÖVEÇOĞLU

OCAK 2015

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün **521121008** numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi **Emre TEKOĞLU**, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “**MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMLERİ İLE ÜRETİLMİŞ $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ MATRİKSİLİ VE CeO_2 , Y_2O_3 , La_2O_3 PEKİŞTİRİCİLİ KOMPOZİTLERİN GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. M. Lütfi ÖVEÇOĞLU**
İstanbul Teknik Üniversitesi

.....

Jüri Üyeleri : **Doç. Dr. Burak ÖZKAL**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Prof. Dr. Ayhan Mergen**
Marmara Üniversitesi

Teslim Tarihi : **15 Aralık 2014**
Savunma Tarihi : **21 Ocak 2015**

ÖNSÖZ

Çalışmam sırasında bilimsel katkıları ile bana yardımcı olan, eğitimim süresince yardımlarını ve sabrını esirgemeyen, tez danışmanım ve hocam **Prof. Dr. M. Lütfi ÖVEÇOĞLU’na** teşekkürlerimi sunarım.

Tez sürecinde yanımda olan değerli hocam **Doç. Dr. Burak ÖZKAL’a** teşekkürlerimi sunarım.

Ek olarak, başta **Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENÖĞLU** olmak üzere, bana Mekanik Laboratuvarları’nın kapısını açan, yardımlarını esirgemeyen **Arş. Gör. ONUR TAZEGÜL, Arş. Gör. Faiz MUAFFEL** ve **Arş. Gör. Yakup YÜREKTÜRK’e** de ayrı ayrı teşekkürlerimi sunarım.

Laboratuvarlarda uzun seneler biriktirdikleri bilgi ve tecrübeleri benimle paylaşarak kısa sürede PML’ ye adapte olmamı sağlayan değerli kişilere, başta **Dr. Hasan GÖKÇE** olmak üzere, **Dr. A. Umut SÖYLER** ve **Dr. Duygu Ağaoğulları’ na** en içten teşekkürlerimi sunarım.

Sadece tez sürecinde değil her daim yanımda olan değerli dostlarım **Arş. Gör. Doğukan ÇETİNER** ve **Yük. Müh. Ceren İMER’ e** özellikle teşekkür ederim.

Öncelikle **Yük. Müh. Merve Küçük, Yük. Müh. Hadi Jahangiri** ve **Müh. Sina Sagigh AKBARİ** olmak üzere en yoğun zamanlarımda yardıma koşan **tüm PML arkadaşlarıma** teşekkürü borç bilirim.

Çalışma ve eğitim hayatım boyunca maddi ve manevi desteğini benden hiçbir zaman esirgemeyenler olarak babam **Müh. Celalettin TEKOĞLU’na**, annem **Aynur TEKOĞLU’na** ve hayattaki en değerli varlığım kardeşim **İREM TEKOĞLU’ na** en içten teşekkürü borç bilirim.

Ocak 2015

Emre Tekoğlu
Metalurji ve Malzeme Mühendisi

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	v
İÇİNDEKİLER.....	vii
KISALTMALAR.....	ix
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xi
ŞEKİL LİSTESİ.....	xiii
ÖZET.....	xix
SUMMARY.....	xxiii
1. GİRİŞ	1
1.1 Tezin Amacı.....	5
2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	7
2.1 Kompozit Malzemelerin Genel Özellikleri.....	7
2.1.1 Metal matriks kompozit malzemeler (MMK).....	9
2.1.2 MMK malzemelerin sınıflandırılması	11
2.1.2.1 Partikül takviyeli MMK.....	12
2.1.2.2 Kısa fiber ve visker takviyeli kompozitler	12
2.1.2.3 Sürekli takviyeli MMK.....	13
2.2 MMK Üretim Yöntemleri.....	14
2.2.1 Geleneksel döküm yöntemleri ile MMK üretimi	15
3. ÜRETİM TEKNİKLERİ ve MALZEME SEÇİMİ.....	17
3.1 Toz Metalurjisi.....	17
3.1.1 Mekanik alaşımlama.....	20
3.1.1.1 Üretim ekipmanları.....	27
3.1.2 Presleme.....	30
3.1.3 Sinterleme	32
3.1.3.1 Katı hal sinterleme.....	33
3.1.3.2 Sıvı faz sinterleme	34
3.2 Malzeme Seçimi.....	38
3.2.1 Alüminyum (Al)	38
3.2.1.1 Al- Si esaslı alaşımlar	41
3.2.1.2 Al-Si esaslı MMK malzemeler.....	43
3.2.2 Seryum oksit (CeO ₂), İttriyum oksit (Y ₂ O ₃) ve Lantan oksit (La ₂ O ₃).....	45
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	47
4.1 Malzeme Seçimi.....	48
4.1.1 Alüminyum (Al)	48
4.1.2 Silisyum (Si)	48
4.1.3 Bakır (Cu)	48
4.1.4 Magnezyum (Mg).....	49
4.1.5 Seryum oksit (CeO ₂).....	49
4.1.6 İttriyum oksit (Y ₂ O ₃)	49
4.1.7 Lantan oksit (La ₂ O ₃).....	49

4.2 Mekanik Alaşımlama Süreçleri	49
4.3 Toz Karakterizasyon Deneyleri	50
4.3.1 Partikül boyutu ve zeta potansiyeli ölçümü.....	50
4.3.2 X-ışını difraksiyonu analizleri	52
4.3.3 Enerji dağılım spektroskopisi (EDS) analizleri	52
4.3.4 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışmaları	53
4.3.5 Termal analizler	53
4.4 Presleme	53
4.4.1 Yoğunluk ölçümleri	54
4.5 Sinterleme Çalışmaları	54
4.5.1 Bağlayıcı giderme	54
4.5.2 Numunelerin sinterlenmesi.....	55
4.5.3 Metalografik numune hazırlama	56
4.5.4 Gerçek yoğunluk ölçümleri	57
4.5.5 XRD çalışmaları.....	57
4.5.6 Taramalı elektron mikroskobu çalışmaları.....	57
4.5.7 Optik mikroskop çalışmaları	58
4.5.8 Mikrosertlik ölçümleri.....	58
4.5.9 Aşınma testleri	58
5. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA.....	61
5.1 Başlangıç Tozlarının Karakterizasyonu	61
5.2 Mekanik Alaşımlanmış Tozların Karakterizasyonu	65
5.2.1 Faz analizleri ve mikroyapı karakterizasyonu	67
5.2.2 Termal analizler	81
5.3 Preslenmiş Tozların Karakterizasyonu.....	83
5.4 Sinterlenmiş Numunelerin Karakterizasyonu.....	85
5.4.1 Yoğunluk ölçümleri	85
5.4.2 Faz analizleri ve mikroyapı karakterizasyonları.....	88
5.4.3 Mekanik testler	105
6. GENEL DEĞERLENDİRME.....	113
KAYNAKLAR.....	117
ÖZGEÇMİŞ.....	127

KISALTMALAR

DTA	: Diferensiyet Termal Analiz
EDS	: Enerji Dağılım Spektroskopisi
HV	: Vickers Sertliği
MA	: Mekanik Alaşımlama
MMK	: Metal Matris Kompozit
OM	: Optik Mikroskop
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TM	: Toz Metalurjisi
XRD	: X-Işınları Difraktometresi

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1 : Farklı tipte takviye malzemeler ve özellikleri.....	11
Çizelge 3.1 : Alüminyumun fiziksel özellikleri.....	38
Çizelge 3.2 : Alüminyum alaşım grupları.....	41
Çizelge 3.3 : Al-%13 Si mekanik özelliklerinin döküm yöntemi ile ilişkisi.....	42
Çizelge 5.1 : Deneylerde kullanılan başlangıç tozlarının ölçülen hacimsel ortalama partikül boyutları.....	61
Çizelge 5.2 : Toz kompozisyonları ve öğütme süreleri bilgisi (Al-Si-Cu-Mg kompozisyonu).....	66
Çizelge 5.3 : Toz kompozisyon bilgisi (Al-Si-Cu-Mg kompozisyonu).....	66
Çizelge 5.4 : Değişik sürelerde MA'lanmış tozların EDS analiz sonuçları.....	81
Çizelge 5.5 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış ve preslenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg malzemelerin ham yoğunluk değerleri.....	84
Çizelge 5.6 : Çeşitli oranlarda pekiştirici içeren MA'lanmış ve preslenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg/x (CeO ₂ , Y ₂ O ₃ , La ₂ O ₃) kompozit malzemelerin ham yoğunluk değerleri.....	84
Çizelge 5.7 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg numunelerinin yoğunluk değerleri.....	85
Çizelge 5.8 : Çeşitli oranlarda pekiştirici içeren (x= 0,5, 1, 2, 5 ağırlık %) MA'lanmış ve preslenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg/x (CeO ₂ , Y ₂ O ₃ , La ₂ O ₃) kompozit malzemelerin ham yoğunluk değerleri.....	86
Çizelge 5.9 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg matriks alaşımının nokta EDS verileri.....	94
Çizelge 5.10 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg/5CeO ₂ kompozit malzemenin nokta EDS verileri.....	95
Çizelge 5.11 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg/5Y ₂ O ₃ kompozit malzemenin nokta EDS verileri.....	96
Çizelge 5.12 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg/5La ₂ O ₃ kompozit malzemelerinin nokta EDS verileri.....	97
Çizelge 5.13 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg matriks alaşımının sertlik değerleri.....	105
Çizelge 5.14 : Çeşitli miktarlarda pekiştirici katılmış (x= 0,5, 1, 2, 5 ağırlık %) ve sinterlenmiş Al-15Si- 2,5Cu- 0,5Mg/ x (CeO ₂ , Y ₂ O ₃ , La ₂ O ₃) kompozit malzemelerin sertlik değerleri.....	106
Çizelge 5.15 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg matriks alaşımlarının aşınma değerleri.....	107
Çizelge 5.16 : Çeşitli miktarlarda pekiştirici katılmış (x= 0,5, 1, 2, 5 ağırlık %) ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg- x (CeO ₂ , Y ₂ O ₃ , La ₂ O ₃) kompozit malzemelerinin aşınma değerleri.....	108

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : MMK malzemelerde Kalite-Maliyet ilişkisi [38].....	11
Şekil 2.2 : (a) Sürekli fiber takviyeli MMK, (b) Kısa fiber/ Visker takviyeli MMK, (c) Partikül takviyeli MMK [30].	11
Şekil 2.3 : Fiberde kalınlık- çekme mukavemeti ilişkisi [30].....	13
Şekil 3.1 : Toz metalürjisi süreç akım şeması [9].	17
Şekil 3.2 : Toz metalürjisi yöntemlerinin sınıflandırılması [9].....	19
Şekil 3.3 : MA sırasında tozlarda meydana gelen deformasyon [95].	21
Şekil 3.4 : MA sürecinde mikroyapı değişimi [95].	22
Şekil 3.5 : Bilyaların tozlar ile çarpışmasının şematik gösterimi [95].	23
Şekil 3.6 : Mekanik alaşımlamanın ilk aşaması [95].....	23
Şekil 3.7 : Mekanik alaşımlamanın ikinci evresi [95].....	24
Şekil 3.8 : Mekanik alaşımlamanın son evresi [95].	24
Şekil 3.9 : Mekanik alaşımlamada kullanılan kavanoz sistemi [98].	25
Şekil 3.10 : Partikül ve tane boyutunun öğütme süresi ile ilişkisi [21].	26
Şekil 3.11 : Mekanik alaşımlamada kullanılan Spex™ 8000M Mixer/Mill yüksek enerjili bilyalı öğütücü.	28
Şekil 3.12 : Fritsch™ Pulverisette 7 Gezegen tipi öğütücü.....	28
Şekil 3.13 : Atritör karıştırıcı.	28
Şekil 3.14 : Tek eksenli preslemenin şematik görünümü [100].....	31
Şekil 3.15 : Tek yönlü preste üretim kademeleri [16].	31
Şekil 3.16 : Presleme esnasında tozların görünümü [16]	31
Şekil 3.17 : Alüminyumda presleme basıncı- yoğunluk ilişkisi [102].	32
Şekil 3.18 : Gevşek toz ile başlayan ve sinterleme aşamalarını gösteren kavramsal çizimler [16].	34
Şekil 3.19 : Katı hal sinterleme aşamaları [103].	34
Şekil 3.20 : Sıvı faz sinterleme aşamaları [102].	36
Şekil 3.21 : Sıvı faz miktarı yoğunluk ilişkisi [102].	36
Şekil 3.22 : Sıvı faz sinterleme sürecinde gözeneklerin kapanması süreci [103].	37
Şekil 3.23 : Alüminyumun kristal yapısı [110].	39
Şekil 3.24 : Alüminyumda soğuk işlemin mekanik özelliklere etkisi: (1) Gerilme mukavemeti, (2) Çekme Mukavemeti, (3) % Genleşme [110].	40
Şekil 3.25 : Alüminyum üretim yöntemleri ve akış şeması [109].....	41
Şekil 3.26 : Al-Si ikili faz diyagramı [122].	42
Şekil 3.27 : SiC partikül takviyeli Al MMK (%40), (b) kısa fiber takviyeli Al MMK, (c) sürekli fiber takviyeli Al MMK, (d) %10 SiC ve %4 Grafit takviyeli Al hibrit kompozit [111].	44
Şekil 4.1 : Deneysel süreçlerinin akım şeması.....	47
Şekil 4.2 : SPEX™ yüksek enerjili öğütücü.....	49
Şekil 4.3 : Plaslabs™ kapalı ortam kutusu.....	50
Şekil 4.4 : Malvern Instruments™ Mastersizer 2000 cihazı.....	51

Şekil 4.5 : Nano-Flex™ partikül boyut ve Stabino™ zeta potansiyel cihazları.....	51
Şekil 4.6 : Bandelin™ homojenizatör cihazı.....	51
Şekil 4.7 : Bruker™ X-ışınları difraktometresi.....	52
Şekil 4.8 : JEOL™-6000 Neoscope taramalı elektron mikroskobu.....	53
Şekil 4.9 : TA INSTRUMENTS™ DTA/DSC/TGA termal analiz cihazı.....	53
Şekil 4.10 : MSE tek eksenli hidrolik el presi.....	54
Şekil 4.11 : Protherm™ bağlayıcı giderme fırını.....	55
Şekil 4.12 : Numunelere uygulanan bağlayıcı giderme ve tavlama fırın rejimi.....	55
Şekil 4.13 : Linn™ 1800 M Vac kontrollü atmosfer sinter fırını.....	56
Şekil 4.14 : Numunelere uygulanan sinterleme rejimi.....	56
Şekil 4.15 : (a)Struers™ bakalite alma cihazı,(b)Struers™ parlatma cihazı.....	57
Şekil 4.16 : Micromeritics™ AccuPyc II 1340 Helyum Piknometresi.....	57
Şekil 4.17 : Shimadzu™ mikrosertlik test cihazı.....	58
Şekil 4.18 : Nikon™ metal optik mikroskobu.....	58
Şekil 4.19 : Tribotester™ aşınma cihazı.....	59
Şekil 5.1 : Alüminyum tozuna ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği.....	62
Şekil 5.2 : Silisyum tozuna ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği.....	62
Şekil 5.3 : Bakır tozuna ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği.....	62
Şekil 5.4 : Magnezyum tozuna ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği.....	63
Şekil 5.5 : Y ₂ O ₃ tozuna ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği.....	63
Şekil 5.6 : La ₂ O ₃ tozuna ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği.....	63
Şekil 5.7 : CeO ₂ tozuna ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği.....	64
Şekil 5.8 : Başlangıç metalik tozlarının SEM (SEI: İkincil elektron) görüntüleri: Al (2000X büyütme), (b) Si (2000X büyütme), (c) Cu (2000X büyütme), (d) Mg (500X büyütme).	64
Şekil 5.9 : Başlangıç oksit tozlarının SEM (SEI: İkincil elektron) görüntüleri: (a) CeO ₂ (2000X büyütme), (b) Y ₂ O ₃ (2000X büyütme), (c) La ₂ O ₃ (c) (2000X büyütme).	65
Şekil 5.10 : Çeşitli sürelerde (0, 1, 2, 3, 4 ve 8 saat) MA'lanmış Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg tozlarının XRD desenleri	67
Şekil 5.11 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg ana matris sisteminde öğütme süresine göre Al'un kalıntı gerilme değişimi.....	68
Şekil 5.12 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg ana matris sisteminde öğütme süresine göre Al'un kristalin boyutunun değişimi....	68
Şekil 5.13 : 4 saat MA'lanmış Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/xCeO ₂ (x= 0,5, 1, 2, 5 ağırlık %) tozlarının XRD desenleri	69
Şekil 5.14 : 4 saat MA'lanmış Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/ xCeO ₂ (x= 0,5, 1, 2, 5 ağırlık %) sisteminde pekiştirici miktarına göre Al'un kalıntı gerilme değişimi....	69
Şekil 5.15 : 4 saat MA'lanmış Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/xCeO ₂ (x= 0,5, 1, 2, 5 ağırlık %) sisteminde pekiştirici miktarına göre Al'un kristalin boyutunun değişimi.....	70
Şekil 5.16 : 4 saat MA'lanmış Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/xY ₂ O ₃ (x= 0,5, 1, 2, 5 ağırlık %) tozlarının XRD desenleri.....	70
Şekil 5.17 : 4 saat MA'lanmış Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/xY ₂ O ₃ (x= 0,5, 1, 2, 5 ağırlık %) sisteminde pekiştirici miktarına göre Al'un kalıntı gerilme değişimi.....	71
Şekil 5.18 : 4 saat MA'lanmış Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/xY ₂ O ₃ (x= 0,5, 1, 2, 5 ağırlık %) sisteminde pekiştirici miktarına göre Al'un kristalin boyutunun değişimi.....	71

Şekil 5.19 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/x\text{La}_2\text{O}_3$ ($x= 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) tozlarının XRD desenleri.....	72
Şekil 5.20 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/x\text{La}_2\text{O}_3$ ($x= 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) sisteminde pekiştirici miktarına göre Al'un kalıntı gerilme değişimi.....	73
Şekil 5.21 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/x\text{La}_2\text{O}_3$ ($x= 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) sisteminde pekiştirici miktarına göre Al'un kristalin boyutu değişimi....	73
Şekil 5.22 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}$ tozlarına ait hacimsel partikül boyut dağılımları; (a) 1 sa MA, (b) 2 sa MA, (c) 3 sa MA, (d) 4 sa MA, (e) 8 sa MA.....	74
Şekil 5.23 : 1 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}$ matriks alaşımı tozlarına ait SEM görüntüleri; (1000X, 5000X, 10000X).....	75
Şekil 5.24 : 1 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}$ matriks alaşımı tozlarına ait SEM görüntüleri; (1000X, 5000X, 10000X).....	76
Şekil 5.25 : 1 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}$ matriks alaşımı tozlarına ait SEM görüntüleri; (1000X, 5000X, 10000X).....	77
Şekil 5.26 : 4 sa MA'lanmış (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/0,5\text{CeO}_2$, (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/1\text{CeO}_2$, (c) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/2\text{CeO}_2$, (d) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/5\text{CeO}_2$ kompozit tozlarının hacimsel partikül boyut dağılım grafikleri.....	77
Şekil 5.27 : 4 sa MA'lanmış (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/0,5\text{Y}_2\text{O}_3$, (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/1\text{Y}_2\text{O}_3$, (c) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/2\text{Y}_2\text{O}_3$, (d) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/5\text{Y}_2\text{O}_3$ kompozit tozlarının hacimsel partikül boyut dağılım grafikleri.....	78
Şekil 5.28 : 4 sa MA'lanmış (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/0,5 \text{La}_2\text{O}_3$, (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/1 \text{La}_2\text{O}_3$, (c) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/2 \text{La}_2\text{O}_3$, (d) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/5 \text{La}_2\text{O}_3$ kompozit tozlarının hacimsel partikül boyut dağılım grafikleri.....	79
Şekil 5.29 : Çeşitli oranlarda pekiştirici faz içeren (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/0,5\text{CeO}_2$ (5000X, 24000X), (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}- 5\text{CeO}_2$ (5000X, 15000X) kompozit tozlarının SEM görüntüleri.....	79
Şekil 5.30 : Çeşitli oranlarda pekiştirici faz içeren (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/0,5\text{La}_2\text{O}_3$ (5000X, 10000X), (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/5\text{La}_2\text{O}_3$ (2000X, 15000X) kompozit tozlarının SEM görüntüleri.....	80
Şekil 5.31 : Çeşitli oranlarda pekiştirici faz içeren (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/0,5\text{Y}_2\text{O}_3$ (5000X, 15000X), (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/5\text{Y}_2\text{O}_3$ (5000X, 15000X) kompozit tozlarının SEM görüntüleri.....	80
Şekil 5.32 : (a) Harman $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}$ tozları ile (b) 1 saat, (b) 8 saat MA 'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}$ matriks alaşımı tozlarının DTA eğrileri.....	82
Şekil 5.33 : 4 sa MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}$ matriks alaşım tozuna ait DTA eğrisi.....	82
Şekil 5.34 : 4 sa MA'lanmış (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}$ matriks alaşımı ile (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/5\text{CeO}_2$, (c) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/5\text{Y}_2\text{O}_3$, (d) $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/5\text{La}_2\text{O}_3$ tozlarının DTA eğrileri.....	83
Şekil 5.35 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}$ malzemelerin sinter sonrası göreceli yoğunluk değerleri.....	85
Şekil 5.36 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_0,5\text{Mg}/x\text{CeO}_2$ ($x=0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) kompozit malzemelerin sinter sonrası göreceli yoğunluk değerleri.....	87

Şekil 5.37 : 4 saat MA'lanmış Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg/xY ₂ O ₃ (x=0,5 1, 2, 5 ağı.%) kompozit malzemelerin sinter sonrası göreceli yoğunluk değerleri.....	87
Şekil 5.38 : 4 saat MA'lanmış Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg/xLa ₂ O ₃ (x=0,5 1, 2, 5 ağı.%) kompozit malzemelerin sinter sonrası göreceli yoğunluk değerleri.....	87
Şekil 5.39 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg malzemelerin sinter sonrası XRD desenleri.....	88
Şekil 5.40 : 4 saat MA'lanmış Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg-/xCeO ₂ (x=0,5 1, 2, 5 ağı.%) malzemelerin sinter sonrası XRD desenleri.....	89
Şekil 5.41 : 4 saat MA'lanmış Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg/xY ₂ O ₃ (x=0,5 1, 2, 5 ağı.%) malzemelerin sinter sonrası XRD desenleri.....	89
Şekil 5.42 : 4 saat MA'lanmış Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg/xLa ₂ O ₃ (x=0,5 1, 2, 5 ağı.%) malzemelerin sinter sonrası XRD desenleri.....	90
Şekil 5.43 : Mekanik alaşımlanmamış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg malzemenin SEM görüntüsü (1000X)	90
Şekil 5.44 : 1 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg matriks alaşımının SEM görüntüsü (a) 1000X, (b) 2400X.....	91
Şekil 5.45 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg matriks alaşımının SEM görüntüsü (a) 1000X, (b) 2400X.....	92
Şekil 5.46 : 8 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg matriks alaşımının SEM görüntüsü (a) 1000X, (b) 2400X.....	92
Şekil 5.47 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg /xCeO ₂ kompozit malzemenin SEM görüntüsü (a)Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg /0,5CeO ₂ (2400X), (b) Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg/5CeO ₂ (2400X)	92
Şekil 5.48 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg /xY ₂ O ₃ kompozit malzemenin SEM görüntüsü (a)Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg /0,5Y ₂ O ₃ (2400X), (b) Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg/5Y ₂ O ₃ (2400X)	93
Şekil 5.49 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg /xLa ₂ O ₃ kompozit malzemenin SEM görüntüsü(a)Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg /0,5La ₂ O ₃ (2400X), (b) Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg/5La ₂ O ₃ (2400X)	93
Şekil 5.50 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg matriks alaşımının nokta EDS analizleri	94
Şekil 5.51 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg /5CeO ₂ kompozit malzemenin nokta EDS analizleri	95
Şekil 5.52 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg /5Y ₂ O ₃ kompozit malzemenin nokta EDS analizleri	96
Şekil 5.53 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg /5La ₂ O ₃ kompozit malzemenin nokta EDS analizleri	97
Şekil 5.54 : Mekanik alaşımlanmamış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg matriks alaşımının EDS haritalama görüntüleri.....	98
Şekil 5.55 : 4 sa MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg matriks alaşımının EDS haritalama görüntüleri.....	98
Şekil 5.56 : 4 sa MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg/5CeO ₂ kompozit malzemenin EDS haritalama görüntüleri.....	99
Şekil 5.57 : 4 sa MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg/5Y ₂ O ₃ kompozit malzemenin EDS haritalama görüntüleri.....	99
Şekil 5.58 : 4 sa MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si ₂ ,5Cu ₀ ,5Mg/5La ₂ O ₃ kompozit malzemenin EDS haritalama görüntüleri.....	100

Şekil 5.59 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg matriks alaşımlarının OM görüntüleri (a) 1 sa 200X, (b) 1 sa 1000X, (c) 2 sa 200X, (d) 2 sa 1000X, (e) 3 sa 200X, (f) 3 sa 1000X, (g) 4 sa 200X (h) 4 sa 1000X, (i) 8 sa 200X, (j) 8 sa 1000X.....	101
Şekil 5.60 : 4saat MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/xCeO ₂ (% ağı. 0,5, 1, 2, 5) kompozit numunelerin OM görüntüleri, (a) %0,5CeO ₂ , 200X, (b) %0,5CeO ₂ , 1000X, (c) %1CeO ₂ , 200X, (d) %1CeO ₂ , 1000X, (e) %2CeO ₂ , 200X, (f) %2CeO ₂ , 1000X, (g) %5CeO ₂ , 200X, (h) %5CeO ₂ , 1000X.....	102
Şekil 5.61 : 4saat MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/xY ₂ O ₃ (% ağı. 0,5, 1, 2, 5) kompozit numunelerin OM görüntüleri, (a) %0,5Y ₂ O ₃ , 200X, (b) %0,5Y ₂ O ₃ , 1000X, (c) %1Y ₂ O ₃ , 200X, (d) %1Y ₂ O ₃ , 1000X, (e) %2Y ₂ O ₃ , 200X, (f) %2Y ₂ O ₃ , 1000X, (g) %5Y ₂ O ₃ , 200X, (h) %5Y ₂ O ₃ , 1000X.....	103
Şekil 5.62 : 4saat MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/xLa ₂ O ₃ (% ağı. 0,5, 1, 2, 5) kompozit numunelerin OM görüntüleri, (a) %0,5La ₂ O ₃ , 200X, (b) %0,5La ₂ O ₃ , 1000X, (c) %1La ₂ O ₃ , 200X, (d) %1La ₂ O ₃ , 1000X, (e) %2La ₂ O ₃ , 200X, (f) %2La ₂ O ₃ , 1000X, (g) %5La ₂ O ₃ , 200X, (h) %5La ₂ O ₃ , 1000X.....	104
Şekil 5.63 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg Matriks alaşımlarının sertlik değişimi.....	105
Şekil 5.64 : 4 saat MA'lanmış ve çeşitli miktarlarda pekiştirici katılmış (x= 0,5, 1, 2, 5 ağı.%) ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/xCeO ₂ kompozit malzemelerin sertlik değerleri.....	106
Şekil 5.65 : 4 saat MA'lanmış ve çeşitli miktarlarda pekiştirici katılmış (x= 0,5, 1, 2, 5 ağı.%) ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/xY ₂ O ₃ kompozit malzemelerin sertlik değerleri.....	107
Şekil 5.66 : 4 saat MA'lanmış ve çeşitli miktarlarda pekiştirici katılmış (x= 0,5, 1, 2, 5 ağı.%) ve sinterlenmiş Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/xLa ₂ O ₃ kompozit malzemelerin sertlik değerleri.....	107
Şekil 5.67 : Sinterlenmiş Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg matriks malzemesine ait aşınma yüzeylerine ait stereo mikroskop görüntüleri (a) 0sa MA, (b) 4sa MA	109
Şekil 5.68 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş (a) Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/5CeO ₂ , (b) Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/5Y ₂ O ₃ ve (c) Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/5La ₂ O ₃ kompozit malzemelerinin aşınma yüzeylerine ait stereo mikroskop görüntüleri.....	109
Şekil 5.69 : Sinterlenmiş Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg matriks malzemesine ait aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri (a) 0sa MA, (b) 4sa MA.....	110
Şekil 5.70 : Sinterlenmiş (a) Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/5CeO ₂ , (b) Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/5Y ₂ O ₃ ve (c) Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg/5La ₂ O ₃ kompozit malzemelerinin aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri.....	110

MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMLERİ İLE ÜRETİLMİŞ Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg MATRİKSİLİ VE CeO₂, Y₂O₃, La₂O₃ PEKİŞTİRİCİLİ KOMPOZİTLERİN GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Gelişen teknoloji ile birlikte, Al ve alaşımlarının mekanik özelliklerini arttırmak amacı ile Al- esaslı metal matriks kompozit malzemelere olan ilgi artmıştır. Al-esaslı matrikse, çeşitli sert ve direngen oksit, karbür, borür ve nitrür takviyeleri yapılarak alaşımın fiziksel özellikleri bozulmadan, mekanik özellikleri geliştirilebilmekte ve geliştirilen özellikler yüksek sıcaklıklarda Al alaşımlarına göre çok daha etkili bir şekilde korunabilmektedir.

Al-esaslı metal kompozit malzemelere, partikül, kısa fiber veya sürekli fiber şeklinde çeşitli formda takviyeler yapılmaktadır. Fiberlerin üretimlerinin zor ve maliyetlerinin yüksek olması sebebi ile partikül takviyeli metal matriks kompozit malzemeler endüstriyel alanda daha fazla yer bulan malzeme gruplarıdır. SiC, Al₂O₃, TiB₂, TiN partikülleri Al esaslı metal matriks kompozitlerde sık kullanılan takviyeler olmakla birlikte, bunlar dışında da birçok oksit, karbür, borür ve nitrür takviyesi kullanılmaktadır. Partikül takviyeli kompozit malzemelerde, takviye partikülün boyutu ve şekli, sertliği ve diğer karakteristik özellikleri metal matriks kompozit malzemelerin özelliklerini belirleyen parametreler içerisinde yer almaktadır. Ayrıca, takviye partiküllerin matriks içerisinde homojen bir şekilde ve aglomere olmadan dağıtılması son derece önemlidir. Aksi takdirde, segregasyonlar barındıran metal matriks kompozit malzeme her noktada aynı özellikleri sergileyemeyecektir.

Al-esaslı ve partikül takviyeli metal matriks kompozit malzemeler çoğunlukla döküm ve toz metalürjisi yöntemleri ile üretilmektedirler. Döküm yöntemi ile üretilen söz konusu kompozit malzemelerde, özellikle mikronaltı boyutlardaki takviyeleri metal matriks içerisinde homojen olarak dağıtmak oldukça zor bir süreçtir. Ergimiş metal alaşımı içerisinde düşük boyutlardaki takviye elemanları aglomere olarak kompozit malzemenin içerisinde segregasyona sebep olurlar. Bu durum da, son ürün özelliklerinin homojen olmamasına sebebiyet vermektedir.

Toz metalürjisi yöntemi ise bir katı hal üretim yöntemidir. Tozların harmanlanması ve/veya öğütülmesi prosesini takiben, bu tozların şekillendirilmesi ve sinterlenmesini kapsayan bir üretim sürecidir. Toz metalürjisi yönteminde, partikül takviyeler döküm yönteminde olduğu gibi sıvı bir faz içerisinde olmadığından aglomere olmazlar ve böylece metal matriksli kompozit malzemenin homojenliği sağlamak döküm yöntemine göre çok daha kolay hale gelir. Ayrıca toz metalürjisi yönteminde, kompozit malzemeleri meydana getirecek tozlar arasındaki kütleli kompozisyonunun ayarlanmasının kolaylığı, son ürün özelliklerinin tekrarlanabilirliğini sağlamaktadır.

Toz metalürjisi yöntemi çatısı altında olan mekanik alaşımlama prosesi ise, tozların mekanik etki altında yüksek enerjili ortamda öğütülerek, döküm yönteminin aksine katı halde alaşım haline getirildiği bir süreçtir. Öğütme prosesi yüksek enerjili bir

öğütme ortamında gerçekleştirildiği için tozların partikül boyutlarında önemli düşüşler meydana gelmektedir. Toz boyut dağılımı mekanik alaşımlama süresi arttıkça daha dar bir aralığa sıkışır. Ek olarak, yüksek enerjili öğütme ortamında tozlar deformasyon sertleşmesine uğrarlar. Partikül boyutunun mekanik alaşımlama ile düşürülerek tozların siterlenmesi için gerekli itici güç de bu şekilde azalmış olur ve geleneksel toz metalürjisi yöntemine göre hem daha yüksek relatif yoğunluğa sahip hem de daha homojen metal matriks kompozit malzemeler elde edilir.

Bu çalışmada, mekanik alaşımlama yöntemi ile Al- esaslı partikül takviyeli metal matriks kompozit malzemeler üretilmiştir. Matriks alaşımını meydana getirecek tozlar Al- ağ.%15Si- ağ.%2,5Cu- ağ.%0,5Mg ($Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$) kompozisyonunda seçilmiştir. Silisyum ilavesi, saf halde yumuşak ve sünek bir metal olan alüminyumun sertliğini ve aşınma direncini arttırmaktadır. Alaşım içerisine bakır ilavesi ile ise alaşımı yaşlandırılabilir hale getirmektedir. Bu şekilde, $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ alaşımının mekanik özellikleri yaşlandırma prosesi sonrasında daha da artırılabilir. Magneziumun oksijen afinitesi ise alüminyumdan daha yüksek olduğu için, öğütme ortamında bulunabilecek oksijen ihtivasına karşı, ana matriks malzemesi olan alüminyumun oksitlenmesini minimize etmek için alaşıma az miktarda (%ağ. 0,5) katılmıştır. Söz konusu kompozisyona sahip alaşım, yüksek aşınma direnci ve sertlik özellikleri sergilemesinden ötürü, özellikle otomobil endüstrisinde fren diski gibi aşınma dayanımı gerektiren parçaların üretiminde kullanılmaktadır.

İlk olarak $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ kompozisyonuna sahip toz harmanı yüksek enerjili öğütme ortamında çeşitli sürelerde (0, 1, 2, 3, 4, ve 8 saat) mekanik alaşımlanmıştır. Öğütme prosesini takiben, başlangıç tozları ve mekanik alaşımlanmış takviyesiz $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ tozlarının partikül boyut ölçümleri, faz analizleri ve mikroyapı karakterizasyonları yapılmıştır. Mekanik alaşımlama süresinin artması ile birlikte partikül boyutlarında ve şekillerinde değişiklikler gözlemlenmiştir. Faz analizleri ile mekanik alaşımlama esnasında yeni bir faz oluşup oluşmadığı gözlemlenmiştir. Mekanik alaşımlama prosesleri sonucunda, tozlar arasında bir reaksiyon meydana gelmediği görülmüştür. Ayrıca, başlangıç partikül boyutlarına oranla, mekanik alaşımlamanın partikül boyutlarında ciddi bir düşüş meydana getirdiği partikül boyut ölçümleri ile görülmüş ve bu veriler tozlara ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri ile desteklenmiştir. Söz konusu deneysel çalışmalar doğrultusunda, 4 saat mekanik alaşımlanmış $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ tozlarının diğer sürelerde öğütülmüş tozlara göre daha iyi sonuçlar sergilediği görülmüştür. 4 saatlik mekanik alaşımlama süresinden sonra ise, partiküller arasında yeniden kaynaklanma başlamış ve buna bağlı olarak, ortalama partikül boyutu artmış ve partikül boyutları homojen olmayan bir dağılıma sahip hale gelmiştir. Bu sebeplerden ötürü, 4 saatlik mekanik alaşımlama süresi Al- $15Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ tozları için en uygun süre olarak belirlenmiştir. Daha sonra MMK tozlar, aynı kompozisyona sahip matriks alaşımına yapılan çeşitli takviyeler ile 4saat süresince mekanik alaşımlanarak üretilmişlerdir.

MMK malzemelerde takviye elemanı olarak çeşitli oranlarda (%ağ. 0,5, 1, 2 ve 5) CeO_2 , Y_2O_3 ve La_2O_3 kullanılmıştır. Bu şekilde, hem farklı oranlarda takviye miktarlarının hem de farklı takviye malzemelerinin $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ alaşımının fiziksel ve mekanik özelliklerine etkileri araştırılmıştır. 4 saat mekanik alaşımlanan söz konusu tozlara daha sonra, ortalama partikül boyutu ve şekli, faz analizleri ve mikroyapı karakterizasyonları yapılmıştır. Takviye malzemesi çeşidi ve oranının ortalama partikül boyutlarına ve partikül şekillerine önemli bir etkisi olmadığı görülmüştür. Ayrıca, yapılan X-Işımları Difraksiyonu faz analizleri sonucunda, takviye tozlar ile matriks malzeme arasında herhangi bir reaksiyon olmadığı görülmüştür.

Başlangıç tozlarının ve mekanik alaşımlanmış tozların karakterizasyonu, mekanik alaşımlamanın partikül boyutları ve şeklinde olumlu değişiklikler meydana getirdiğini ortaya koymuştur. Ek olarak, mekanik alaşımlama neticesinde malzeme bünyesindeki kalıntı gerilme miktarının artması ile tozların deformasyon sertleşmesine uğradığı görülmüştür.

Başlangıç toz harmanı ve mekanik alaşımlanmış tozlar üzerinde daha sonra termal analizler gerçekleştirilmiştir. Tozlara uygulanan termal enerji sonucu elde edilen DTA eğrileri mekanik alaşımlama ile, başlangıç tozlarında 655°C’de görülen endotermik pikin 577 °C’ ye kadar ötelenendiğini göstermiştir. Bu endotermik reaksiyonun teşekkül ettiği sıcaklık Al- Si ikili faz diyagramındaki ötektik sıcaklığa denk gelmekte olup, bu ötelenmenin mekanik alaşımlamanın 1 saatlik yüksek enerjili öğütme sonunda bile gerçekleştiğini görülmüştür. Ek olarak, yaklaşık 521°C’ de endotermik bir pik daha görülmüştür. Bu pikin de Al₂Cu fazına ait olduğu saptanmıştır. Takviyeli tozlar ile takviyesiz tozlara ait DTA grafiklerinde ise önemli bir fark gözlemlenmemiştir. Ayrıca DTA grafiklerine bakılarak, sinterlenme sıcaklığı 570°C olarak belirlenmiştir. Sinterleme mekanizmasının ise sıvı faz sinterleme olacağı 521°C’ de teşekkül eden endotermik pikten anlaşılmıştır.

Sonraki proses adımı olarak tozlar tek eksenli soğuk presleme tekniği ile 450 MPa basınç altında preslenmiştir. Preslenen numunelerin görünür yoğunlukları ölçüldükten sonra, bağlayıcı uçurma fırınında bünyelerindeki stearik asit, Argon atmosferinde 2 C/dakika ısıtma hızı ve 400°C’ de 2 saat bekletilerek uçurulmuştur. Bağlayıcı giderme prosesinden sonra ise, preslenmiş numuneler Argon atmosferinde 570°C’ de 2 saat bekletilerek sinterlenmişlerdir.

Bir sonraki adımda sinterlenen numunelerin gerçek yoğunluk ölçümleri yapılmıştır. Yapılan yoğunluk ölçümleri, numunelerin göreceli yoğunluklarının takviyesiz Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg alaşımında %95-99 arasında, takviyeli Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg kompozitlerde ise % 90-99 arasında seyrettiğini göstermiştir. Sinterlenen ürünlerde gerçekleştirilen, faz analizleri ve mikroyapı karakterizasyonları esnasında, sinterleme sonrasında malzemelerde Al₂Cu fazı olduğu saptanmıştır. Ayrıca, öğütülmemiş ve mekanik alaşımlanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg numunelerin mikroyapıları arasında önemli mikroyapı farkları gözlemlenmiştir. Gerek optik mikroskop gerekse de taramalı elektron mikroskobu görüntülerinde mekanik alaşımlanmamış malzemede derin çatlak ve poroziteler göze çarparken, mekanik alaşımlama ile birlikte Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg malzemelerin homojen ve porozitelerden arınmış bir mikroyapıya geçiş yaptığı görülmüştür. Kompozit malzemelerde, takviye miktarı ve çeşidinin mikroyapıda yeni fazlar meydana getirmediği görülmüştür.

Sinterlenmiş bu numunelere daha sonraki adımda mikrosertlik ve aşınma testlerini kapsayan mekanik testler yapılmıştır. Mikrosertlik değerleri ve aşınma testleri sonucunda meydana gelen kayıp malzeme miktarları kompozit malzemelerde olumlu yönde değişimler göstermiştir. Mekanik alaşımlanmamış harmanlanmış, sinter ürünlere göre kompozit malzemelerde mikrosertlik değerleri yaklaşık 2,5 kat artan değerlere ulaşırken, diğer yandan aşınmaya bağlı kütle kaybı ise %65’lere kadar azalmıştır.

Sonuç olarak, Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg esaslı, çeşitli oranlarda CeO₂, Y₂O₃ ve La₂O₃ partikül takviye içeren metal matriks kompozit tozlar, hedeflendiği şekilde iyi fiziksel ve mekanik özellikler göstermiş ve homojen mikroyapıya sahip ürünler halinde üretilmişlerdir.

**DEVELOPMENT AND CHARACTERIZATION OF Al₁₅Si_{2.5}Cu_{0.5}Mg
BASED AND CeO₂, Y₂O₃, La₂O₃ REINFORCED COMPOSITES
SYNTHESIZED BY MECHANICAL ALLOYING**

SUMMARY

Technological development in this era has never been as fast as before throughout history. This technological motion brings new material requirements for keeping pace with this fast development. At this point, the interest have been focused on the composite materials which can shelter different material properties within. Composite materials can be formed from different combinations of countless materials. This advantage simplifies the production of materials which need to answer the necessary and specific features differing with application fields.

Metal matrix composite materials are the subgroup of composite materials. Metallic materials are used to form the matrix and mostly ceramics are used to form the reinforcements in the metal matrix composite materials. So that, metal matrix composites combine the ductility and the strength of metals with the hardness and the high temperature resistance of ceramics.

Aluminum and its alloys are used at the fields like aviation and aerospace technologies in which low density is a significant requirement. These materials also perform high corrosion resistance, high ductility and strength, high wear resistance (especially in Al-Si alloys). Additionally, aluminum and their alloys are recyclable materials and they are also cheaper from titanium, magnesium and their alloys. These reasons expand the application fields of aluminum and its alloys from transportation to food industry. High temperature resistance is one the most vital feature in some applications like aerospace field. So it is necessary to develop materials which must withstand this conditions. In connection with this example, the research and development studies have been focused on Al-based metal matrix composites rather than Al-alloys since the developing technology needed to be taken into account in materials science and engineering. Oxides, borides, carbides, nitrides and even silicides are added as reinforcements into the metal matrix to develop the mechanical properties of the metal matrix composites. These reinforcements significantly provides especially high hardness and wear resistance to the metal matrix composites compared with Al and its alloys. These advanced properties are also protected easily at higher temperatures.

Radius/Length ratio detects the type of the reinforcements used in metal matrix composites. Particulate, short fibres and continuous fibres are different form of reinforcements added into the metal matrix composites. Short or continuous fibers are hard to product and they are more expensive than particulate reinforcements. So particulate metal matrix composites find more area in industrial applications rather than fiber reinforced metal matrix composites. SiC, Al₂O₃, TiB₂, TiN are some of the most used reinforcements in metal matrix composites.

Particulate size and shape, hardness and the other characteristic features of the particulate reinforcements affect directly to the mechanical and physical properties of the metal matrix composite materials. And also it is very important to disperse the reinforcement homogeneously in the metal matrix with no agglomeration. Otherwise, a matrix in which segregations exist will not perform same properties in all its points. Al-based metal matrix composites are mostly produced with casting and powder metallurgy techniques. It is hard to obtain homogeneous metal matrix composites produced with traditional casting. Especially sub-micron sized particulates tend to agglomerate in the molten metal at the production of metal matrix composites with traditional casting technologies. So the final products usually have an unhomogeneous microstructure when they are produced with liquid state processing methods.

On the contrary to liquid state processing methods, powder metallurgy is a solid state processing method. Mixing and/or milling of the powders is the first process step of powder metallurgy. Compaction of the mixed and/or milled powders is the following step of the process. Generally, sintering of the compacted samples is the final step of this method. Sometimes, secondary shaping methods like cold rolling, extrusion are applied on the sintered samples to form the final shape of the products. The particulate reinforcements are found in a solid state matrix during this process rather than traditional casting technologies. Accordingly, unhomogeneous microstructures are not seen at the metal matrix composites synthesized with powder metallurgy method. In addition to the homogeneous microstructure, it is easier to mix the powders at the same chemical composition in mixing step which is also an increasing factor for the reproducibility of the final products.

Mechanical alloying is a high energy ball milling technique under powder metallurgy. In difference with casting methods, alloying occurs in solid state like in all powder metallurgy techniques during mechanical alloying. The required energy for the solutionizing of the elemental powders within each other are provided from the high mechanical energy effect. Particle dimensions dramatically decrease with high energy ball milling process of the powders. Also the particle size distribution becomes more narrow with increasing mechanical alloying time. Overmore, powders are exposed to high deformation which causes deformation strengthening. Besides, crystalline sizes of the powders significantly reduce like particulate size with increasing mechanical alloying time. The reduction at the crystalline sizes decreases the driving force for the sintering process. Subsequently, relative densities of the sintered samples show higher values when they are compared with the samples produced with traditional powder metallurgy methods.

In this study, Al-based particulate reinforced metal matrix composites are synthesized with mechanical alloying technique. Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg matrix alloy is formed from Al, Si, Cu and Mg elemental powders. Silicon is added to the alloy system to increase the hardness and the wear resistance of the soft aluminum metal. Because of Al-Si-Cu alloys are age hardenable materials, copper is added to the composition to advance the mechanical properties of the products with age hardening. Magnesium is an element, of which the oxygen affinity is higher than aluminum. Accordingly, a small amount of magnesium is added to the powder mixture to minimize the oxidation of aluminum for a possibility of an oxygen presence during mechanical alloying. Al-Si-Cu-Mg alloys are commonly used in automobile industry at the parts like brake discs which hardness and wear resistance are needed.

In the first step, Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg powder mixture is mechanically alloyed for 0, 1, 2, 3, 4 and 8 hours in a high energy ball milling environment. Powders are poured into the milling vials in the Glove Box under Argon atmosphere and also the vials are

opened in here after milling process. Following the milling process, particle size analysis, phase analyses and microstructural characterizations of the unmilled and milled Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg powders are conducted. Phase analyses showed that there was no chemical reaction between the particles during mechanical alloying. Additionally, in comparison with the micron sized unmilled powders, average particle sizes of the milled powders were under micrometer. Particle sizes of the milled powders were supported and particle shapes were observed with scanning electron microscope analysis. Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg milled for 4 hours showed better results including particle size, particle shape and microstructure rather than other powders milled for different durations. Rewelding between particles after 4 hours mechanical alloying was detected during scanning electron microscope analyses. Accordingly, 8 hours milled powders exhibited higher average particle size and unhomogeneous particle size distributions. Therefore, powders mechanically alloyed for 4 hours are selected for fixed milling time of the reinforced composite powders.

Mechanically alloyed powders are opened under Argon atmosphere in Glove Box and poured into heptan. 2 wt. molten paraffin wax embed into the heptan- powder solution later. Afterwards, heptan was evaporated at normal atmosphere conditions. Surface area of the milled powders dramatically increases with reduced particle size after high energy ball milling. This phenomenon increases the oxygen affinity of aluminum based powders. Paraffin wax covered the particle surfaces and minimized the contact of the powders with oxygen.

Different amounts of CeO_2 , Y_2O_3 ve La_2O_3 powders (%wt. 0,5, 1, 2 ve 5) were reinforced into Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg powders mixture. In this way, the effect of different reinforcement materials and different amounts of reinforcements to the mechanical and physical properties of Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg alloy were examined. Particle size analyses, phase analyses and microstructural characterizations were performed on 4 hours mechanically alloyed composite powders next. There was not seen any important effect of reinforcements and their amounts, to the particle sizes and shapes. Additionally, phase analyses showed that not any new phases formed between reinforcements and alloying element during mechanical alloying.

The various analyses and characterization of the milled and unmilled powders revealed that mechanical alloying has a highly positive effect on powders. Furthermore, the increasing residual stress in the powders with increasing mechanical alloying time indicates a deformation strengthening mechanism.

Thermal analyses were conducted on the unmilled and milled powder mixtures. DTA analyses showed an endothermic peak belonging to unmilled powders nearly at 655 °C which is the melting temperature of aluminum. In a comparison with the unmilled powders, endothermic peak shifted to nearly 577 °C at the temperature where Al- Si point is. This endothermic peak belonging to the eutectic point of Al- Si, was seen even at the powders milled for 1 hour. This means, mechanical alloying is actualized even if in a 1 hour milling time. Additionally, a smaller endothermic peak was also seen at nearly 521 °C on DTA curves. It was considered that this endothermic peak was belonging to Al_2Cu melting phase. DTA curves showed no remarkable difference between reinforced and unreinforced powders. Sintering temperature was detected at 570 °C and it had been seen that the sintering mechanism would be liquid phase sintering because of the endothermic peak at 521 °C.

After thermal analyses, powders were compacted at 450 MPa with a single action cold press. After measuring the apparent densities of the compacted samples, stearic acid was removed out from the sample under Argon atmosphere at 420 °C with a 2 °C/minute heating rate and 2 hours hold time. After removal of the stearic acid, samples

were sintered under Argon atmosphere at 570 °C, with a 5 °C/minute heating/cooling rate and 2 hours hold time. After sintering process there was no remarkable dimensional change at the sintered samples.

Relative densities of the sintered powders were measured at the next step. Measured densities showed that, unreinforced Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg powders reached up to %95-95 of the theoretical density. Additionally, reinforced Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg powders reached up to %90-99 of the theoretical densities of the composites. Phase analyses and microstructural characterizations revealed that, Al_2Cu was formed during sintering process. There were significant differences between the microstructures of unmilled and milled samples. Both the optical microscope and scanning electron microscope images showed that there were many deep and wide cracks and porosities on the unmilled sample surface. Milled sample microstructures exhibited a homogenous and the surface was lack of cracks and porosities. No remarkable effect of the reinforcement materials or amounts was noticed compared with unreinforced samples. The final step of the experiments was mechanical tests including microhardness and wear tests. Microhardness and wear tests showed that, increasing mechanical alloying time and reinforcement amount makes positive effects on the mechanical properties of the sintered samples. Microhardness values of the metal matrix composites reached up to 2,5 times higher unmilled sintered samples. And also, weight loss during the wear test of the composite samples reached down to %65 smaller from the unmilled sintered samples.

As a result, Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg based CeO_2 , Y_2O_3 ve La_2O_3 reinforced metal matrix composites are synthesized with a homogenous microstructure. Additionally, Al15Si2,5Cu0,5Mg-5 CeO_2 , Al15Si2,5Cu0,5Mg-5 Y_2O_3 and Al15Si2,5Cu0,5Mg-5 La_2O_3 exhibited the best mechanical properties.

1. GİRİŞ

Malzeme teknolojisi son yıllarda, tarihte hiç olmadığı kadar hızlı bir gelişim ve değişim süreci içine girmiştir. Buna bağlı olarak Malzeme Bilimi, malzemelerin potansiyel kullanılabilirlik alanlarını keşfetme amacı taşıdığı için, hiç olmadığı kadar önemli bir bilim dalı haline gelmiştir [1-3]. Diğer bir deyiş ile, mühendislik malzemelerinin endüstriyel teknolojideki gelişmelere ayak uydurabilmesi için, yeni malzemelerin geliştirilmesi gerekmektedir [1-3]. Bu amaçlar bağlamında, metal matriks kompozit (MMK) malzemeler, havacılık ve uzay teknolojilerinde kullanılmak üzere, yüksek sertlik, yüksek sertlik/elastik modül ve düşük yoğunluklu malzeme elde etme amacı sonucunda üretilmiş ve geliştirilmişlerdir [1-3].

MMK malzemelerin geniş uygulama alanlarındaki kullanım potansiyeli, ürün özelliklerini geliştirmek adına yaklaşık son 20 yıldır MMK üretimi odaklı birçok üretim tekniğinin gelişmesine sebep olmuştur [3,4]. Söz konusu üretim teknikleri ile, geniş yelpazedeki matriks malzeme (alüminyum, titanyum, nikel ve demir) ile ikincil faz partiküllerini (borürler, karbürler, nitrürler, oksitler) biraraya getiren birçok yeni MMK malzeme üretilmiştir [4,5].

MMK malzemeler ilk olarak 1960'larda, gelişmiş askeri sistemlerin, malzeme gelişimine kazandırdığı ivmelendirme ile ortaya çıkmıştır [3-5]. 1980' lerde ise özellikle süreksiz takviyeli MMK malzemelerin araştırılması ve geliştirilmesine yönelik çalışmalar hız kazanmıştır [4-6]. Bu yoğun çalışmaların sonucu olarak son 30 yılda, MMK malzemeler ticari olarak geniş uygulama alanları bulmuşlardır. Yüksek yapısal yeterlilik, aşınma dayanımı ve ilgi çekici termal ve elektriksel karakteristikleri, MMK malzemelerin karayolu taşımacılığı (otomobil ve raylı sistemler) ve havacılık gibi çok önemli teknoloji alanlarında kullanımının önünü açmıştır [6]. MMK malzemeler, fiziksel ve mekanik özellikleri mükemmel bir şekilde yapılarında dengeleyen malzemelerdir [6].

Sürekli takviyeli MMK malzemeler, süreksiz takviyeli MMK malzemelere göre daha yüksek spesifik mukavemet sergilerler ve üretimleri çok daha özel ve zordur [3]. Ek

olarak, fiberlerin üretimleri oldukça maliyetlidir. Bu grup MMK malzemeler genellikle ekstüzyon gibi birçok durumda ürünü nihai şekli getirmek için gerekli ikincil şekillendirme proseslerine izin vermezler. Bu durum, sürekli takviyeli MMK malzemelerin endüstriyel uygulamalarını kısıtlayan bir faktördür. Söz konusu kısıtlamalardan dolayı, süreksiz takviyeli MMK malzemeler üzerindeki ilgi son yıllarda oldukça artmıştır [3].

Süreksiz takviyeli MMK malzemeler, sürekli takviyeli MMK malzemeler kadar iyi yapısal özellikler sergilemezler [7]. Süreksiz takviyeli MMK malzemelerin ilgi çekici olma sebepleri olarak, (a) uygun maliyetlerde ve geniş yelpazede takviye malzemesi seçim imkanı, (b) tekrarlanabilir yapıda ve özelliklerde MMK malzemesi üretimi imkanı, (c) üretim methodlarının standardize olması; olarak gösterebilir. Süreksiz takviyeli MMK malzemeler, partikül, visker veya kısa fiber takviyelerini içerebilirler [8]. Diğer bir deyişle, süreksiz takviyeli MMK malzemelerin üretimi kolay, maliyeti düşük ve özellikleri izotropiktir. MMK malzemelerin özellikleri, takviye malzemesinin partikül boyutu, partikül şekli ve hacimsel fraksiyonu ile ilişkilidir [4]. Çünkü, takviye malzemesine ait söz konusu özellikler, matriks ve takviye arayüzey ilişkisini belirleyen özelliklerdir. MMK malzemelerde optimum mekanik özellikler, ince ve termal olarak kararlı seramik takviyelerin, metal matrikse homojen bir şekilde dağıtılması ile elde edilmektedir [4].

Uzun süredir, alüminyum alaşımları MMK malzemelerde matriks elemanı olarak, hem araştırma ve geliştirme alanında hem de endüstriyel uygulamalarda kullanılmaktadırlar.

Alüminyum alaşımları iyi mekanik ve tribolojik özellikler sergilerler [9]. Ancak Al esaslı MMK malzemelerde, alüminyumun matriks elemanı olarak kullanılmasının en büyük sebeplerinden birisi alüminyumun düşük yoğunluğudur. Düşük yoğunluk, birçok uygulama alanında aranan ilk yapısal özelliktir. Ayrıca, gene düşük yoğunluğa sahip malzemeler olan magnezyum (Mg) ve titanyum (Ti) ile kıyaslandığında, alüminyum daha ucuzdur. Bu sebepler alüminyumun, otomotiv endüstrisinden havacılık endüstrisine birçok alanda geniş kullanım alanı bulmasını sağlamaktadır [9,10]. MMK malzemeler içerisinde en sık kullanılan matriks malzemesi Al ve alaşımlarıdır [2]. Al esaslı MMK malzemelerde matriks malzemesi olarak en çok kullanılan alaşımlar, Al- Cu- Mg ve Al- Zn- Mg- Cu gibi yaşlandırılabilir Al esaslı alaşımlardır. SiC, Al₂O₃ gibi seramik partiküller, alüminyum esaslı MMK

malzemelerde sık kullanılan partikül takviyeleridir. Hem takviye malzemesi hem de yaşlandırma prosesi sonucu Al esaslı MMK malzemelerde yüksek sertlik ve aşınma dayanımları elde edilebilmektedir [10].

MMK üretiminde en sık kullanılan üretim tekniği döküm yöntemidir [11-14]. Matriks ve takviye malzemesini oluşturacak partiküller uygun oranlarda harmanlanarak, uygun bir yöntemle ergitilir. Ergitilen sıvının daha sonra dökümü gerçekleştirilir. Takviye partiküllerin, sıvı haldeki matriks içerisinde homojen olarak dağıtılabilmesi için, takviye partiküller kalıba dökülmeden önce çeşitli yöntemler ile karıştırılır. Ancak, özellikle nanoboyutlardaki seramik partikülleri, sıvı haldeki metal matriks içerisinde homojen olarak dağıtmak kolay bir proses değildir. Seramik partikülleri, matriks içerisinde homojen olarak dağıtmanın en iyi yolu, toz metalürjisi (T/M), mekanik alaşımlama gibi katı-hal MMK üretim methodlarıdır [11-15].

T/M yöntemi, matriks ve takviye malzemelerini oluşturacak olan tozların karıştırılmasını takiben, aynı tozlara presleme ve sinterleme proseslerinin gerçekleştirildiği bir katı hal üretim prosesidir [9]. T/M yöntemi sıvı faz üretim proseslerinden daha düşük sıcaklıklarda seyreden bir prosestir. Daha düşük sıcaklıkta gerçekleştirilen proses sayesinde, matriks ve takviye malzemeler arasındaki olası istenmeyen tepkimelerin önüne geçilir. Böylece, homojen mikroyapıya sahip ürünler elde edilir [9]. Diğer bir deyişle, toz metalürjisi (T/M) yönteminde, döküm tekniklerinde karşılaşılan sınırlamalar ve kusurlar ile karşılaşmaz. Toz metalürjisi teknikleri, enerji tasarruflu bir proses olması, düşük anizotropi, otomasyon kolaylığı ve geniş yelpazede malzeme seçilebilirliği gibi avantajları ile birçok mühendislik uygulamalarında kullanılmaktadırlar [16].

T/M prosesi, çok yönlü ve ekonomik bir proses olmasından ötürü, Al esaslı MMK malzeme üretiminde sıklıkla kullanılan üretim tekniklerinden birisidir [9]. T/M yönteminde alüminyum tozları ilk kez 1930 yıllarında Dr. Tokushici Mishima tarafından Tokyo Imperial Üniversitesi'nde Al-Ni-Fe (ALNICO) alaşımı üretiminde kullanılmıştır [17]. T/M yöntemi ile üretilmiş Al alaşımları bağlantı çubukları, şaft, silindirik mil yatakları, valf yatağı gibi birçok otomobil parçasında kullanılmaktadır [18,19].

Mekanik alaşımlama (MA) yöntemi ile üretilen Al alaşımları, geleneksel toz metalürjisi yöntemleri ile elde edilen Al esaslı alaşımlara göre daha iyi yapısal

özellikler gösterirler [18]. Bunun sebebi ise, mekanik alaşımlama sonucunda partikül ve tane boyutlarında meydana gelen düşüştür [19]. Mekanik alaşımlama esnasında, meydana gelen deformasyon sertleşmesi ve takviye seramik partiküllerin mikronaltı boyutlarda düzenli ve ince şekilde matriks içerisinde dağıtılması, MA alaşımlama yöntemi ile üretilen Al esaslı MMK malzemeleri üstün kılan sebeplerdir [20].

MA, 1966 yılında John S. Benjamin ve arkadaşları tarafından, Uluslararası Nikel Şirketi (INCO)'ya ait Paul D. Merica Araştırma Laboratuvarı'nda geliştirilmiş bir toz üretim ve sentezleme, süreç ve tekniğidir. Bu teknik, harmanlanmış elementel toz karışımlarından, homojen malzemelerin sentezini mümkün kılmaktadır [15]. MA tekniği ve süreçleri, gaz türbin uygulamaları için nikel esaslı süperalaşımları üretmek için yapılan uzun araştırmaların sonucunda ortaya çıkmıştır. Nikel esaslı süperalaşımların yüksek sıcaklık mukavemetini arttırmak için, bu yönde yapılan oksit takviyeler sonucu mekanik alaşımlama prosesi ile üretilmiş ilk MMK malzeme ortaya çıkmıştır [15].

MA, partiküllerin yüksek enerjili öğütme ortamında birbiri ile soğuk kaynaklanması, kırılması ve tekrar kaynaklanması süreçlerini içeren bir katı hal toz proses tekniğidir [21]. Harmanlanan elementel toz karışımları, paslanmaz çelik, volfram karbür gibi öğütme kaplarına, öğütme kabı ile aynı malzemedan meydana gelen öğütme topları ile birlikte konulurlar. Özellikle sünek karakterli tozların yüksek enerjili öğütme ortamında fazla miktarda soğuk kaynaklanmaması ve iri partiküller meydana getirmemesi gereklidir. Bu amaçla öğütme kabına harmanlanmış toz kütlesinin % 2-5'i kadar yağlayıcı katılır. Yüksek mekanik enerjinin etkisi ile tozlar arasındaki alaşımlama işlemi meydana gelir [15]. 10-200 nm arasındaki tane boyutuna sahip birçok nanoyapılı malzeme mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilebilmektedir [21]. MA prosesi ile elde edilen bu partiküller yoğun plastik deformasyona maruz kalmış olup, dislokasyon sertleşmesine uğrarlar [22].

Mekanik alaşımlanmış tozların, sinterleme prosesinden önce preslenerek kompakt hale getirilmesi gereklidir. Yetersiz presleme basıncı, uygun olmayan partikül boyut dağılımı ve/veya şekli preslenmiş malzeme bünyesinde yüksek miktarda gözenek kalmasına sebebiyet verebilir. Bu durumda pariküller arasındaki mesafe artacağından sinterleme sonrası gerçek yoğunluk değeri uygun bir sinterleme rejimine rağmen düşüş istenilen seviyeye gelmeyebilir. Kısacası presleme kademesi son ürün özelliklerini direkt etkileyen bir proses kademesidir [23].

Sinterleme prosesi ise, eğer ürüne sinterlemeden sonra ikincil şekillendirme işlemi (ektrüzyon, soğuk işlem gibi) yapılmayacaksa, nihai ürün özelliklerinin elde edildiği proses adımıdır. Presleme kademesinde birbirine fiziksel olarak bağlanan partiküller, sinterleme prosesinde yüksek termal ve/veya basınç altında birbirine kimyasal olarak bağlanırlar. Bu arada malzeme bünyesindeki poroziteler de difüzyona bağlı olarak azalır veya neredeyse tamamen yok olur. Böylece, malzemenin mekanik özelliklerinde ve yoğunluğunda artış meydana gelir. Kısacası, nihai ürün özelliklerinde gerek presleme gerekse de sinterleme kademesi önemli etkilerde bulunan proses adımlarıdır [16,24].

1.1 Tezin Amacı

Bu yapılan çalışmanın amacı yukarıda bahsedilen üretim kademelerini takip ederek mekanik alaşımlama tekniğinin Al- ağ.%15Si- ağ.%2,5Cu- ağ.%0,5Mg alaşım matriksi esaslı kompozit malzemelere olan etkilerinin incelenmesidir. Bu çalışmada ayrıca pekiştirici miktarının değişiminin ve kullanılan farklı bileşimlerin yapıya etkisi incelenmiştir. Alüminyum, silisyum, bakır ve magnezyum üretilecek kompozitlerde yapı malzemesi olarak kullanılmıştır. Bu oluşturulan matris malzemesine yine genel olarak kullanılan bir pekiştirici türü olan CeO_2 , Y_2O_3 ve La_2O_3 ilavesi ve bu pekiştirici miktarlarının değişiminin etkileri incelenmiştir. Çeşitli karakterizasyon teknikleri uygulanarak tozların farklı mekanik alaşımlama ve kompozisyonları incelenmiş daha sonra sinterlenmiş numunelere karakterizasyon çalışmaları yapılarak üretilen malzemede elde edilen özellikler karşılaştırılmıştır.

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

2.1 Kompozit Malzemelerin Genel Özellikleri

1960 yıllarında polimer matriksli kompozitlerin üretiminden sonra, kompozit malzemelerin endüstri ile ilişkisi başlamıştır. Bu gelişmeyi takiben, kompozit malzemeler otomobil parçalarından, havacılık ve deniz taşıtlarına kadar geniş kullanım alanı bulan mühendislik malzemeleri haline gelmişlerdir [25].

Kompozit malzeme, iki veya daha çok malzemenin özelliklerini tek bir malzemede birleştirmek amacı ile üretilen malzeme grubudur [26]. Kompozit malzemeler, matriks ve takviye fazı olmak üzere en az iki ayrı fazdan oluşurlar [27].

Kompozit malzemelerin özellikleri aşağıdaki etkenlere bağlıdır [28],

- Matriks fazının özellikleri
- Takviye fazının özellikleri
- Matriks ve takviye fazın bağlanma derecesi

Kompozit malzemelerin özellikleri, matriks ve takviye malzemesinin fiziksel ve mekanik özellikleri dışında, takviye fazın geometrisine ve matriks içerisindeki dağılımına bağlıdır. Diğer bir önemli parametre ise, takviye malzemesinin hacimsel fraksiyonudur [27]. Sürünme dayanımı yüksek ve dispersiyonla sertleştirilmiş kompozitlerde, takviye malzemesinin hacimsel fraksiyonu genellikle %15'i geçmemektedir. Böylece, matriks fazının özellikleri de korunabilmektedir [29].

Genellikle, takviye fazı, matriks fazından daha direngendir [27]. Takviye fazının dağılımı, kompozit malzemenin homojen veya homojen olmayan özellik sergilemesine sebep olur. Homojen olmayan kompozit malzemede, gerilmenin yoğun olduğu bölgeler bulunmakta olup, hasar olasılığı daha yüksektir. Takviye malzemesinin geometrisi ve oryantasyonu da sistemin anizotropisini etkileyen bir faktördür [26, 27]. Örneğin, yüksek mukavemetin ve sertliğin tek yönde elde edilmek

istendiđi, diđer bir deyişle, anizotropik mekanik özelliklerin sağlanmak istendiđi kompozit malzemelerde yönlendirilmiş sürekli fiberler kullanılmaktadır [29].

Matriks, kompozit malzemenin sürekli faz adı verilen kısmını meydana getirir. Matriks fazı, metalik, seramik veya polimer olabilmektedir. Sürekli faz olarak matriks, takviye fazlarının etrafını sarar ve dış ortam ile ilk teması kuran faz bölgesidir. Genellikle, matriks fazı takviye fazı kadar rijit olmadığı için, matriks fazından dış kuvvetlere veya yüklere karşı çok yüksek dayanım göstermesi beklenmemektedir. Matriks fazının en önemli görevi, dışarıdan gelen yükleri veya kuvvetleri takviye fazına iletmeğdir [29].

Özet olarak matriks fazının görevleri şunlardır [25],

- Yüğü takviye fazına iletmesi,
- Kompozit malzemenin şeklini ve yüzey kalitesini belirlemesi,
- Takviyeyi kimyasal ve mekanik etkilerden koruması,
- Takviye fazını bağlayarak, fiber gibi takviyelerin rahatça yük taşıma görevini yerine getirmesidir.

Takviye fazının görevleri ise şunlardır [29],

- Kompozit malzemeye, mukavemet, sertlik ve diđer yapısal özellikleri kazandırması,
- Kullanılan takviye malzemesine göre kompozit malzemeye iletkenlik veya yalıtkanlık özelliđi kazandırması,
- Matriks fazının transfer ettiđi yük veya kuvveti karşılaması,
- Çatlak ilerlemesini yavaşlatması veya durdurması, şeklinde sayılabilir.

Kompozit malzemeleri sınıflandırırken; matriks fazının tipine (metal, seramik, polimer) ve takviye fazın tipine (partikül, kısa fiber, visker, sürekli fiber) bakılır [26].

Metal matriks kompozitlerin (MMK) en sık kullanım alanı otomotiv endüstrisi olup, metal matriks (Al, Mg, Cu, vb.) ve oksit, borür, karbür gibi inorganik takviyelerden oluşan kompozit malzeme gurubudur [30].

Seramik matriks kompozitler (SMK), en çok yüksek sıcaklık gerektiren ortam şartlarında kullanılmak üzere üretilirler. Matriks fazı seramik malzemeden meydana

gelmektedir. Silisyum karbür ve bor nitrür, kısa fiber veya visker formunda en sık kullanılan takviye malzemeleridir [31].

Polimer matriks kompozitler (PMK) ise kompozit malzemeler grubunda en sık kullanılan malzeme gurubudur. Matriks fazı termoset, termoplastik veya elastomer tipi polimerik malzemedan meydana gelebilir[26].

2.1.1 Metal matriks kompozit malzemeler (MMK)

Metal matriks kompozit malzemeler (MMK), genellikle seramik sert ve direngen ikincil fazlar ve/veya pekiştiricilerin sünek ve tok ana metal ve/veya alaşım matriksinin içerisinde homojen bir şekilde dağıtılması sonucu üretilen malzemelerdir [26, 31-37]. Diğer bir deyişle, MMK malzemeler metalik özellikler (süneklik ve tokluk) ile seramiklere has özellikleri (yüksek mukavemet ve modül) birleştirerek aşağıda sıralanan avantajları sergileyebilirler [26, 31-37]:

i) Ana matriks metali veya alaşımına kıyasla, daha yüksek çekme ve basma mukavemeti, ii) Aşınma dayanımı, iii) Düşük termal genleşme katsayısı, iv) Yüksek termal ve elektriksel iletkenlik, v) Agresif ortamlara dayanım, vi) İyi darbe ve erozyon dayanımı, vii) İyi yorulma ve kırılma mukavemeti, viii) Yüksek kullanım sıcaklıkları, ix) Geniş alanda malzeme seçebilme esnekliği.

MMK malzemelerin en belirgin bazı dezavantajları ise [38]:

i) Düşük süneklik ve tokluk, ii) Geri dönüştürme problemi, iii) Düşük maliyet ile yüksek hacim ve ikincil prosese uygun malzeme üretilebilmenin geliştirilmesi gerekliliği, iv) Tasarım verilerinin azlığı, v) Matrikse ilave edilen takviyelerin yüksek maliyet getirisi .

Metal matriks kompozit malzemeler de diğer bütün kompozit malzemeler gibi fiziksel ve kimyasal olarak en az iki ayrı fazdan oluşan ve herbir fazın özelliklerini bünyesinde bulunduran kompozit malzeme gruplarıdır [30]. MMK malzemeler uzun zamandan beri teknolojik öneme sahip olan malzemelerdir. Örneğin birçok eski uygarlıkta, metalik ve metalik olmayan malzemelerin dövme prosesi ile plakalar halinde elde edildiği yapı malzemelerinin kullanıldığı bilinmektedir (Muhly, 1988). Grafitli dökme demir, yüksek karbonlu çelikler veya WC/Co gibi sermetler de MMK malzemelere örnek olarak gösterilebilecek malzemelerdir [39].

MMK malzemelerin asıl gelişimi 1960’larda alüminyum ve bakır matrikse bazı sürekli fiberlerin (tungsten, bor, vb.) takviye edilmesi ile başlamıştır [26].

1980’lerde ise süreksiz takviyeli MMK malzemelerin gelişimi başlamıştır. Özellikle partikül veya kısa fiber takviyeli (Al_2O_3 , SiC , vb.) Al-esaslı kompozit malzemeler bu yıllarda geliştirilmiştir [26].

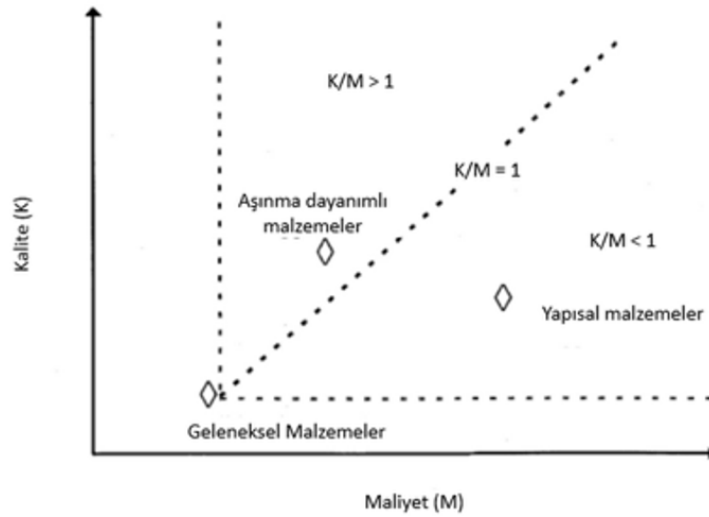
Düşük maliyet ve iyi malzeme özelliklerinin birleştirilmesi sonucu süreksiz takviyeli Al esaslı MMK malzemeleri birçok ticari ve teknolojik alanda ilgi çekici hale getirmiştir [38].

Metal matriks kompozit malzemeler, düşük yoğunluklu matriks malzemelerinin kullanıldığı malzemelerin geliştirilmesi ile otomotiv ve taşımacılık gibi teknoloji alanlarında çok daha geniş kullanım alanları bulmuşlardır. Gerek hafif ulaşım araçlarında (otomobil, motorbisiklet, vb.), gerekse de ağır ulaşım araçlarında (kamyon, demiryolu taşıtları, otobüs, vb.) kısmi fiber takviyeli pistonlar, partikül takviyeli fren diskleri ve hibrit takviyeli krank milleri kullanım alanları bulan MMK malzemelerdir. MMK malzemelerin daha ileri bir kullanım alanı ise uzay ve havacılık teknolojisidir [39].

MMK malzemelerin en büyük avantajlarından bir tanesi de, malzemenin kullanılacağı alana göre malzeme seçimi yapılarak nihai üründe istenilen özelliklerin geliştirilebilmesidir. [39].

Kalite artıp, maliyet azalınca MMK kullanım alanı aşınma dayanımı gerektiren uygulama alanlarına kaymaktadır. Kalitenin azalması veya maliyetin artması durumunda ise MMK malzemelerin kullanım alanları yapısal malzemelere doğru kaymaktadır. MMK malzemelerde kalite ve maliyeti belirleyen faktörler; malzeme seçimi ve üretim prosesi ile doğrudan bağlantılıdır. Diğer bir deyişle, MMK malzemelerde üretim şekli veya malzeme seçimi, öncelikle malzemenin kullanım alanı dikkate alınarak belirlenmelidir [38].

Şekil 2.1’de kalite ve maliyet ilişkisinin, MMK malzemelerin kullanım alanlarına etkisini gösteren grafik görülmektedir [39].



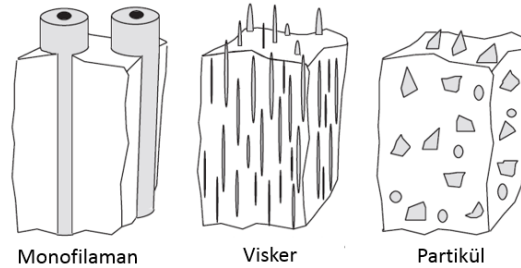
Şekil 2.1 : MMK malzemelerde Kalite-Maliyet ilişkisi [38].

2.1.2 MMK malzemelerin sınıflandırılması

MMK malzemeler genel olarak 3 gruba ayrılır [30];

- i) Partikül takviyeli MMK, ii) Kısa fiber veya visker takviyeli MMK, iii) Sürekli fiber takviyeli MMK

Şekil 2.2’de farklı tipte takviye malzemeler içeren MMK malzemelere ait resimler görülmektedir.



Şekil 2.2 : (a) Sürekli fiber takviyeli MMK, (b) Kısa fiber/ Visker takviyeli MMK, (c) Partikül takviyeli MMK [30].

MMK malzemelerde kullanılan takviye tiplerini belirleyen parametre takviye malzemesine ait uzunluk/çap oranı ve/veya takviye çapının ölçüsüdür [30]. Çizelge 2.1’de metal matriks kompozitlerde kullanılan takviye tipleri, bazı önemli takviye malzemeleri ve bu malzemelerin çap/boy oranları ve çapları görülmektedir [30];

Çizelge 2.1 : Farklı tipte takviye malzemeler ve özellikleri.

Takviye tipi	Çap/Boy	Çap, μm	Örnek
Partikül	1-4	1-25	SiC, Al_2O_3 , BN, B_4C , WC
Kısa fiber veya Visker	10-10000	1-5	C, SiC, Al_2O_3 , TiB_2
Sürekli Fiber	>1000	3-150	C, B, W, Nb-Ti, SiC, Nb_3Sn

Genel olarak, takviye partiküller 10-20 mikron çapında olup, hacimce 10-30% arasında takviye edilmektedirler. Buna rağmen, MMK malzemeler içerisinde daha ince partikül boyutuna ve daha yüksek partikül takviye oranlarına sahip ticari ürünler de bulmak mümkündür [26].

2.1.2.1 Partikül takviyeli MMK

Genel olarak, aynı matriks ve benzer takviye elemanlarına sahip partikül takviyeli MMK malzemelerin, fiber takviyeli MMK malzemelere göre maliyetleri daha düşüktür. Maliyet, özellikle otomotiv sanayii gibi yüksek miktarda üretim yapan endüstriyel kollar göz önüne alındığı zaman çok önemli bir parametre haline gelmektedir [39].

Partikül takviyeli MMK malzemelerin sunduğu çeşitli avantajlar şu şekildedir [30, 38, 39]:

i) Döküm ve Toz Metalurjisi gibi konvansiyonel metalürjik proses teknikleri ve bu prosesleri takiben ikincil proses kademeleri olarak haddeleme, dövme ve ekstrüzyon yöntemleri ile üretilibilmeleri, ii) Takviye edilmemiş metale göre çok daha yüksek kullanım sıcaklıkları, iii) Daha yüksek mukavemet ve tokluk, iv) Termal stabilite, v) Daha iyi aşınma dayanımı, vi) Fiber takviyeli kompozitlere göre daha iyi izotropik özellikler.

Partikül takviyeli MMK malzemeler, endüstriyel uygulamalarda en çok kullanılan MMK malzemelerdir. Al esaslı MMK malzemeler ise en sık kullanılan partikül takviyeli MMK malzemelerdir. Ayrıca, titanyum, magnezyum ve çelik alaşımları da partikül takviyeli MMK malzemelerde sık kullanılan diğer matriks malzemeleridir. SiC ve Al₂O₃ ise de en sık takviye edilen partiküllerdir. Bu partiküller dışında TiB₂, B₄C, SiO₂, TiC, WC, BN ve ZrO₂ de diğer sık kullanılan partiküllerdir [26].

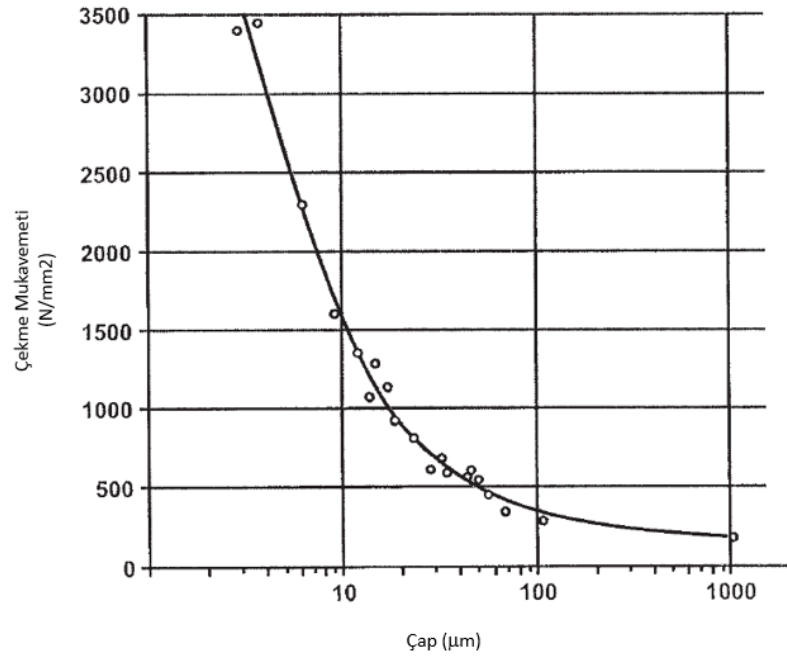
2.1.2.2 Kısa fiber ve visker takviyeli kompozitler

Kısa fiber takviyeli MMK malzemeler ilk olarak 1980'lerin ortasında alüminyum matriks ve alümina fiber takviyeli MMK malzemelerin dizel motor pistonu olarak kullanılması amacı doğrultusunda geliştirmesi neticesinde dikkat çekmişlerdir [26].

Fiberler çok kristalli yapıda olabileceği gibi tek kristalli yapıda da sentezlenebilirler. Tek kristalli fiberlere visker adı verilir [30]. Viskerler genellikle mikroaltı çapta olup çekme mukavemetleri genellikle malzeme çeşidine ve kristalografik büyüme yönüne

bağlı olmakla birlikte çok yüksektir. Buna bağlı olarak elastik modülleri de çok kristalli fiberlere göre çok daha yüksektir [40]. Viskerlerin üretimi ekonomik olmadığından, visker takviyeli MMK malzemeler 1980'lere kadar kendilerine ticari olarak geniş bir yer bulamamışlardır. Ancak, 1980'lerin sonunda SiC viskerlerinin çeşitli ucuz başlangıç malzemelerinden ekonomik bir şekilde üretilmesi ile ticarileşme önündeki engeller aşılmıştır [26]. Bu da Si_3N_4 ve Al_2O_3 gibi birçok malzemenin visker şeklinde üretilmesinin önünü açan faktör olmuştur [41].

Şekil 2.3'de fiber takviyeli MMK malzemelerde, fiber çapının artmasının, kompozit malzemenin çekme mukavemetine olan etkisi görülmektedir.



Şekil 2.3 : Fiberde kalınlık- çekme mukavemeti ilişkisi [30].

Fiber takviyeli MMK malzemelerin sahip olduğu yüksek uzunluk/çap oranı [30];

i) Yüksek esneklik, ii) Aynı kompozisyondaki bulk malzemeye göre daha yüksek mukavemet gibi bazı avantajlar sağlar.

Visker takviyeli MMK malzemeler üstün özellikler sergileseler de, viskerleri kontrollü olarak yönlendirmek zordur. Bir başka problem ise, mikronaltı mertebelerdeki viskerlerin üretimi sırasında solunum yollarının kötü yönde etkilemesidir [26].

2.1.2.3 Sürekli takviyeli MMK

Sürekli fiberleri multifilaman ve monofilaman fiberler şeklinde sınıflandırmak mümkündür. Monofilaman tipi fiberler çapı 110-150 µm çapındaki tek başına

fiberlerden meydana gelmektedirler. Multifilaman tipte fiberler ise 6-20 μm çapındaki 500-1000 adet fiberin meydana getirdiği kümelerden meydana gelmektedirler[39]. Multifilaman fiberler içerisinde en sık kullanılan takviyeler, karbon fiberler, SiC fiberler ve çeşitli oksit fiberlerdir. Polimerik ve organik fiberler sıvı faz infiltrasyon gibi yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilen MMK üretimini karşılayamadıklarından, bu tip fiberlerin üretimleri oldukça zor olmaktadır. Çoğu cam fiberin de kırılma tokluğu gibi mekanik özellikleri zayıf olduğundan kullanım alanı dardır. En sık kullanılan multifilaman takviyeli MMK olan, SiC multifilaman takviyeli MMK malzemeler Nicalon ticari ismi ile bilinmektedirler. SiC monofilamanlar polikarbosilin (PCS)'den elde edilebilmektedirler. Ancak elde edilen SiC fiberler dışında, gözardı edilemeyecek miktarlarda serbest karbon ve silisyum da ortaya çıkmaktadır. Serbest karbon ve silisyum ise sıvı fazda MMK üretim prosesleri sırasında birçok metal matriks ile kimyasal reaksiyona girme eğilimindedir [26].

Multifilaman fiberlere göre daha kalın çapa sahip olan monofilaman fiberlerler, daha az esnekler. Bu sebepten ötürü, üretim süreçleri sırasındaki yüklemeye bağlı keskin bükülmelerin sebep olduğu hasarlara dayanımları azdır. Metal matriks içerisinde kümeler halinde bulunan multifilaman fiberlerden ziyade, matriks içerisinde ayrık ve dağınık halde bulunmaktadır [39].

110-150 μm gibi kalın bir çapa sahip fiberler MMK malzemelerde, multifilaman fiberlere göre fiber çapının artmasına bağlı olarak toplam arayüzey alanının küçülmesi ve yüksek sıcaklıklarda üretim veya kullanım sırasında istenmeyen reaksiyonların daha zor gerçekleşmesi söz konusudur. Monofilaman fiber takviyeli MMK malzemeler yayınmalı bağlanma (diffusion bonding) ile üretilirler. Bu üretim yöntemi dışında, fiber yüzeyleri üzerinde buharlaştırılmış metal matriksin biriktirilmesi ve ardından sıcak preslenmesi prosesi de monofilaman MMK üretim tekniklerinden birisidir [26].

2.2 MMK Üretim Yöntemleri

MMK malzemelerin üretim yöntemleri sıvı fazdan üretim yöntemleri ve toz metalurjisi yöntemleri olmak üzere iki ana gruba ayrılabilir [31-33, 42].

Sıvı faz üretim yöntemlerini kapsayan süreçler (prosesler) çok çeşitli olup, en geleneksel olan kum kalıba dökümden [43,44], sıkıştırılmalı döküm (squeeze casting)

[11-14], sıvı fazda infiltrasyon [45-47], püskürtmeli biriktirme (spray deposition) [48-51], karıştırmalı döküm (stir casting-vortex method) [14, 52], elektrokaplama (electroplating) [53, 54] süreçlerine kadar oldukça geniş bir yelpazede olup, sıvı faz üretim yöntemleri genellikle yüksek miktarlarda üretim olanağı sağlarlar [6].

Toz metalurjisi süreçleri içerisinde en geleneksel olan harmanlama ve karıştırma sürecine ek olarak, hızlı katılaştırma (rapid solidification) [55] ve eriyik döndürme (melt spinning) [56, 57] süreçleri, mekanik öğütme (mechanical milling, MM) [58, 59], mekanik alaşımlama (mechanical alloying, MA) [60-62] ve mekanokimyasal sentezleme (mechanochemical synthesis) [63, 64] süreçleri ile Al-Si esaslı kompozit ve hibrit kompozit tozlar üretilir ve üretilen tozlar çeşitli pekiştirme ve sinterleme (geleneksel presleme ve sinterleme, sıcak izostatik presleme-HIP, vakum sıcak presleme (vacuum hot pressing), ekstrüzyon (extrusion), yayınmalı bağlanma (diffusion bonding) işlemleri ile son ürün haline getirilir. T/M prosesi ile üretilen MMK malzemeler, sıvı fazdan üretilen MMK malzemelere göre daha homojen bir mikroyapıya sahiptirler [65-70].

2.2.1 Geleneksel döküm yöntemleri ile MMK üretimi

Genel olarak, sıvı faz üretim süreçleri, toz metalurjisi üretim proseslerine göre seri üretim ve maliyet düşüklüğü gibi bazı avantajlar sergileyebilirler [14]. Ancak, sıvı fazda üretim esnasında çeşitli nedenlerle malzemeye ilave edilen, takviye elementler veya bileşikler, katılaşma sırasında homojen olmayan dağılım ve ergiyik metal içinde aglomerasyon gibi problemlere sebep olurlar [71,72]. Ayrıca, diğer karşılaşılan önemli bir problem ise yapıda oluşan boşluklardır (gözenek-porosity) [73-75].

Döküm yöntemi ile üretilen MMK malzemelerde çekme mukavemeti ve kırılma tokluğu gibi mekanik özellikler, magnezyum içeriği, demirce zengin metalik ara fazların varlığı gibi kimyasal kompozisyona bağlı sebeplerin yanı sıra, ikincil faz ve/veya partiküllerin boyutu ve şekli gibi mikroyapısal etkenlere de kuvvetli bir şekilde bağlıdır [76].

Döküm yöntemi ile üretilen MMK malzemelerin mekanik özelliklerini geliştirmek için çeşitli çözümler bulunmaktadır. Bunlardan bir tanesi ergimiş metale çeşitli tane inceltici olarak özel elementler veya bileşikler katmak iken [77, 78], diğer bir sık başvurulan yöntem döküm teknolojisini değiştirmektir [79].

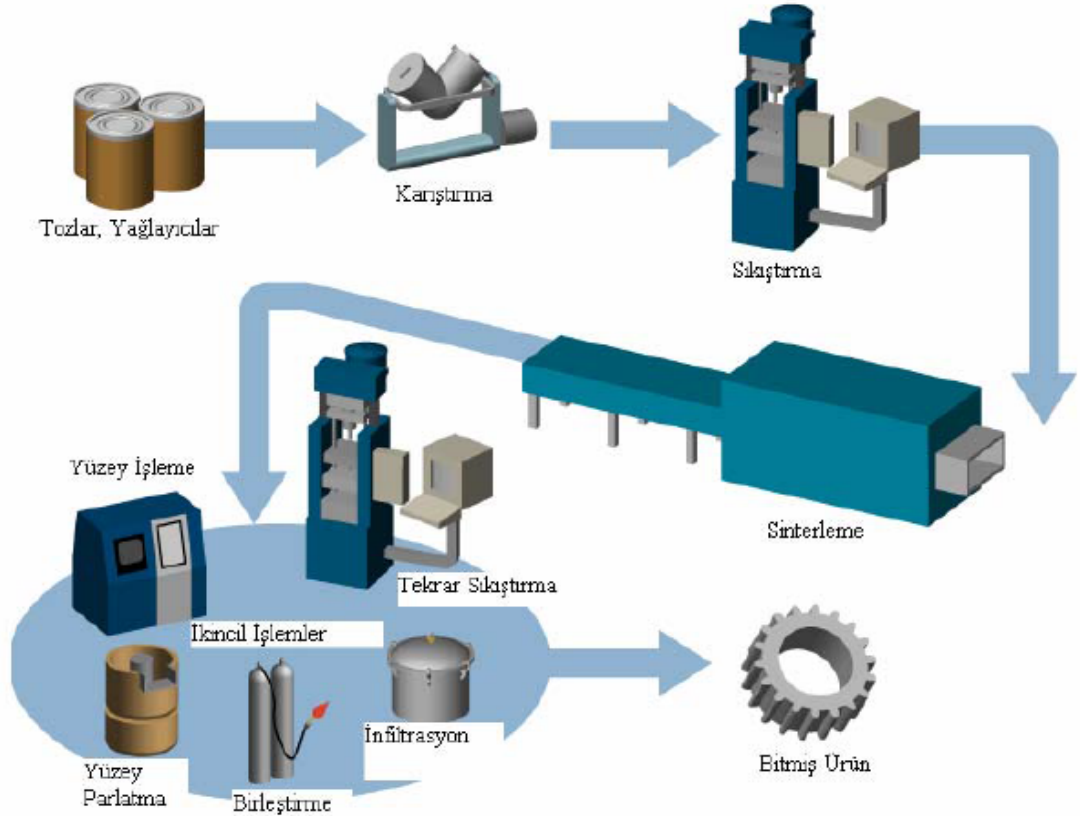
Tane inceltici takviye elemanlarını kullanmanın avantajı, mikrosegregasyon, sıcak yırtılma gibi döküm hatalarını ortadan kaldırarak, ürünün mekanik özelliklerini geliştirebilmesidir. Yöntemin ekonomik olması ve yüksek verim sağlanabilmesi MMK malzemelerde tane inceltici takviye elemanlarına sık başvurulmasına sebep olmaktadır [78] .

MMK malzemelerde mekanik özellikleri arttırmak için başvurulmuş diğer bir yöntem, döküm yöntemini değiştirmektir. Boşluk veya gözenek (porozite) oluşumu, MMK malzemelerde en sık karşılaşılan döküm hatası olup, bu hata mukavemet ve kırılma tokluğu gibi mekanik özellikleri olumsuz etkilemektedir. Gözenek oluşumuna, yanlış beslemeye bağlı olarak katılaşma esnasındaki homojen olmayan soğuk çekilme sebep olabileceği gibi ergimiş metalin içerisindeki gaz çözünürlüğünün sıvı faza göre katı fazda daha düşük olmasından ötürü meydana gelen gaz boşlukları da (özellikle H₂ gazı) sebep olabilir [79]. Döküm tekniği çok maliyeti olmayan bir yöntem olmasına rağmen, partiküllerin eriyik içerisinde birleşmesi, katılaşma sırasında partiküllerin topaklanması (aglomerasyon) partiküllerin MMK içerisinde homojen olarak dağılımını engellemektedir [77-79]. Toz metalurjisi yönteminde, döküm yöntemiyle üretilen malzemelerde karşılaşılan kusurlarla karşılaşmadığı gibi toz karakteristiğinin olumlu etkileri de devralınır ve neticede daha yüksek performansta malzemeler elde edilebilir [9].

3. ÜRETİM TEKNİKLERİ ve MALZEME SEÇİMİ

3.1 Toz Metalurjisi

Toz metalurjisi (T/M) yöntemi genellikle toz matriks alaşımının ve takviye malzemelerin karıştırılmasının ardından şekillendirilmesi ve katı hal sinterlenmesi süreçlerini içerir. Bu da diğer alternatif yöntemlere kıyasla daha düşük sıcaklıklar kullanılarak matriks ve takviye malzeme arasında daha az etkileşim olması anlamına gelmektedir. İyi bir mikroyapı elde etmek için bütün partiküllerin homojen olarak yapı içerisine dağıtılması oldukça önemlidir. Şekil 3.1’ de T/M üretim yöntemine ait süreç adımları görülmektedir [9].



Şekil 3.1 : Toz metalürjisi süreç akım şeması [9].

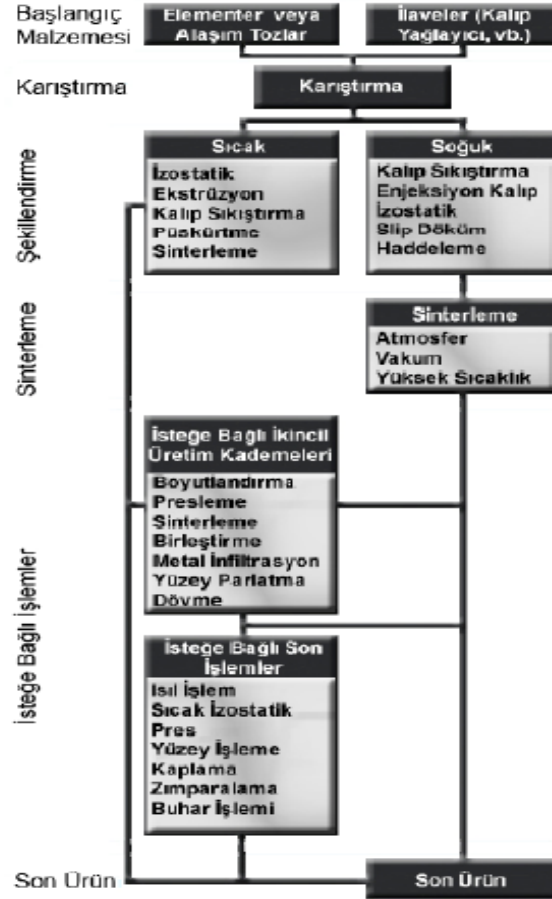
Toz Metalurjisi, sunduğu çeşitlilik açısından tüm metal işleme teknolojileri içerisinde en kapsamlı şekillendirme ve üretim süreçlerine sahip teknolojidir. Toz Metalurjisini

(T/M) çekici kılan en önemli unsur, yüksek kaliteye sahip karmaşık şekillerdeki parçaların istenilen toleranslarda kayıpsız ya da çok az kayıpla ekonomik olarak imal edilebilmesidir. Toz Metalurjisi (T/M) 5000 yıl öncesine dayanan uzun ve büyüleyici bir tarihçeye sahiptir [80-82].

Wollaston yöntemi ile platin sünger tozundan kompakt platin üretimi modern Toz Metalurjisinin (T/M) başlangıcı olarak kabul edilmektedir. Bu gelişmeyi takiben T/M'nin ilk ticari uygulamaları karbon (C), osmiyum (Os), zirkonyum (Zr), vanadyum (V), tantal (Ta) ve volframın (W) akkor lamba filamanları için kullanılmasıyla gerçekleşmiştir. 1910'da Coolidge [83] volfram (W) tozunu presleyip, sinterleyerek malzemenin sünekliliğini iyileştirmiş ve gittikçe daha düşük sıcaklıklarda tel formuna sokabilmiştir. Coolidge üretim süreci ve yöntemi, orijinal şekli ile ticari ampul telleri üretiminde günümüzde de kullanılan bir yöntemdir. Volframın üretilmesi için gereken işlemler zaman içerisinde diğer refrakter malzemelere de uygulanmış ve bu sayede günümüzde aydınlatma, elektronik, X-ışınları ve kimya endüstrilerinde kullanılan volfram, molibden ve tantal T/M teknikleri kullanılarak üretilmiştir. Metal işleme tekniklerinin yaygınlaşması sonucu aşınmaya dayanıklı haddeler ve hadde lokmalarının üretilmesi gerekliliği T/M yöntemleri ile diğer refrakter malzemelerin, bu defa günümüzde yaygın olarak kesici takım ucu uygulamalarında kullanılan sementit karbürlerin doğuşunu müjdelemiştir. İlk olarak Almanya'da Lohmann ve Voigtlaender [84] tarafından 1914'de, Liebman ve Laise [85] tarafından 1917'de, Schröter [86] tarafından 1923-1925 arasında ve Krupp [87] tarafından 1928'de gerçekleştirilen çeşitli çalışmalar sonucu sementit karbürlere en uygun metalik bağlayıcının kobalt (Co) metali olduğu bulunmuştur.

1970'lerin ortalarından itibaren tüm ikili, üçlü ve daha fazla metal sistemlerini içine alan yeni bir metalurji dalı olarak ortaya çıkan TM, endüstride yaygın olarak kullanılmaya başlamıştır. Bu sayede ergitme döküm süreçleri ile eldesi mümkün olmayan ve şekillendirilemeyen sistemlerde gerçekleştirilen çeşitli T/M yöntemleri ile tam olarak homojen, yoğun, ince taneli, segregasyonsuz ve yüksek mukavemetli malzemelerin üretilmeleri mümkün olmuştur [9].

Şekil 3.2' de TM yöntemine ait süreç adımları ve bu süreç adımlarının kendi içerisindeki çeşitleri görülmektedir [9].



Şekil 3.2 : Toz metalurjisi yöntemlerinin sınıflandırılması [9].

TM yöntemleri hem süreksiz hem de sürekli katkılı MMK malzeme üretimine olanak sağlar. Genel olarak TM ile üretilen MMK malzemeler diğer alternatif üretim proseslerine kıyasla daha iyi mekanik özellikler sergilemektedirler. Geliştirilmiş mukavemet ve direngenliğe ek olarak süneklik, tokluk, yorulmayı içeren kırılma özellikleri etkili bir şekilde dengelenir [6]. Özellikle her MMK için geliştirilen ısıtma işlemi katkı malzemesi çözelti ve yaşlanma koşullarını geliştirerek en iyi mekanik özelliklerin elde edilmesini sağlayabilir. Matriks ana alaşımına ilişkin kompozit malzemeye yönelik bir iyileştirme de seramik malzeme katkısının etkisinden kaynaklanan yüksek sıcaklıktaki davranıştır [9].

Toz metalurjisi (TM) yöntemi ile üretilen Al alaşımlarının otomotiv parçalarında özellikle hareketli ve sürtünmeli parçalarda potansiyeli vardır. Çoğu yapısal TM Al alaşımı günümüzde dövme ve döküm alaşım kompozisyonlarına dayanmaktadır ve 2000 ve 6000 serileri gibi bakır, magnezyum ve/veya silisyum içermektedir. TM Al alaşımlarının olası uygulamaları diskler, rod klavuzları, darbe absorblayan pistonlar, yağ pompaları ve aktarma dişlileridir. Bu parçalar değişik geometrilere sahiptir ve

karmaşıklıkları tek eksenli presleme ile üretilmelerine dayanan parçalardır. TM prosesi ile Al-Si alaşım ürünlerinin gelişimi son derece ilgi çekici bir konudur. Tipik olarak, Si ilavesi Al döküm alaşımlarının eriyik haldeyken akışkanlıklarını yükseltmesiyle birlikte döküm ürününün aşınma dayanımını da artırır. TM yöntemi döküm yöntemine kıyasla son derece ince yapıda Si içeren ötektik sonrası alaşımlarının üretilmesi ile aşınma dayanımını artırırken parçanın işlenebilirliğini de artırması gibi önemli bir avantaj yaratır [2, 88].

TM ile üretilen Al esaslı MMK malzemeler düşük termal dayanımın üstesinden gelmek, artan aşınma dayanımı gibi daha yüksek termal streslere dayanabilmek için üretilmektedirler [2].

3.1.1 Mekanik alaşımlama

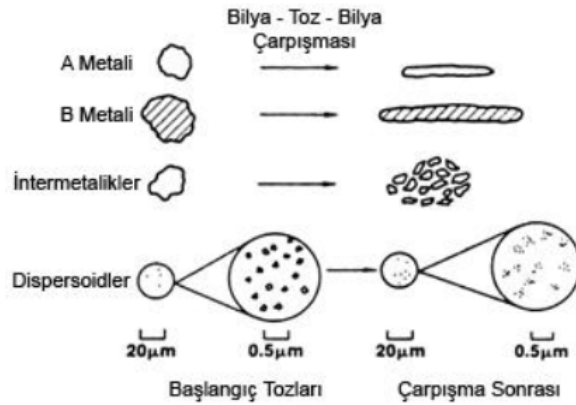
Mekanik alaşımlama (MA) toz partiküllerinin yüksek enerjili bilyalı öğütme ile soğuk kaynaklanma, kırılma, tekrar soğuk kaynaklanma aşamalarından geçirildiği mekanik kuvvetler ve tekrarlanan stresin partiküllerde deformasyon sertleşmesini gerçekleştirdiği bir katı hal toz üretim ve sentezleme yöntemidir. MA sonucunda partiküller gevrek ve kırılğan hale gelirler. Mekanik alaşımlama yöntemi, toz metalurjisinde önemli bir yer tutmaktadır. Mekanik Alaşımlama küçük kristal tanelere ve kontrollü mikroyapılara sahip kompozit metal tozları üretmek amacıyla kullanılan kuru ve yüksek enerjili ortamda bir toz öğütme işlemidir. 80'li yılların ortalarından başlayarak MA yöntemi malzemenin mikroyapısında çok çeşitli kararlı ve yarı-kararlı fazların, aşırı doymuş katı eriyiklerin, nanokristal ve yarı-kristal ara fazların ve amorf alaşımların sentezlenmesinde kullanılmıştır [89-91]. Bu araştırmalara ek olarak, MA ile elementel toz karışımlarının mekanik olarak aktive edilerek kimyasal tepkimelere yol açabileceği yani oda sıcaklıklarında mekanokimyasal sentezlemenin (mechanochemical synthesis) gerçekleştirilebileceği bulunmuştur [92, 93].

Mekanik Alaşımlama süreçlerinin gelişimindeki önemli kilometre taşları aşağıdaki gibi sıralanmıştır [21]:

- | | |
|------|---|
| 1966 | Ni-esaslı süperalaşımların gelişimi, |
| 1981 | İntermetalliklerin amorfizasyonu, |
| 1982 | Düzenli bileşiklerde düzen bozulması (disordering), |
| 1983 | Elementel toz karışımlarının amorfizasyonu, |

- 1987/88 Nanokristal fazların sentezlenmesi,
- 1989 Yer deęişim (displacement) tepkimelerinin oluşması ,
- 1989 Yarı-kristal (quasicrystalline) fazların sentezlenmesi,
- 1992 Volfram esaslı ağır alaşımların üretilmesi.

MA prosesi uygulanmış partiküller hem mikroyapısal (nanometre mertebesinde ince partikül ve tane boyutu) hem de yapısal (aşırı doymuş katı eriyik, intermetalik fazlar ve amorf fazların oluşumu) etkilerde denge durumundan uzaklaşırlar. MA'nın en belirgin iki özellięi birbirine karışmayan elementlerin alaşım oluşturmaları ve nano boyutta homojen bir karışım elde edilmesidir. Sünek malzemelerde süreç kontrol ajanı kullanılması soğuk kaynaklanmanın ve büyük ölçekli yığınlar oluşma etkisinin en aza indirilmesi için gereklidir. MA süreci sonucunda homojen alaşımlar elde edilir, takviye partiküllerin aglomerasyonu engellenir ve bu partiküllerin matris içerisinde homojen dağılımları sağlanır [15, 94]. Şekil 3.3'de MA süresine baęlı olarak, toz şekillerinde meydana gelen deęişim görülmektedir. MA üretim sürecinin ilk aşamalarında, tozlar henüz alaşım haline gelmemişlerdir. Soğuk kaynaklanma mekanizması baskın olduęu için de tozlar tabakasal (lamellar) şekildedir. Mekanik alaşımlamanın ileriki aşamalarında ise deformasyon sertleşmesine uğrayan tozlar gevrek bir yapıya bürünürler. Böylece MA sürecinde, kırılma mekanizması baskın hale gelir [21].



Şekil 3.3 : MA sırasında tozlarda meydana gelen deformasyon [95].

Toz matris alaşımlamanın ve takviye malzemelerin yüksek enerjili değirmen ortamında mekanik alaşımlama (MA) süreçlerinin ardından şekillendirilmesi ve katı hal sinterlenmesi süreçlerini içeren ileri toz metalurjisi (T/M) yöntemlerinde, ergime yöntemleri yani döküm metalurjisi ya da yayınmalı kaynak gibi diğer alternatif

yöntemlere kıyasla daha düşük sıcaklıklar kullanıldığından, matriks ve takviye malzeme arasındaki istenmeyen tepkimeler oluşmaz, sıvı faz ve döküm yöntemiyle ortaya çıkan yapı kusurları mümkün olduğunca giderilir ve bu sayede ergitme döküm süreçleri ile eldesi mümkün olmayan ve şekillendirilemeyen tam olarak homojen, yoğun, mikronaltı ve/veya nano boyutlu kristal taneli, segregasyonsuz ve yüksek mukavemetli malzemelerin üretilmeleri mümkün olur [16, 21, 92, 94].

Suryanarayana [21] MA süreçlerinin sağladığı katkıları maddeler halinde listelemiştir:

- İkinci faz partiküllerinin (genellikle oksit-esaslı) mikroyapıda çok ince dağılımı,
- Katı eriyik sınırlarının arttırılması,
- Tane boyutlarının nanometre (10^{-9} m) aralıklarına indirilmesi,
- Tasarlanan kristal ve yarı-kristal fazların sentezlenmesi,
- Amorf (camsı) fazların gelişimi,
- Düzenli intermetalik fazların düzeninin bozulması,
- Alaşımlanması zor sistemlerin alaşımlandırılması,
- Düşük sıcaklıklarda kimyasal tepkimelere yol açılması,
- Endüstriyel ölçeklere taşınabilir bir yöntem olması.

Şekil 3.4’de artan öğütme süresi ile, mikroyapının daha homojen ve daha düşük tane boyutuna doğru evrildiği görülmektedir [95].

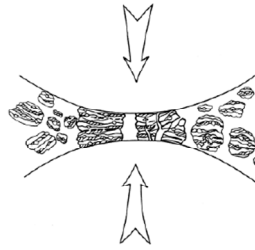


Şekil 3.4 : MA sürecinde mikroyapı değişimi [95].

MA süreçleri sırasında tozlarda meydana gelen fiziksel değişimleri daha iyi anlayabilmek için, MA süreçlerini 3 aşamaya bölmekte fayda vardır [95, 96].

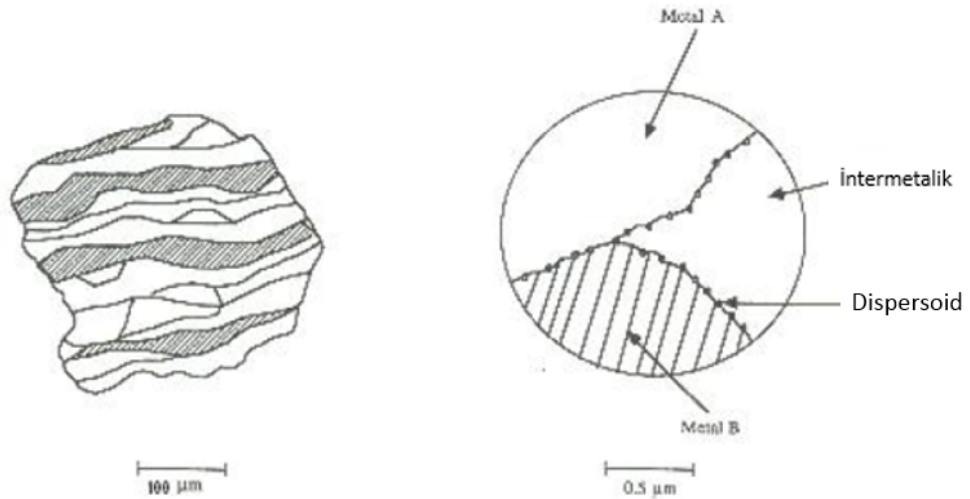
MA sürecinin ilk aşamasında, metalik partiküller, birbirleri üstüne binen levhalar şeklindedirler. Öğütme prosesinin başlaması ile birlikte, sünek formdaki ve yüzeyi temiz tozlar birbirlerine soğuk olarak kaynaklanırlar. Bu evrede, ortalama partikül boyutu soğuk kaynaklanma mekanizmasının kırılma mekanizmasına üstün olması sebebi ile yüksektir [21].

Şekil 3.5’de öğütücü ortamdaki bilyaların çarpışması esnasında, bilyalar arasında sıkışan tozlara ait görüntü gösterilmiştir [95].



Şekil 3.5 : Bilyaların tozlar ile çarpışmasının şematik gösterimi [95].

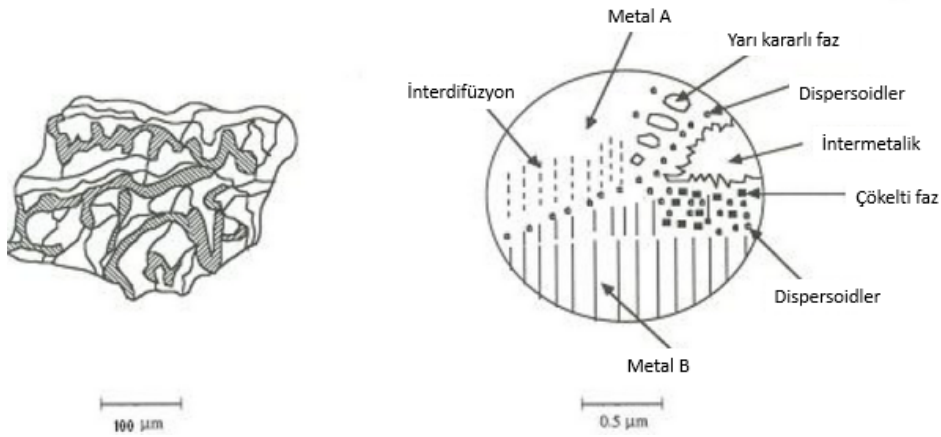
Eğer öğütme ortamında gevrek partiküller de var ise (İntermetalikler, dispersoidler), bu gevrek partiküller birbirine kaynaklanmış ve levha halindeki sünek tozlar arasında sıkışırlar [95]. Şekil 3.6’da MA’nın ilk aşamasındaki partikül şekli ve dağılımı görülmektedir [95, 96].



Şekil 3.6 : Mekanik alaşımlamanın ilk aşaması [95].

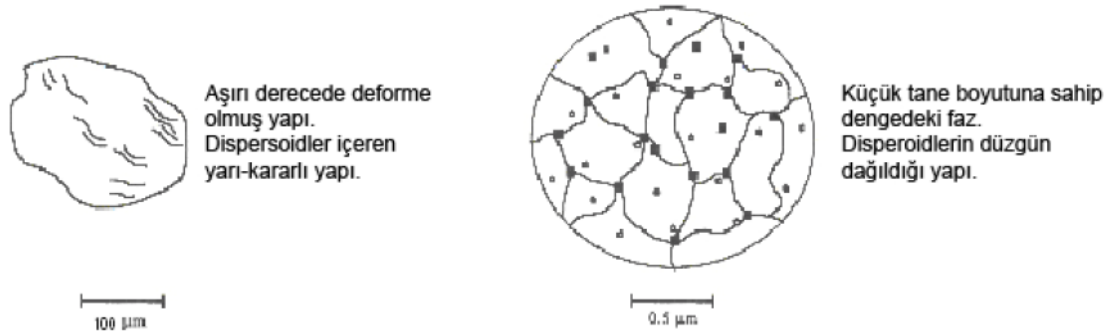
İkinci aşamada ise, öğütme süresi arttıkça dislokasyon sertleşmesinin yanısıra gevrek dispersoidler ve intermetalik fazlar sayesinde, kırılma mekanizması soğuk

kaynaklanma mekanizmasından daha baskın hale gelmeye başlamaktadır [21, 95]. Öğütme bilyalarında depolanan kinetik enerji, partikül boyutunda düşüş, mikroyapısal karışımında artış ve yükselen sıcaklığa sebebiyet vermektedir. Bu sayede, metalik toz matriksde çözünürlük bölgeleri oluşmaktadır [96]. Öğütme ortamı sıcaklığının artmasına bağlı olarak, tek fazlı bölgeler arasındaki atomik yayınma mesafelerinin azalması ve yayınma için gerekli olan aktivasyon enerjisinin düşüşü de sözkonusu bölgelerde yeni fazların oluşmasına imkan vermektedir [95, 96]. Şekil 3.7’de mekanik alaşımlamanın ikinci aşamasında incelen lamel kalınlığı, çözünürlük bölgesi ve yeni faz oluşumu görülmektedir[95, 96].



Şekil 3.7 : Mekanik alaşımlamanın ikinci evresi [95].

Son aşamada (MA’nın son evresinde) ise, düzenli yapı elde edilmiş ve partikül boyutunun yükselmesine sebep olan kaynama seviyesi ile partikül boyutunu düşürücü etkiye sahip kırılma mekanizmaları arasında dengeye ulaşılmıştır. Sonuçta küçük partiküller ile büyük boyutlu partiküller birbiri ile karışarak boyutsal olarak homojenleşmiş bir yapıyı oluşturular [21]. Şekil 3.8’de mekanik alaşımlama prosesinin son kademesinde oluşan yapı gösterilmektedir [97].



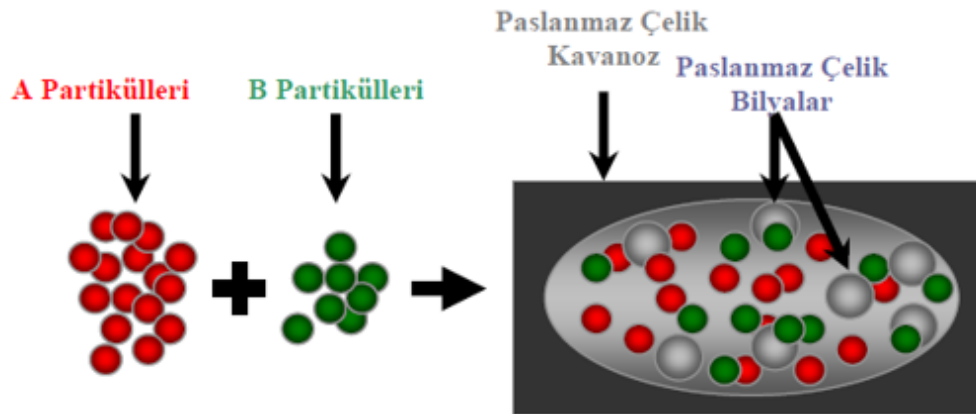
Şekil 3.8 : Mekanik alaşımlamanın son evresi [95].

Mekanik alaşımlama, malzemelerin katı halde ve toz olarak elde edildiği ve çeşitli parametrelerle fiziksel ve kimyasal özelliklerinin optimize edildiği bir süreçtir. Söz konusu parametreler şunlardır [21]: i) Kullanılan öğütücü, ii) Öğütme kabı veya kavanozu, iii) Öğütme hızı, iv) Öğütme süresi, v) Öğütme ortamı, vi) Bilya/toz oranı ve vii) Öğütme atmosferi.

Kullanılacak olan öğütme kapları ve bilyaları aşınma dayanımı yüksek malzemelerdir. Bu sebepten ötürü, WC, zirkonya, safir, agat, Si_3N_4 , sert porselen ve sertleştirilmiş çelik malzemeleri öğütme kapları olarak kullanılmaktadır. Öğütme kabı ve bilya aynı malzeme olmalıdır. Aksi takdirde, sert olan malzeme yumuşak olan malzemeyi aşındırır ve toza kirlilik karışır. Aynı şekilde, öğütülecek tozun, öğütülecek olan öğütme kabı veya öğütücü bilyalardan daha sert olmamasına dikkat edilmelidir [21, 89, 90].

Öğütme hızı arttıkça öğütme ortamındaki çeşitli çarpışma ve sürtünmelere bağlı olarak (toz-bilya, bilya-kap, toz-bilya, bilya-bilya) sıcaklık da artacaktır. Öğütme ortamındaki sıcaklığın aşırı yükselmesi, aşırı doymuş katı-eriyiklerin veya diğer yarı-kararlı fazların oluşumuna sebep olacaktır. Ayrıca, sıcaklığın artması yapıda dinamik yeniden kristallenmeye sebep olabileceğinden, malzemenin mekanik özelliklerine istenmeyen yönde olumsuz etkiler yapabilecektir. Tersine, öğütme hızı azaldıkça tozlara etki eden enerji miktarı azalacağından ötürü, elde edilen tozların tane boyutu artacaktır. Bu yüzden, öğütme hızının düşük olmaması, nano boyutta partiküllerin elde edilebilmesi için önemli bir parametredir [21, 89, 90].

Şekil 3.9'da mekanik alaşımlamada kullanılan öğütücü kap ve öğütücü bilyalar ile harmanlanmış tozların birarada bulunuşunu gösteren şematik resim görülmektedir [98].

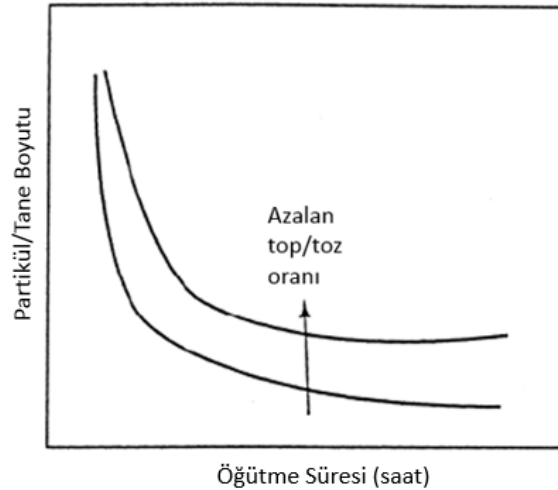


Şekil 3.9 : Mekanik alaşımlamada kullanılan kavanoz sistemi [98].

Öğütme süresi, MA için en önemli deneysel parametredir. Optimum öğütme süresi belirlenirken, toz partiküllerinin kırılma ile soğuk kaynak arasındaki dinamik dengenin sağlandığı süreç dikkate alınır. Öğütme süresi arttıkça, malzemedeki kirlilik artmaktadır. Buna ek olarak, istenmeyen fazların oluşması da mümkündür. Bu sebepten ötürü, partiküllerin kırılma ve soğuk kaynak evrelerinin dinamik dengeye ulaştığı noktada öğütme süresi daha fazla uzatılmamalıdır. Ayrıca, kullanılan öğütücünün devir hızı, toz/bilya oranı gibi faktörler de öğütme süresini etkileyen diğer faktörlerdir [21, 89, 90].

Öğütme ortamı (bilyalar, topraklar, çubuklar v.s.) malzemeleri içerisinde en çok kullanılanlar sertleştirilmiş çelik, sertleştirilmiş krom çeliği, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, WC, WC/Co, zirkonya, agat, safir ve Si_3N_4 malzemeleridir. Öğütme esnasında kirlenmenin olmaması ya da en az düzeye indirilmesi için, genel olarak öğütme ortamı ile kap veya kavanozun aynı malzemedan olması gerekir [21, 89, 90].

Kullanılan öğütücünün dakikadaki devir sayısı, öğütme kavanozu hacmi gibi parametreler top/bilya (BPR) oranının belirlenmesinde etkilidirler. Top/bilya oranı arttıkça, birim miktardaki toz başına, miktarı artacağından ötürü, öğütme sırasında tozlar üzerindeki stres miktarı artacağından ötürü, MA' da dengeye ulaşılması daha kısa sürede gerçekleşecektir. Ancak, top/bilya oranının aşırı yüksek olması kontaminasyon problemini de beraberinde getirmektedir [21, 89, 90]. Spex™ Dual Mill cihazının devir sayısı yüksek ve öğütme kavanozu hacmi düşük olduğundan ötürü toz/bilya oranı 1/6 ile 1/10 arasında seçilmektedir. Şekil 3.10'da görüldüğü üzere, partikül ve/veya tane boyutu öğütme hızı, öğütme süresi, top-toz oranı vb. parametreler yükseldikçe azalır [21].



Şekil 3.10 : Partikül ve tane boyutunun öğütme süresi ile ilişkisi [21].

Tozların konulduğu öğütme kavanozları, normal atmosfer koşullarında ya da inert bir atmosferin sağlandığı Kapalı Ortam Kutusu (Glove Box)'da kapatılabilirler. MA alaşımlama sonucunda partikül boyutları 10-100 nm aralığındaki mertebelere düşebilmektedir. Bu durumda tozların yüzey alanını arttığı için, tozlar hızlı bir şekilde oksitlenmektedir. Bu tip çalışmalarda, eğer oksitlenme istenmiyor ise, öğütme kaplarının mutlaka inert bir atmosferde kapatılması gerekmektedir [21, 89, 90].

Yüksek enerjili öğütme ortamında gerçekleştirilen öğütme prosesi, düşük enerjili öğütme ortamında gerçekleştirilen öğütmeye göre malzemenin kimyasal ve mekanik özelliklerine olumlu yönde etki etmektedir. Perez-Bustamante ve arkadaşları ise, Al matrisi içine çeşitli oranlarda çok-katmanlı karbon nanotüp takviyesi yaparak yüksek enerjili öğütme ortamında çeşitli sürelerde öğütme gerçekleştirmişlerdir. Öğütülen tozları sinterledikten sonra, aynı şekilde sinterlenmiş olan ancak öğütülmemiş ya da öğütülmüş olup da takviye yapılmamış sinter ürünlerle mekanik özellikler bağlamında karşılaştırmışlardır. Yapılan deneysel çalışmalar sonucunda, 1 ve 2 saat süre ile yüksek enerjili öğütme ortamına tabi tutulmuş sinter ürünlerin- karbon nanotüp takviye elemanı içersin ya da içermesin, öğütülmemiş tozlara göre çok daha yüksek akma mukavemetine, çekme mukavemetine ve sertliğe sahip olduğu rapor edilmiştir [60].

MA süreçleri ile üretilen alüminyum alaşımları atomizasyon ve geleneksel metodlarla üretilenlere nazaran yüksek sıcaklıklarda daha iyi özelliklere sahiptirler [94].

3.1.1.1 Üretim ekipmanları

Farklı çeşitlerde yüksek enerjili bilyalı öğütücüler mekanik alaşımlama işlemlerinde kullanılmaktadır. Bunlar SpexTM öğütücüler, gezegen tipi öğütücüler ve çeşitli atritörlerdir. Hepsinin farklı kapasiteleri, öğütme verimleri ya da ısıtma soğutma amaçlı düzenlemeleri vardır [21]. SpexTM öğütücüler laboratuvar tipi olarak en genel kullanılan öğütücü tüpleridir. Yaklaşık olarak 10 -20 g toz öğütebilme kapasitesine sahiptirler. Bu tip öğütücüler malzemenin ve bilyaların içine konacağı kavanozdan, kilit mekanizması ve dakikada 1200 devir ile sarsıntı üreten karıştırma cihazından meydana gelmektedir. Ayrıca kullanılabilecek sertleştirilmiş çelik, alümina, tungsten karbür, zirkonya, paslanmaz çelik, silikon nitrat, agat, plastik gibi farklı tip kavanozlar mevcuttur. Şekil 3.11'de bu tip öğütücü olan SpexTM 8000M Mixer/Mill cihazı görülmektedir.



Şekil 3.11 : Mekanik alaşımlamada kullanılan Spex™ 8000M Mixer/Mill yüksek enerjili bilyalı öğütücü.

Bunun dışında kullanılan bir diğer öğütücü cihaz gezegen tipi değirmendir. Bu tip öğütücülerde birkaç yüz gram toz öğütülebilmektedir. Ancak bu tip öğütücüler spex tipi yüksek enerjili bilyalı öğütücülerle karşılaştırıldığında düşük enerjili öğütücü olarak adlandırılmaktadır. Şekil 3.12’de Fritsch™ Pulverisette 7 gezegen tipi öğütücü gösterilmektedir [21].



Şekil 3.12 : Fritsch™ Pulverisette 7 Gezegen tipi öğütücü.

Bir diğer öğütücü tüpü atrütörlerdir. Bu tür öğütücülerde oldukça yüksek miktarlarda toz öğütülebilmektedir (0,5 – 40 kg). Dikey bir shaftın ve karıştırıcıların sistemde bulunan tankın içinde 250 devir/dakika hızda dönmesi ile öğütme işlemi gerçekleşir [21]. Şekil 3.13’de atritör tipi öğütücülere bir örnek gösterilmiştir.



Şekil 3.13 : Atritör karıştırıcı.

Öğütücülerin endüstriyel tipte olanları yukarıda bahsedilen öğütücülere oranla çok daha büyük hacimlere sahiptir. Mekanik alaşımlama için endüstriyel bir üretim 1250 kg kapasiteli bilyalı öğütücülerle yapılmaktadır [21]. Artan enerji ile öğütme süresi azalmaktadır. Buna göre spex tipi bir öğütücüde birkaç dakika sürecek bir öğütme işlemi atritör tipi bir öğütücüde saatler sürebilirken endüstri tipi bir öğütüde bu süre günler seviyesindedir. Öğütücünün cinsine göre mekanik alaşımlama prosesi etkileyen çeşitli parametreler vardır. Bunlar öğütücü haznesinin malzemesi ve öğütme ortamının cinsi, bilya-toz oranı, öğütme atmosferi, öğütme süresi ve kullanılan bağlayıcı cinsidir [21].

Kullanılan öğütücü kabın malzemesinin önemi büyüktür. Bunun sebebi öğütme esnasında kabın iç duavrlarında az miktarda olsa aşınma meydana gelebilmektedir. Bu aşınma sonucunda kopan parçalar üretilmekte olan tozu kirletmekte ve kimyasal bileşimini değiştirebilmektedir. Eğer kullanılan öğütücü ile öğütülen malzeme çok farklıysa üretilen tozlar içerisinde bu kap malzemesi çözünabilir. Eğer aynı tip malzemeler seçilirse bu çözünme meydana gelse bile sistemi çok fazla etkilemeyecektir [21]. Bu sebeple üretilecek malzemeye uygun bir öğütme sistemi seçilmelidir. Buna ek olarak öğütme işleminde seçilen malzeme öğütmenin gerçekleşebilmesi için gerekli etkiyi gösterecek kadar da yoğun bir malzeme olmalıdır [21].

Bir diğer önemli parametre bilyalar ile tozların ağırlık oranıdır. Bu oran 1:1 den 22:1 e kadar değişen oranlarda kullanılabilmektedir. Genel olarak Spex tipi düşük malzeme kapasiteli bir öğütücüde kullanılan oran 10:1'dir. Bilya toz oranı istenilen sürede istenilen düzeyde bir öğütmenin meydana gelebilmesinin sağlanması açısından önemli bir parametredir [21].

Öğütme atmosferi de öğütme süreçleri için önemli bir parametredir. Öğütme atmosferinin en önemli etkisi kirlenmedir. Bu sebeple tozlar genellikle vakum ya da inert gazlar olan argon veya helyum atmosferinde yapılmaktadır. Yüksek saflıkta argon oksidasyonu ve kirlenmeyi önlemeye yönelik en genel kullanılan gazdır. Öğütme kabında bulunan hava malzemede öğütme esnasında oksit ya da nitrür oluşumuna sebep olabilir. Bu sebeple tozların öğütücüye konulması ve öğütücüden alınması koruyucu bir gaz atmosferinde yapılmalıdır [21].

Öğütme süresi en önemli parametredir. En genel olarak iç yapıda meydana gelen düzen (partikül boyutu, kristal boyutu gibi) mekanik alaşımlama süresine bağlıdır ve başlangıç tozlarının boyutu önemini kaybetmektedir. Normalde tozların kırılma ve kaynama sonucunda kararlı fazın oluşturmaları için yeterli miktarda süre öğütme işlemi yapılır. Ancak bu süre kullanılan öğütücü cinsine, bilya/toz oranına, öğütme verimine ve öğütme sıcaklığına bağlı olarak değişmektedir. Bu süre tüm bu parametreler göz önüne alınarak belirlenmelidir. Buna ek olarak, uzun süren mekanik alaşımlama süreleri sonunda kirlenme seviyesi artabilir ve istenmeyen fazlar sistemde oluşabilir. Bu nedenle üretilmek istenen toz gerektiği kadar bir süre öğütülmelidir [21].

Bağlayıcı benzeri kontrol ajanlarının kullanımı mekanik alaşımlamada bir diğer parametredir. Genel olarak sünek malzemeler oluşan yüksek miktardaki plastik deformasyonun etkisi ile birbirine soğuk kaynarlar. Ancak uygun alaşımlama soğuk kaynama ve kırılma arasındaki denge sağlandığında gerçekleşir. Bu nedenle proses kontrol ajanlarının ilavesi ile soğuk kaynama miktarı azaltılmaktadır. Bunlar katılar, sıvılar ya da gazlar olabilir. Genellikle bunlar yüzey aktif organik bileşikler olup malzeme yüzeyini kaplayarak toz partikülleri arasındaki soğuk kaynamayı azaltmakta ayrıca topaklanmayı (aglomerasyon) da engellemektedir [21].

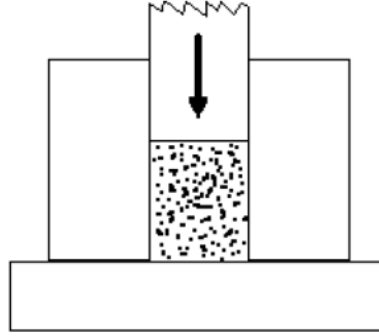
3.1.2 Presleme

Tozların karıştırılması veya harmanlanmasından sonraki süreç adımı preslemedir [99]. Bu aşama, en kritik süreç adımlarından birisidir. Nihai ürünün özellikleri, preslenmiş malzemede sağlanmış olan sıkıştırma miktarına ve uniform bir preslemeye bağlıdır [100]. Presleme şu sebeplerden ötürü yapılır [101]:

- a) Tozları istenilen şekle getirmek
- b) Malzemeyi nihai ürün şekline yakın hale getirmek
- c) Sinterleme öncesi porozite miktarını düşürmek
- d) Taşıma için kolaylık sağlamak

Geleneksel presleme tekniklerinde, genellikle basınç düzenli olmayan bir sıkıştırmaya sebep olan tek eksenli presleme yöntemi ile yapılmaktadır. Bu nihai ürünün istenilen göreceli yoğunluk miktarına ulaşamamasına sebebiyet vermektedir [99]. Söz konusu presleme yönteminde çoğunlukla mekanik ve hidrolik presleme cihazları ve direngen/sert kalıplar kullanılmaktadır [100].

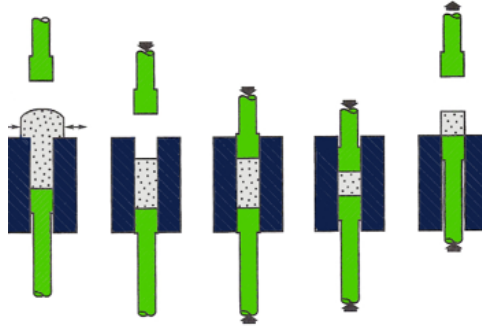
Şekil 3.14’de tek eksenli presleme yönteminde kalıp içerisinde sıkıştırılmasını gösteren şekil görülmektedir [100].



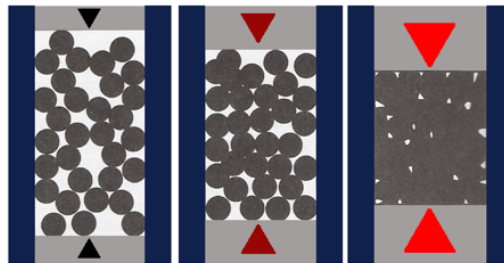
Şekil 3.14 : Tek eksenli preslemenin şematik görünümü [100].

Preslenmiş ürünün sıkıştırılabilirliğini arttırmak amacı ile, sıcak ve soğuk izostatik presleme teknikleri geliştirilmiştir [99].

Son ürün özellikleri yoğunluğa bağlıdır ve iyi özellikler elde edebilmek için homojen bir yoğunluk dağılımı sağlanmalıdır (Newkirk, 2004). Şekil 3.15’de presleme kademeleri gösterilmektedir. Şekil 3.16’da ise uygulanan kuvvetin artması ile partiküllerin davranışı görülmektedir [16].



Şekil 3.15 : Tek yönlü preste üretim kademeleri [16].

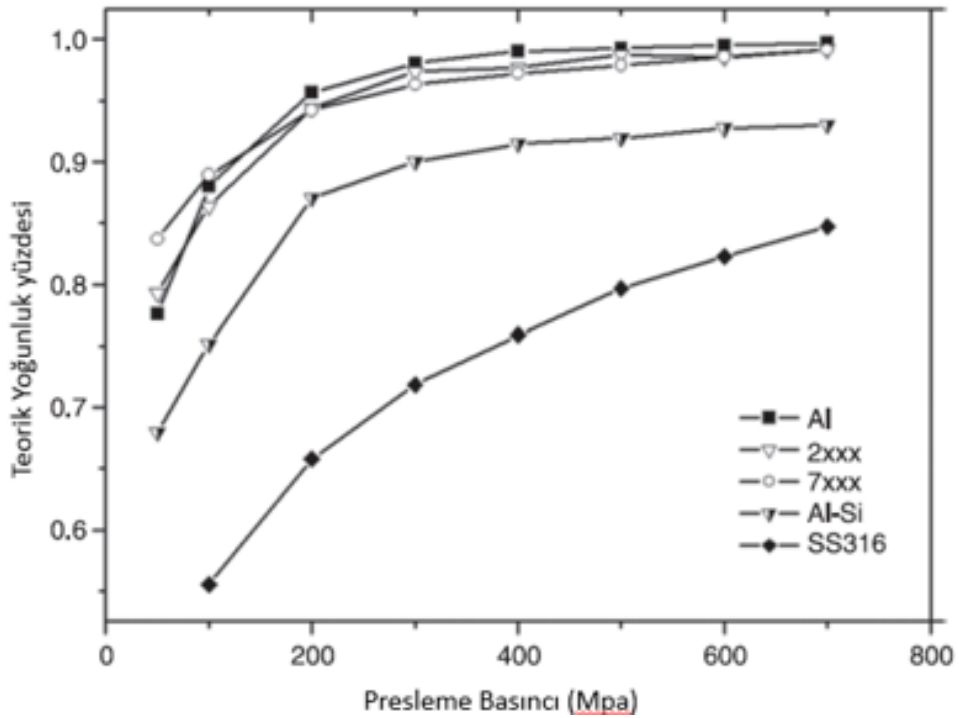


Şekil 3.16 : Presleme esnasında tozların görünümü [16] .

Alüminyum tozları 165 MPa (165×10^6 N/mm²) basınç altında preslendiğinde, teorik yoğunluklarının %90’ına ulaşabilirler. Demir esaslı tozlarda bu denli yüksek göreceli

yoğunluklara ulaşabilmek için en az 700 MPa presleme basıncı gereklidir. Böylece, Al esaslı tozlarda çok daha küçük ve pratik pres ekipmanları kullanılabilir. Alüminyumun bu özelliği, malzemenin daha presleme aşamasından sonra nihai şekline yakın bir forma ulaşılabilmesini mümkün kılmaktadır [102].

Şekil 3.17’de saf alüminyum ve çeşitli ticari alüminyum alaşımlarının çeşitli preslenme basınçları altındaki göreceli yoğunluk değerlerine ait veriler görülmektedir [102].



Şekil 3.17 : Alüminyumda presleme basıncı- yoğunluk ilişkisi [102].

3.1.3 Sinterleme

Sinterleme, termal olarak aktive edilmiş partiküllerin(kimi zaman da kısmi olarak sıvı fazların teşekkül ettiği), ergime sıcaklığının yaklaşık olarak %80’inde, birbirine kimyasal olarak bağlandığı bir T/M süreci olarak tanımlanmaktadır [16]. Sinterleme, toz metalürjisi ve seramik endüstrisinde en önemli teknolojik proseslerden birisidir [103, 104]. Sinterleme sonucu partiküller birbirlerine kimyasal olarak bağlanırlar ve toz harmanı içerisindeki alaşım takviyeleri de yayılmaya eşlik ederler. Preslenmiş malzemede, partiküllerin etrafında bulunan gözeneklerin büyüklüğü ve şekli, sinterleme esnasında değişerek, malzemenin yoğunluğunun artmasına sebep olur. Sinterleme sırasında, gözenek miktarını daha da azaltmak amacı ile malzemeye sıcaklık ile birlikte basınç da uygulanabilmektedir [16, 102].

Nanoboyutlarda veya nanokristal tozların sinterlenmesi, daha iri tane boyutlarına sahip partiküllerin sinterlenme mekanizması ile aynıdır. Ancak, geleneksel olarak mikron veya mikronaltı boyutundaki tozlarla karşılaştırıldığında, nanokristal tozların sinterlenme sırasındaki yoğunlaşma davranışları daha farklıdır. Termodinamik açıdan bakıldığında, partiküllerin sinterlenebilmesi için gerekli olan itici güç, yüzey alanının arttırılması ile azaltılabilir. Nanokristalin partiküllerin toplam yüzey alanı, mikron veya mikronaltı boyuttaki partiküllere göre daha yüksek olduğu için, sinterlenme için gerekecek olan itici güç azalacaktır. Bu da, daha düşük termal enerji ile nanokristalin partiküllerin sinterlenebileceği anlamına gelmektedir [105].

Gözenek içeren sinterlenmemiş ürünlerin sinterleme kintelinin, toz partiküllerinin özelliği ve birbirleri ile doğal etkileşimleri dışında, makroskobik faktörlerden de etkilendiği bilinmektedir. Sinterlenecek ürün ile fırın astarı ve/veya kullanılacak altlığın adhezyonu, dışarıdan etki eden kuvvetler, yetersiz ve/veya hatalı presleme sonucu malzemedeki gözeneklerin homojenlik göstermemesi bu etkilerden bazılarıdır [104].

Temel olarak sinterleme mekanizmaları:

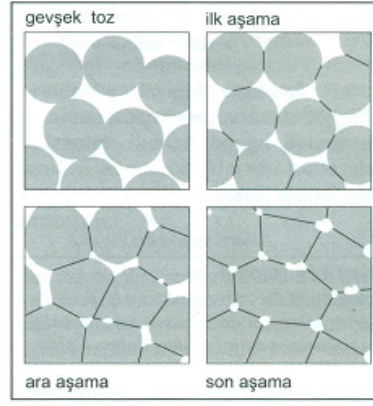
- a) Katı hal sinterleme
- b) Sıvı faz sinterleme, olarak 2 katogoriye ayrılır [102].

3.1.3.1 Katı hal sinterleme

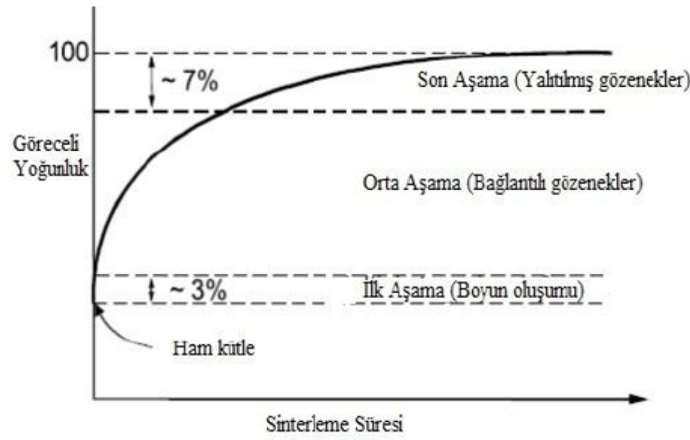
Katı hal sinterleme genellikle üç aşamaya bölünebilir. Bunlar, başlangıç, ara ve son aşamalardır [103].

- Başlangıç aşaması: Partiküller arasında boyun oluşumu ve buna bağlı olarak hacimsel olarak %2-3'lük bir boyut değişimi gerçekleşir.
- Ara aşama: Porların küçülmesi sonucu teorik yoğunluğun yaklaşık olarak %93'üne kadar ulaşılır.
- Son aşama: Gözeneklerin ve boşlukların tamamı veya tamamına yakını kapanır.

Şekil 3.18'de katı hal sinterleme esnasında gevşek partiküllerin birbirleri ile etkileşimi her aşama için gösterilmiştir [16]. Şekil 3.19'da ise katı hal sinterleme süreci ilerledikçe malzeme bünyesindeki yoğunluk değişimi görülmektedir [103].



Şekil 3.18 : Gevşek toz ile başlayan ve sinterleme aşamalarını gösteren kavramsal çizimler [16].



Şekil 3.19 : Katı hal sinterleme aşamaları [103].

Katı hal sinterlemede yoğunluk, a) Sinterleme sıcaklığı arttırılarak (daha hızlı yayınma), b) Partikül boyutu düşürülerek (toplam yüzey enerjisi artar), c) Kimyasal takviyelere dayanan aktive edilmiş sinterleme ile, sinterleme için gerekli olan termal enerji azaltılarak, azaltılabilir [16, 102].

Katı hal sinterlemede kütle taşınım mekanizması, katı ve gaz fazlarının yayınımı ile sınırlıdır. Tane sınırlarındaki ve dislokasyonlardaki yayınma, partiküllerin merkezleri arasındaki mesafenin düşmesine ve yoğunluğun artmasına neden olabilir [102].

3.1.3.2 Sıvı faz sinterleme

Preslenmiş toz harmanı, katılaştırma eğrisinin (solidüs) üzerindeki sıcaklıkta sinterlendiğinde, sinterleme süreci sıvı fazın da katı faza eşlik ettiği bir proses halini alır. Bu tip sinterleme sürecine, sıvı faz sinterlemesi denir [103]. Sıvı faz sinterleme, katı ve sıvı fazların sinterleme prosesinin bir kısmı veya tamamı boyunca bir arada bulunduğu bir sinterleme sürecidir [102]. Sıvı faz sinterleme, kompakt hale getirilmiş

ve birden fazla bileşim içeren tozların sıvı fazın da sistemde bulunduğu bir sıcaklıkta gerçekleştirilen bir süreçtir[102]. Katı hal sinterlemede olduğu gibi, sıvı faz sinterlemede de yoğunluk artışı ve tane büyümesi iki temel mekanizma olarak kabul edilir. Bu iki temel mekanizma birbirleri ile bağıntılıdır [103].

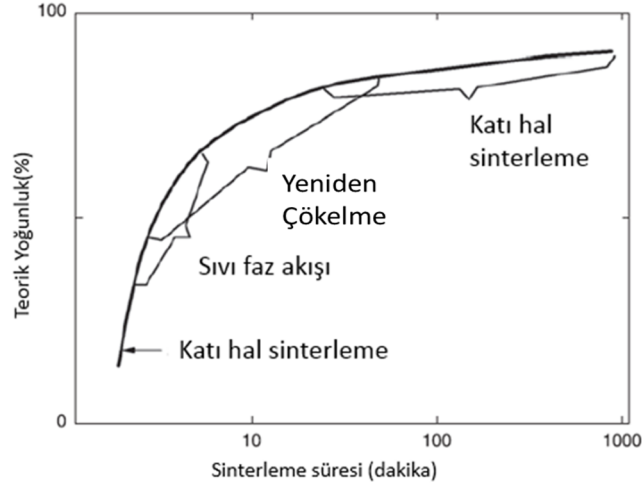
Katı faz sinterlemenin aksine, sıvı faz sinterleme sırasındaki mikroyapı değişimi, sıvı faz içerisindeki yüksek yayınma hızından ötürü hızlıdır [103]. Sıvı fazın varlığı partiküller arasında, kılcal (capillary) kuvvetler yaratarak, yoğunluğun artmasına sebep olmaktadır. Katı fazlar kılcal kuvvetler etkisi ile yüzey enerjisi yüksek bölgelerden daha uzak yerlerde çözeltiye alınır ve homojen bir şekilde malzeme içerisinde çökeltirler. Bu sebepler, sıvı faz sinterleme sonucunda mekanik özelliklerin katı hal sinterlemeye göre çok daha iyi olduğu sonucunu doğurur. Sinterleme sonrası yoğunluk, sıvı faz miktarı arttırılarak arttırılabilmektedir. Sıvı faz sinterlemede, katı faz sinterlemeye göre daha düşük sıcaklıklarda daha yüksek sinterleme verimlerine ulaşılabilir [102].

Sıvı faz sinterlemenin dezavantajları, sinterleme sırasındaki yüksek distorsiyon riski, tane sınırlarında gevrek fazların çökmesi sonucu mekanik özelliklerin olumsuz etkilenmesi riski ve tane büyümesi riski olarak gösterilebilir. Bu dezavantajlara ek olarak, sinterleme için alaşım elementi seçimindeki sınırlamalar da gösterilebilir [102].

Sistemdeki sıvı fazın hacimsel oranına göre, yoğunluk artışı sıvı faz sinterlemede söz konusu aşamaların bir kısmından veya hepsinden geçerek sağlanacaktır. Genellikle, sıvı faz oluşuktan sonra sinterleme süresi kısa tutulur. Partikül boyutu, presleme sonrası yoğunluk, partikül şekli, ısıtma hızı, sıvı faz miktarı, sinterleme sıcaklığında bekleme süresi ve sinterleme atmosferi de sinterlemeyi etkileyen diğer parametrelerdir [16].

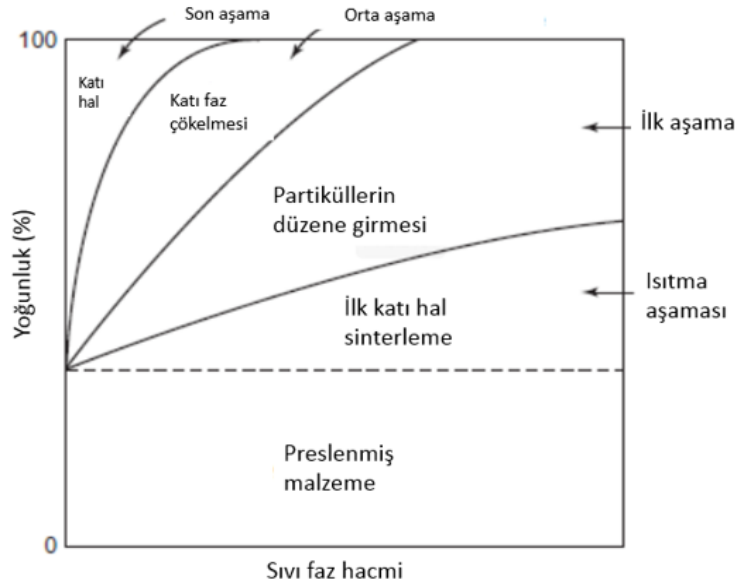
Sıvı faz sinterleme mekanizmasında süreç aşamaları şunlardır [103]; a) Sıvı akışı, b) Çözünme/ Çökelti faz oluşumu, c) Katı hal sinterleme.

Şekil 3.20' de sıvı faz sinterlemeye ait aşamalar grafik üzerinde görülmektedir. Sıvı fazın oluşmaya başladığı ana kadar sinterleme mekanizması katı hal sinterleme şeklindedir. Ancak sıvı fazın oluşması ile birlikte, sıvı faz malzeme bünyesindeki boşluklara akmaya başlar. Daha sonra soğuma başlayınca, sıvı faz akmış olduğu bölgelerde katılaşı ve katılaşma sonrasında da sinterleme katı hal sinterleme mekanizması şeklinde devam eder [102].



Şekil 3.20 : Sıvı faz sinterleme aşamaları [102].

Şekil 3.21’de sıvı faz sinterlemede, sıvı faz miktarının artması ile, sinterleme aşamalarında malzeme yoğunluğunun değişimini gösteren eğriler görölmektedir [102].

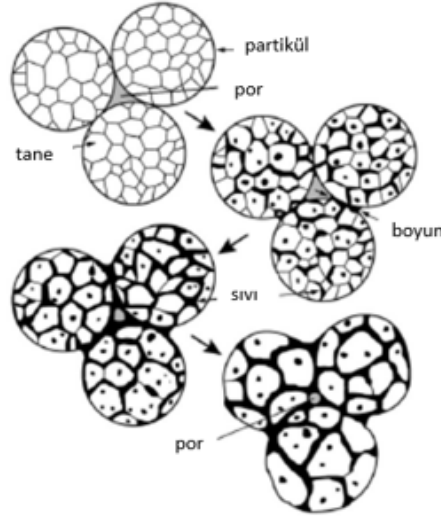


Şekil 3.21 : Sıvı faz miktarı yoğunluk ilişkisi [102].

Yoğunluk artışı modeline ilişkin klasik teoriye göre, sinterleme sıvı faz oluşumundan, yoğunluk artışının bittiği ana kadar devam eden süreç olarak kabul edilir. Partiküllerin yeniden düzene girmesi ve sıvı faz akışının sonucu olarak gerçekleşen yoğunluk artışı sıvı faz sinterlemenin başlangıç aşamasını meydana getiren süreçlerdir. Kırtı ve sıvı fazlar arasındaki reaksiyonlar göz ardı edilse de, bunlar da başlangıç aşamasında yoğunluğu etkileyebilecek faktörlerdir. Sıvı fazın matriks içerisinde dağılmasından sonra ise, mikroyapı tanelerin ve gözeneklerin sıvı faz içerinde matriks içerisinde üniform şekilde dağılımı ile karakterize edilir. Çeşitli boyutlarda tanelerin ve porların

bulunduğu bir mikroyapıda iki adet temel yoğunluk artışı mekanizmasından söz edilebilir [103], a) Boyun verme, b) Gözeneklerin kapanması.

Şekil 3.22’de sıvı faz sinterleme sürecinde partiküller arasındaki sıvı teşekkülü ve buna bağlı olarak gözeneklerin kapanması süreci görülmektedir [103].



Şekil 3.22 : Sıvı faz sinterleme sürecinde gözeneklerin kapanması süreci [103].

Başarılı bir sıvı faz sinterleme süreci için [16];

- a) Sıvı fazın ıslatabilirlik özelliği olmalıdır,
- b) Sıvı hale geçecek fazın ana fazın içersindeki çözünürlüğü düşük olmalıdır. Böylece, maksimum derecede sıvı faz teşekkülü sağlanmasının yanısıra segregasyon probleminin önüne geçilecektir. Ayrıca, çökelti fazların oluşumuna bağlı büzülme de verimli bir şekilde gerçekleşecektir,
- c) Ana fazın sıvı faz içersindeki çözünürlüğü yüksek olmalıdır. Böylece ana fazın sıvı faz içersindeki kütle taşınımını gerektiren difüzyon katsayısı yüksek olur,
- d) Sıvı faz sinterleme sırasında ara katı fazlar oluşturmamalıdır. Aksi takdirde, difüzyon yavaşlayacak ve sinterleme sırasında fiziksel olarak sıvı yayılımını kısıtlı hale gelecektir.

Alüminyumun sinterlenmesi bakır (Cu), demir (Fe), Tungsten (W) gibi metallere kıyasla daha kısa zamanda, daha yüksek göreceli yoğunlukların ulaşıldığı kısmi olarak sıvı fazın da sinterleme sırasında teşekkül ettiği bir sinterleme sürecidir [102]. Alüminyum tozlarının presleme sonucunda göreceli yoğunlukları, teorik yoğunluklarının %90’ına kadar ulaşır. Dolayısı ile sinterlemede amaç, gerçek

yoğunluğun arttırılmasından ziyade partiküllerin kimyasal olarak birbirine bağlanması haline gelir. Partiküller üzerinde oksit filmin oluşmasından ötürü sinterleme, sıvı faza geçecek alaşım elementleri de sisteme katılarak gerçekleştirilir. Sinterleme prosesi, oksidasyonun daha da ilerlememesi için Ar, N₂ gibi inert gaz ortamlarında gerçekleştirilir. Sinterleme sırasındaki boyut değişimi, presleme sonucu elde edilen yoğunluğa ve sistemde bulunan diğer alaşım elementlerine bağlıdır. Genellikle, Al esaslı alaşımlarda sinterleme sonucundaki boyut değişimi %2 büzülme ile %1 şişme arasında gerçekleşmektedir [16].

3.2 Malzeme Seçimi

3.2.1 Alüminyum (Al)

Alüminyum (Al) yeryüzünden en çok bulunan 3. Element olup [105], dünyada en çok kullanılan demir dışı metaldir [106, 107]. Elementel sembolü Al olup, atomik ağırlığı 26.97 g/mol'dür. Alüminyumun ergime sıcaklığı 660°C'dir. Alüminyum, manyetik olmayan bir metal olup, iyi bir reflektif özellik gösterir. Çizelge 3.1'de alüminyuma ait bazı özellikler tablo şeklinde görülmektedir [108, 109].

Çizelge 3.1 : Alüminyumun fiziksel özellikleri.

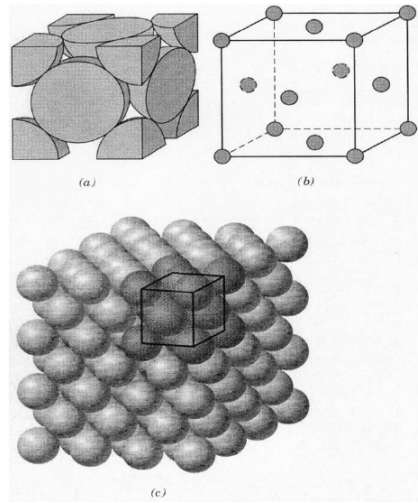
Özellik	Birim	Değer	Sıcaklık ya da Basınç
Molekül kütlesi	g.mol ⁻¹	27	
Yoğunluk	g.cm ⁻³	2,698	25 °C
Ergime noktası	°C	660,45	<1013 x 10 ⁻³ bar
Kaynama noktası	°C	2056	<1013 x 10 ⁻³ bar
Buhar basıncı	Pa	3,7 x 10 ⁻³	927 °C
Termal iletkenlik	W.m ⁻¹ .K ⁻¹	237	25 °C
Elastik modül	MPa	69000	
Lineer genleşme katsayısı	10 ⁻⁶ K ⁻¹	23,1	25 °C
Elektriksel direnç	10 ⁻⁹ ohm.m	26,548	25 °C
Poison oranı		0,33	

Dünyada üretilen alüminyumun %75'i cevherden elde edilen alüminyum olan 'birincil alüminyum'dur. Birincil alüminyumun üretimi 3 kademeye bölünebilir [80, 106, 110]:

- Boksit ve diğer alüminyum cevherlerinin topraktan çıkarılması,
- Cevherden alümina eldesi (Bayer Prosesi),
- Alüminadan, birincil alüminyum eldesi.

Düşük yoğunluk (2.7 g/cm^3), yüksek mukavemet ve üstün korozyon direnci alüminyumun ticari olarak kullanımının önünü açan özellikleridir [107, 108]. Alüminyumun taşımacılık, ulaşım, yapı, elektrik-elektronik ve paketleme sahalarında kullanımı geniş olup, bu sahalarda geniş kullanım alanı bulmasının sebepleri şunlardır [110]: a) Hafiflik, b) Termal iletkenlik, c) Elektriksel iletkenlik, d) Yüzey işlemlerine uygunluk, e) Korozyon direnci, f) Ektrüzyon ve döküm ürünlerinin fonksiyonelliği, g) Şekillendirilebilme (Süneklik), h) Geri dönüşüm kolaylığı, i) Alüminyum alaşımlarının çeşitliliği.

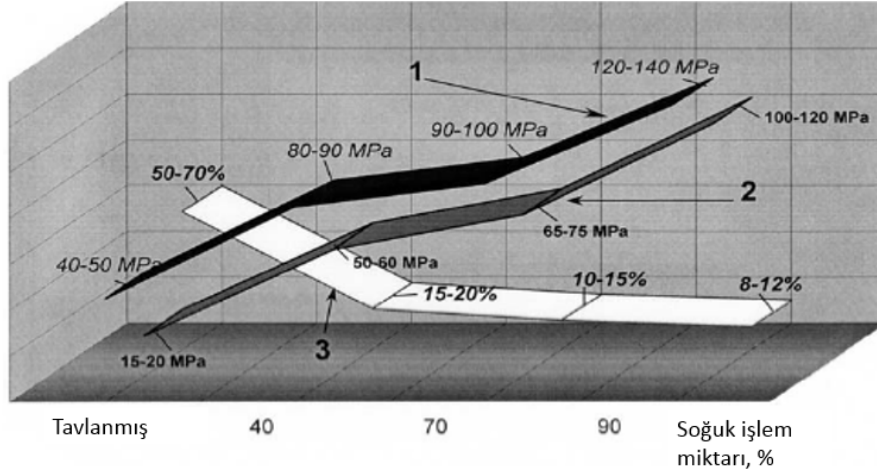
Alüminyum yüzey merkezli küp (Y.M.K.) Bravais kafesine sahip bir metal olup, koordinasyon numarası 12'dir. Alüminyum kafesindeki atomlar arasındaki en yakın mesafe $0,286 \text{ nm}$ olup, atomik paketlenme faktörü 0.74 'tür. Latis parametresi ise oda sıcaklığında $0,404 \text{ nm}$ 'dir. Söz konusu kafes özellikleri, 4 K ile 933 K ($\sim T_{\text{er(Al)}}$) sıcaklık aralığında geçerlidir [105]. Bu da alüminyumun, süneklik, termal ve elektriksel iletkenlik ve korozyon dayanımı gibi üstün özelliklerini çok geniş bir sıcaklık aralığında koruyabildiği anlamına gelmektedir [107, 110]. Şekil 3.23'de alüminyum metalinde kafes içerisinde atomların dizilimi görülmektedir.



Şekil 3.23 : Alüminyumun kristal yapısı [110].

Yüksek saflıktaki alüminyumun elastik özellikleri; Elastik Modülü (E) = $69\text{-}72 \text{ GPa}$, Kayma Modülü (G) = $25\text{-}26,5 \text{ GPa}$ ve Poison oranı = $0,33$ şeklindedir [107, 110]. Alüminyumun mekanik özellikleri saflığına ve malzemeye uygulanan ısıtma işleme doğrudan bağlıdır [110].

Soğuk şekillendirme prosesi ile de alüminyumun mekanik özellikleri yüksek oranda geliştirilebilir [80]. Şekil 3.24’de soğuk işlem süreçlerinin alüminyumun mekanik özelliklerine olan etkisi görülmektedir [110].



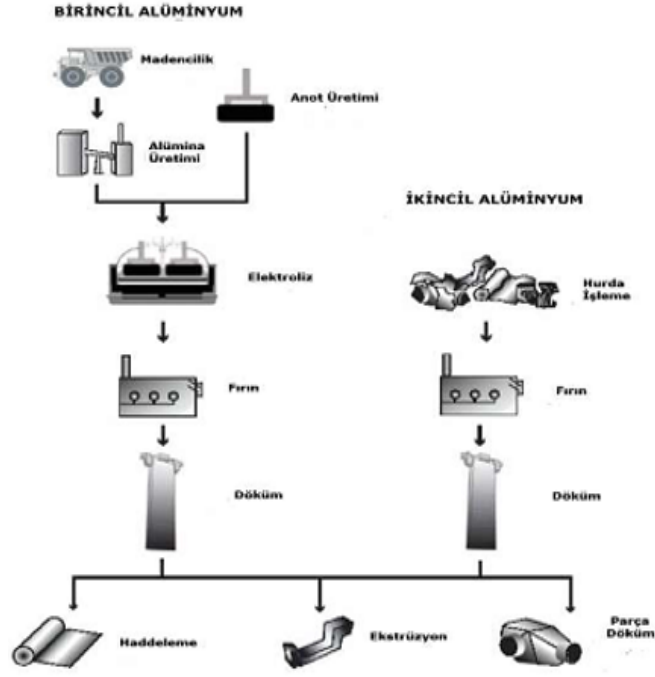
Şekil 3.24 : Alüminyumda soğuk işlemin mekanik özelliklere etkisi: (1) Gerilme mukavemeti, (2) Çekme Mukavemeti, (3) % Genleşme [110].

Boksit cevheri dünyada en çok bulunan alüminyum kaynağıdır. Boksit rezervlerinin %75’i Avustralya, Gine, Jamaika, Brezilya ve Rusya’da bulunmaktadır [110].

Boksit cevherinden, alüminanın (Al_2O_3) elde edildiği prosese Bayer prosesi denilmektedir [80]. Birincil alüminyum ise alüminanın, ergimiş doğal kriyolit (Na_3AlF_6) banyosu içerisinde elektrolizi yolu ile elde edilir. Birincil alüminyumun ticari olarak kullanımı için çeşitli saflaştırma yöntemleri mevcuttur. Bu yöntemler [106]:

- Elektrolitik redüksiyon
- ALCOA klorür prosesi
- Toth prosesi
- Alüminyumun HCl veya HF ile süzülerek anortositte ekstrakte edilmesi, olarak belirtilebilir.

Birincil alüminyum dışında, alüminyum hurdalarının geri dönüştürülerek elde edildiği ‘ikincil alüminyum’ da ticari olarak kullanım bulmaktadır [106]. Şekil 3.25’de alüminyum üretim yöntemleri ve bu yöntemlerin proses adımları görülmektedir [109].



Şekil 3.25 : Alüminyum üretim yöntemleri ve akış şeması [109].

3.2.1.1 Al- Si esash alaşımlar

Al-Si alaşımları, düşük yoğunlukları, yüksek özgül mukavemetleri, yüksek sertlikleri, yüksek elastik modülleri, aşınma dayanımları, kontrol edilebilir genleşme katsayıları, süneklikleri, düşük maliyetleri (Mg ve Ti alaşımları ile kıyaslandığında) gibi özellikleri sayesinde uzay-havacılık, otomotiv ve askeri uygulamalar gibi pek çok uygulama alanında ilgi çekici hale gelmiştir. Çizelge 3.2’de alüminyum alaşım grupları görülmektedir [5, 9, 111].

Çizelge 3.2 : Alüminyum alaşım grupları.

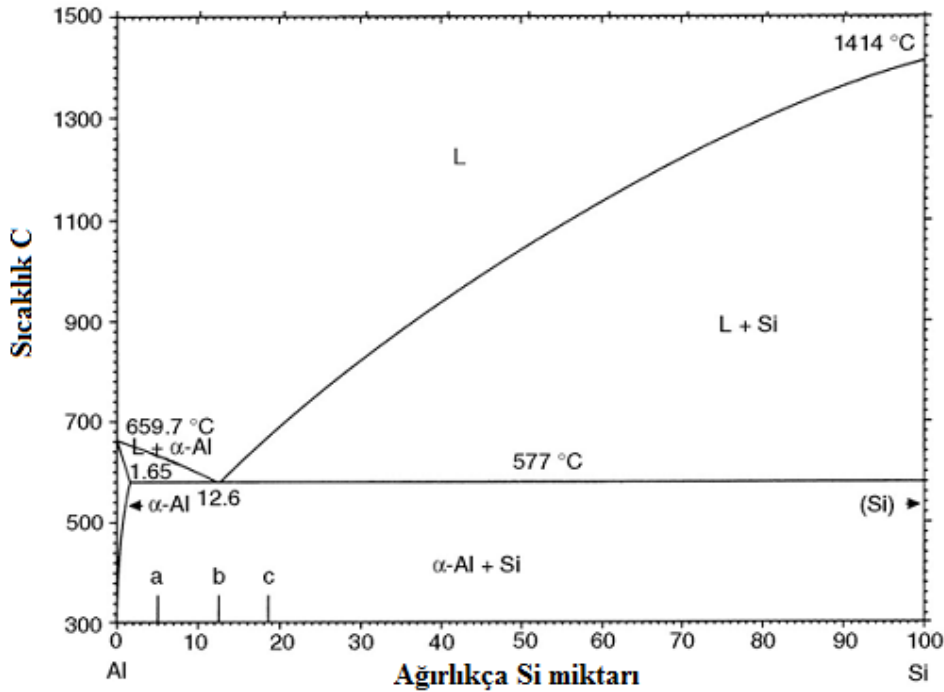
Alaşım Grubu	Kimyasal Kompozisyon
1XXX	Min. %99.9 Al
2XXX	Al-Cu, Al-Cu-Mg, Al-Cu-Mg-Li, Al-Cu-Mg-Si
3XXX	Al-Si-Cu ve/veya Mg
4XXX	Al-Si
5XXX	Al-Mg, Al-Mg-Mn
	Al-Mg-Si, Al-Mg-Si-Mn, Al-Mg-Si, Cu
7XXX	Al-Zn, Al-Zn-Mg, Al-Zn-Mg-Mn, Al-Zn-Mg-Cu
8XXX	Al-Pb

Aşınma dayanımı uygulamalarında kullanılan Al alaşımları esas olarak Al-Si alaşım sistemine dayanmaktadır [112]. Silisyum, alüminyuma alaşım takviyesi olarak en sık uygulanan, maliyeti en düşük elementtir ve alaşımın korozyon direncini yükseltirken, termal genleşme katsayısını düşürerek, bunun yanında aşınma direncini artırır [113].

Al-Si alařımlarında birincil Si partik  lleri s  rt  nme y  zeyinin matriksle olan dođrudan temasını engellemelerinden dolayı Al alařımına m  kemmele yakın ařınma dayanımı sađlar ve bu   zellik birincil Si partik  llerinin azalan partik  l boyutu sonucu mikroyapıya daha sık ve homojen dađılımı sonucu artar [74, 114-127]. Al alařımlarındaki silisyum i eriđindeki artıř m  kemmel mekanik   zellikler katsa da   z  nebilirlik limiti mekanik   zelliklerin artıřını sınırlar. Bu sebeple, alařımın katı   z  n  rl  k limitini geniřletmek i in MA prosesi kullanılarak emniyetli bir s  neklikle birlikte y  ksek mukavemet sađlanır.   izelge 3.3’de Al-%13Si   tektik  st   Al-Si alařımına ait mekanik   zellikleri ve bu mekanik   zelliklere d  k  m y  nteminin etkisi g  r  lmektedir [118-120].

  izelge 3.3 : Al-%13 Si mekanik   zelliklerinin d  k  m y  ntemi ile iliřkisi.

D��k��m tipi	��ekme mukavemeti (MPa)	Genleme (%)	Sertlik (Rockwell B)
Normal kum d��k��m	125	2	50
Modifiye kum d��k��m	195	13	58
Normal ��il d��k��m	125	3,5	63
Modifiye ��il d��k��m	195	8	72



Ő ekil 3.26 : Al-Si ikili faz diyagramı [122].

Ő ekil 3.26’da Al-Si’a ait faz diyagramı ve diyagram   zerindeki   tektik nokta (ađ. %12,6 Si) g  r  lmektedir [122].

Al-Si-Cu-Mg alaşımları ise yaşlandırılabilir alaşımlardır. Isıl işlem sırasında alaşım elementleri Al içerisinde çözünür ve oluşan intermetalik fazlar mekanik özellikleri olumlu yönde değiştirir. Isıl işlem mukavemet ve tokluğun optimum kombinasyonu elde edilecek şekilde yapılır. İntermetalik fazlar, çözeltiye alma kademesi sırasında doymuş hale gelen katı çözeltinin suni olarak yaşlandırılması ile oluşup, su verme (çökelme sertleşmesi) ile oda sıcaklığında malzeme içerisine hapsedilirler [121]. Al-Si-Cu-Mg alaşımlarında bakır (Cu), alaşıma yaşlandırma sertleşmesi dışında işlenebilme özelliği de kazandırır. Ancak, bakır miktarının artması dökülebilirlik, tokluk ve korozyon direncinin düşmesine sebep olmaktadır [122].

Bakır ve magnezyum, Al-Si alaşımlarına mukavemet ve sertlik gibi mekanik özellikleri arttırmak amacı ile katılırlar [123-126]. Magnezyum içeriği sayesinde yapıda Mg_2Si oluşurken [125-127], bakır da Al_2Cu intermetalizi yaparak ısıtılma işlem sonucu alaşımın mekanik özelliklerini değiştirir [123]. Alaşımın mekanik özellikleri, çökelti fazlarının şekline, boyutuna ve homojenliğine bağlıdır [125].

3.2.1.2 Al-Si esaslı MMK malzemeler

MMK malzemeler içerisinde en önemli MMK malzeme matrikslerinden birisi olan alüminyum alaşımları yaklaşık kırk yıldan beri araştırma geliştirme (Ar-Ge) ve endüstriyel faaliyetlerde MMK malzeme matriksi olarak kullanılmaktadır [128-131].

Alüminyum ve alüminyum alaşımlarına, sert seramik malzemelerin takviyesi malzemenin mukavemetini ve aşınma direncini arttırmaktadır. Bu ise ancak takviye malzemelerinin matriks içerisinde homojen ve uniform olarak dağılması ile mümkündür. Aksi halde, topaklanma ve/veya homojen olmayan takviye dağılımı Al esaslı MMK malzemelerin, süneklik, mukavemet ve tokluk gibi mekanik özelliklerinin bozulmasına yol açacaktır [21].

Al esaslı MMK'lerin sunduğu avantajları şunlardır [111]: a) Yüksek mukavemet, b) Yüksek tokluk, c) Düşük yoğunluk (düşük ağırlık), d) Yüksek sıcaklıkta kullanım, e) Kontrol edilebilir termal genleşme katsayısı, f) Geliştirilmiş elektriksel özellikler, g) Yüksek aşınma direnci, h) Kütle kontrol edilebilirliği, i) Enerji sönümleme .

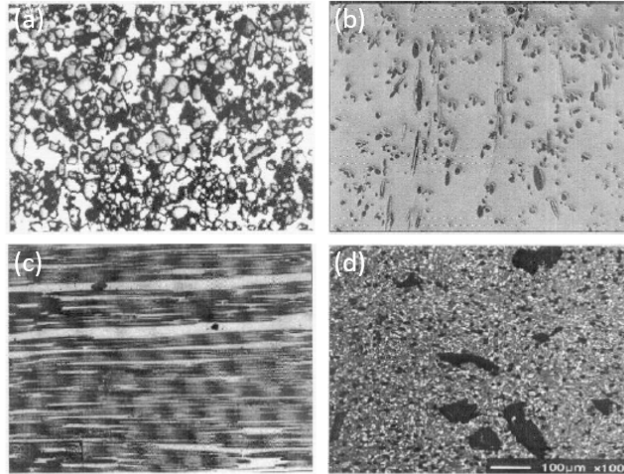
Partikül takviyeli Al esaslı MMK'ler hacimce %30'dan az takviye malzemesi içeriyor olup, yapı malzemeleri ve aşınma direnci gerektiren uygulamalarda kullanılırlar.

Partikül takviyeli AMK'ların üretimi, visker, kısa fiber veya sürekli fiber takviyeli Al esaslı MMK'lere göre daha az maliyetlidir. Ancak takviye edilmemiş alüminyum ve alaşımlarına göre ise çok daha yüksektir. Partikül takviyeli Al esaslı MMK'ların mekanik özellikleri ekstrüzyon, haddeleme ve dövme gibi ikincil şekillendirme prosesleri ile daha da arttırılabilir [39, 109, 111].

Kısa fiber ve/veya visker takviyeli Al esaslı MMK'ler ise bir başka süreksiz takviyeli Al esaslı MMK çeşidi olup, söz konusu Al esaslı MMK'ler pistonlarda ilk kullanılan tipte Al esaslı MMK'lardır. Kısa fiber ve/veya visker takviyeli Al esaslı MMK'lar partikül takviyeli ve sürekli fiber takviyeli Al esaslı MMK'ler arasında mekanik özellikler gösterirler [39, 109, 111].

Sürekli takviyeli Al esaslı MMK'lerde takviye malzemesi yük taşıma görevini yerine getirirken, alüminyum esaslı matriks ise takviyeden iletilen yükü transfer edip, dağıtma görevini yerine getirmektedir. Bu tip Al esaslı MMK'ler fiber oryantasyonuna dik yönlerde uygulanan kuvvetlere karşı düşük dayanım gösterirler. Süreksiz takviyeli kompozitlerde ise yük taşıma görevini alüminyum esaslı matriks yerine getirirken, yükü transfer edip dağıtmayı takviye malzemeleri gerçekleştirmektedir [39, 109, 111].

Şekil 3.27'de farklı tipte SiC takviyesi içeren Al esaslı MMK malzemelere ait elektron mikroskobu görüntüleri görülmektedir [111].



Şekil 3.27 : SiC partikül takviyeli Al MMK (%40), (b) kısa fiber takviyeli Al MMK, (c) sürekli fiber takviyeli Al MMK, (d) %10 SiC ve %4 Grafit taviyeli Al hibrit kompozit [111].

Söz konusu takiyelere ek olarak ayrıca bir çeşitten fazla takviye içeren hibrit (melez) Al esaslı MMK'ler da mevcuttur. Örneğin, partikül ile visker karışımı takviyeli ya da sert ve yumuşak takviye karışımı Al esaslı MMK'ler örnek olarak gösterilebilir. Karbon fiber ve alümina karışımı takviyeli Al esaslı MMK'ler silindirik astar malzemesi olarak kullanılmaktadır [39, 109, 111].

3.2.2 Seryum oksit (CeO_2), İtiryum oksit (Y_2O_3) ve Lantan oksit (La_2O_3)

Seryum (Ce), Lantan (La) ve İtiryum (Y) metallerinin de dahil olduğu 15 adet lantanit grubu metale nadir toprak metalleri denilmektedir [132]. Nadir topraklar, fonksiyonel malzemeler ve katalizörler olarak geniş uygulama alanı bulan malzemelerdir [133].

Ce yeryüzünde en çok bulunan nadir toprak metalidir. Manazit ve bastnazit en çok bulundukları cevherlerdir [132]. CeO_2 en reaktif nadir toprak metal oksitlerden olup, bunun yanı sıra yüksek refraktif indeks, yüksek optik geçirgenlik ve oksijen soğurma kapasitesi gibi özellikleri bulunan ve geniş uygulama alanları bir malzemedir. Seramik, cam parlatma, fotosensitif camlar, katalizörler ve katı oksit yakıt hücreleri gibi uygulama alanları CeO_2 'nin kullanıldığı bazı uygulama alanlarıdır [134-135]. Özellikle dielektrik kuvveti, sertlik gibi iyi mekanik ve yapısal özelliklerinden dolayı ise kondüktörlere tampon olarak kaplanmaktadır [136].

Y_2O_3 ise, mükemmel fiziksel ve kimyasal özelliklerinden dolayı son yıllarda bilimsel ve teknolojik uygulamalarda oldukça ilgi çekici bir malzeme haline gelmiştir [137]. Y_2O_3 ayrıca oksidasyonu engelleyici ve yüksek sıcaklık sertliğini iyileştirici bir takviye malzemesi görevi görmektedir [138].

Örneğin, Ahmadi H. ve arkadaşları [139] Ti- Ni alaşımına, %5'e kadar çeşitli oranlarda Y_2O_3 takviyesi yaptıklarında, Ti- Ni alaşımının sertlik ve aşınma direncinin arttığını gözlemlemişlerdir. Ayrıca, tuzlu su, sülfirik asit ve sodyumklorür çözeltilerinde yaptıkları korozyon deneylerinde alaşımın korozyon direncinin de arttığını gözlemlemişlerdir [139].

Nadir toprak metaller içerisinde La maliyetinin düşük olmasının yanında, iyi fiziksel ve kimyasal özellikler sergilemesinden ötürü en çok çalışılan ve uygulama alanı bulan nadir toprak metalidir. La esaslı nanomalzemeler, partikül/ nanotel/ nanotüp gibi çeşitli morfolojilerde ince film olarak kaplanmaktadır [133].

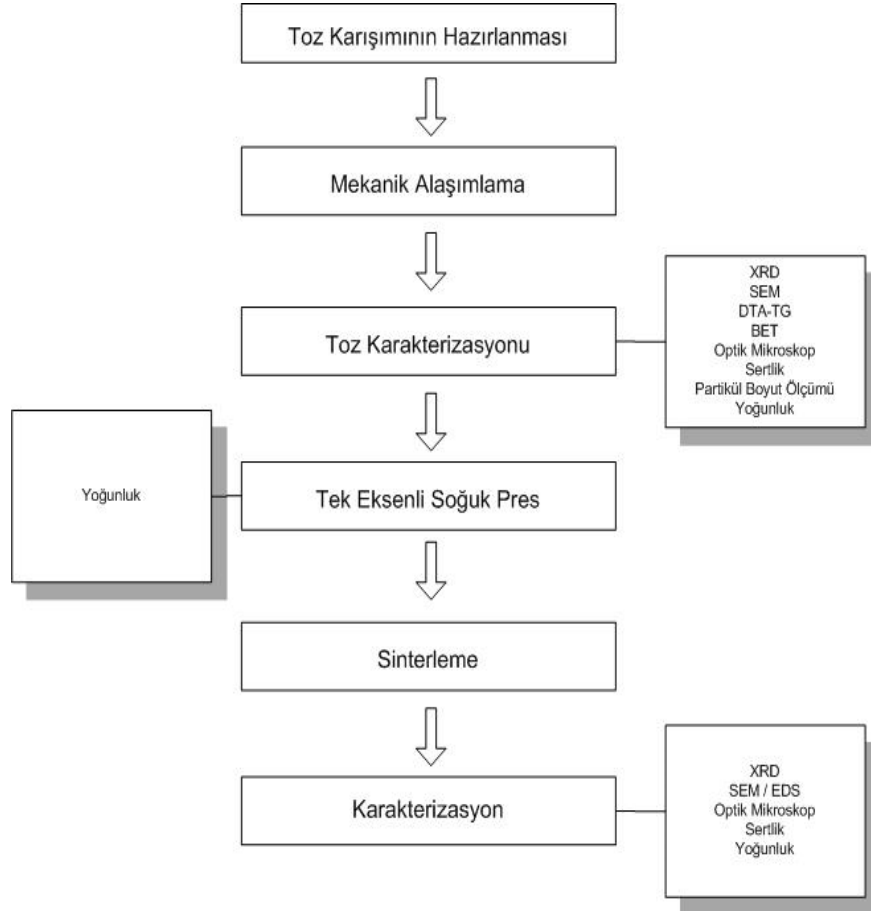
Pardo A. ve arkadaşları [140] alüminyum matrisli SiC partikül takviyeli kompozit malzemenin yüzeyine La kaplayarak, malzemeyi kütlece % 3.5 NaCl içeren sulu çözeltiye almışlardır. Malzemenin korozyon davranışının, tuzlu suda lantanın oksitlenmesi ile oluşan bayerit tabakası sayesinde iyileşme gösterdiğini gözlemlemişlerdir [140].

Zhang G. ve arkadaşları ise [141] Mo–12Si–8.5B toz harmanına kütlece değişik oranlarda La_2O_3 takviyesi yaparak, tozu mekanik alaşımlamış ve ardından sıcak presleme ile sinterleme gerçekleştirmişlerdir. Sinterlenmiş La_2O_3 takviyeli Mo–12Si–8.5B kompozit malzemesinin, takviyesiz alaşıma göre daha homojen ve ince taneli yapıda bir mikroyapıda olduğu görülmüştür. Ayrıca, sertlik ve eğme mukavemeti gibi mekanik özelliklerde de iyileşme olduğu gözlemlenmiştir. Mekanik özellikleri iyileştiren mekanizma ise, mekanik alaşımlama ve sinterleme sırasında oluşan intermetalik fazlara bağlı partikül dispersiyonu ve ince taneli yapıya bağlı güçlendirici etkiler ile açıklanmaktadır [141].

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Çalışma esnasında kullanılacak kompozisyonlar literatür incelemesi ile belirlenmiştir. Buna göre Al ve Si karışımından oluşacak matriks bileşimi ağırlıkça %82 Al, %15 Si, %2,5 Cu ve %0,5Mg olarak belirlenmiş ve bütün çalışma süresince bu matriks bileşimi sabit olarak tutulmuştur. Matriks bileşimin belirlenmesinin ardından, ilave edilecek pekiştirici miktarları belirlenmiştir. Buna göre ağ.%0,5, ağ.%1 , ağ.%2, ağ.%5 Y_2O_3 , Ce_2O , La_2O_3 ilave edilmesine karar verilmiştir.

Üretilen kompozitlerin mekanik alaşımlama, pekiştirme ve gazaltı sinterleme ve karakterizasyon süreçlerine yönelik akım şeması Şekil 4.1 'de gösterilmiştir.



Şekil 4.1 : Deneysel süreçlerin akım şeması.

Mekanik alaşımlama (MA) teknikleri kullanılarak alüminyum (Al), silisyum (Si), bakır (Cu) ve magnezyum (Mg) ana matriks içersine pekiştirici fazların (itriyum oksit (Y_2O_3), seryum oksit (Ce_2O) ve lantan oksit (La_2O_3)) katılması ile ilgili çalışmada MA süresinin oluşturulan kompozit yapısına etkisi incelenmiştir. Çalışma konusu kapsamında çeşitli sürelerde MA'lanmış toz numuneler, tozların partikül boyut dağılımı, kimyasal kompozisyon ve mikroyapısal karakterizasyon çalışmalarını takiben MA'lanmış toz kompozitleri aynı koşullarda preslenmiştir. MA yöntemiyle üretilmiş olan kompozit tozların karakterizasyon çalışmaları, X-ışınları difraktometresi (XRD), optik mikroskop (OM) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışmaları ve termal analiz deneyleri diferansiyel termal analiz (DTA) ile tamamlanmıştır.

4.1 Malzeme Seçimi

4.1.1 Alüminyum (Al)

Çalışmada oluşturulacak kompozisyonda en yüksek miktarda kullanılan Al tozu Alfa Aesar Firmasında temin edilmiştir. %99,5 saflık düzeyindeki tozların ortalama partikül boyutu boyutu 10 μm civarındadır. Bu parçacık boyutunun oluşturulacak kompozit tozunda herhangi bir olumsuz etki yaratmayacağından tozlara herhangi bir ön işlem yapılam gereği görülmemiştir.

4.1.2 Silisyum (Si)

Kullanılan silisyum tozlarının ilk partikül boyutu 130 μm civarındadır. Bu büyüklükte tozların kompozitte kullanımı yapıda aglomerasyon oluşumuna ve silisyum tozları çevresinde malzemelerin toplanmasına sebep olup yapının homojen olarak karışmasına imkan vermeyecektir. Bu nedenle granül haldeki Si 120 dak. süreyle SpexTM Dual Mixer-Mill 8000D yüksek enerjili öğütücü ile öğütülmüştür. Öğütme sonucunda Si tozunun partikül boyutu 1,5 μm ' ye kadar küçülmüştür. Çalışmada kullanılan öğütme sistemi Şekil 4.2'de görülmektedir. .

4.1.3 Bakır (Cu)

Kullanılan Cu tozları Alfa Aesar firmasından alınmış olup yaklaşık olarak 20 μm ortalama partikül boyutuna sahiptirler.



Şekil 4.2: SpexTM yüksek enerjili öğütücü

4.1.4 Magnezyum (Mg)

Kullanılan Mg tozları Alfa Aesar firmasından alınmış olup yaklaşık olarak 60 µm ortalama partikül boyutuna sahiptirler.

4.1.5 Seryum oksit (CeO₂)

Kullanılacak bir diğer pekiştirici olan CeO₂ tozları Alfa Aesar firmasından alınmış olup, ortalama olarak 10 µm civarı bir partikül boyutuna sahiptir.

4.1.6 İttriyum oksit (Y₂O₃)

Kullanılacak bir diğer pekiştirici olan Y₂O₃ tozları Alfa Aesar firmasından alınmış olup, ortalama olarak 4 µm civarı bir partikül boyutuna sahiptir.

4.1.7 Lantan oksit (La₂O₃)

Kullanılacak bir diğer pekiştirici olan La₂O₃ tozları Alfa Aesar firmasından alınmış olup, ortalama olarak 36 µm civarı bir partikül boyutuna sahiptir.

4.2 Mekanik Alaşımlama Süreçleri

Bu çalışmada üretilen kompozit tozlardan Al-ağ.%15Si-ağ.%2,5Cu-ağ.%0,5Mg (Al15Si2,5Cu0,5Mg) ana matriks alaşım tozları 8000D SpexTM (Şekil 4.2) tipi yüksek enerjili öğütücüde sırası ile 1, 2, 3, 4 ve 8 saat süre ile öğütülmüşlerdir. Ana matriks alaşımını için uygun mekanik alaşımlama süresi belirlendikten sonra, pekiştirici ilavesi içeren Al15Si2,5Cu0,5Mg tozları bu kez sabit mekanik alaşımlama süresi kadar öğütülmüşlerdir. MMK sisteme takviye elemanı olarak CeO₂, Y₂O₃, La₂O₃ tozları ağırlıkça % 0,5, 1, 2 ve 5 miktarında matriks alaşımı tozları ile birlikte optimize mekanik alaşımlama süresi olarak belirlenen 4 saat süresince öğütülmüşlerdir.

Öğütücü ortam olarak paslanmaz çelik öğütücü kap ve çapı 6,25 mm olan çelik bilyalar kullanılmıştır. Çalışmada kullanılacak bilya/toz oranı olarak 7'e 1 seçilmiştir. MA esnasında tozların hava ile teması ile oluşabilecek oksitlenmeleri önlemek amacıyla öğütme işlemine başlanmadan önce tozlar Plaslabs™ (Şekil 4.3) marka kapalı ortam kutusuna alınmıştır. Mekanik pompa yardımıyla kapalı ortam kutusundaki hava vakumlandıktan sonra yüksek safiyette argon (Ar) gazı geçirilmiştir. Tozlar öğütme kavanozlarına bu ortam altında yerleştirilmişlerdir ve kavanozlar kapalı ortam kutusunda kapatılmış ve hava ile tozların teması engellenmiştir. Mekanik alaşımlama işlemleri bittikten sonra, tozlar yine aynı şartlar altında açılarak yapılacak deneyler için gerekli miktarlarda çıkarılmıştır. Şekil 4.3'de mekanik alaşımlama işlemlerinin gerçekleştirildiği çift kavanozlu Spex™ 8000D yüksek enerjili bilyalı öğütücü cihazı ile tozların hava şartlarından etkilenmemesi için harmanlanıp, kavanoza konuldukları ve mekanik alaşımlama işlemleri sonrasında kavanozlardan çıkartıldıkları Plaslabs™ kapalı ortam kutusu görülmektedir.



Şekil 4.3 : Plaslabs™ kapalı ortam kutusu.

4.3 Toz Karakterizasyon Deneyleri

4.3.1 Partikül boyutu ve zeta potansiyeli ölçümü

Mikrometre mertebelerindeki tozların partikül boyutları ve dağılımları Malvern™ Mastersizer 2000S cihazı ile belirlenmiştir. Özellikle başlangıç tozları (hiç öğütülmemiş) tozlar mikrometre mertebelerinde boyuta sahiptirler. Ancak öğütme süresi arttıkça, partikül boyutu düşeceğinden, nanometre mertebelerindeki tozların partikül boyutları ve dağılımları için, Nano-Flex™ Partikül Boyut Ölçüm Cihazı'na ile ihtiyaç duyulmuştur. Stabino™ Zeta Potansiyel cihazı ile nanometre mertebelerindeki partiküllerin zeta potansiyeli değerleri ölçülmüştür.

Nanopartiküllerin asıltı halinde bulunduğu pH ve buna bağlı zeta potansiyeli belirlendiğinde, aynı şartlarda hazırlanan kolloidal çözelti ile Nano-Flex™ partikül boyut ölçüm cihazı'nda partikül ölçümleri çok daha doğru sonuçlar vermiştir. Partikül boyut ölçümleri saf su ortamında yapılmıştır. Mastersizer™ 2000 cihazında ölçüme başlamadan önce tozlar 5 dakika Bandelin™ marka homojenizatörde bekletilirken, öğütülmüş tozların ölçüldüğü Stabino™ zeta potansiyel cihazında ölçüm öncesi tozlar sodyum hekzametafosfat ($\text{Na}_6\text{P}_6\text{O}_{18}$) ile hazırlanmış çözelti içinde zeta potansiyeli ayarlanmış ve böylece her iki ölçüm sistemindedir aglomerasyonların dağıtılması amaçlanmıştır. Şekil 4.4, 4.5 ve 4.6' da sırasıyla Malvern Instruments™ Mastersizer 2000, Nano-Flex™ partikül boyut ölçüm ve Stabino™ zeta potansiyel ölçüm, Bandelin™ marka homojenizatör cihazı görülmektedir.



Şekil 4.4 : Malvern Instruments™ Mastersizer 2000 cihazı.



Şekil 4.5 : Nano-Flex™ partikül boyut ve Stabino™ zeta potansiyel cihazları.



Şekil 4.6 : Bandelin™ homojenizatör cihazı.

4.3.2 X-ışını difraksiyonu analizleri

Toz malzemelerde faz tayini ve mekanik alaşımlama sonucunda, silisyumun, bakırın ve magnezyumun alüminyum kafesi içerisindeki çözünme davranışları Bruker™ D8 Advance difraktometresi ile kullanılarak X-ışınları Difraksiyon çalışmaları ile incelenmiştir. Ek olarak, toz malzemelerde öğütme süresi arttıkça kristalin boyutu azalırken, kalıntı gerilme miktarı ise artar. Malzemenin kristalin boyutu ve bünyesindeki kalıntı gerilme miktarını X-ışınları Difraksiyon çalışmaları ile belirlenmiştir.

Bruker™ D8-Advance X-ışınları difraktometresi 40 kV ve 40 mA şartlarında CuK α radyasyonu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.7’de bu çalışmalar için kullanılan Bruker™ D8 Advance X-ışınları Difraktometresi (XRD) cihazı görülmektedir.



Şekil 4.7 : BRUKER™ X-ışınları difraktometresi.

4.3.3 Enerji dağılım spektroskopisi (EDS) analizleri

Tozlara ait kantitatif olarak kütleli bazlı kimyasal bileşim, JEOL™-6000 Neoscope cihazına entegre Enerji Dağılım Spektroskopisi (EDS) dedektörü sayesinde alınan veriler sonucunda belirlenmiştir. Bu şekilde, malzemedeki öğütme sonrasında toz malzemeye karışabilecek ikincil fazların ve/veya emrütelerin varlığı noktasal EDS, alan EDS ve gibi aynı teoriye dayanan çeşitli yöntemlerle desteklenmiştir. Bu sayede mekanik alaşımlama sırasında tozlara karışmış olan kirlilik (Fe, Cr, C, vb.) ve ısıtma işlem sırasında oluşan faz bölgelerindeki kütlece elementel dağılımlar tespit edilmiştir.

4.3.4 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışmaları

Öğütme aşamalarını takiben tozlarda meydana gelebilecek deformasyon, topaklanma, ikincil fazlar ya da yapının homojen olup olmadığı Taramalı Elektrom Mikroskobu (JEOL™-6000 Neoscope) ile yapılmıştır. Şekil 4.8’de SEM cihazına ait resim görülmektedir.



Şekil 4.8 : JEOL™-6000 Neoscope taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı.

4.3.5 Termal analizler

Mekanik alaşımlanmış tozların termal karakterizasyonları TA Instruments™ SDT Q600 model simültane DTA/TG/DSC analiz cihazı ile 700 °C sıcaklığa kadar 10 °C/dakika ısıtma hızı kullanılarak Argon gaz atmosferi kullanılarak yapılmıştır. Numuneler alümina potalarda analiz edilmiştir. DTA analizleri ile sinterlenme sıcaklığının ve reaksiyonların tayini mümkün olmuştur. Şekil 4.9’da TA Instruments™ termal analiz cihazı görülmektedir.



Şekil 4.9 : TA INSTRUMENTS™ DTA/DSC/TGA termal analiz cihazı.

4.4 Presleme

$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ matriksinin ve ana matriks içine CeO_2 , La_2O_3 ve Y_2O_3 pekiştiricilerinin ilave edildiği sistemler 450 MPa basınç altında yaklaşık 12 mm çapında silindirik direngen ve sert kalıplar içerisinde, kalıp duvarları yağlanmış 10 tonluk hidrolik pres (MSE) kullanımı ile soğuk preslenmişlerdir. Şekil 4.10’da bu çalışmalarda kullanılan hidrolik pres görülmektedir.



Şekil 4.10 : MSE tek eksenli hidrolik el presi.

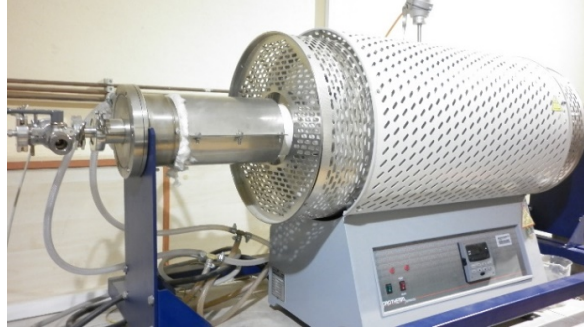
4.4.1 Yoğunluk ölçümleri

Preslenmiş tozların ham yoğunluk ölçümleri yapılmıştır. Preslenen silindir şeklindeki numunelerin çaplarının ve yüksekliklerinin ölçümünden sonra silindir hacmi hesaplanmıştır. Bir sonraki aşama olarak silindir şeklindeki numunelerin ağırlıkları ölçülmüş ve buradan ham yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır.

4.5 Sinterleme Çalışmaları

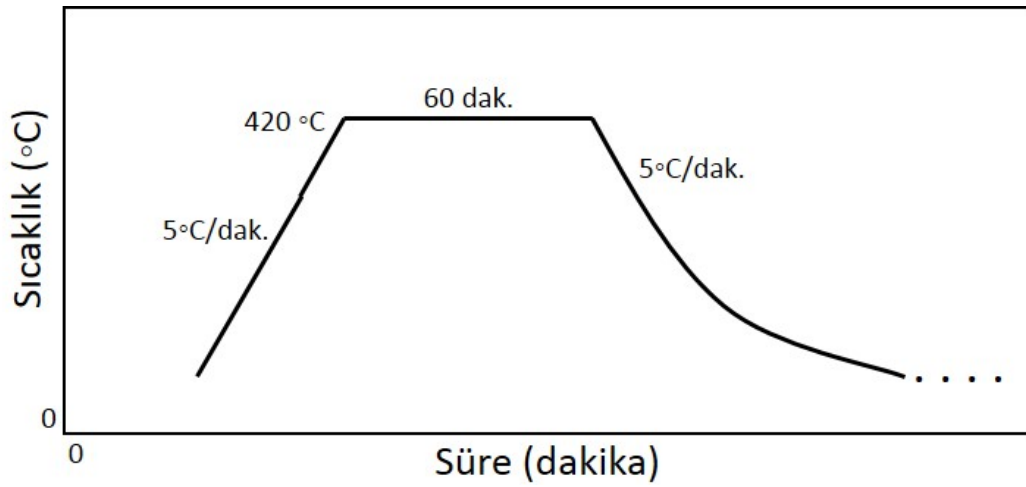
4.5.1 Bağlayıcı giderme

Numunelerin mekanik alaşımlama esnasında kavanoz çeperlerine sıvanmaması ve presleme esnasında kolaylık sağlaması amacıyla öğütme işlemi öncesinde yapıya bağlayıcı olarak stearik asit ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$) ilave edilmiştir. Yapıda bulunan bu stearik asit ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$) sinterleme esnasında malzeme içerisinde sıkışıp gözenek oluşumuna sebep olabileceği ya da daha sinterleme esnasında uçarak fırına zarar verebileceği için presleme öncesi öğütülmüş numunelere bağlayıcı giderme işlemi uygulanmıştır. Stearik asit $380\text{ }^\circ\text{C}$ 'de buharlaşmaktadır. Yapılan denemelerde $400\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta 1 saatlik bir beklemenin numunelerde bulunan stearik asitin uçurulması için yeterli olduğu belirlenmiştir. Bağlayıcı giderme ısıtma işlemi sayesinde numune içerisinde hem yaklaşık %2 oranında bulunan stearik asit sistemden uzaklaştırılmış, hem de tozların tavlama işlemi yapılmıştır. Bağlayıcı giderme amaçlı kullanılan ProthermTM marka tüp fırın Şekil 4.11'de görülmektedir.



Şekil 4.11 : Protherm™ bağlayıcı giderme fırını.

Bu bağlayıcı giderme işleminde uygulanan ısıtma rejimi Şekil 4.12’de verilmiştir.



Şekil 4.12 : Numunelere uygulanan bağlayıcı giderme ve tavlama fırın rejimi.

4.5.2 Numunelerin sinterlenmesi

Preslenmiş ham numunelerin sinterleme işlemleri vakum, hidrojen (H_2), azot (N_2) ve argon (Ar) gazları altında çalışan 1800 M Vac Graphite Linn™ kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Üretilen mekanik alaşımlanmış kompozitler için uygun sinterleme sıcaklığı olarak $570^{\circ}C$ belirlenmiştir. Sinterleme vakum ve argon koruyucu gaz atmosferinde yapılmıştır. Şekil 4.13’de Linn™ 1800 M Vac Graphite fırınının fotoğrafı verilmiştir.

Yapılan literatür çalışmaları sonucu öngörülen sinterleme rejimi DTA analizleri ile kesinleştirilmiştir.

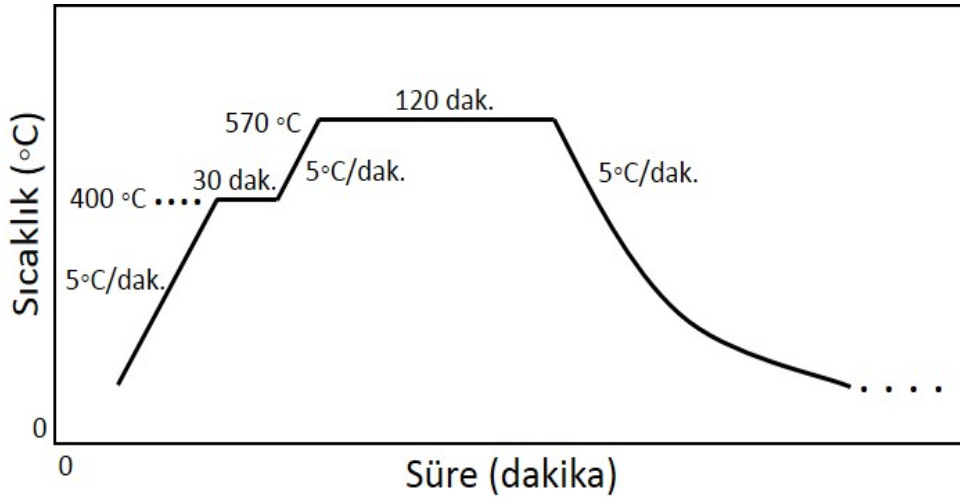
Sinterleme rejimine karar verilmesi aşamasında yapılan literatür araştırmalarında $560-580^{\circ}C$ sıcaklığın genel olarak alüminyum alaşımları için standart olarak uygulanan bir sinterleme sıcaklığı olduğu görülmüştür. Buna ek olarak sinterleme esnasında numunelerin mümkün olduğunca yüksek bir yoğunluğa ulaşılabilmesi için, diğer bir

deyişle yayınmanın gerçekleşebilmesi için yeterli zaman olmalıdır. Bunun için en yüksek sıcaklık olan 570 °C’de 120 dakika beklenmiştir.



Şekil 4.13 : Linn™ 1800 M Vac kontrollü atmosfer sinter fırını.

Numunelere uygulanan sinterleme rejimi Şekil 4.14’de verilmiştir. Numunelere uygulanan sinterleme rejimi incelendiğinde başlangıçta fırın 2°C/dakika ısıtma hızında 400°C’ye ulaşana kadar fırın vakuma alınmıştır. Bu sıcaklıkta 30 dakika bekletildikten sonra argon koruyucu gazı sisteme verilerek yine 5 °C/dakika ısıtma hızı ile 570°C’ye çıkılmış, bu sıcaklıkta yeterli miktarda difüzyonun meydana gelebilmesine imkan vermek amacıyla argon (Ar) gazı altında 2 saatlik bir bekleme süresi uygulanmıştır. Ardından fırın yine Ar gazı altında oda sıcaklığına kadar 2°C/dakika’lık soğutma hızında soğutulularak sinterleme işlemi tamamlanmıştır.



Şekil 4.14 : Numunelere uygulanan sinterleme rejimi.

4.5.3 Metalografik numune hazırlama

Mikroyapı ve faz karakterizasyonları optik mikroskop (OM), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve X-Işınları Difraktometesi fraktometresi (XRD) destekli analizler ile gerçekleştirilmiştir. Sinterlenmiş numuneler öncelikle Struers™

Labopress-1 bakalite alma cihazı (Şekil 4.15.a) ile Struers™ Epofix reçine yardımıyla metalografik işlemler için sıcak bakalite alınmışlardır. Struers™ Tegrapol-15 (Şekil 4.15.b) otomatik parlatma cihazı kullanımı ile mikroyapısal gözlemler için parlatılmışlardır.



Şekil 4.15 : (a) Struers™ bakalite alma cihazı (b) Struers™ parlatma cihazı.

4.5.4 Gerçek yoğunluk ölçümleri

Sinterlenen numunelerin yoğunluk ölçümleri Micromeritics™ AccuPyc II 1340 marka helyum (He) piknometresi kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 4.16).



Şekil 4.16 : Micromeritics™ AccuPyc II 1340 helyum piknometresi.

4.5.5 XRD çalışmaları

Numunelere, sinter sonrası oluşmuş olabilecek fazların tesbiti amacıyla X-ışınları analizi uygulanmıştır. Kullanılan Bruker™ marka XRD cihazı şekil 4.7’de gösterilmiştir.

4.5.6 Taramalı elektron mikroskobu çalışmaları

Sinterlenmiş ürünlerin gözenek/boşluk ve faz dağılımı gibi incelemeleri taramalı elektron mikroskop çalışmaları şekil 4.8’de görülen Jeol™-JCM-6000 Neosope taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılmıştır.

4.5.7 Optik mikroskop alışmaları

Parlatılmış numuneler, Nikon™ Eclipse L150 optik mikroskop ile Clemex™ görüntü analiz yazılımı yardımıyla incelenmişlerdir. Şekil 4.18’de Nikon™ Metal optik mikroskobu gösterilmiştir.

4.5.8 Mikrosertlik ölçümleri

Sinterlenmiş ürünlerin mikrosertlik ölçümleri, Shimadzu™ Mikrosertlik test ekipmanında, 10 gramlık yük altında 15 saniye süre ile gerçekleştirilmiş olup, en az 10 başarılı sertlik ölçümünün ortalaması alınarak hesaplanmıştır. Şekil 4.17’de mikrosertlik ölçümlerinin gerçekleştirildiği cihaz olan Shimadzu™ mikrosertlik test cihazı ve Şekil 4.18’de ise Nikon™ optik metal mikroskobu görülmektedir.



Şekil 4.17 : SHIMADZU™ mikrosertlik test cihazı.



Şekil 4.18 : NIKON™ metal optik mikroskobu.

4.5.9 Aşınma testleri

Sinterlenmiş olan numunelerin aşınma testleri Al15Si2,5Cu 0,5Mg ana matriks ile Al15Si2,5Cu0,5Mg- ağ. % (0,5, 5) CeO₂, Al15Si2,5Cu0,5Mg-ağ. % (0,5, 5) La₂O₃, Al15Si2,5Cu0,5Mg- ağ.% (0,5, 5) Y₂O₃, kompozit sistemi için yapılmıştır. Testlerde topla aşındırma yöntemi uygulanmıştır. Bu test Tribotester™ aşınma cihazında 6 mm

aplı ve alümina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) aşındırma bilyaları ile gerçekleştirilmiştir. Uygulanan yük 3N ve aşındırma uzunluğu 5mm ve toplamda 25 m'dir. Toplamda 2500 salınım gerçekleştirilmiştir. Aşınma testleri sonunda oluşan aşınma izinin eni ve derinliği ölçülmüş daha sonra aşınmış olan yüzeyler stereo mikroskop ve SEM altında incelenmiştir. Deneylerde kullanılan Tribotester™ aşınma cihazı cihazı Şekil 4.19'da verilmiştir.



Şekil 4.19 : Tribotester™ aşınma cihazı.

5. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

5.1 Başlangıç Tozlarının Karakterizasyonu

%99,5 saflıkta alüminyum (Al) , % 99,5 saflıkta silisyum (Si), %99,99 saflıkta bakır (Cu) ve %99,8 saflıkta magnezyum (Mg) tozları deneysel çalışmalarda ana matris malzemeleri olarak kullanılmıştır. Pekiştirici olarak ise %99,99 saflıkta itriyum oksit (Y_2O_3) ve lantan oksit (La_2O_3) tozlarının yanısıra %99,5 saflıkta seryum oksit (CeO_2) tozları kullanılmıştır.

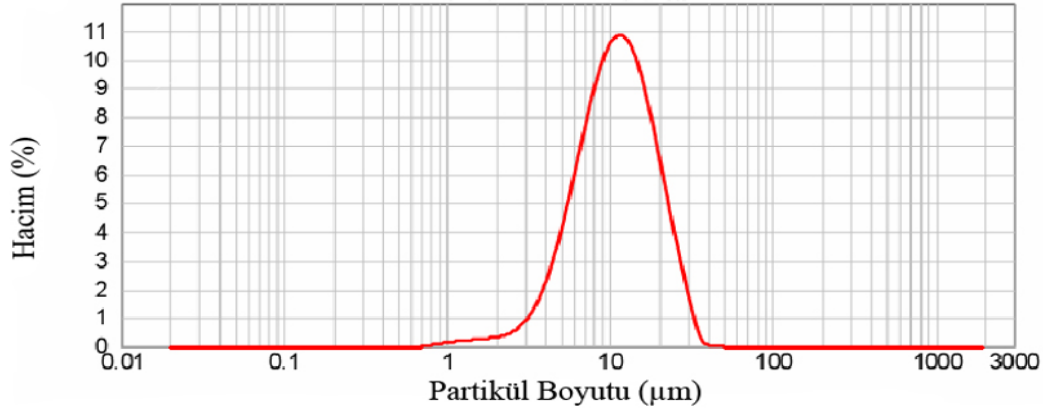
Yapılan lazer partikül boyut ölçümleri sonucu elde edilen Al, Si, Cu, Mg, La_2O_3 , CeO_2 ve Y_2O_3 tozlarına ait partikül boyutları Çizelge 5.1’ de verilmiştir. Şekil 5.1, 5.2, 5.3, 5.4, 5.5, 5.6 ve 5.7’ de kullanılan başlangıç tozlarına ait partikül boyut dağılım grafikleri gösterilmektedir. Kullanılan Al tozları ortalama 12 μm partikül boyutuna sahipken, başlangıçta yaklaşık olarak 150 μm boyutundaki Si tozları ilk olarak SpexTM yüksek enerjili öğütücüde yapılan 1 saatlik öğütme işlemi sonrası ortalama 1,96 μm ’lik partikül boyutuna indirilmiştir. Cu tozlarının ortalama partikül boyutu 21,46 μm iken Mg tozlarınınki ise 61,23 μm ’dir. Pekiştirici tozların ortalama partikül boyutları ise sırası ile, CeO_2 10,68 μm , La_2O_3 36,19 μm ve Y_2O_3 ise 4,263 μm şeklindedir.

Çizelge 5.1 : Deneylerde kullanılan başlangıç tozlarının ölçülen hacimsel ortalama partikül boyutları.

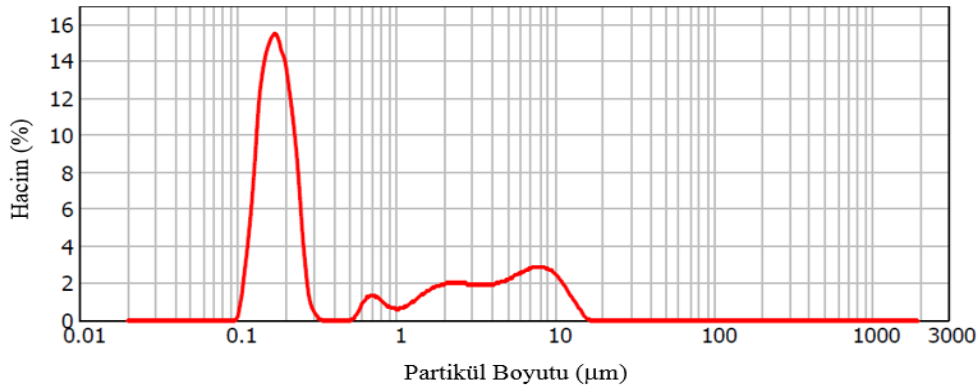
Toz Cinsi	Partikül Boyutu (μm)
Al	12,73
Si	1,96
Cu	21,46
Mg	61,23
CeO_2	10,68
La_2O_3	36,19
Y_2O_3	4,263

Şekil 5.1, 5.3 ve 5.4’de görülen Al, Cu ve Mg tozlarına ait partikül boyut dağılımı grafikleri, bu tozların homojen ve dar bir aralıkta partikül boyut dağılımına sahip olduklarını göstermektedir. Diğer bir matriks elemanı olan Si tozlarına ait partikül

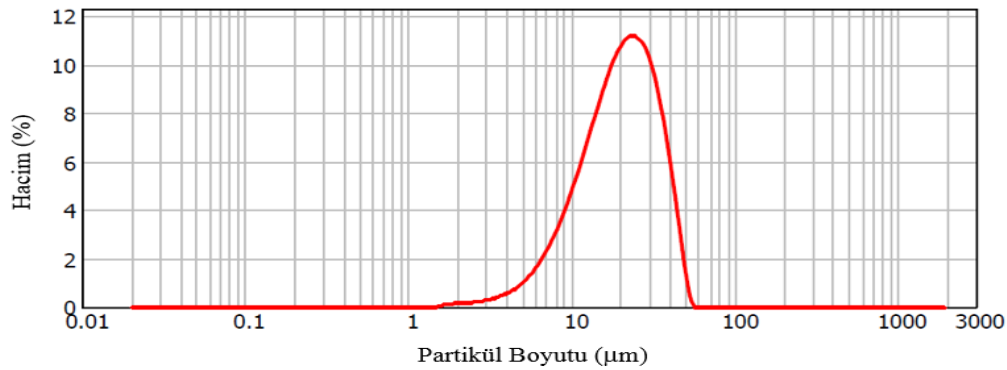
boyutları ise Şekil 5.2’de görüldüğü üzere Al, Cu, Mg tozları kadar homojen ve dar bir aralıkta dağılım göstermemiştir. Bunun sebebi, granül halindeki Si başlangıç tozlarının SpexTM cihazında 1 saatlik ön öğütme ile ortalama partikül boyutlarının düşürülmüş olmasıdır. Şekil 5.5, 5.6 ve 5.7’de görülen Y₂O₃, La₂O₃ ve CeO₂ pekiştirici tozlarına ait partikül boyutu dağılım grafikleri incelendiğinde, mikronaltı boyutlarda partiküllerin varlığı da görülmekle birlikte, tozların homojen bir boyut dağılımına sahip olduğunu söylemek mümkündür.



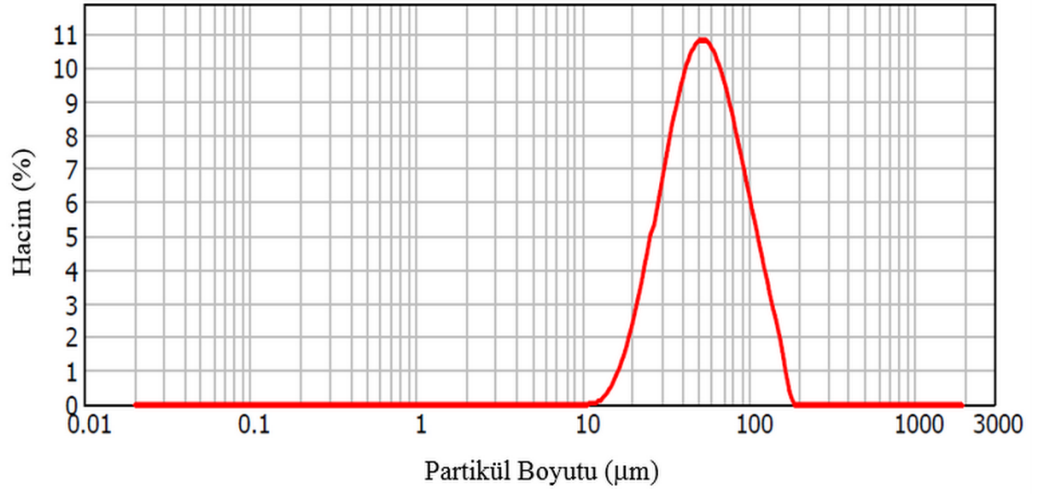
Şekil 5.1 : Alüminyum tozuna ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği.



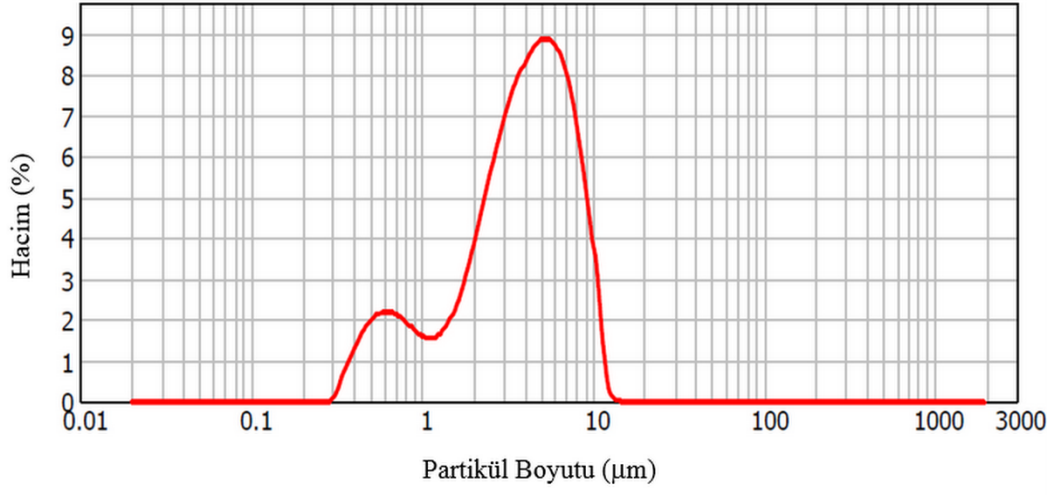
Şekil 5.2 : Silisyum tozuna ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği.



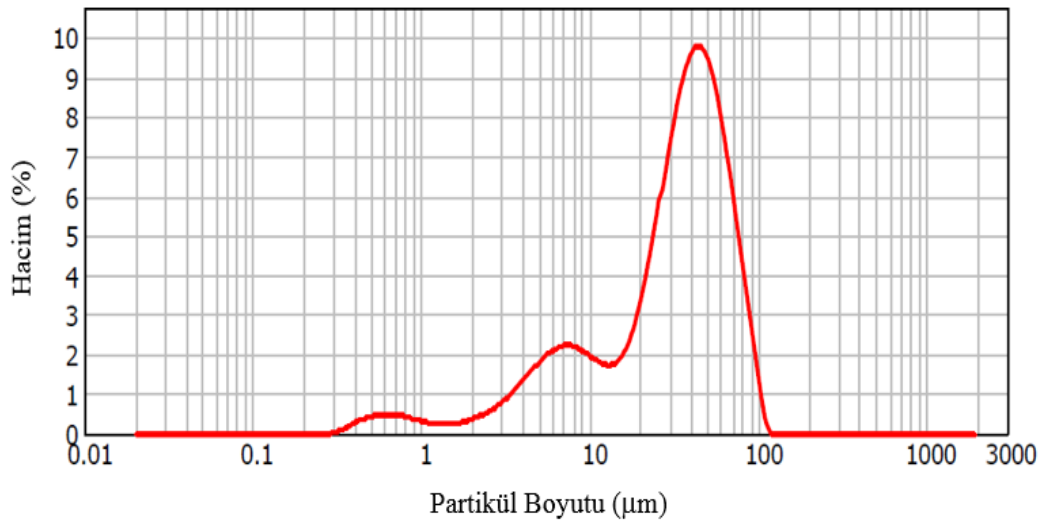
Şekil 5.3 : Bakır tozuna ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği.



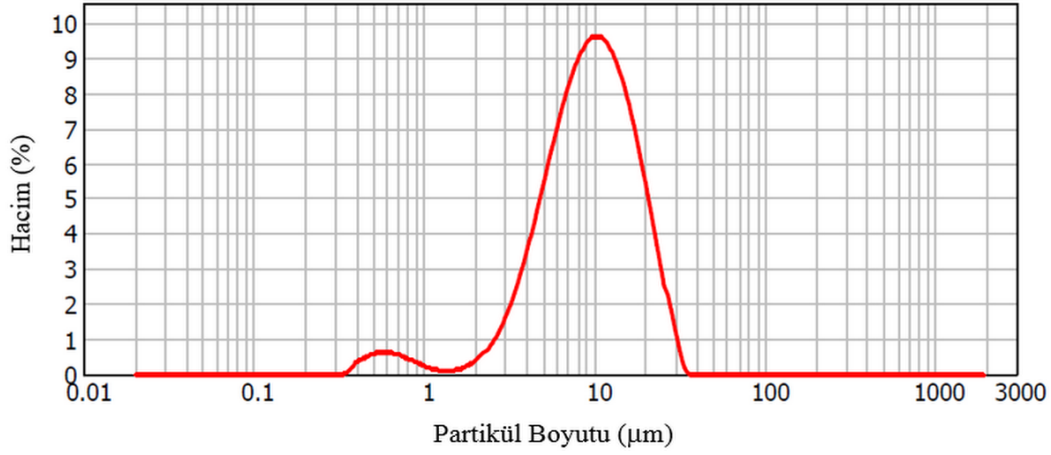
Şekil 5.4 : Magnezyum tozuna ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği.



Şekil 5.5 : Y₂O₃ tozuna ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği.

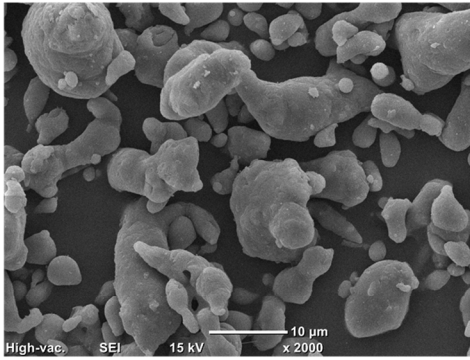


Şekil 5.6 : La₂O₃ tozuna ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği.

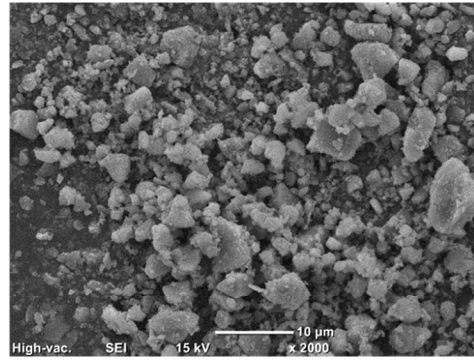


Şekil 5.7 : CeO₂ tozuna ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği.

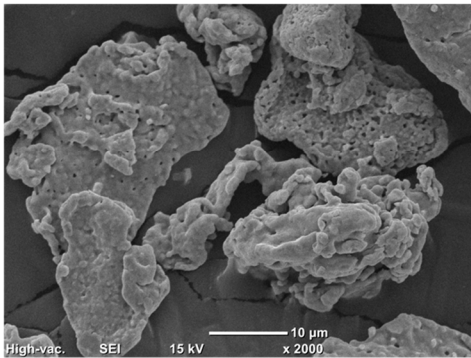
Partikül boyut ölçümlerini doğrulamak ve partikül şekillerini incelemek amacı ile taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışmaları da yapılmıştır. Fotoğraflar 15 kV ve farklı büyütmelerde (500X - 2000X) çekilmiştir. Şekil 5.8 ve 5.9'da kullanılan başlangıç tozlarına ait SEM resimleri gösterilmektedir.



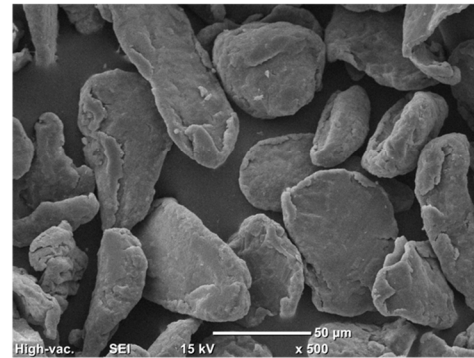
(a)



(b)

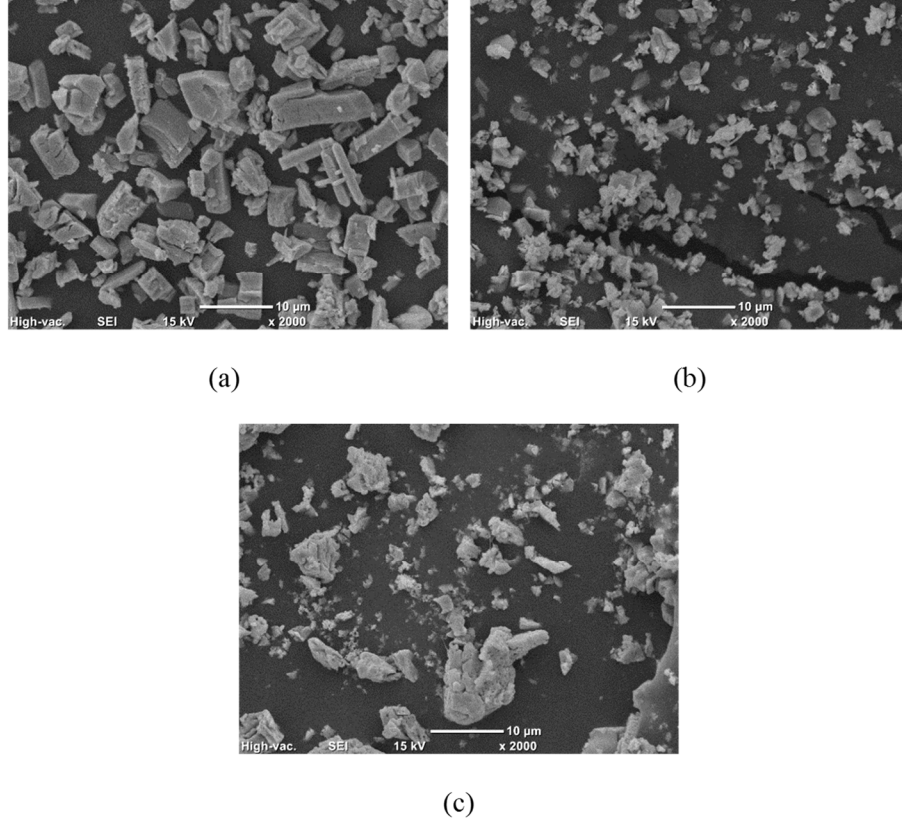


(c)



(d)

Şekil 5.8 : Başlangıç metalik tozlarının SEM (SEI: İkincil elektron) görüntüleri: (a) Al (2000X büyütme), (b) Si (2000X büyütme), (c) Cu (2000X büyütme), (d) Mg (500X büyütme).



Şekil 5.9 : Başlangıç oksit tozlarının SEM (SEI: İkincil elektron) görüntüleri: (a) CeO_2 (2000X büyütme), (b) Y_2O_3 (2000X büyütme), (c) La_2O_3 (2000X büyütme).

5.2 Mekanik Alaşımlanmış Tozların Karakterizasyonu

Çok sayıda ve farklı numune olmasından dolayı mekanik alaşımlanmış tozlara üretim farklılıklarını ve bileşimlerini ayırt edebilmek amacıyla farklı isimler verilmiştir. Bu kodlama Çizelge 5.2’ de verilmiştir. Oluşturulan kompozisyonlarda alüminyum ve silisyumdan oluşan matris fazın bileşimi sabit tutulmuş ve matris faz % 82 Al (ağ.), % 15 Si (ağ.), % 2,5 Cu (ağ.) ve % 0,5 Mg (ağ.) olarak kullanılmıştır. Matris fazı sırası ile 0, 1, 2, 3, 4 ve 8 saat öğütülerek mekanik alaşımlanmış (MA) ve optimum süre olarak 4 saat belirlenmiştir. Ana matrise daha sonra pekiştirici olarak seryum oksit (CeO_2), itriyum oksit (Y_2O_3) ve lantan oksit (La_2O_3) ilavesi yapılmıştır. Tüm pekiştirici katkılı numunelerde MA süresi 4 saat olarak sabit tutulup, sadece pekiştirici miktarları değiştirilmiştir. Toz bileşiminde ağırlıkça % 0,5, % 1, % 2 ve % 5 CeO_2 , % 0,5, % 1, % 2 ve % 5 Y_2O_3 ve % 0,5, % 1, % 2 ve % 5 La_2O_3 kullanılmıştır. Ana matrise ait kompozisyon bilgisi ve öğütme süreleri Çizelge 5.2’ de görülmektedir. Ana matrisi oluşturan Al-Si-Cu-Mg alaşımına ilave edilen kompozisyonların kodlamaları ise Çizelge 5.3’ de görülmektedir.

Çizelge 5.2 : Toz kompozisyonları ve öğütme süreleri bilgisi (Al-Si-Cu-Mg kompozisyonu).

Numune Adı	Kompozisyon Bilgisi	M.A. Süresi (saat)
		0
		1
Al15Si2,5Cu0,5Mg	[%82 Al - %15 Si - %2,5 Cu - %0,5 Mg] (ağ.)	2
		4
		8

İkinci grup numunelerde de Al15Si2,5Cu0,5Mg ana matrikse ilave edilen CeO₂, La₂O₃ ve Y₂O₃ kompozisyonların kodlamaları ve sabit MA süresi (4 saa) Çizelge 5.3' de verilmiştir.

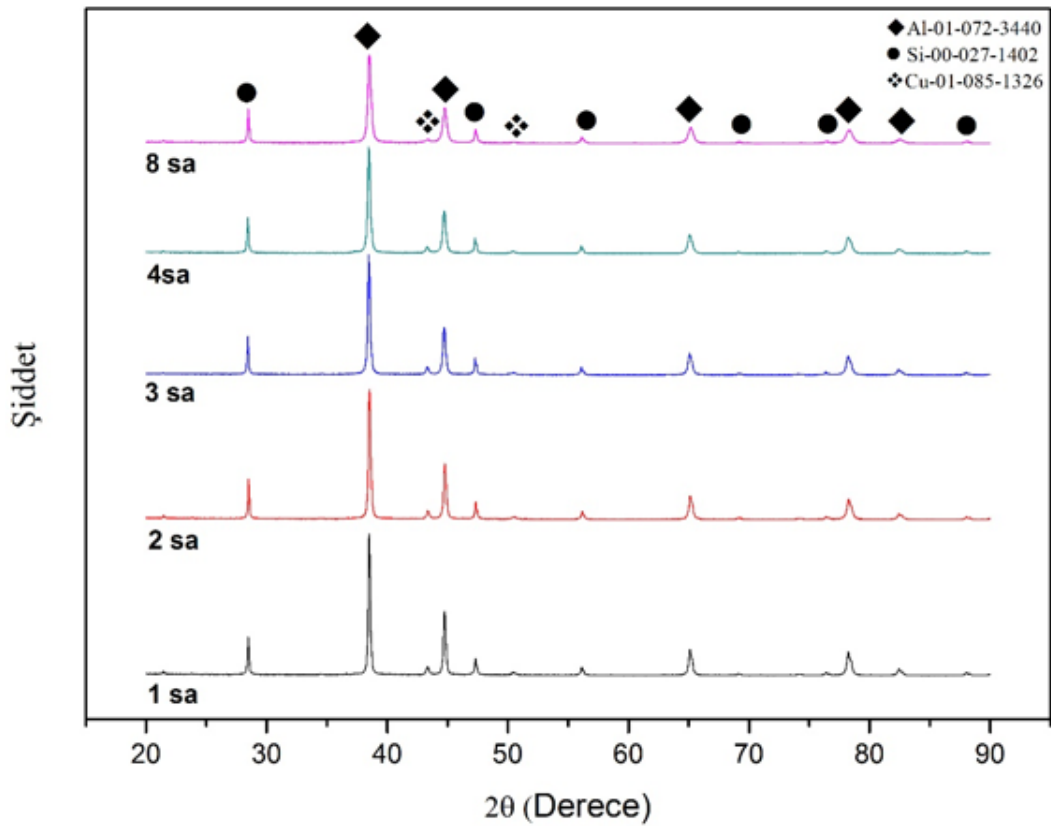
Çizelge 5.3 : 4 saat MA'lanmış toz kompozisyon bilgisi (Al-Si- Cu-Mg kompozisyonu).

Katkı Malzemesi	Kompozisyon Bilgisi (% ağ.)	M.A. Süresi (saat)
	[%82 Al - %15 Si - %2,5 Cu - %0,5 Mg]- %0.5 CeO ₂	
	[%82 Al - %15 Si - %2,5 Cu - %0,5 Mg]- %1 CeO ₂	
CeO ₂	[%82 Al - %15 Si - %2,5 Cu - %0,5 Mg]- %2 CeO ₂	4
	[%82 Al - %15 Si - %2,5 Cu - %0,5 Mg]- %5 CeO ₂	
	[%82 Al - %15 Si - %2,5 Cu - %0,5 Mg]- %0.5 La ₂ O ₃	
	[%82 Al - %15 Si - %2,5 Cu - %0,5 Mg]- %1 La ₂ O ₃	
La ₂ O ₃	[%82 Al - %15 Si - %2,5 Cu - %0,5 Mg]- %2 La ₂ O ₃	4
	[%82 Al - %15 Si - %2,5 Cu - %0,5 Mg]- %5 La ₂ O ₃	
	[%82 Al - %15 Si - %2,5 Cu - %0,5 Mg]- %0.5 Y ₂ O ₃	
	[%82 Al - %15 Si - %2,5 Cu - %0,5 Mg]- %1 Y ₂ O ₃	
Y ₂ O ₃	[%82 Al - %15 Si - %2,5 Cu - %0,5 Mg]- %2 Y ₂ O ₃	4
	[%82 Al - %15 Si - %2,5 Cu - %0,5 Mg]- %5 Y ₂ O ₃	

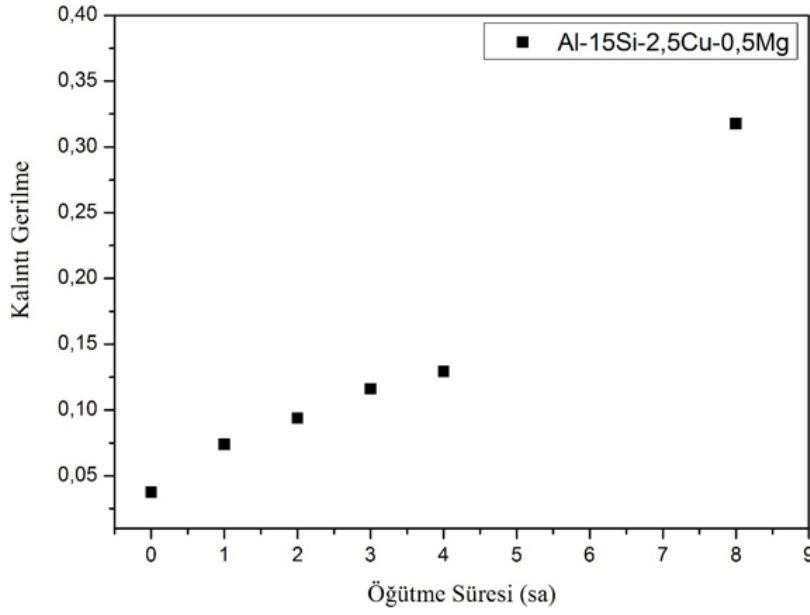
5.2.1 Faz analizleri ve mikroyapı karakterizasyonu

Mekanik alaşımlanmış numunelerde mevcut fazların karakterize edilmesi amacıyla X-ışınları difraktometre (XRD) deneyleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.10, 5.11 ve 5.12’de sırası ile çeşitli sürelerde MA’lanmış $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ numunelerinin XRD desenleri ve öğütmeye bağlı olarak ana matris malzemesi olan Al’un kalıntı gerilme ve kristalin boyutu değişimi grafikleri sunulmuştur.

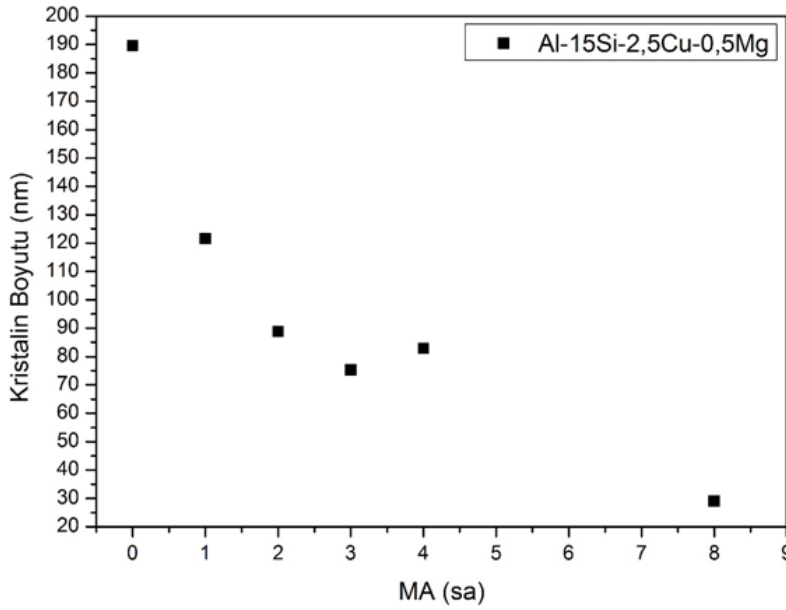
Şekil 5.10’da gösterilen $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ ana matriks numunelerde MA süresinin artması ile kristal boyutunun azalması ve kafes gerilmelerinin artmasına bağlı olarak pik yüksekliklerinde azalma meydana geldiği ve piklerin genişlediği gözlemlenmiştir. Bunun sebebinin, Şekil 5.11’e bakılırsa, mekanik alaşımlama esnasında oluşan tekrar kristallenme ve yüksek plastik deformasyon olduğu düşünülmektedir. Tane boyutunun 8 saatin sonunda 35-40 nm gibi değerlere düştüğü açık şekilde görülmektedir (Şekil 5.12). Ayrıca öğütme işlemi sırasında Al, Si ve Cu arasında herhangi bir tepkime meydana gelmemiş ve bileşik oluşmamıştır. Yapılan analizlerde sadece Al, Si ve Cu pikleri görülmüştür.



Şekil 5.10 : Çeşitli sürelerde (0, 1, 2, 3, 4 ve 8 saat) MA’lanmış $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ tozlarının XRD desenleri.



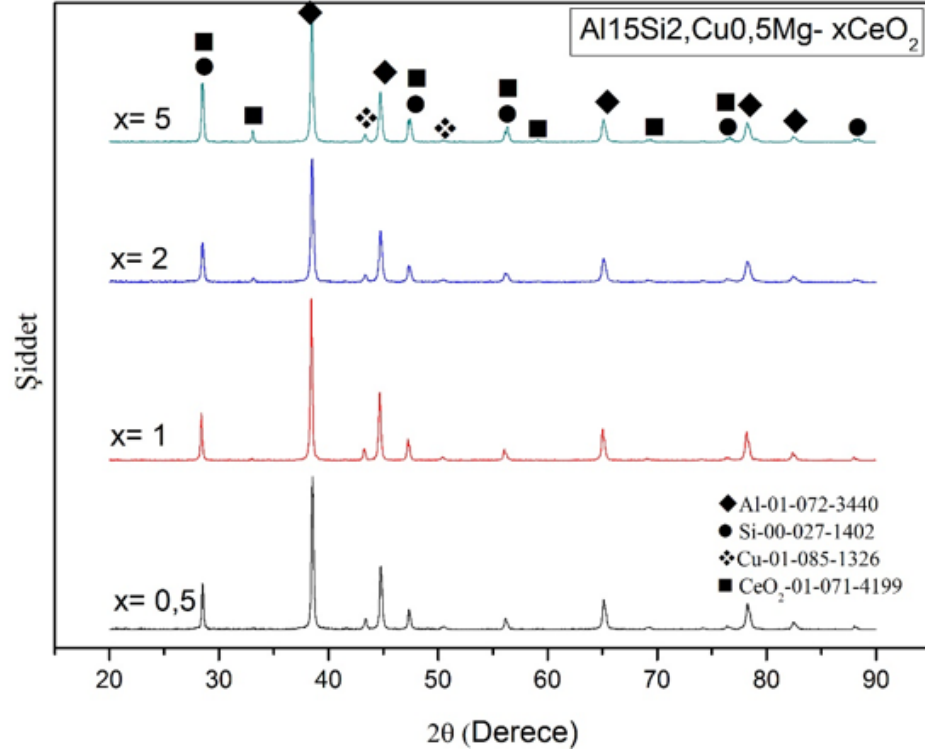
Şekil 5.11 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg ana matris sisteminde öğütme süresine göre Al'un kalıntı gerilme değişimi.



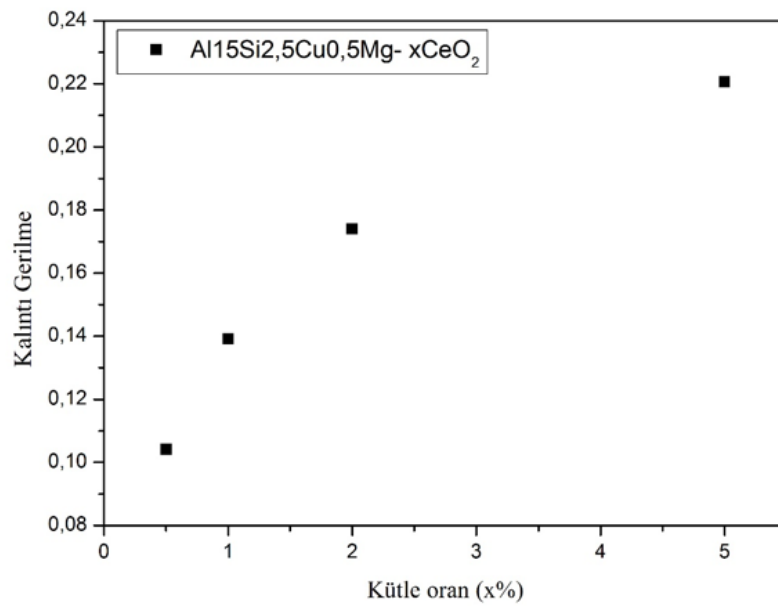
Şekil 5.12 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg ana matris sisteminde öğütme süresine göre Al'un kristalin boyutunun değişimi.

Şekil 5.13, 5.14 ve 5.15'de gösterilen Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg matrisi içerisinde ağırlıkça % 0,5, % 1, % 2 ve % 5 CeO₂ içeren numunelere ait XRD, kalıntı gerilme ve kristal boyutu grafiklerinde pekiştirici miktarının artması ile kristal boyutunun azaldığı ve kafes gerilmelerinin artmasına bağlı olarak alüminyuma ait pik yüksekliklerinde azalma meydana geldiği ve piklerin genişlediği gözlemlenmiştir (Şekil 5.13). Bunun sebebinin ise MA esnasında pekiştirici miktarının artmasının, alüminyumun plastik deformasyon miktarını da arttırması olduğu düşünülmektedir (Şekil 5.14). Buna ek

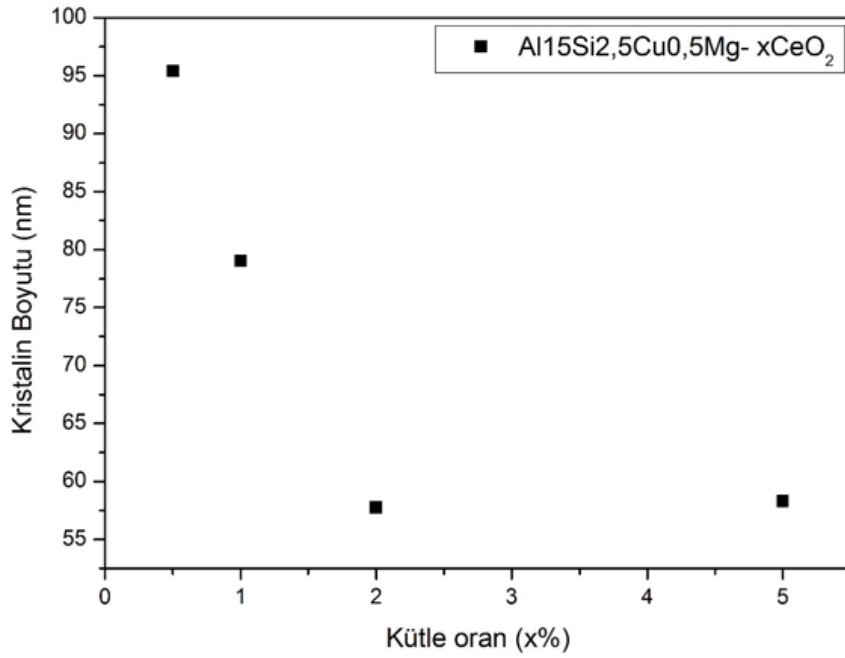
olarak artan CeO_2 miktarı ile CeO_2 'e ait olan pikler belirginleşmiştir. Aynı şekilde, CeO_2 miktarının artması ile, alüminyumun kafesine ait tane boyutunun azaldığı görülmüştür (Şekil 5.15). Ayrıca öğütme işlemi sırasında Al, Si, Cu ve CeO_2 arasında herhangi bir tepkime meydana gelmemiş ve bileşik oluşmamıştır. Yapılan analizlerde sadece Al, Si, Cu ve CeO_2 pikleri görülmüştür.



Şekil 5.13 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/x\text{CeO}_2$ ($x = 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) tozlarının XRD desenleri.

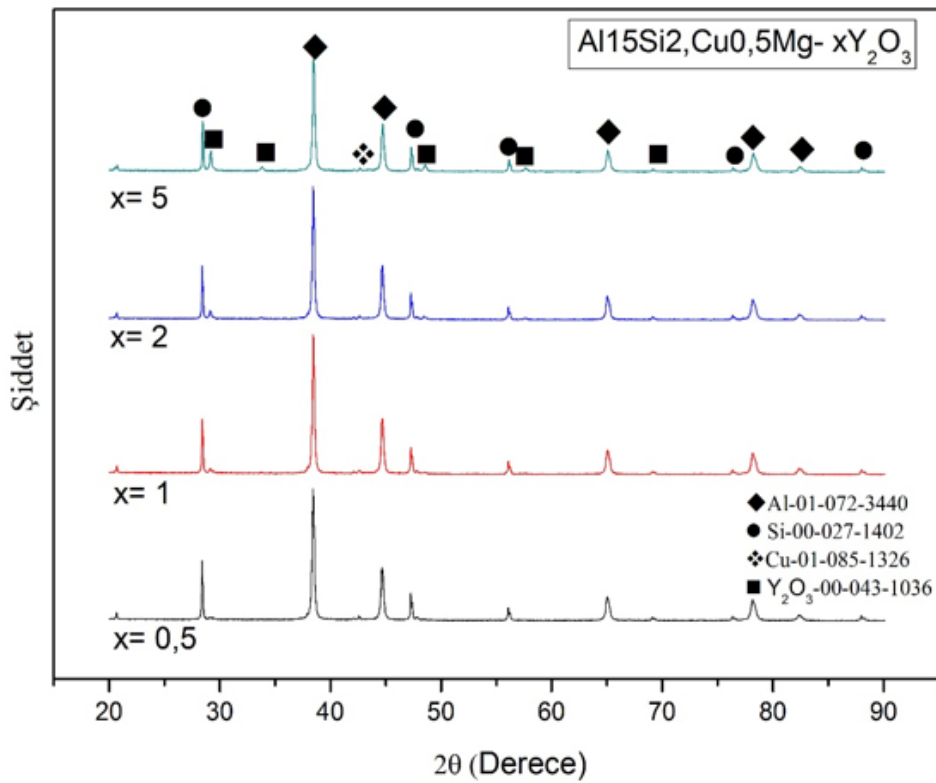


Şekil 5.14 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-x\text{CeO}_2$ ($x = 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) sisteminde pekiştirici miktarına göre Al'un kalıntı gerilme değişimi.



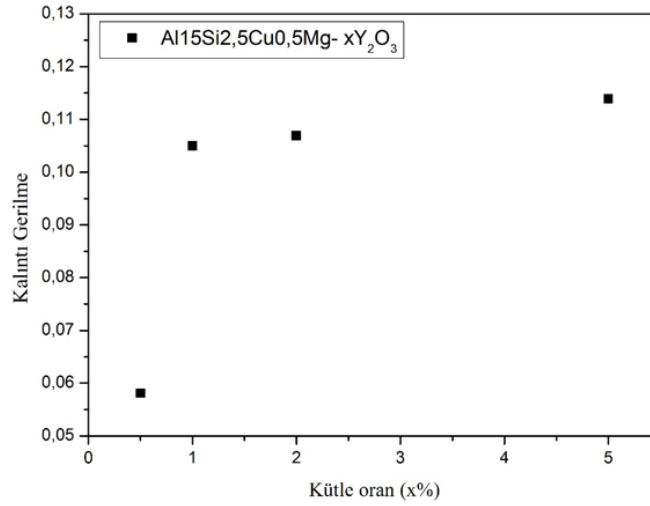
Şekil 5.15 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/x\text{CeO}_2$ ($x = 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) sisteminde pekiştirici miktarına göre Al'un kristalin boyutunun değişimi.

Şekil 5.16, 5.17 ve 5.18'de gösterilen $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ matriks içerisinde ağırlıkça % 0,5, % 1, % 2 ve % 5 Y_2O_3 içeren numunelere ait XRD, kalıntı gerilme ve kristal boyutu grafikleri görülmektedir.

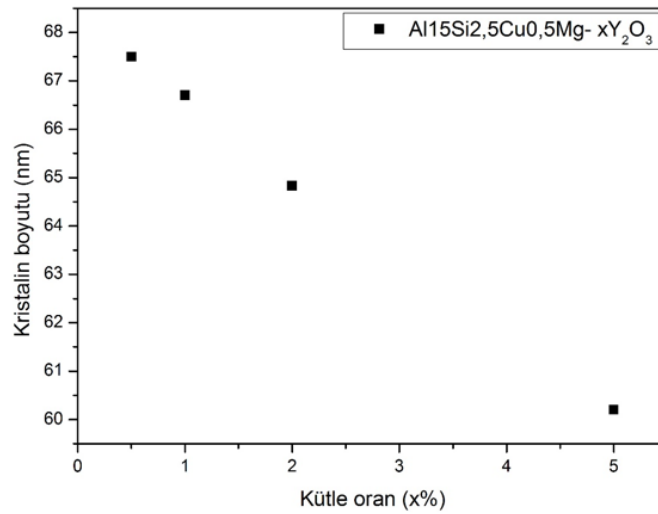


Şekil 5.16 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/x\text{Y}_2\text{O}_3$ ($x = 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) tozlarının XRD desenleri.

XRD paternlerine bakılınca, pekiştirici miktarının artması ile kristal yani tane boyutunun azaldığı ve kafes gerilmelerinin artmasına bağlı olarak alüminyuma ait pik yüksekliklerinde azalma meydana geldiği ve piklerin genişlediği gözlemlenmiştir (Şekil 5.16). Bunun sebebi MA esnasında pekiştirici miktarının artmasının, alüminyumun plastik deformasyon miktarını da arttırması olduğu düşünülmektedir (Şekil 5.17). Buna ek olarak, artan Y_2O_3 miktarı ile Y_2O_3 'e ait olan pikler belirginleşmiştir. Aynı şekilde, Y_2O_3 miktarının artması ile, alüminyumun kafesine ait kristalin boyutunun azaldığı görülmüştür (şekil 5.18). Ayrıca öğütme işlemi sırasında Al, Si, Cu ve Y_2O_3 arasında herhangi bir reaksiyon meydana gelmemiş ve bileşik oluşmamıştır. Yapılan analizlerde sadece Al, Si, Cu ve Y_2O_3 pikleri görülmüştür.

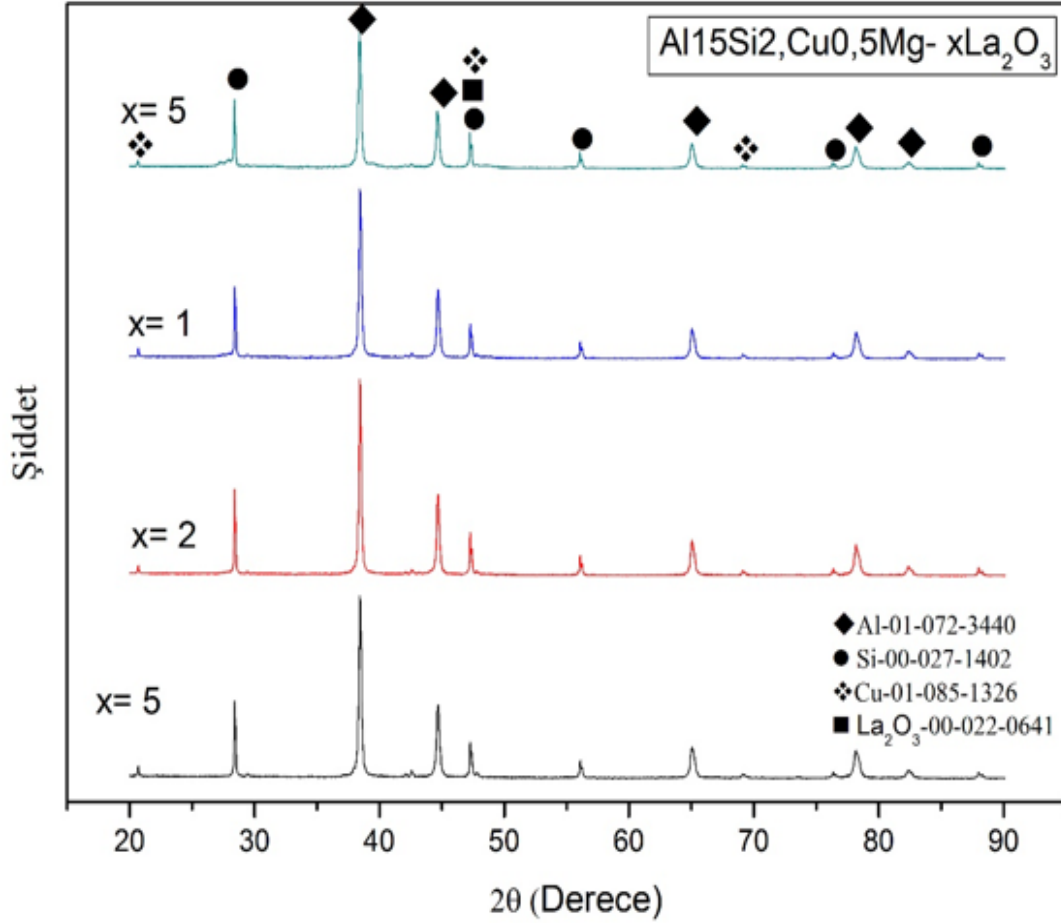


Şekil 5.17 : 4 saat MA'lanmış $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/xY_2O_3$ ($x= 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) sisteminde pekiştirici miktarına göre Al'un kalıntı gerilme değişimi.



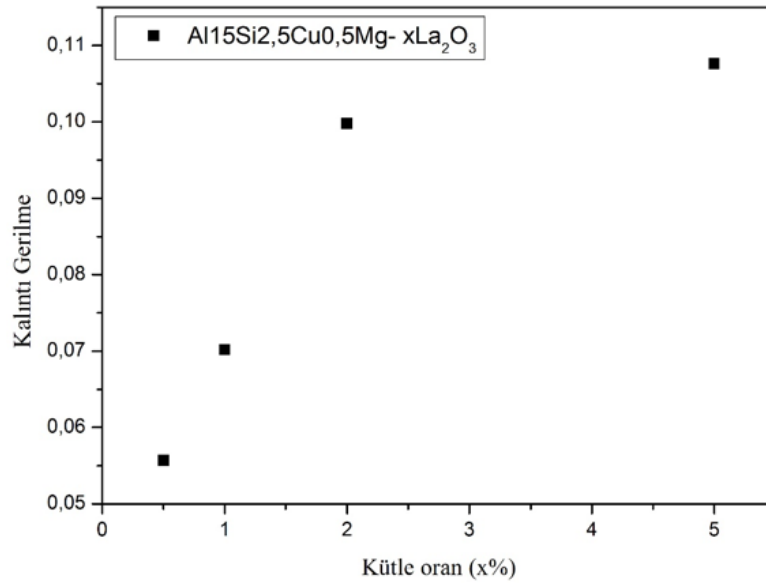
Şekil 5.18 : 4saat MA'lanmış $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/xY_2O_3$ ($x= 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) sisteminde pekiştirici miktarına göre Al'un kristalin boyutunun değişimi.

Şekil 5.19, 5.20 ve 5.21’de gösterilen Al₁₅Si₂,5Cu₀,5Mg matrisi içerisinde ağırlıkça % 0,5, % 1, % 2 ve % 5 La₂O₃ içeren numunelere ait XRD, kalıntı gerilme ve kristal boyutu grafikleri görülmektedir.

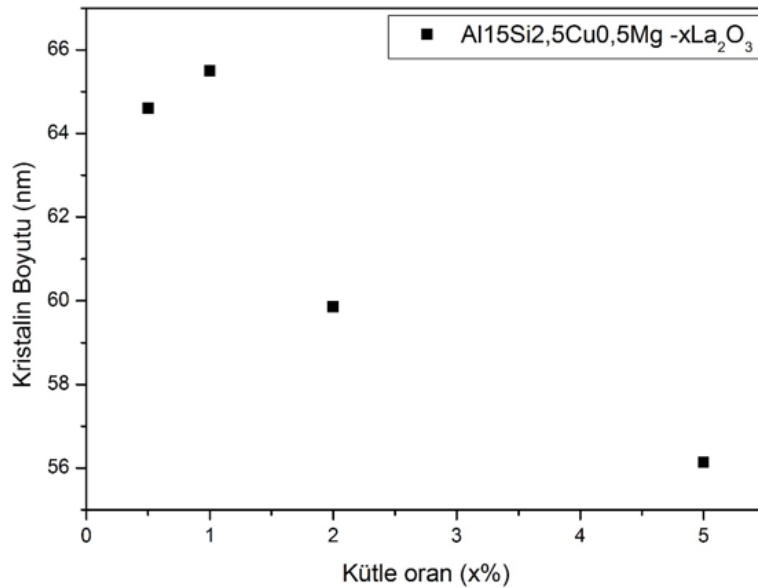


Şekil 5.19 : 4 saat MA’lanmış Al₁₅Si₂,5Cu₀,5Mg/xLa₂O₃ (x= 0,5, 1, 2, 5 ağırlık %) tozlarının XRD desenleri.

XRD grafiklerine bakılırsa pekiştirici miktarının artması ile kristal boyutunun azaldığı ve kafes gerilmelerinin artmasına bağlı olarak alüminyuma ait pik yüksekliklerinde azalma meydana geldiği ve piklerin genişlediği gözlemlenmiştir (Şekil 5.19). MA süresinin artması ile birlikte, tozlar içerisindeki kalıntı gerilme miktarı artması, pik yüksekliklerindeki azalma ve pik genişliğindeki artışın sebebidir (Şekil 5.20). La₂O₃ miktarının artışı ile de La₂O₃’e ait olan pikler belirginleşmiştir. Alüminyumun kafesine ait kristalin boyutunun azalma eğilimi de La₂O₃ g miktarındaki artış ile bağıntılıdır (Şekil 5.21). Ayrıca öğütme işlemi sırasında Al, Si, Cu ve La₂O₃ arasında herhangi bir tepkime meydana gelmemiş ve bileşik oluşmamıştır. Yapılan analizlerde sadece Al, Si, Cu ve La₂O₃ pikleri görülmüştür.

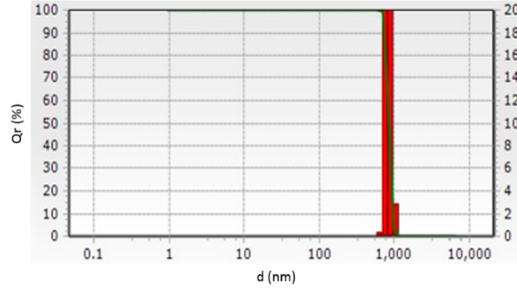


Şekil 5.20 : 4 saat MA'lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/xLa₂O₃ (x= 0,5, 1, 2, 5 ağırlık %) sisteminde pekiştirici miktarına göre Al'un kalıntı gerilme değişimi.

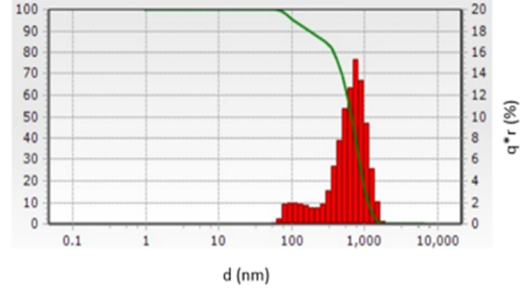


Şekil 5.21 : 4 saat MA'lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/La₂O₃ (x= 0,5, 1, 2, 5 ağırlık %) sisteminde pekiştirici miktarına göre Al'un kristalin boyutu değişimi.

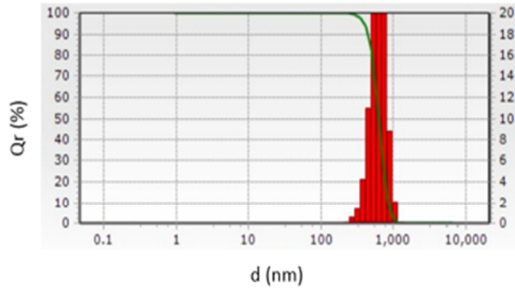
Mekanik alaşımlanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg matrisi alaşımı tozların partikül boyutları mikronaltı boyutlarda olduğu için partikül boyut ölçümleri Nano-Flex™ Partikül Boyut cihazında yapılmıştır. Mikronaltı boyutlardaki tozların topaklanma eğilimleri yüksek olduğu için tozların önce Stabino™ Zeta Potansiyel cihazında koloidal çözelti içerisinde asıltı olarak kaldıkları pH noktaları belirlenmiştir. Daha sonra uygun şartlarda hazırlanan çözeltilerin partikül boyut ölçümleri saf su ortamında yapılmıştır. Yapılan ölçümler sonucunda elde edilen partikül boyut dağılım grafikleri Şekil 5.22' de verilmiştir.



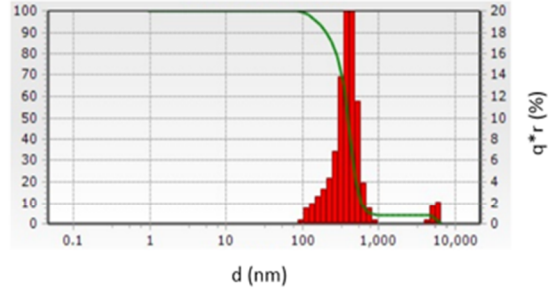
(a)



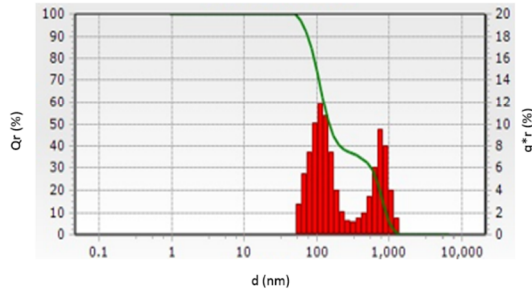
(b)



(c)



(d)



(e)

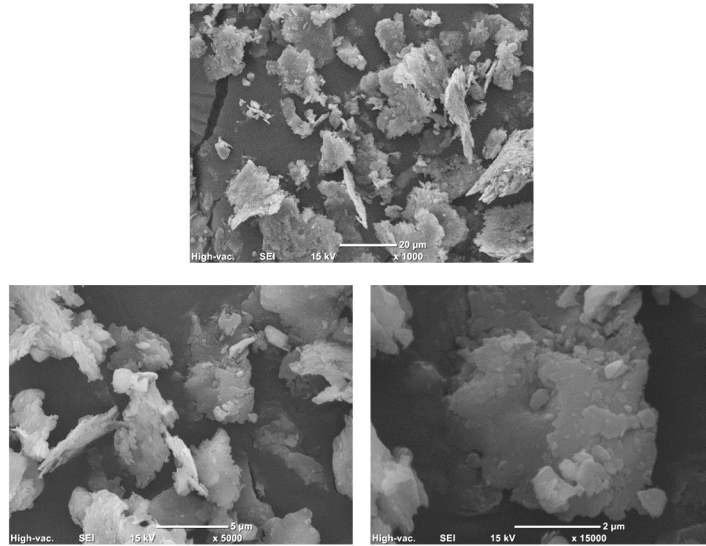
Şekil 5.22 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ matriks alaşımı tozlara ait partikül hacimsel boyut dağılımları (a) 1 sa MA, (b) 2 sa MA, (c) 3 sa MA, (d) 4 sa MA, (e) 8 sa MA.

MA süresi arttıkça partikül boyutunun azaldığı grafikteki eğrinin sola doğru kaydığı görülmektedir. 1 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ matriks tozlarının ortalama partikül boyutu ortalama 847 nm olarak ölçülmüştür. Mekanik alaşımlama süresi arttıkça ise tozların ortalama partikül boyutu mikronaltı boyutlara inmiştir. 2,3 ve 4 saat mekanik alaşımlanmış tozların ortalama partikül boyutları sırası ile 689 nm, 616 nm ve 384 nm olarak ölçülmüştür. 8 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ matriks tozlarının partikül boyut dağılımı grafiğine bakıldığında ise homojen olmayan ve çift

pikli bir dağılım görülmektedir. Piklerden bir tanesinin ortalama partikül boyutu 747 nm gibi yüksek bir değere sahipken, diğerinin de ortalama partikül boyutu yaklaşık 211 nm olarak ölçülmüştür. Partikül boyutundaki bu homojen olmayan dağılım, 8 saatlik MA süresinde, tozlarda yeniden kaynaklanma mekanizmasının kırılma mekanizmasına baskın hale geldiğini düşündürmüştür.

Tozlar üzerinde gerçekleştirilen SEM çalışmalarında partikül boyutlarındaki azalma daha açık bir şekilde görülmüştür. Ayrıca MA süresi ile toz morfolojilerinin değişimi gözlemlenmiş ve süreye bağlı olarak mekanik alaşımlamada hangi mekanizmasının baskın olduğu incelenmiştir. Tozlara ait ölçülen ortalama partikül boyutları ile SEM çalışmalarının birbirlerini destekler nitelikte olduğu görülmüştür.

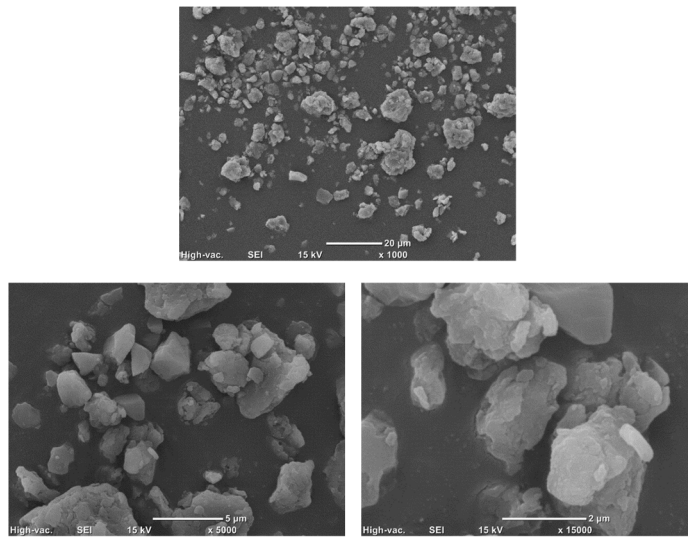
Partikül boyut analizlerinin yanında MA'lanmış tozlara yapılan SEM çalışmalarına ait fotoğraflar aşağıda verilmiştir. SEM çalışmalarında Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg ana matris sistemine ait 1, 2, 3, 4 ve 8 saat MA'lanmış tozlar 1000X, 5000X ve 10000X büyütmelerde incelenmiştir. Bu numunelere ait SEM görüntüleri Şekil 5.23'de verilmiştir. Şekil 5.23 (a, b, c)' de 1, 4 ve 8 saat MA'lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg tozlarına ait SEM görüntüleri verilmiştir. Bu resimlerde MA süresinin artması ile partikül boyutunun azaldığı görülmektedir.



Şekil 5.23: 1 saat MA'lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg matriks alaşımı tozlarına ait SEM görüntüleri; (1000X, 5000X, 10000X).

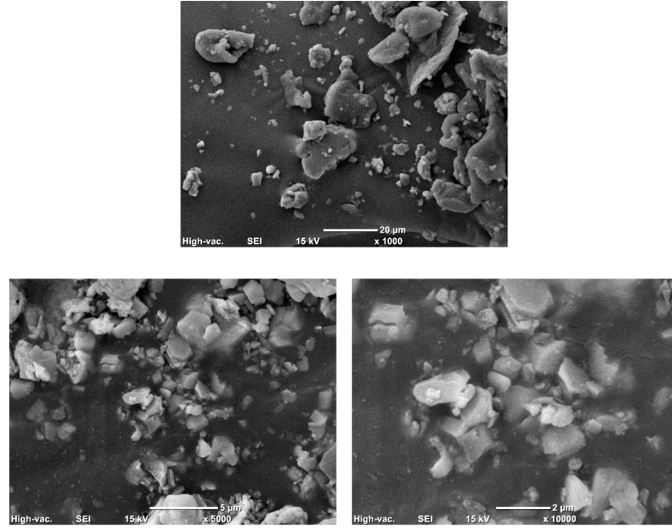
1 saat MA'lanmış partiküller yassı bir görünümündedir (Şekil 5.23). Mekanik alaşımlamanın ilk aşamasında elementel haldeki tozlar henüz sünek bir karakterde olduklarından, 1 saatlik MA sonucunda yapraksı ve yassı bir morfoloji

sergilemişlerdir. Bu partiküller içerisinde 10 mikrometrenin üstünde tozlar da mevcuttur. Mikronüstü boyutlara sahip partiküller partikül boyut dağılım grafiklerinde görülmemiştir. Bunun sebebi, zeta potansiyeli hazırlanmış koloidal çözeltideki partiküllerin boyut ölçümünün durgun haldeki çözeltide yapılmış olmasıdır. Durgun halde olan, diğer bir deyişle dinamik olarak karıştırılmayan çözelti içerisindeki mikronüstü partiküller hızla çökmüş ve bu partiküllere ait veriler nanopartikül ölçüm cihazında görülmemiştir. Yüzey yükü ayarlanmış mikronaltı partiküller ise, çözelti içerisinde dispers halde askıda kaldığı için, bu partiküllere ait veriler rahatlıkla toplanmıştır.



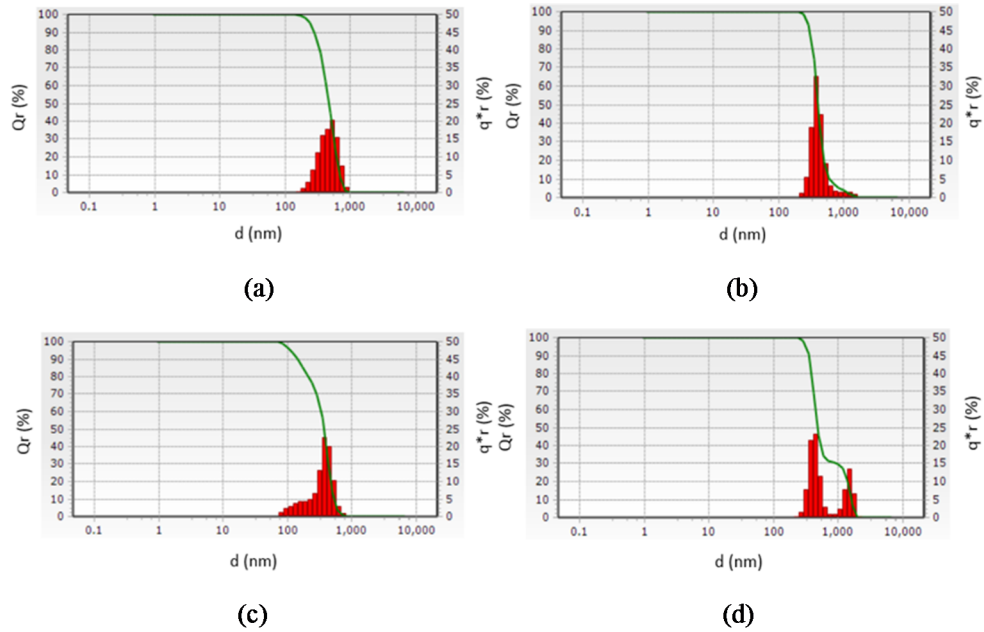
Şekil 5.24 : 4 saat MA’lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ matriks alaşımı tozlarına ait SEM görüntüleri; (1000X, 5000X, 10000X).

4 saatlik MA süresinin sonunda yüksek enerjili öğütme ortamında deformasyon sertleşmesine uğramış partiküller kırılarak daha küçük parçalara dönüşmüştür. Şekil 5.24’de görülen (1000X) büyük yapılar küçük partiküllerden oluşan topaklanmış yapılardır. 8 saat sonunda ise birbiri içine geçmiş ve üstü üste yerleştirilmiş tabakalı büyük yapıların yanı sıra, düşük boyutlarda partiküller de görülmüştür (Şekil 5.25). Söz konusu tabakalı yapılar içerisinde 10 mikrometrenin üstünde partiküllere de rastlanmıştır. Mekanik alaşımlamanın ileri safhalarında, soğuk kaynaklanma mekanizması kırılmaya kıyasla daha baskın hale gelmiş, 4 saat MA’lanmış partiküllerde görülen düzgün boyut dağılımı bozulmuş ve ortalama partikül boyutu artmıştır. SEM görüntüleri daha önce yapılmış olan partikül boyut ölçüm sonuçları ile uyumluluk göstermiştir.



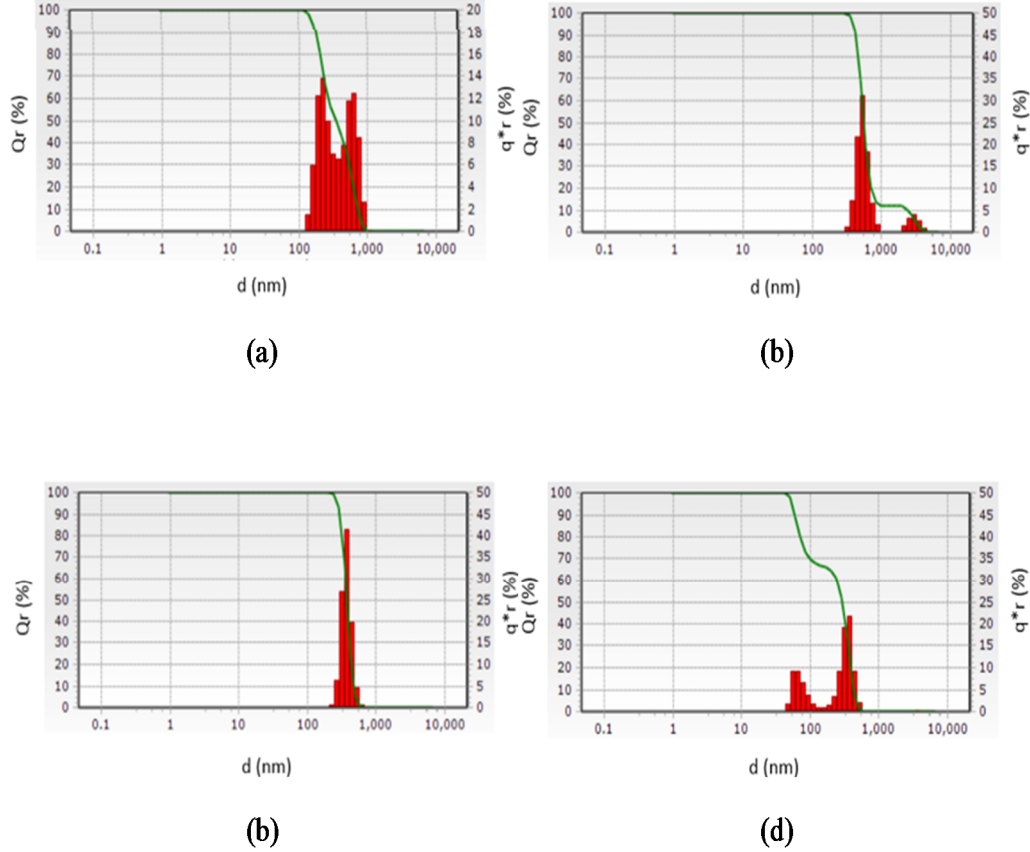
Şekil 5.25 : 8 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ matriks alaşımı tozlarına ait SEM görüntüleri; (1000X, 5000X, 10000X).

Şekil 5.26'da $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/x\text{CeO}_2$ ($x = 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) tozlarının partikül boyut dağılım grafikleri görülmektedir. Kütlece %0,5 CeO_2 içeren tozların ortalama partikül boyutu 462 nm olarak ölçülmüştür. Diğer tozların ortalama partikül boyutları ise sırasıyla; %1 CeO_2 içeren tozların 391 nm, %2 CeO_2 içeren tozların 364 nm ve son olarak %5 CeO_2 içeren tozların 745 nm olarak ölçülmüştür.



Şekil 5.26 : 4 saat MA'lanmış (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/0,5\text{CeO}_2$, (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/1\text{CeO}_2$, (c) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/2\text{CeO}_2$, (d) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{CeO}_2$ kompozit tozlarının hacimsel partikül boyut dağılım grafikleri.

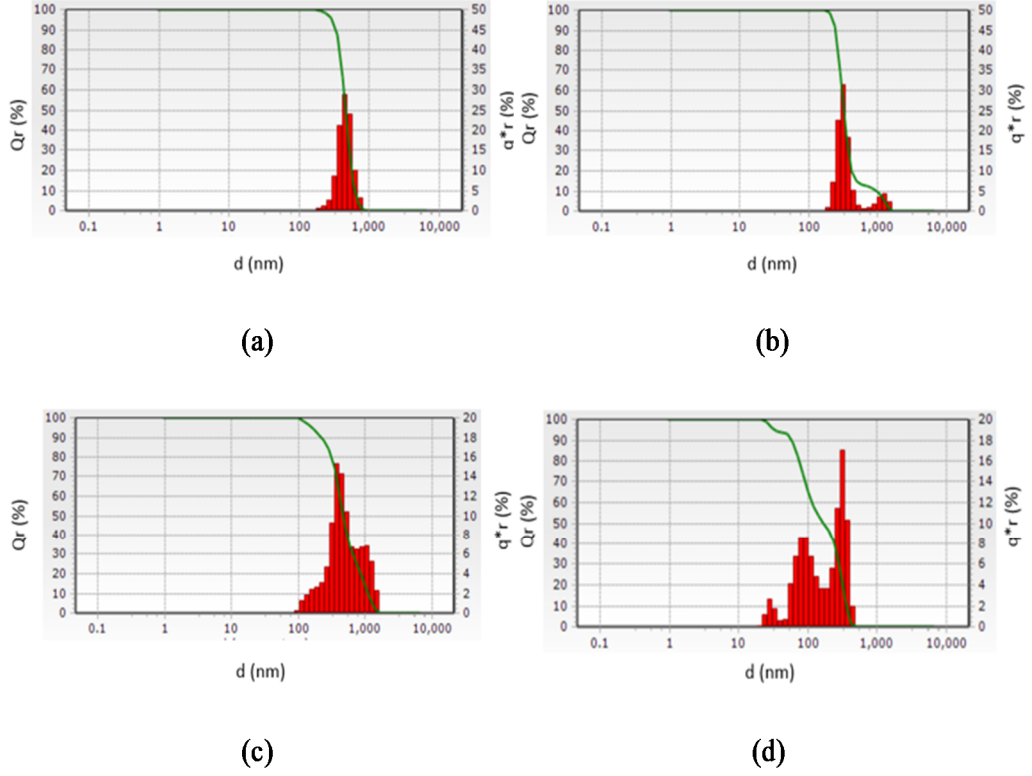
Şekil 5.27’de $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/x\text{Y}_2\text{O}_3$ ($x= 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) tozlarının partikül boyut dağılım grafikleri görülmektedir. Kütlece %0,5 Y_2O_3 içeren tozların ortalama partikül boyutu 400 nm olarak ölçülmüştür. Diğer tozların ortalama partikül boyutları ise sırasıyla %1 Y_2O_3 içeren tozların 830 nm, %2 Y_2O_3 içeren tozların 373 nm ve son olarak %5 Y_2O_3 içeren tozların 258,7 nm olarak ölçülmüştür.



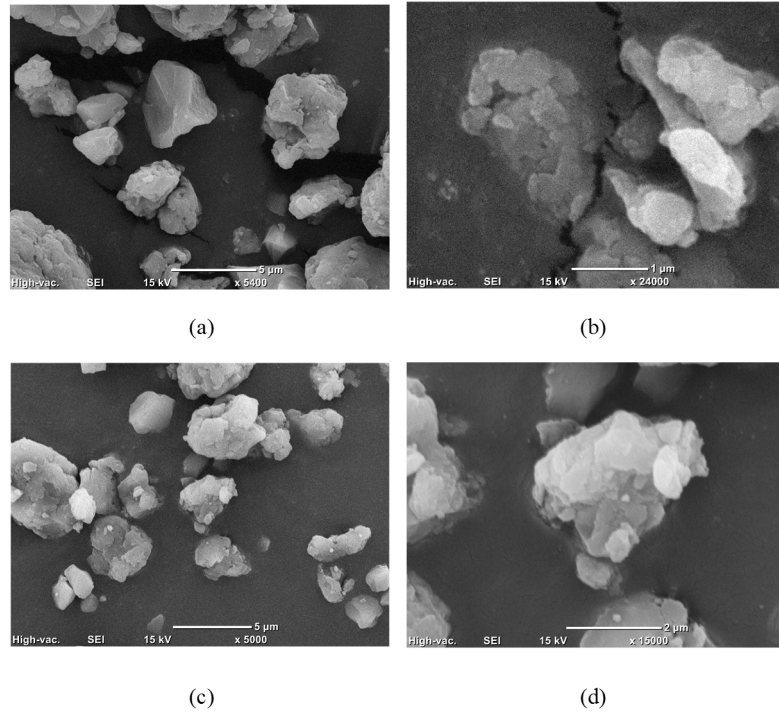
Şekil 5.27 : 4 saat MA’lanmış (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/0,5\text{Y}_2\text{O}_3$, (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/1\text{Y}_2\text{O}_3$, (c) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/2\text{Y}_2\text{O}_3$, (d) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{Y}_2\text{O}_3$ kompozit tozlarının partikül boyut dağılım grafikleri.

Şekil 5.28’de $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/x\text{La}_2\text{O}_3$ ($x= 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) tozlarının partikül boyut dağılım grafikleri görülmektedir. Kütlece %0,5 La_2O_3 içeren tozların ortalama partikül boyutu 460 nm olarak ölçülmüştür. Diğer tozların ortalama partikül boyutları ise sırasıyla; %1 La_2O_3 içeren tozların 425 nm, %2 La_2O_3 içeren tozların 542 nm ve son olarak %5 La_2O_3 içeren tozların 193,6 nm olarak ölçülmüştür.

Şekil 5.29’de ise $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/0,5\text{CeO}_2$ ve $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{CeO}_2$ kompozit tozlarının SEM görüntüleri verilmiştir. Partiküller ağırlıklı olarak mikronaltı boyutlarda iken, bu partiküller topaklanmış olarak görülmektedir.

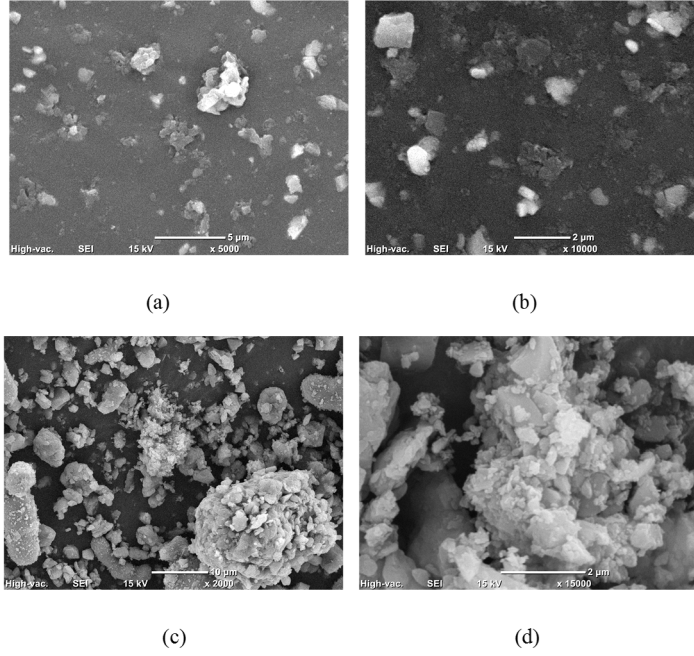


Şekil 5.28 : 4 saat MA'lanmış (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/0,5\text{La}_2\text{O}_3$, (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/1\text{La}_2\text{O}_3$, (c) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/2\text{La}_2\text{O}_3$, (d) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{La}_2\text{O}_3$ kompozit tozlarının partikül boyut dağılım grafikleri.

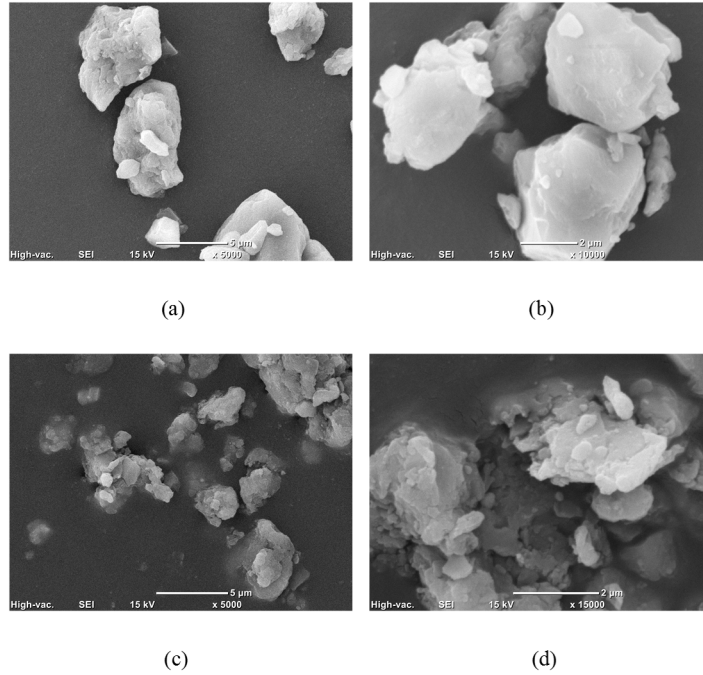


Şekil 5.29 : Çeşitli oranlarda pekiştirici faz içeren (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}-2,5\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/0,5\text{CeO}_2$ (5000X, 24000X), (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{CeO}_2$ (5000X, 15000X) kompozit tozlarının SEM görüntüleri.

Şekil 5.30’da $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}_{0,5}\text{La}_2\text{O}_3$ ve $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}_{0,5}\text{La}_2\text{O}_3$ tozlarının SEM görüntüleri verilmiştir. Partiküller ağırlıklı olarak mikronaltı boyutlarda iken, bu partiküller gene aglomere olmuş bir biçimde görülmektedir.



Şekil 5.30 : Çeşitli oranlarda pekiştirici faz içeren (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}_{0,5}\text{La}_2\text{O}_3$ (5000X, 10000X), (b) $15\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}_{0,5}\text{La}_2\text{O}_3$ (2000X, 15000X) kompozit tozlarının SEM görüntüleri.



Şekil 5.31 : Çeşitli oranlarda pekiştirici faz içeren (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}_{0,5}\text{Y}_2\text{O}_3$ (5000X, 10000X), (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}_{0,5}\text{Y}_2\text{O}_3$ (5000X, 15000X) kompozit tozlarının SEM görüntüleri.

Şekil 5.31’de Al15Si2,5Cu0,5Mg/0,5Y₂O₃ ve Al15Si2,5Cu0,5Mg/5Y₂O₃ kompozit tozlarının SEM görüntüleri verilmiştir. Partiküller ağırlıklı olarak mikronaltı boyutlarda iken, bu partiküller topaklanmış bir biçimde görülmektedir.

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri, pekiştirici faz takviyesinin, partikül boyutunda önemli düşüslere yol açmadığını, partikül boyutlarının aynı sürede mekanik alaşımlanmış (4 saat) takviyesiz tozlarla benzer boyutlarda olduğunu göstermiştir. Ek olarak, partikül boyut dağılım grafiklerine de bakıldığında, kompozit tozlar ile 4 saat mekanik alaşımlanmış takviyesiz tozların ortalama partikül boyutları birbirine çok yakındır.

Çizelge 5.4 : Değişik sürelerde MA’lanmış tozların EDS analiz sonuçları.

Malzeme	Ce	La	Y	Fe	Al	Si	Cu	Mg
Al15Si2,5Cu0,5Mg 1sa	0	0	0	0,15	80,74	16,79	2,19	0,13
Al15Si2,5Cu0,5Mg 4sa	0	0	0	0,34	79,67	16,63	2,98	0,38
Al15Si2,5Cu0,5Mg 8sa	0	0	0	0,74	79,46	16,04	3,40	0,36
Al15Si2,5Cu0,5Mg/0,5CeO ₂ 4sa	0,31	0	0	0,54	81,48	15,14	2,11	0,43
Al15Si2,5Cu0,5Mg/5CeO ₂ 4sa	3,96	0	0	0,91	75,59	16,72	2,01	0,80
Al15Si2,5Cu0,5Mg/0,5La ₂ O ₃ 4sa	0	0,69	0	0,66	78,92	16,99	2,27	0,47
Al15Si2,5Cu0,5Mg/5La ₂ O ₃ 4sa	0	4,00	0	1,63	77,83	15,12	2,25	0,17
Al15Si2,5Cu0,5Mg/0,5Y ₂ O ₃ 4sa	0	0	0,42	0,62	79,45	16,92	2,14	0,45
Al15Si2,5Cu0,5Mg/5Y ₂ O ₃ 4sa	0	0	5,30	0,87	75,42	15,94	2,12	0,34

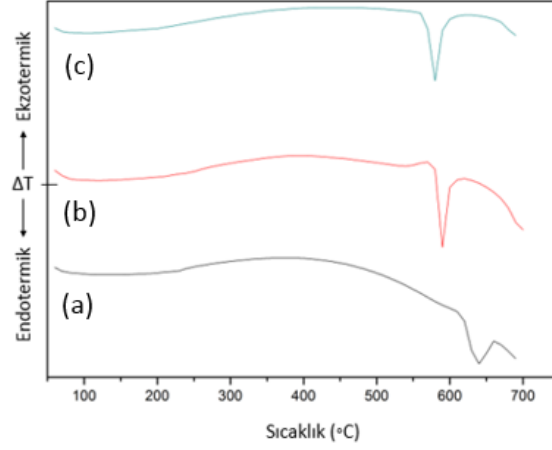
Çizelge 5.4’deki EDS analiz sonuçları incelendiğinde artan öğütme süresi ve artan pekiştirici faz miktarı ile çelik malzeme olan öğütme kabı ve bilyalarının aşınma miktarı artmakta ve ortama demir kirliliği gelmektedir. Öğütme süresi ile demir kirliliğinin artma sebebinin, bilyalar ve bilya/kap arasındaki sürtünme sonucu gerçekleşen aşınma olduğu düşünülmektedir. Çünkü toz matriks alaşımı çelikten daha yumuşaktır. Ancak öğütme ortamına gevrek karakterli pekiştirici fazların girmesi ile bilya-bilya ve bilya-kap etkileşimine, partikül-bilya ve partikül-kap etkileşimi de eklenmiştir. Buna bağlı olarak, artan pekiştirici miktarı ile, kap ve bilyalardaki aşınma miktarının ve dolayısı ile ortamdaki demir miktarının arttığı düşünülmektedir.

5.2.2 Termal analizler

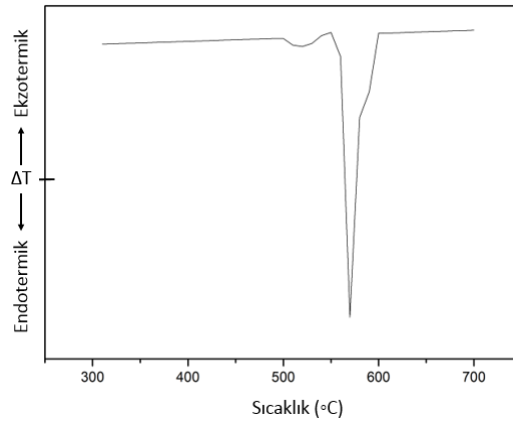
MA’lanmış tozların ergime davranışı ve tozlarda ısı işlem sırasında meydana gelebilecek herhangi bir reaksiyonun ve/veya faz dönüşümünün tespiti için DTA analizleri yapılmıştır.

Şekil 5.32’de çeşitli sürelerde harman Al15Si2,5Cu0,5Mg tozları ile MA’lanmış Al15Si2,5Cu0,5Mg matriks alaşım tozlarının DTA eğrileri görülmektedir. Mekanik

alaşım lanmamış toz yaklaşık 655°C’de endotermik bir pik vermiştir. Bu sıcaklıkta alüminyum ergime davranışı göstermiştir. MA süresi arttıkça bu pik Al-Si ikili faz diyagramındaki ötektik noktaya ait sıvı fazın oluşmaya başladığı 577 °C sıcaklığına ötelenmiştir. 1 saat ve 8 saat mekanik alaşım lanmış tozların DTA eğrileri karşılaştırıldığında ise endotermik pik sıcaklığının ufak bir miktar daha sola ötelendiği görülmektedir. Bu sonuçlar, silisyumun alüminyum ile katı eriyik oluşturduğunu gösteren en kuvvetli göstergelerden birisidir.



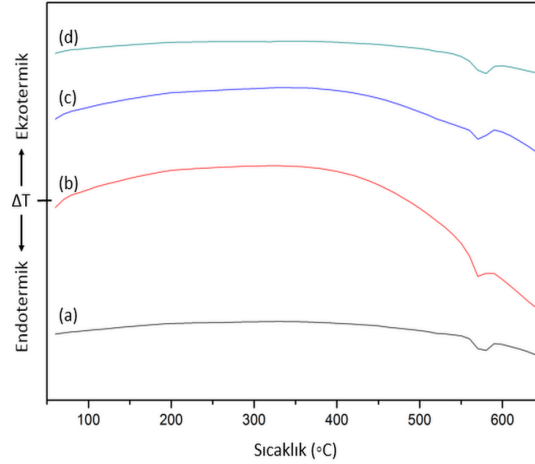
Şekil 5.32 : (a) Harman Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg tozları ile (b) 1 saat, (b) 8 saat MA’lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg matriks alaşımı tozlarının DTA eğrileri.



Şekil 5.33 : 4 sa MA’lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg matris alaşım tozuna ait DTA eğrisi.

Şekil 5.33’de 4 saat MA’lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg matriks alaşım tozuna ait DTA eğrisi görülmektedir. Birinci endotermik pik 521 °C’de, ikinci endotermik pik ise yaklaşık 577 °C’de teşekkül etmiştir. Büyük olan yani yaklaşık 577 °C’de teşekkül eden pik, ötektik Al-Si bileşiminin ergime sıcaklığı olup, 521 °C ise Al₂Cu fazının ergime sıcaklığıdır. Buradan hareketle, 570 °C’ de gerçekleştirilmesi kararlaştırılan sinterleme prosesinin sıvı faz sinterleme mekanizması şeklinde teşekkül edeceği anlaşılmıştır.

Şekil 5.34’de ise, 4 saat MA’lanmış (a) $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ matriks alaşım tozları ile (b) $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/5CeO_2$, (c) $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/5Y_2O_3$, (d) $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/5La_2O_3$ kompozit tozlarının DTA eğrileri görülmektedir. Matriks alaşımında takviye malzesininin, ötektik pik sıcaklığında gözle görülür bir değişim meydana getirmediği görülmektedir. Ek olarak, takviye malzemeleri ile matriks alaşımı arasında, sinterleme esnasında herhangi bir tepkimenin olmadığı DTA piklerinden görülmektedir.



Şekil 5.34 : 4 saat MA’lanmış (a) $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ matriks alaşımı ile (b) $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/5CeO_2$, (c) $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/5Y_2O_3$, (d) $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/5La_2O_3$ kompozit tozlarının DTA eğrileri.

5.3 Preslenmiş Tozların Karakterizasyonu

Mekanik alaşımlanmış numuneler daha sonra sinterleme işlemi öncesi şekil verilmek amacıyla 10 ton kapasiteli el presi ile 450 MPa basınçla preslenmiştir. Presleme işleminde çapı 12 mm olan kalıplar kullanılmıştır. Presleme sonrası numuneler incelendiğinde üst ve alt yüzeylerinin oldukça düzgün olduğu ve yan yüzeylerde herhangi bir laminasyon meydana gelmediği görülmüştür. Ancak hiç öğütülmemiş $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ toz harmanlarının preslenmesinde problemler olmuş alt ve üst yüzeyler kabarcık şeklinde bir görüntü oluşturmuştur. Preslenmiş numunelerin boyutsal olarak ölçülen ham yoğunlukları Çizelge 5.5 ve 5.6’da verilmiştir. Yoğunluk değerleri MA süresinin artması ile azalmaktadır.

Çizelge 5.5 incelendiğinde MA süresi arttıkça yoğunlukta bir azalma olduğu görülmüştür. Ham yoğunluk değerlerine bakıldığında en yüksek değere %88,26 ile harmanlanmış tozlarda ulaşılırken en düşük değere 8 saat MA’lanmış karışımda %81,04 göreceli yoğunluk değeri bulunmuştur. Tozların presleme sonrası ham

yoğunluk (green density) değerleri incelendiğinde düşük mekanik alaşımlama sürelerinde daha yüksek yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır. Bu kademede tozlar daha yumuşak karakterli ve farklı boyutlarda olduğu için boşluklar daha iyi doldurulmuş ve daha yüksek yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır. Mekanik alaşımlama süresinin artması ile partikül boyutları daha küçük ve homojen bir boyut dağılımına ulaştığından bu tozların preslenebilirliği azalmıştır. Bundan dolayı pres sonrası yoğunluklarda azalma olmaktadır.

Çizelge 5.5 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış ve preslenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg numunelerinin ham yoğunluk değerleri.

Malzeme	Yaş Yoğunluk (g/cm ³)	Teorik Yoğunluk (g/cm ³)	Göreceli Yoğunluk (%)
Al15Si2,5Cu0,5Mg harman	2,47	2,80	88,26
Al15Si2,5Cu0,5Mg 1 saat	2,41	2,80	86,12
Al15Si2,5Cu0,5Mg 2 saat	2,37	2,80	84,74
Al15Si2,5Cu0,5Mg 3 saat	2,48	2,80	85,40
Al15Si2,5Cu0,5Mg 4 saat	2,51	2,80	86,80
Al15Si2,5Cu0,5Mg 8 saat	2,35	2,80	81,04

Çizelge 5.6 : Çeşitli oranlarda pekiştirici içeren MA'lanmış ve preslenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg/x (CeO₂, Y₂O₃, La₂O₃) kompozit malzemelerin ham yoğunluk değerleri.

Malzeme	Yaş Yoğunluk (g/cm ³)	Teorik Yoğunluk (g/cm ³)	Göreceli Yoğunluk (%)
Al15Si2,5Cu0,5Mg- 0.5CeO ₂	2,46	2,82	87,08
Al15Si2,5Cu0,5Mg- 1CeO ₂	2,50	2,84	88,07
Al15Si2,5Cu0,5Mg- 2CeO ₂	2,37	2,88	82,16
Al15Si2,5Cu0,5Mg- 5CeO ₂	2,24	3,02	74,27
Al15Si2,5Cu0,5Mg- 0.5Y ₂ O ₃	2,47	2,81	87,98
Al15Si2,5Cu0,5Mg- 1Y ₂ O ₃	2,36	2,83	83,59
Al15Si2,5Cu0,5Mg- 2Y ₂ O ₃	2,47	2,87	86,18
Al15Si2,5Cu0,5Mg- 5Y ₂ O ₃	2,31	2,98	77,37
Al15Si2,5Cu0,5Mg- 0.5La ₂ O ₃	2,53	2,81	89,86
Al15Si2,5Cu0,5Mg- 1La ₂ O ₃	2,32	2,82	85,22
Al15Si2,5Cu0,5Mg- 2La ₂ O ₃	2,40	2,84	84,64
Al15Si2,5Cu0,5Mg- 5La ₂ O ₃	2,10	2,91	72,40

Çizelge 5.6 incelendiğinde pekiştirici faz miktarı arttıkça görünür yoğunlukta bir azalma olduğu görülmüştür. Diğer bir deyiş ile, farklı miktarlarda pekiştirici ilavesinin ham yoğunluğa olumsuz etkisi olduğu gözlemlenmiştir.

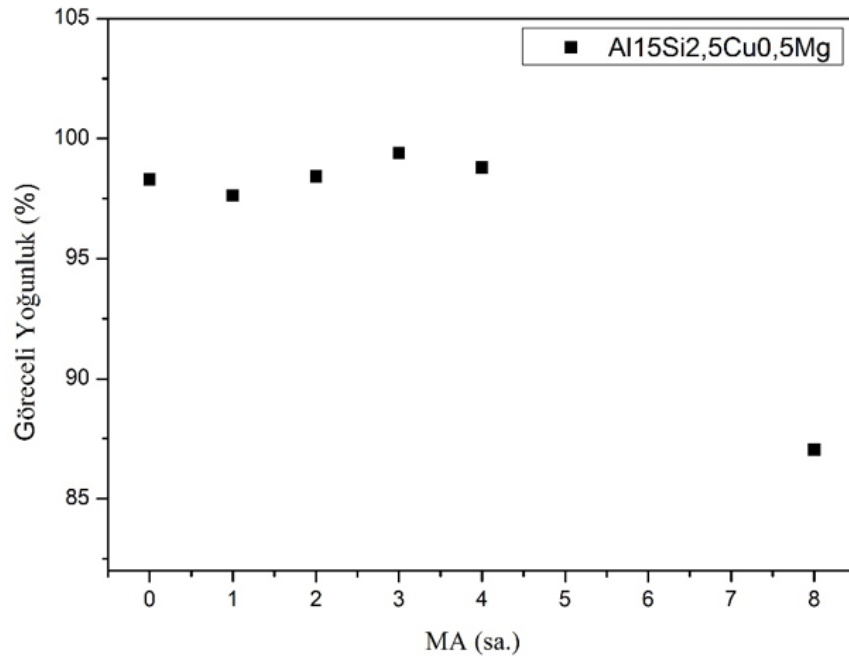
5.4 Sinterlenmiş Numunelerin Karakterizasyonu

5.4.1 Yoğunluk ölçümleri

Sinterlenmiş numunelerin yoğunluk değerleri Çizelge 5.7 ve Çizelge 5.8’de verilmiştir.

Çizelge 5.7 : Çeşitli sürelerde MA’lanmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg numunelerinin yoğunluk değerleri.

Malzeme	Gerçek Yoğunluk (g/cm ³)	Teorik Yoğunluk (g/cm ³)	Göreceli Yoğunluk (%)
Al15Si2,5Cu0,5Mg harman	2,75	2,80	98,30
Al15Si2,5Cu0,5Mg 1saat	2,73	2,80	97,63
Al15Si2,5Cu0,5Mg 2saat	2,75	2,80	98,42
Al15Si2,5Cu0,5Mg 3saat	2,78	2,80	99,40
Al15Si2,5Cu0,5Mg 4saat	2,76	2,80	98,80
Al15Si2,5Cu0,5Mg 8saat	2,43	2,80	87,04



Şekil 5.35 : Çeşitli sürelerde MA’lanmış Al15Si2,5Cu0,5Mg malzemelerin sinter sonrası göreceli yoğunluk değerleri.

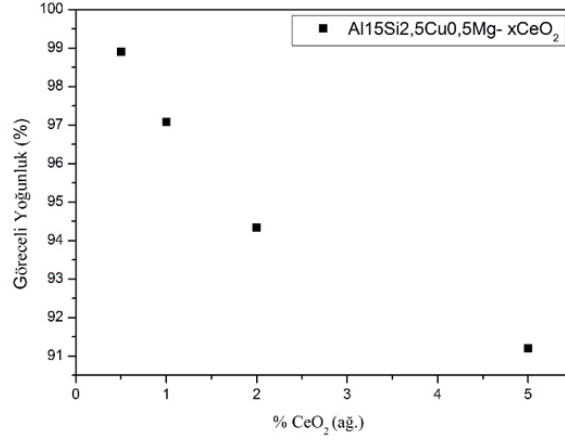
Çizelge 5.7’de ölçümler sonucunda görüldüğü üzere sinter öncesi numune yoğunlukları %84 - %88 civarında iken sinter sonrası gerçek yoğunluklar %97 - %99,5 seviyelerine ulaşmıştır. Ancak 8 saat MA’lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg sinter sonrası alaşımanın göreceli yoğunluk değeri %87,04 değerine düşmüştür. Göreceli yoğunluktaki bu yüksek düşüşün, 8 saat MA sonrasında tozlarda meydana gelen yeniden kaynaklamadan kaynaklandığı düşünülmektedir. Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg matriks alaşımlarının sinter sonrası yoğunluk ölçümleri He gazı piknometresinde gerçekleştirilmiştir.

Sinter sonrası matriks alaşımasının yoğunlukları grafik olarak Şekil 5.35’de verilmiştir. Burada, Çizelge 5.7’deki değerler grafik olarak verilmiştir. Bu çizelge ve şekillerden artan MA süresi ile ham yoğunluğa paralel olarak sinter sonrası yoğunluk değerlerinde de azalma meydana geldiği görülmüştür.

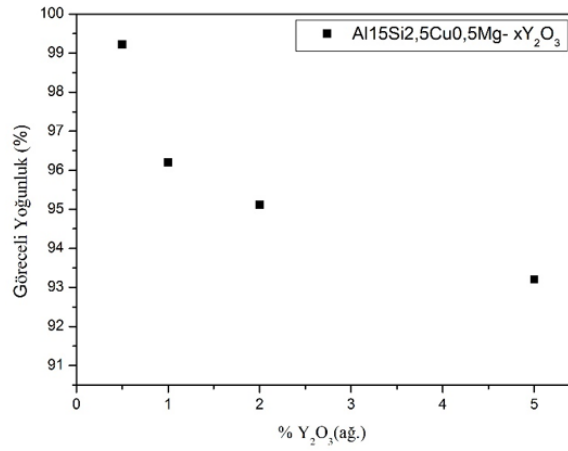
Çizelge 5.8 : Çeşitli oranlarda pekiştirici içeren (x= 0,5, 1, 2, 5 ağırlık %) 4 saat MA’lanmış ve preslenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-x (CeO₂, Y₂O₃, La₂O₃) kompozit malzemelerin ham yoğunluk değerleri.

Malzeme	Gerçek Yoğunluk (g/cm ³)	Teorik Yoğunluk (g/cm ³)	Göreceli Yoğunluk (%)
Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg- 0,5CeO ₂	2,79	2,82	98,90
Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg- 1CeO ₂	2,76	2,84	97,08
Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg- 2CeO ₂	2,72	2,88	94,34
Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg- 5CeO ₂	2,75	3,02	91,2
Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg- 0,5Y ₂ O ₃	2,79	2,81	99,22
Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg- 1Y ₂ O ₃	2,72	2,83	96,20
Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg- 2Y ₂ O ₃	2,73	2,87	95,12
Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg- 5Y ₂ O ₃	2,78	2,98	93,21
Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg- 0,5La ₂ O ₃	2,74	2,81	97,59
Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg- 1La ₂ O ₃	2,65	2,82	93,95
Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg- 2La ₂ O ₃	2,61	2,84	91,87
Al ₁₅ Si _{2,5} Cu _{0,5} Mg- 5La ₂ O ₃	2,44	2,91	83,7

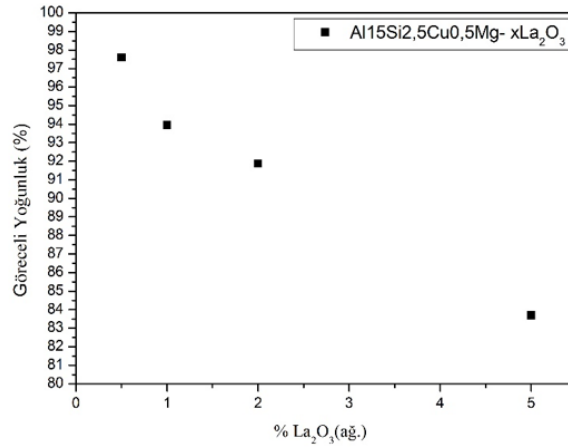
Şekil 5.34, 5.35 ve 5.36’da 4 saat MA’lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/x (CeO₂, Y₂O₃, La₂O₃) ve (x=0,5 1, 2, 5 ağırlık %) sinter sonrası numunelere ait göreceli yoğunluk değerleri grafik üzerinde görülmektedir. Çeşitli miktarlarda nadir toprak oksit taviyeleri içeren ve sinterlenmiş kompozit malzemelerin gerçek yoğunluk ölçümleri, He gazı piknometresinde gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.36 : 4 saat MA’lanmış Al15Si2,5Cu0,5Mg/xCeO₂ (x=0,5 1, 2, 5 ağ.%) kompozit malzemelerin sinter sonrası göreceli yoğunluk değerleri.



Şekil 5.37 : 4 saat MA’lanmış Al15Si2,5Cu0,5Mg/xY₂O₃ (x=0,5 1, 2, 5 ağ.%) kompozit malzemelerin sinter sonrası göreceli yoğunluk değerleri.



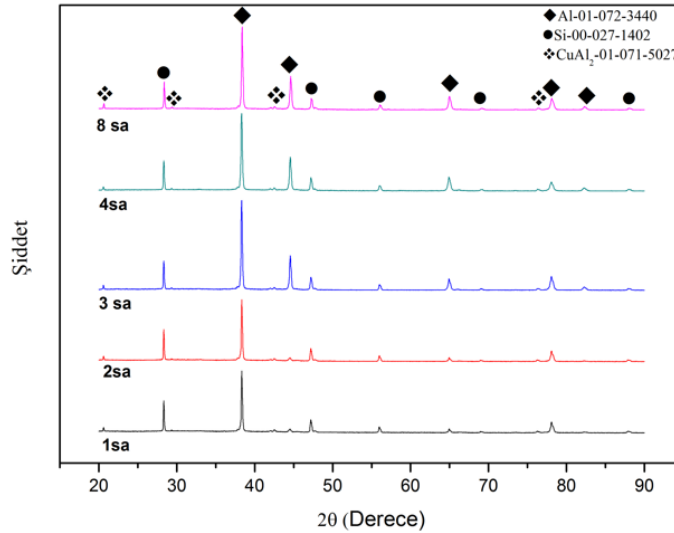
Şekil 5.38 : 4 saat MA’lanmış Al15Si2,5Cu0,5Mg/xLa₂O₃ (x=0,5 1, 2, 5 ağ.%) kompozit malzemelerin sinter sonrası göreceli yoğunluk değerleri.

Sinterlenmiş pekiştirici katkılı numunelerin yoğunluk değerleri Çizelge 5.8’de verilmiştir. Çizelge 5.8’de görüldüğü üzere sinter öncesi numune yoğunlukları %72 - %87 civarında iken sinter sonrası bu yoğunluklar %91 - %99 seviyelerine ulaşmıştır.

Sinter sonrası çeşitli oranlarda CeO_2 , Y_2O_3 , La_2O_3 içeren numunelerin yoğunlukları Şekil 5.36, 5.37 ve 5.38’de verilmiştir. Burada Çizelge 5.8’da ki değerler grafik olarak verilmiştir. Bu çizelge ve şekillerden artan pekiştirici miktarı ile 450 MPa basınçla preslenmiş olan numuneler ham yoğunluğa paralel olarak sinter sonrası yoğunluk değerlerinde de azalma meydana geldiği görülmüştür. Buradan hareketle sisteme pekiştirici olarak ilave edilen CeO_2 , Y_2O_3 , La_2O_3 fazlarının Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg alaşımı içerisindeki miktarı arttıkça, göreceli yoğunluk değerlerinin Al15Si2,5Cu0,5Mg matrisine kıyasla düştüğü gözlemlenmiştir.

5.4.2 Faz analizleri ve mikroyapı karakterizasyonları

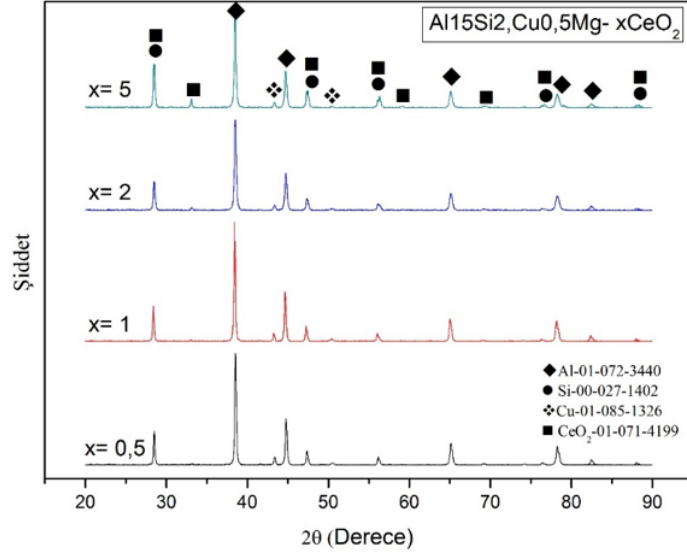
Sinterlenmiş numunelerde faz karakterizasyonu X-ışınları difraktometresi ile gerçekleştirilmiştir. Sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg numunelerine ait XRD grafikleri Şekil 5.39’da verilmiştir. Sinterlenmiş numunelere yapılan X-ışınları analizi sonrası elde edilen difraksiyon desenlerinde pekiştirici takviyesi yapılmamış Al15Si2,5Cu0,5Mg sinter numunelerin mekanik alaşımlama süresinin artması ile pik yükseklikleri arttığı ve pik genişliklerinin azaldığı görülmüştür. Ayrıca toz numunelerde görülmezken, özellikle 4 ve 8 saat MA’lanmış sinter numunelerde Al_2Cu pikleri görülmüştür. Buradan hareketle Al_2Cu fazının sinterleme prosesi sonrasında oluştuğu söylenebilir.



Şekil 5.39: Çeşitli sürelerde MA’lanmış Al15Si2,5Cu0,5Mg malzemelerin sinter sonrası XRD desenleri.

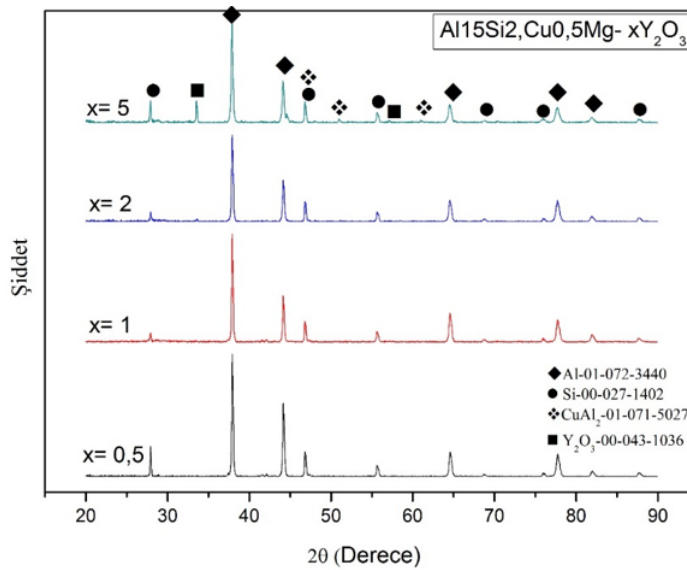
4 saat MA’lanmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg/(%ağ. 0,5, 1, 2, 5) CeO_2 numunelerine ait XRD grafikleri Şekil 5.40’da verilmiştir. Sinterlenmiş numunelere yapılan X-ışınları analizi sonrası elde edilen difraksiyon desenlerinde CeO_2 pik

yükseklikleri, artan CeO₂ miktarı ile birlikte artmıştır. Takviyesiz ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg numunelerinin XRD analizlerinde görülen Al₂Cu fazları, sinterlenmiş ve CeO₂ takviyeli Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg numunelerinde görülmemiştir.



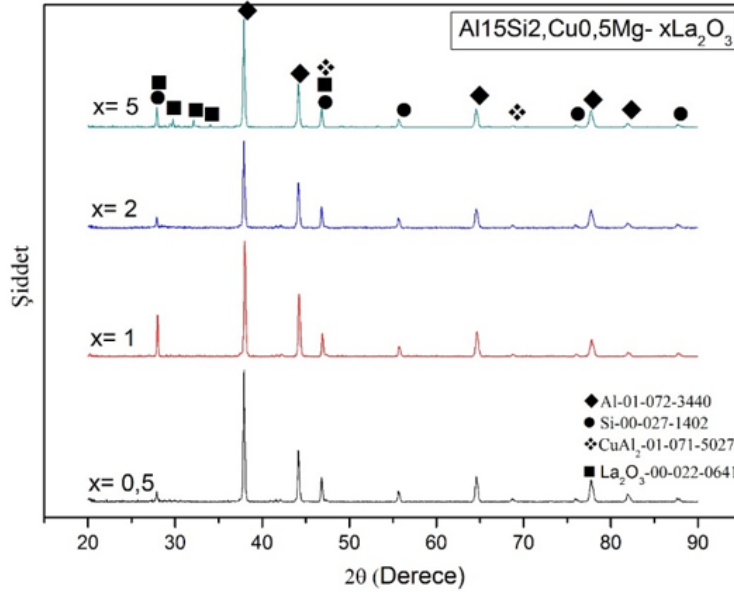
Şekil 5.40 : 4 saat MA'lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/xCeO₂ (x=0,5 1, 2, 5 ağı.%) malzemelerin sinter sonrası XRD desenleri.

4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/(%ağı. 0,5, 1, 2, 5) Y₂O₃ numunelerine ait XRD grafikleri Şekil 5.41'de verilmiştir. Sinterlenmiş numunelere yapılan X-ışınları analizi sonrası elde edilen difraksiyon desenlerinde Y₂O₃ pik yükseklikleri, artan Y₂O₃ miktarı ile birlikte artmıştır. Takviyesiz ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg numunelerinin XRD analizlerinde görülen Al₂Cu fazları, sinterlenmiş ve Y₂O₃ takviyeli Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg numunelerinde de görülmüştür.



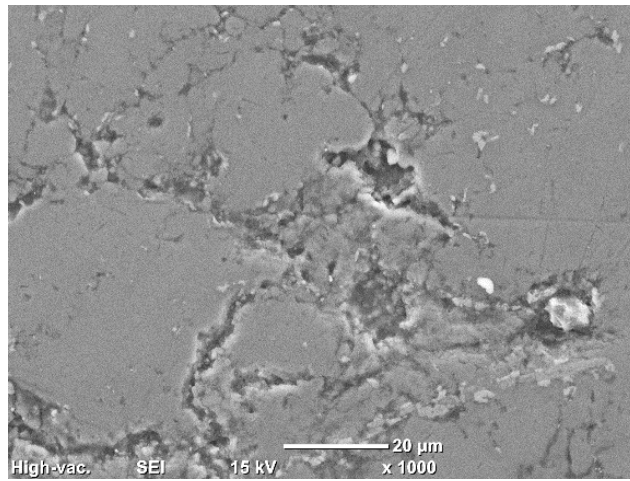
Şekil 5.41 : 4 saat MA'lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/xY₂O₃ (x=0,5 1, 2, 5 ağı.%) malzemelerin sinter sonrası XRD desenleri.

4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/(\% \text{ağ. } 0,5, 1, 2, 5) \text{La}_2\text{O}_3$ numunelerine ait XRD grafikleri Şekil 5.42'de verilmiştir. Sinterlenmiş numunelere yapılan X-ışınları analizi sonrası elde edilen difraksiyon desenlerinde La_2O_3 pik yükseklikleri, artan La_2O_3 miktarı ile birlikte artmıştır. Takviyesiz ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ numunelerinin XRD analizlerinde görülen Al_2Cu fazları, sinterlenmiş ve La_2O_3 takviyeli $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ numunelerinde de görülmüştür.



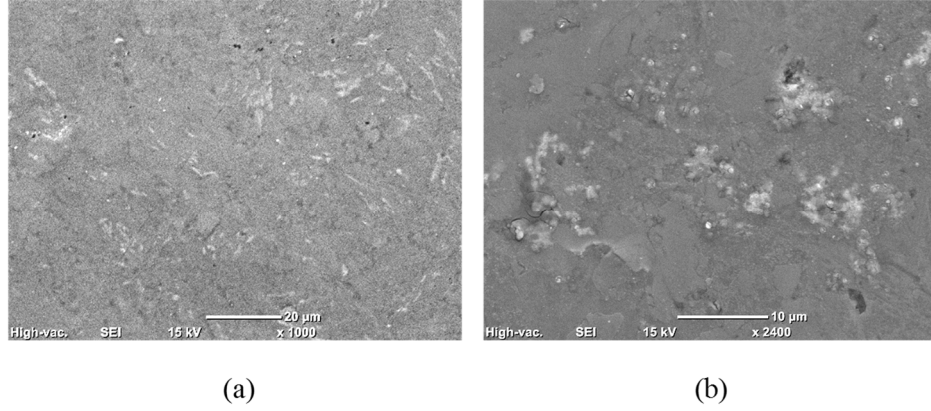
Şekil 5.42 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/x\text{La}_2\text{O}_3$ ($x=0,5, 1, 2, 5$ ağ.%) malzemelerin sinter sonrası XRD desenleri .

Şekil 5.43'de mekanik alaşımlanmamış $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ matriks alaşımına ait sinter sonrası SEM görüntüsü görülmektedir. Numune yüzeyinde büyük çatlaklar ve gözenekler görülmektedir.



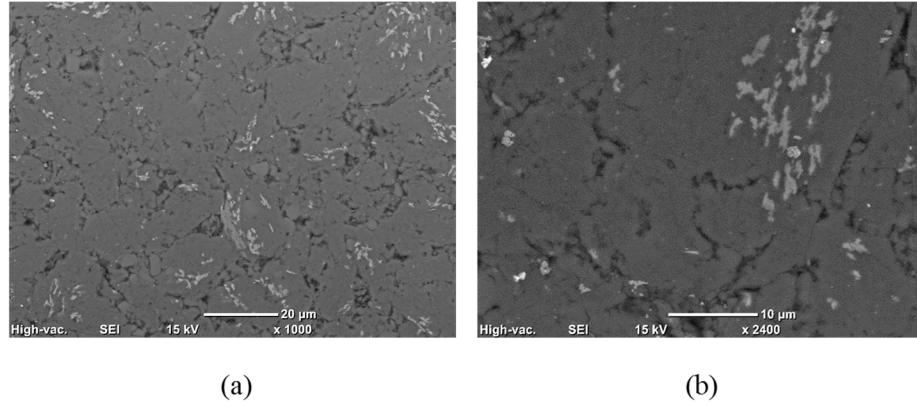
Şekil 5.43 : Mekanik alaşımlanmamış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ malzemenin SEM görüntüsü (1000X).

Şekil 5.44’ de 1 saat mekanik alaşımlanmış Al15Si2,5Cu0,5Mg matriks alaşımına ait sinter sonrası SEM görüntüsü görülmektedir. Numune yüzeyinde, mekanik alaşımlanmamış numune yüzeyine göre porozite ve çatlak ihtivasının önemli ölçüde azaldığı ve bakırca zengin ikincil fazlarının ise homojen dağılımları görülmektedir.



Şekil 5.44 : 1 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg matriks alaşımının SEM görüntüsü (a) 1000X, (b) 2400X.

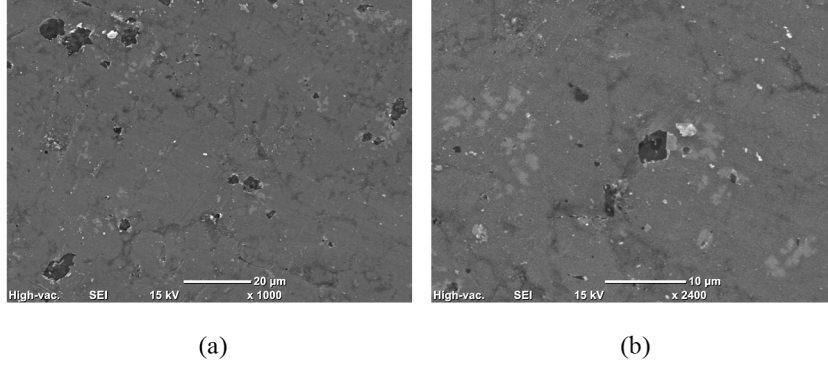
Şekil 5.45’de 4 saat mekanik alaşımlanmış Al15Si2,5Cu0,5Mg matriks alaşımına sinter sonrası SEM görüntüsü görülmektedir. Matriks içerisinde homojen halde dağılmış bulunan açık gri renkteki bakırca (Cu) zengin fazlar açık bir şekilde görülmektedir.



Şekil 5.45: 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg matriks alaşımının SEM görüntüsü (a) 1000X, (b) 2400X.

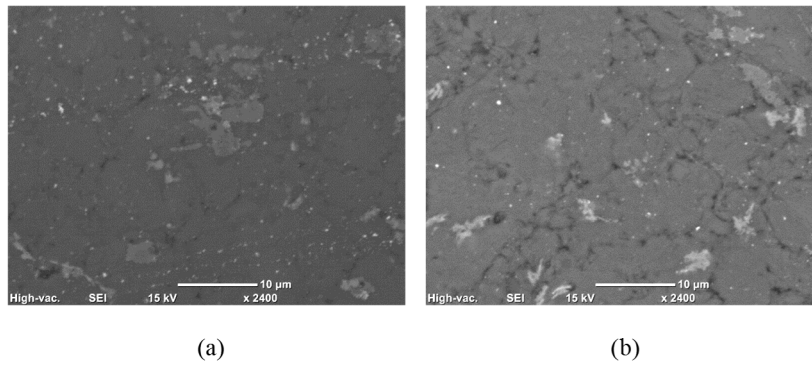
Şekil 5.46’da 8 saat mekanik alaşımlanmış Al15Si2,5Cu0,5Mg malzemesine ait sinter sonrası SEM görüntüsü görülmektedir. 4 saat mekanik alaşımlanmış numunede görülen homojen ikincil faz dağılımı 8 saatlik numunelerde görülmemektedir. Ek olarak, numune yüzeyinde görülen gözenekler, piknometre deneylerinde 8 saatlik

mekanik alaşımlanmış sinter numunedeki yoğunluk düşüşünü açıklamaktadır. Bu homojen olmayan ve gözenekli yapının sebebinin, 8 saatlik tozlarda daha önceki SEM görüntülerinde de görülen (Şekil 5.23), soğuk kaynaklanma mekanizmasının yeniden baskın hale gelmesine bağlı olarak, homojen olmayan boyut dağılımı olduğu düşünülmektedir.



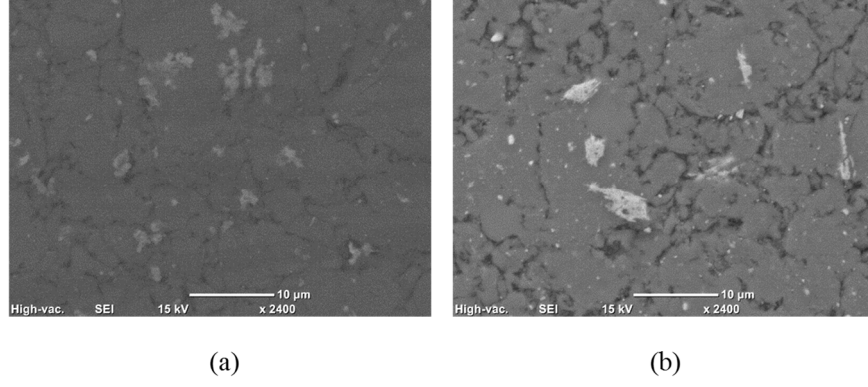
Şekil 5.46 : 8 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg matris alaşımlarının SEM görüntüsü (a) 1000X, (b) 2400X.

Şekil 5.47’de 4 saat MA’lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/0,5CeO₂ ve Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/5CeO₂ kompozit malzemelerine ait sinterleme sonrası SEM görüntüleri görülmektedir. CeO₂ miktarının artışının mikroyapıda önemli değişimler meydana getirmediği görülmektedir.



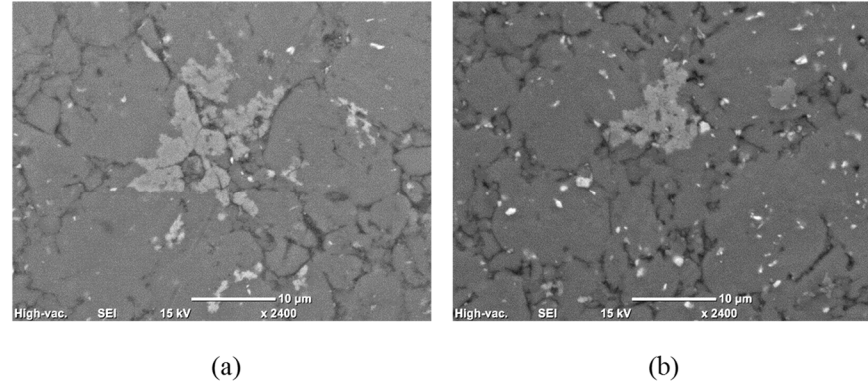
Şekil 5.47 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/xCeO₂ kompozit malzemenin SEM görüntüsü (a) Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/0,5CeO₂ (2400X), (b) Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/5CeO₂ (2400X).

Şekil 5.48’de 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/0,5Y₂O₃ ve Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/5Y₂O₃ kompozit malzemelerinin SEM görüntüleri görülmektedir. Y₂O₃ miktarının artışının mikroyapıda önemli değişimler meydana getirmediği görülmektedir.



Şekil 5.48 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/x\text{Y}_2\text{O}_3$ kompozit malzemenin SEM görüntüsü (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/0,5\text{Y}_2\text{O}_3$ (2400X), (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{Y}_2\text{O}_3$ (2400X).

Şekil 5.49’da 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/0,5\text{La}_2\text{O}_3$ ve $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{La}_2\text{O}_3$ kompozit malzemelerinin SEM görüntüleri görülmektedir. La_2O_3 ihtivasının mikroyapıda önemli bir değişiklik meydana getirmediği görülmektedir.

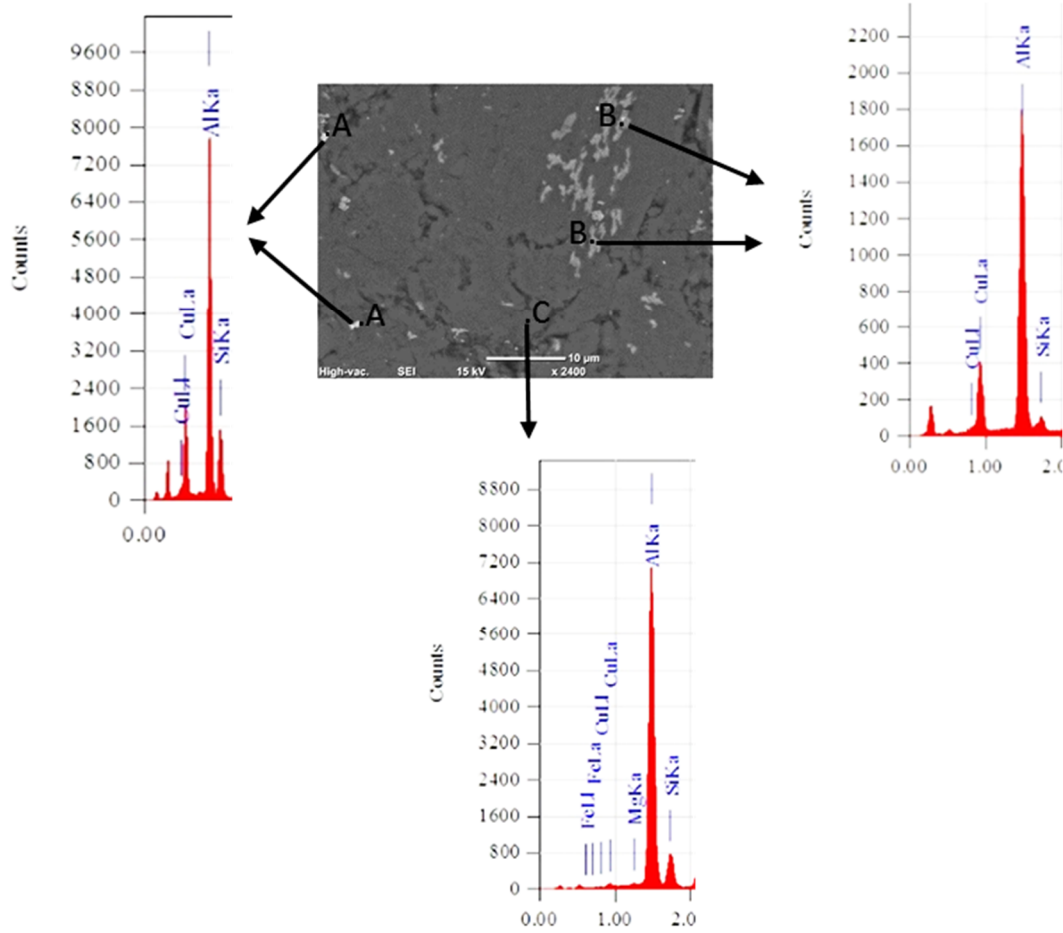


Şekil 5.49 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/x\text{La}_2\text{O}_3$ kompozit malzemelerin SEM görüntüsü (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/0,5\text{La}_2\text{O}_3$ (2400X), (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{La}_2\text{O}_3$ (2400X).

Şekil 5.50’de 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ malzemesine ait sinter sonrası SEM görüntüsü ve Çizelge 5.9’da ise EDS alınan noktalara ait kantitatif veriler görülmektedir. Resimde görülen açık gri bölgeler (B) Cu miktarı zengin faz bölgeleridir ve bu bölgelerde XRD analizlerinde görülen Al_2Cu fazlarının olduğu düşünülmektedir. Gri bölgeler (C) ise matriks bölgesidir. Parlak noktalar halinde görülen noktalarda (A), Al, Si, Cu elementel olarak yoğun görülmüştür ve bu noktaların Al-Si-Cu intermetalik fazlarına ait olması muhtemeldir.

Çizelge 5.9 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg matriks alaşımının nokta EDS verileri.

	Al	Si	Cu	Mg	Fe
A	56.09	18.74	25,17	2,67	0,09
B	61.99	4.82	33.19	-	-
C	79,37	17,42	2,55	0,86	-

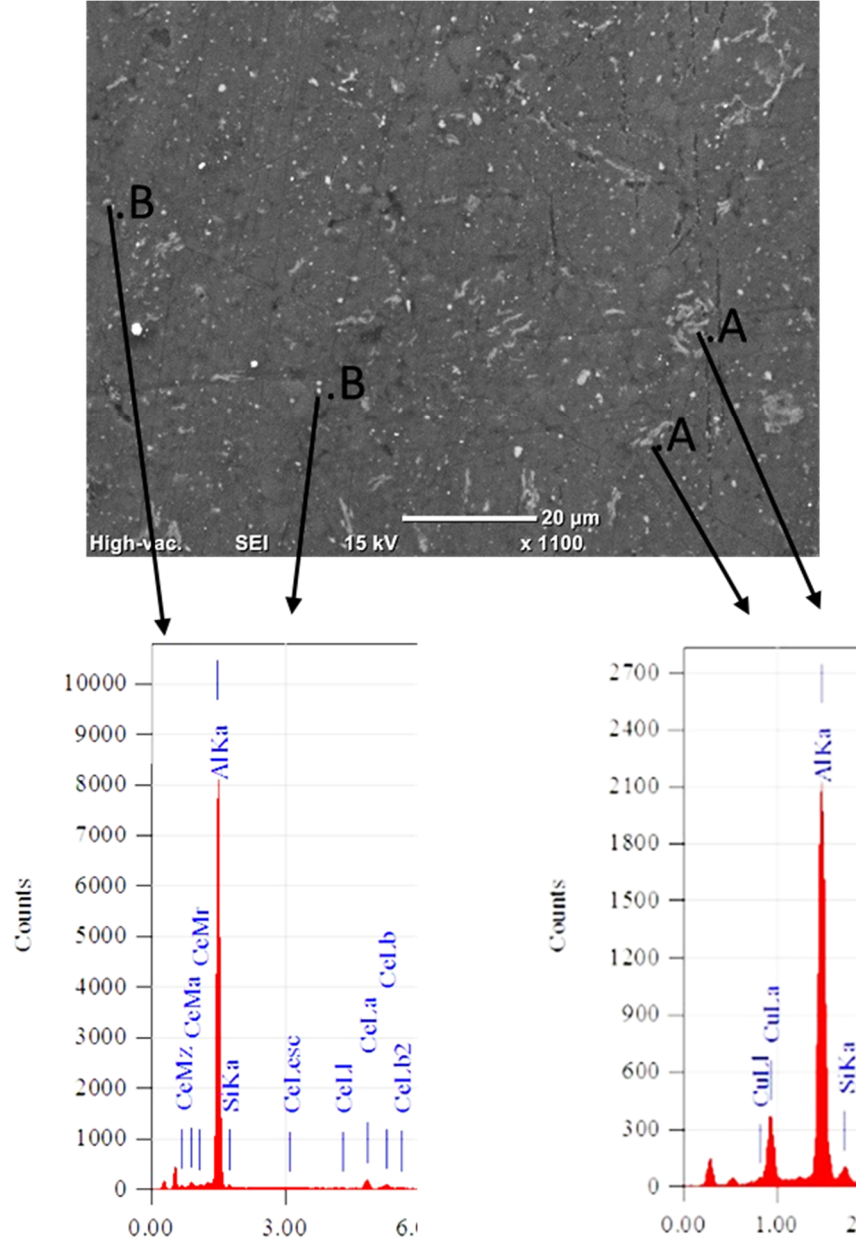


Şekil 5.50 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg matriks alaşımının nokta EDS analizleri.

Şekil 5.51'de 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/5CeO₂ kompozit malzemesine ait SEM görüntüsü ve Çizelge 5.10'da ise aynı numuneye ait noktasal EDS verileri görülmektedir. A noktaları, bakır (Cu) miktarı zengin faz bölgeleri olup, B noktaları ise Ce yoğunluklu noktalardır. Sinterlenmiş ve CeO₂ takviyeli Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg numunelerin XRD analizinde Al₂Cu fazı görülmemişse de, EDS analizlerinde Cu miktarı yüksek bölgelere rastlanmıştır.

Çizelge 5.10 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{CeO}_2$ kompozit malzemenin nokta EDS verileri.

	Al	Si	Cu	Ce
A	80,77	1,14	-	18,09
B	59.39	3.54	37.07	-

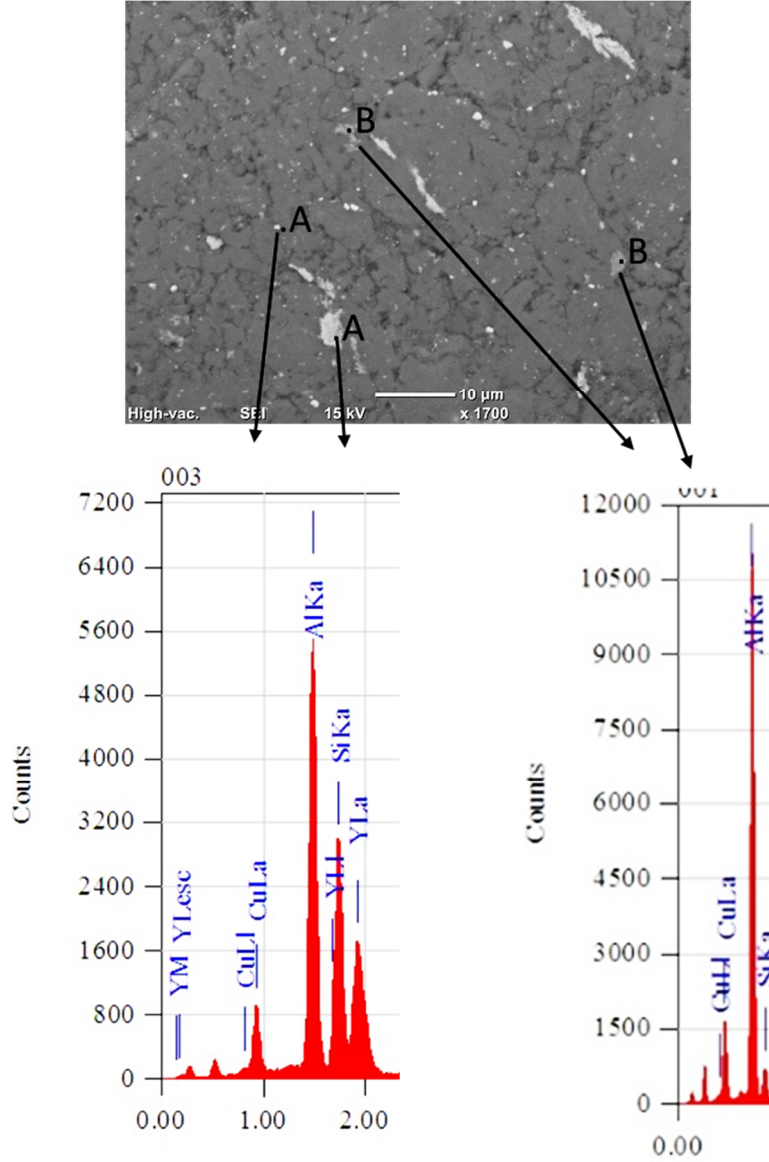


Şekil 5.51 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{CeO}_2$ kompozit malzemenin nokta EDS analizleri.

Şekil 5.52’de 4 saat MA’lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{Y}_2\text{O}_3$ kompozit malzemesine ait sinter sonrası SEM görüntüsü ve Çizelge 5.11’de ise aynı numuneye ait noktasal EDS verileri görülmektedir. A noktaları, Y elementinin zengin olduğu takviye bölgeleri olup, B noktaları ise Cu miktarı yüksek noktalardır.

Çizelge 5.11 : 4 sa MA'lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{Y}_2\text{O}_3$ kompozit malzemenin nokta EDS verileri.

	Al	Si	Cu	Y
A	20.85	21.12	11.02	47,01
B	63.89	3.57	32.54	-

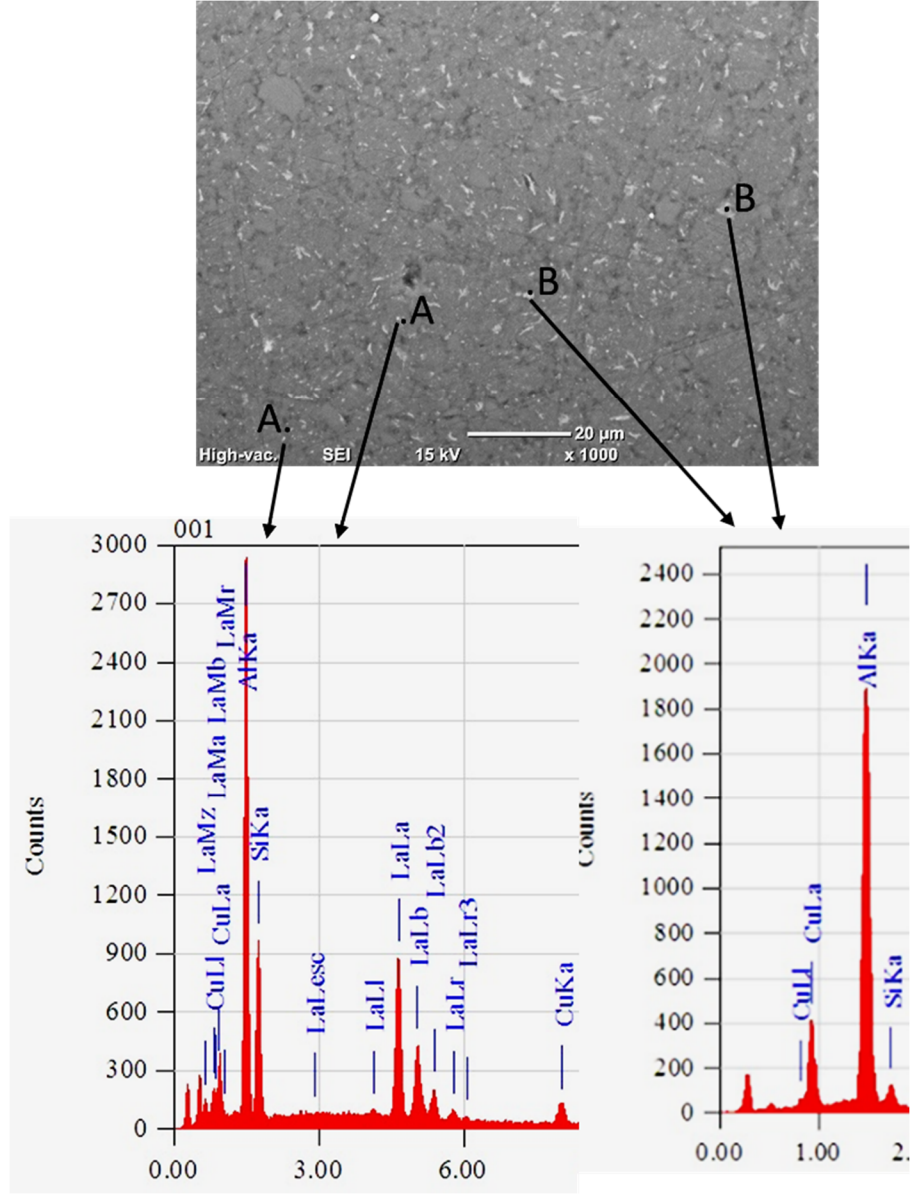


Şekil 5.52 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{Y}_2\text{O}_3$ kompozit malzemenin nokta EDS analizleri.

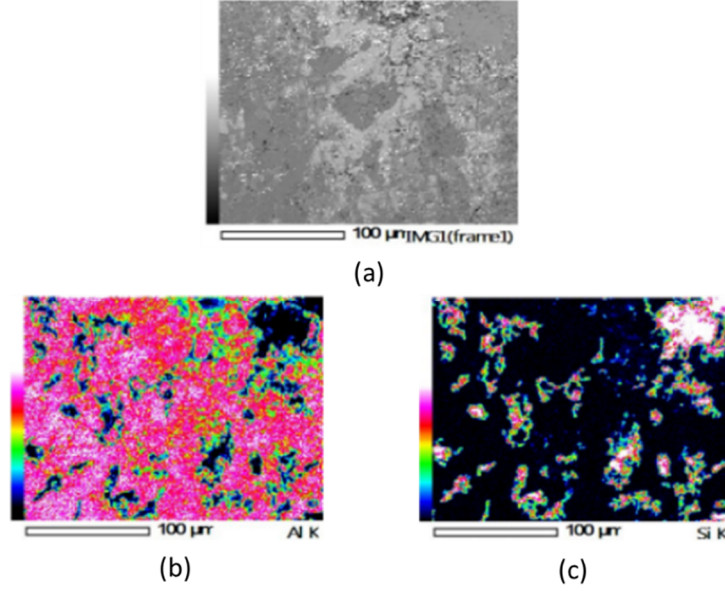
Şekil 5.53'de 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{La}_2\text{O}_3$ kompozit malzemenin sinter sonrası SEM görüntüsü ve Çizelge 5.12'de ise aynı numuneye ait noktasal EDS verileri görülmektedir. A noktaları, La elementinin yoğun bulunduğu partikül bölgeleri olup, B noktaları ise Cu içeriği yüksek noktalardır.

Çizelge 5.12 : 4 sa MA'lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{La}_2\text{O}_3$ kompozit malzemenin nokta EDS verileri.

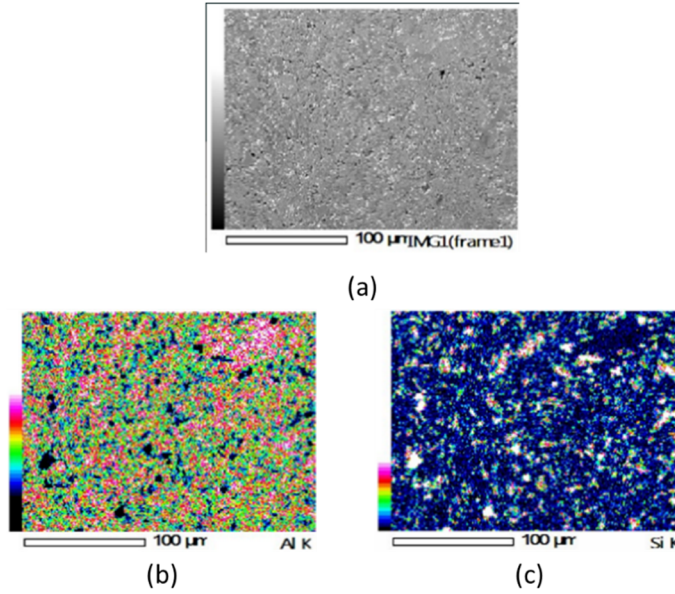
	Al	Si	Cu	La
A	32.03	11.95	10.23	45.78
B	53.46	8.16	38.17	-



Şekil 5.53 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{La}_2\text{O}_3$ kompozit malzemenin nokta EDS analizleri.

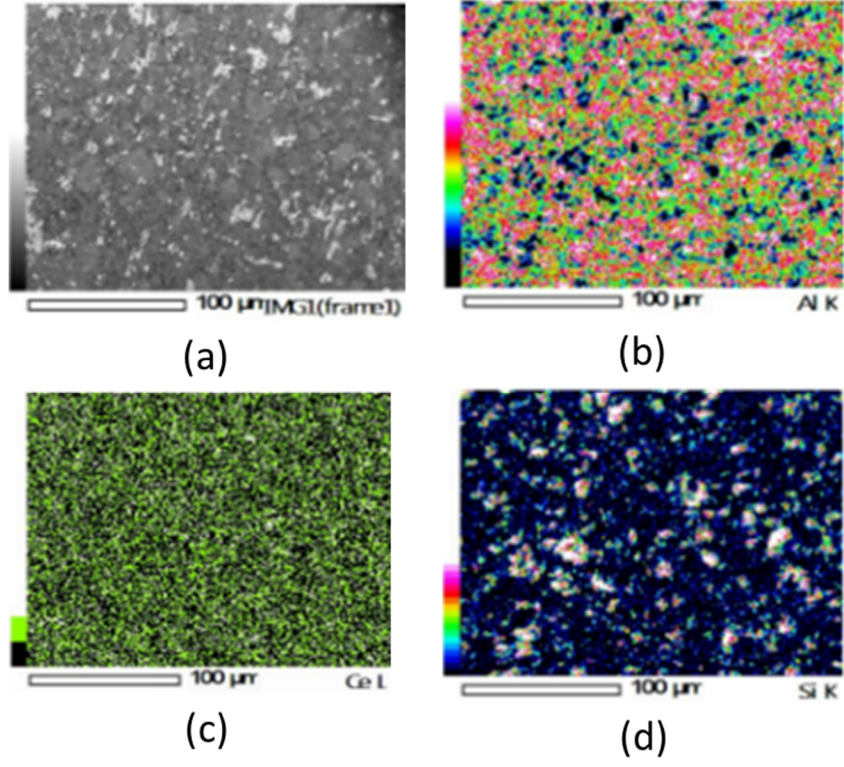


Şekil 5.54 : Mekanik alaşımlanmamış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg matriks alaşımının EDS haritalama görüntüleri.

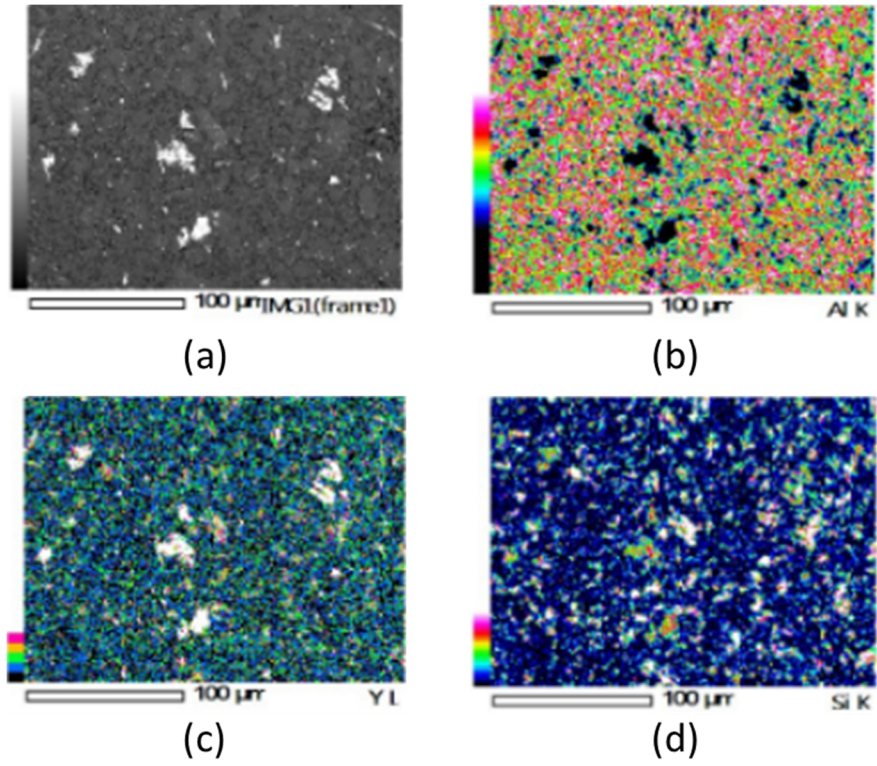


Şekil 5.55 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg matriks alaşımının EDS haritalama görüntüleri.

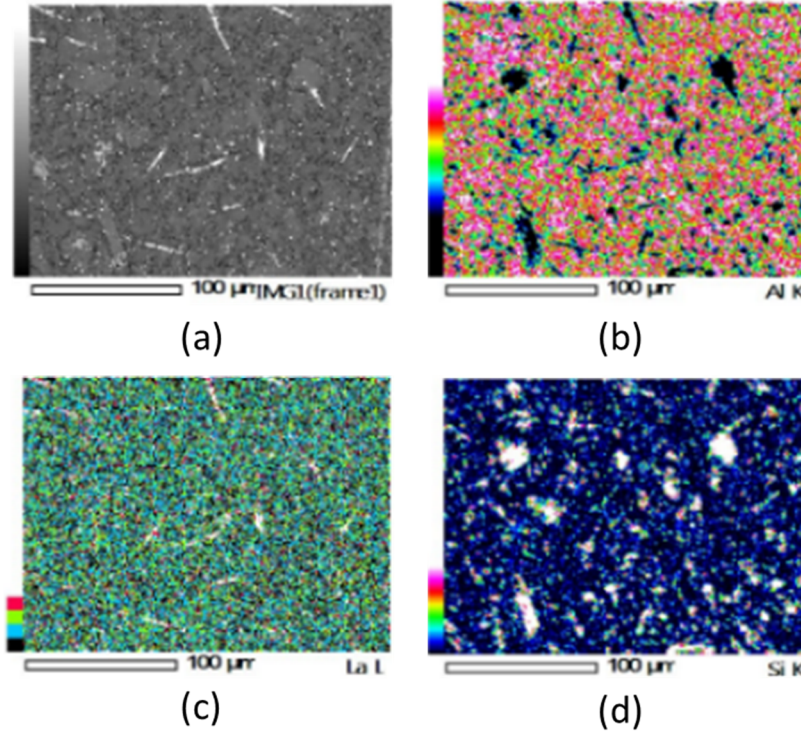
Şekil 5.54'e bakıldığında mekanik alaşımlanmamış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg sinter numunesinde Al ve Si elementlerinin yapıda belli bölgelerde yoğunlaşmış olduğu görülmektedir. Şekil 5.55'e bakıldığında ise aksine, Al ve Si elementlerinin yapının hemen her noktasına homojen bir şekilde dağılmış olduğu açıkça görülmektedir. Mekanik alaşımlama prosesi sonucu mikroyapının daha homojen hale geldiği söylenebilir. Ayrıca Şekil 5.56'de Al elementine ait haritalama resmine bakılırsa, resimdeki koyu bölgeler alüminyumca (Al) fakir, silisyumca (Si) zengin bölgelerdir.



Şekil 5.56 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{CeO}_2$ kompozit malzemenin EDS haritalama görüntüleri.



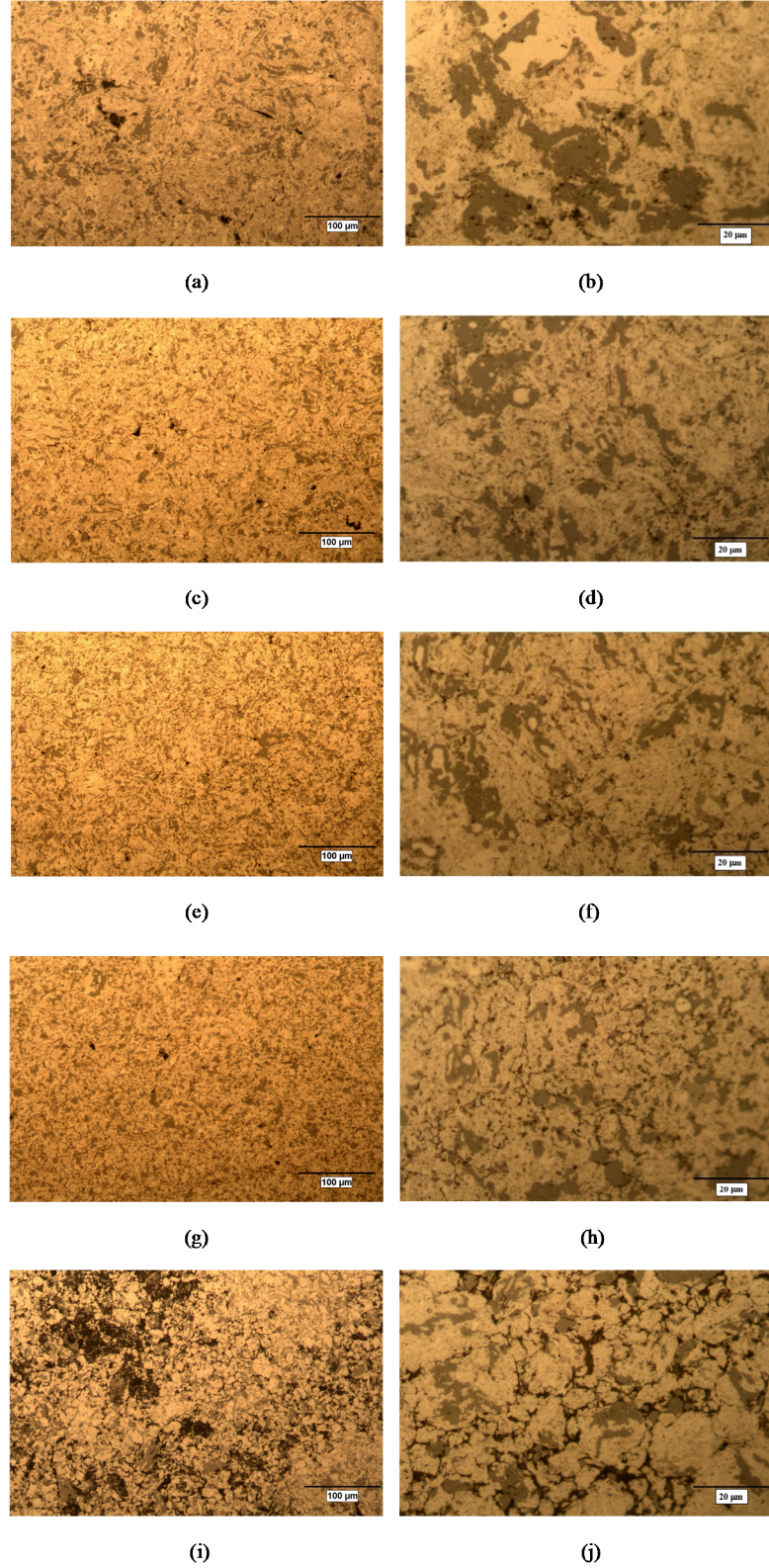
Şekil 5.57 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{Y}_2\text{O}_3$ kompozit malzemenin EDS haritalama görüntüleri.



Şekil 5.58 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{La}_2\text{O}_3$ kompozit malzemelerin EDS haritalama görüntüleri.

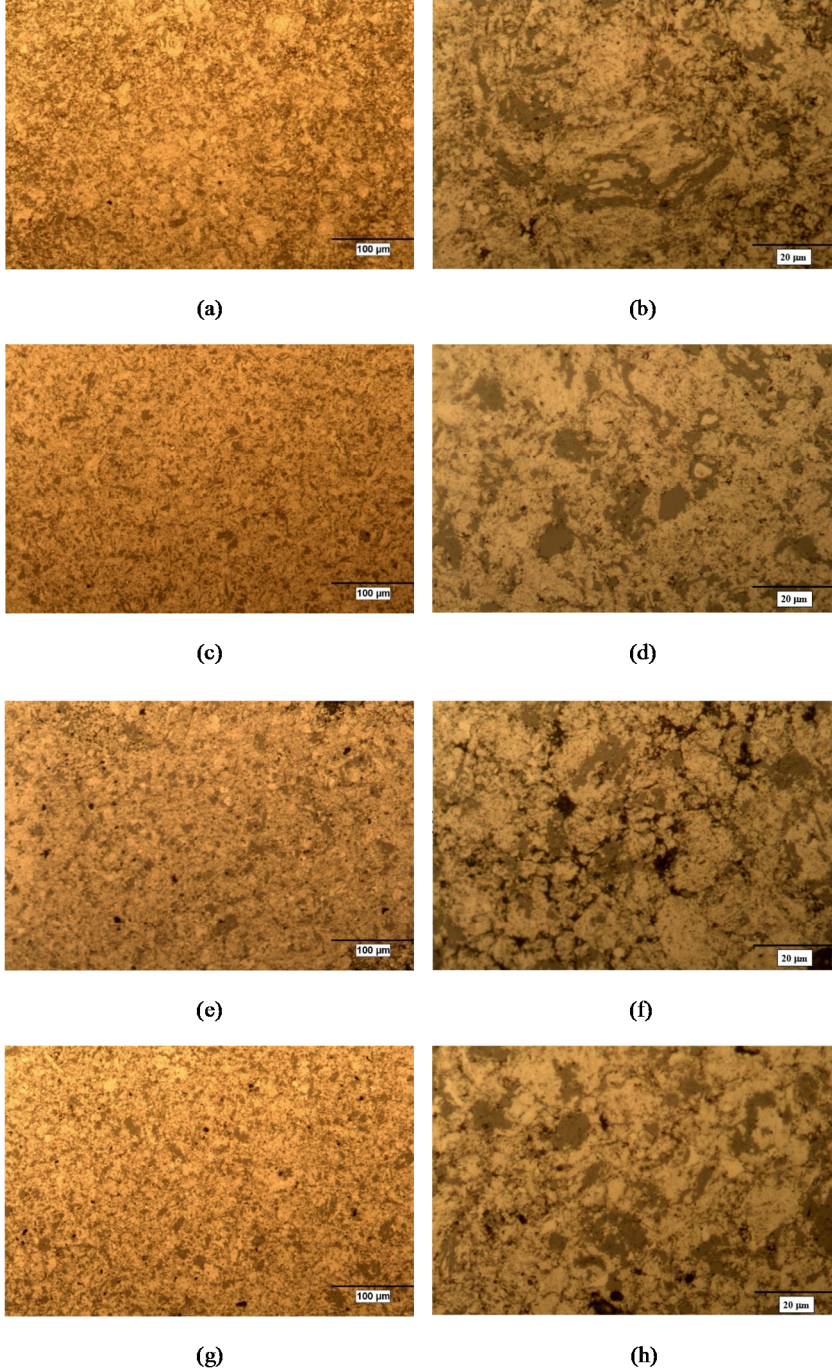
Şekil 5.56, 5.57 ve 5.58'de ise 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5$ (CeO_2 , Y_2O_3 , La_2O_3) kompozit malzemelere ait elementel haritalama görüntüleri görülmektedir. Haritalama yapılan bölgelerdeki silisyum ve alüminyuma ait haritalama resimlerine bakıldığında, söz konusu elementlerin dağılımının 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ numunesi ile paralellik gösterdiği görülmektedir. Ek olarak, haritalama resimlerinde takviye elemanlarının matrikste homojen bir şekilde dağıldığı görülmektedir.

Şekil 5.59'da çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ numunelerin optik mikroskop görüntüleri görülmektedir. Resimlerde görülen açık renkli bölgeler matriks fazına ait bölgeler iken, koyu renkli faz bölgelerinin ise bakırca (Cu) ve/veya silisyumca (Si) zengin faz bölgeleri olduğu düşünülmektedir. Mekanik alaşımlama süresinin artması ile birlikte ikincil fazların matrikte çok daha küçük ve düzgün olarak dağıldığı görülmektedir. Ancak 8 saatlik mekanik alaşımlanmış numuneye bakıldığında ise siyah ve büyük faz bölgeleri de görülmektedir. Bu bölgelerin uzun süreli mekanik alaşımlamaya bağlı olduğu olarak meydana geldiği düşünülmektedir.



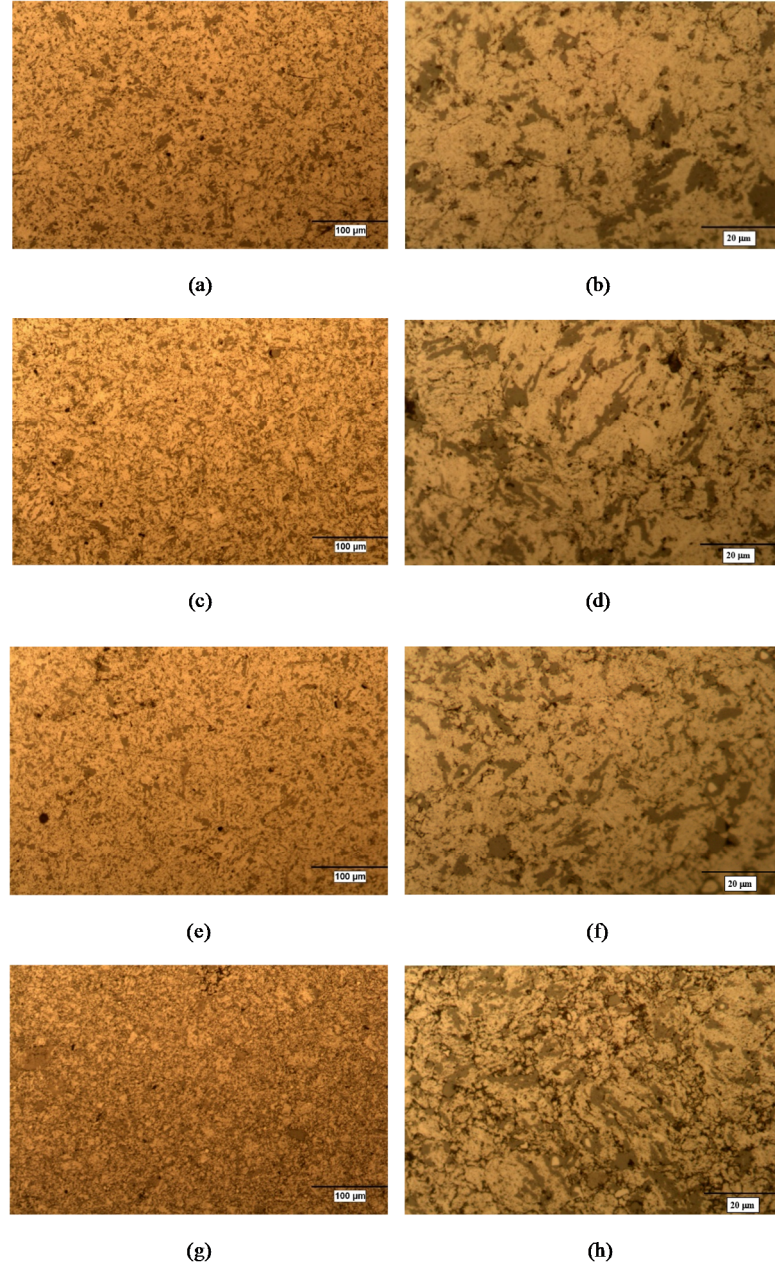
Şekil 5.59 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ matriks alaşımlarının OM görüntüleri (a) 1 sa, 200X, (b) 1 sa, 1000X, (c) 2 sa, 200X, (d) 2 sa, 1000X, (e) 3 sa, 200X, (f) 3 sa, 1000X, (g) 4 sa 200X , (h) 4 sa 1000X , (i) 8 sa 200X , (j) 8 sa 1000X.

Şekil 5.60'da 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/xCeO_2$ ($x = 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) kompozit malzemelerin optik mikroskop görüntüleri görülmektedir. Yapıdaki pekiştirici miktarının artması ile porozite miktarının arttığı görülmektedir.



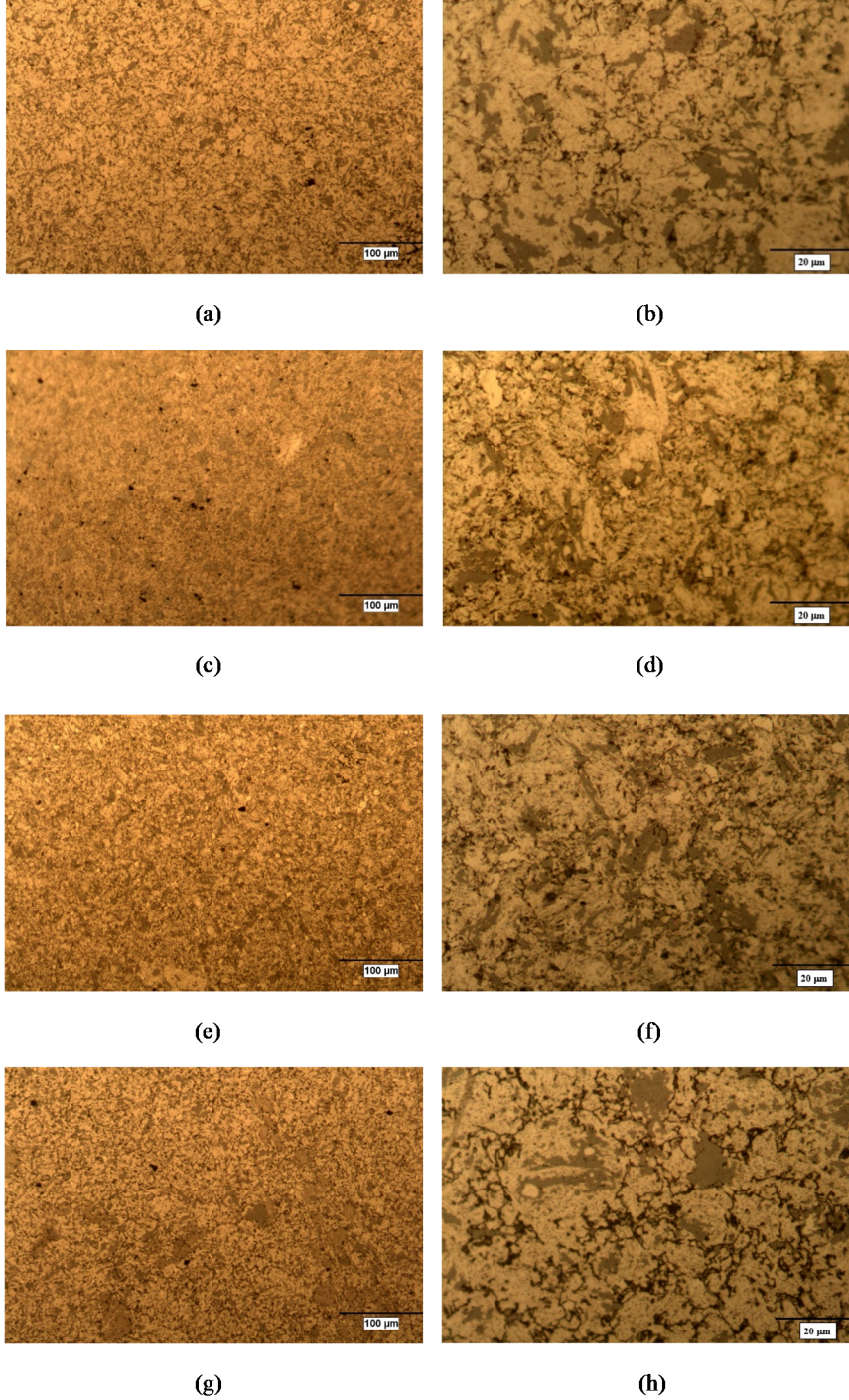
Şekil 5.60 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/xCeO_2$ ($x = 0,5, 1, 2, 5$ % ağırlık %) kompozit numunelerin OM görüntüleri (a) %0,5CeO₂, 200X, (b) %0,5CeO₂, 1000X, (c) %1CeO₂, 200X, (d) %1CeO₂, 1000X, (e) %2CeO₂, 200X, (f) %2CeO₂, 1000X, (g) %5CeO₂, 200X , (h) %5CeO₂, 1000X.

Şekil 5.61’de 4 saat MA’lanmış ve sinterlenmiş $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-xY_2O_3$ ($x= 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) kompozit malzemelerin optik mikroskop görüntüleri görülmektedir. Pekiştirici miktarının artması ile yapıdaki porozite miktarının arttığı görülmektedir. Bu görüntüler piknometre sonuçları ile paralellik göstermektedir. Diğer dikkat çeken bir nokta ise, pekiştirici miktarının artması ile ikincil faz bölgelerin yapı içerisinde daha küçük bölgeler halinde ve daha yoğun dağılmış olduğudur.



Şekil 5.61 : 4 saat MA’lanmış ve sinterlenmiş $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-xY_2O_3$ (0,5, 1, 2, 5 ağırlık %) kompozit malzemelerin OM görüntüleri (a) %0,5 Y_2O_3 , 200X, (b) %0,5 Y_2O_3 , 1000X, (c) %1 Y_2O_3 , 200X, (d) %1 Y_2O_3 , 1000X, (e) %2 Y_2O_3 , 200X, (f) %2 Y_2O_3 , 1000X, (g) %5 Y_2O_3 , 200X , (h) %5 Y_2O_3 , 1000X.

Şekil 5.62’de 4 saat MA’lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-x\text{La}_2\text{O}_3$ ($x=0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) kompozit malzemelerin optik mikroskop görüntüleri görülmektedir. Pekiştirici miktarının artması ile yapıdaki porozite miktarının arttığı görülmektedir.



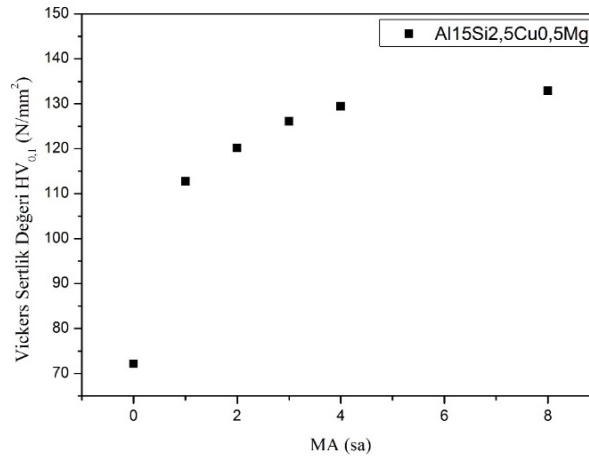
Şekil 5.62 : 4 saat MA’lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/x\text{La}_2\text{O}_3$ ($x=0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) kompozit malzemelerin optik mikroskop görüntüleri (a) %0,5 La_2O_3 , 200X, (b) %0,5 La_2O_3 , 1000X, (c) %1 La_2O_3 , 200X, (d) %1 La_2O_3 , 1000X, (e) %2 La_2O_3 , 200X, (f) %2 La_2O_3 , 1000X, (g) %5 La_2O_3 , 200X, (h) %5 La_2O_3 , 1000X.

5.4.3 Mekanik testler

Çizelge 5.13’de Al15Si2,5Cu0,5Mg matris alaşımı için artan MA süresinin sertliğe etkisi görülmektedir. Çizelge 5.13’den ve Şekil 5.63’de MA süresi arttıkça matris malzemenin sertliğinin 8 saatlik öğütme süresi sonunda hiç mekanik alaşımlanmamış malzemeye göre yaklaşık 2 kat arttığı görülmüştür. MA’lanmamış numunenin sertliği 72,13 HV iken 8 saat MA’lanmış olanın sertliği ise 132,88 HV’dir.

Çizelge 5.13 : Çeşitli sürelerde MA’lanmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg matris alaşımlarının sertlik değerleri.

Malzeme	Sertlik Değeri HV _{0,1} (N/mm ²)	Standart Sapma
Al15Si2,5Cu0,5Mg harman	72,13	±32
Al15Si2,5Cu0,5Mg 1saat	112,76	±21
Al15Si2,5Cu0,5Mg 2saat	120,22	±23
Al15Si2,5Cu0,5Mg 3saat	126,16	±18
Al15Si2,5Cu0,5Mg 4saat	129,48	±14
Al15Si2,5Cu0,5Mg 8saat	132,88	±38



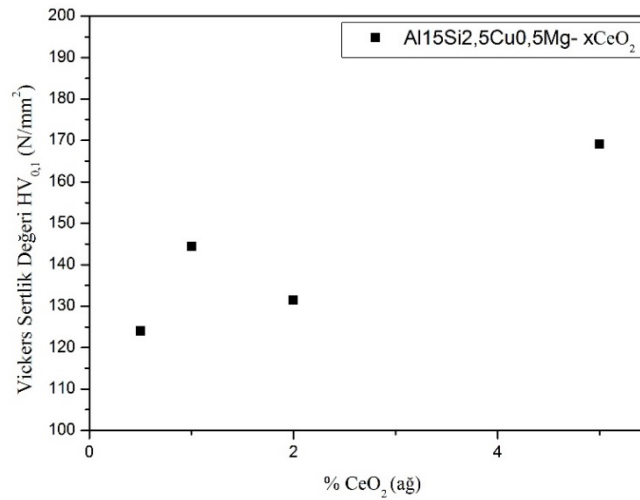
Şekil 5.63 : Çeşitli sürelerde MA’lanmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg matris alaşımlarının sertlik değişimi.

Çizelge 5.14’de çeşitli miktarlarda pekiştirici katılmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg/x (CeO₂, Y₂O₃, La₂O₃) kompozit malzemelerin sertlik değerleri görülmektedir. Çizelge 5.14’den ve Şekil 5.64, 5.65 ve 5.66’den pekiştirici fazlar olan CeO₂, Y₂O₃, La₂O₃ arttıkça kompozit malzemenin sertliğinin önemli oranda arttığı görülmüştür. 4 saat MA’lanmış ve pekiştirici faz içermeyen kompozit malzeme sertliği 129,48 HV civarında iken ağı. %5 CeO₂ içeren sinterlenmiş kompozit malzemenin sertliği 169,12 HV, ağı. % 5 Y₂O₃ içeren numunenin sertliği 163,48 HV ve son olarak

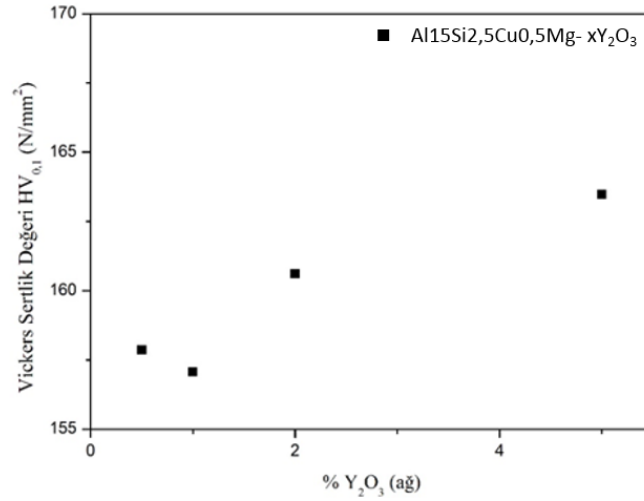
ağ. %5 La_2O_3 içeren numunenin sertliği ise 172,24 HV olarak ölçülmüştür. Buradan hareketle, deneysel çalışmalar sonucunda pekiştirici faz içeren sinterlenmiş kompozit malzemelerin sertliğinin, MA'lanmamış ve sinterlenmiş matriks alaşımından yaklaşık 2,5 kat ve pekiştirici faz içermeyen 4 saat mekanik alaşımlanıp sinterlenmiş matriks alaşımından ise yaklaşık 0,35 kat daha fazla olduğu görülmüştür. Şekil 5.62, 5.63 ve 5.64'de söz konusu malzemelerde takviye oranının değişiminin sertliğe etkisi görülmektedir.

Çizelge 5.14 : 4 saat MA'lanmış, çeşitli miktarlarda pekiştirici katılmış ($x= 0,5, 1, 2, 5$ ağ.%) ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/x$ ($\text{CeO}_2, \text{Y}_2\text{O}_3, \text{La}_2\text{O}_3$) kompozit malzemelerin sertlik değerleri.

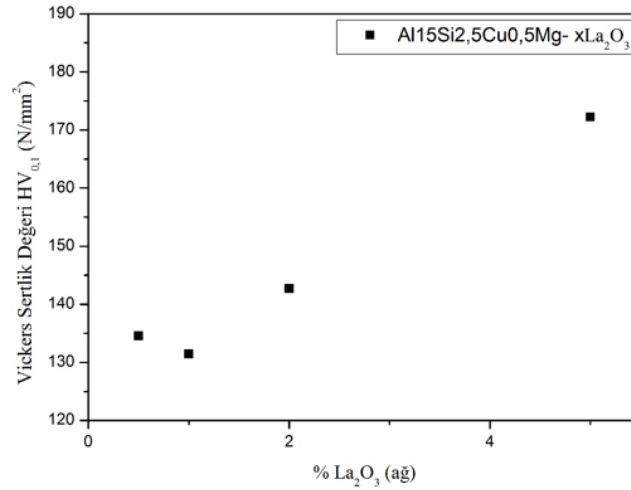
Malzeme	Sertlik Değeri $\text{HV}_{0,1} (\text{N/mm}^2)$	Standart Sapma
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-0,5\text{CeO}_2$	124,005	± 21
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-1\text{CeO}_2$	144,47	± 28
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-2\text{CeO}_2$	131,48	± 20
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-5\text{CeO}_2$	169,119	± 38
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-0,5\text{Y}_2\text{O}_3$	157,86	± 24
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-1\text{Y}_2\text{O}_3$	157,07	± 21
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-2\text{Y}_2\text{O}_3$	160,62	± 27
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-5\text{Y}_2\text{O}_3$	163,48	± 34
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-0,5\text{La}_2\text{O}_3$	134,60	± 25
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-1\text{La}_2\text{O}_3$	131,48	± 28
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-2\text{La}_2\text{O}_3$	142,73	± 22
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-5\text{La}_2\text{O}_3$	172,24	± 32



Şekil 5.64 : 4 saat MA'lanmış ve çeşitli miktarlarda pekiştirici katılmış ($x= 0,5, 1, 2, 5$ ağ.%) ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/x\text{CeO}_2$ kompozit malzemelerin sertlik değerleri.



Şekil 5.65 : 4 saat MA'lanmış ve çeşitli miktarlarda pekiştirici katılmış ($x= 0,5, 1, 2, 5$ ağ.%) ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/x\text{Y}_2\text{O}_3$ kompozit malzemelerin sertlik değerleri.



Şekil 5.66 : 4 saat MA'lanmış ve çeşitli miktarlarda pekiştirici katılmış ($x= 0,5, 1, 2, 5$ ağ.%) ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/x\text{La}_2\text{O}_3$ kompozit malzemelerin sertlik değerleri.

Çizelge 5.15 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ matris alaşımlarının aşınma değerleri.

Malzeme	Kayıp hacim miktarı/mm ³ (3N yük uygulanmış)
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ 0 saat	0.3353469
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ 4 saat	0.2160587
$\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ 8 saat	0.1583971

Çizelge 5.15' de farklı sürelerde MA'lanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ matris alaşımlarına ait aşınma testi sonucunda kaybolan hacim miktarları verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde artan MA süresine bağlı olarak aşınma miktarının azaldığı

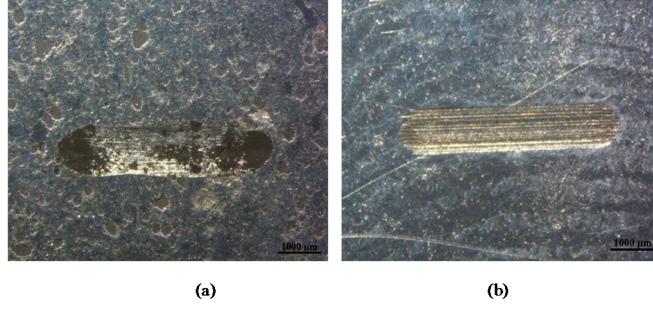
görülmektedir. Diğer bir deyişle, artan MA süresi ile sinterlenmiş matris alaşımlarının aşınma direncinin arttığı rahatlıkla söylenebilir.

Çizelge 5.16: Çeşitli miktarlarda pekiştirici katılmış ($x = 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) ve sinterlenmiş $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/x$ (CaO_2, Y_2O_3, La_2O_3) kompozit malzemelerinin aşınma değerleri.

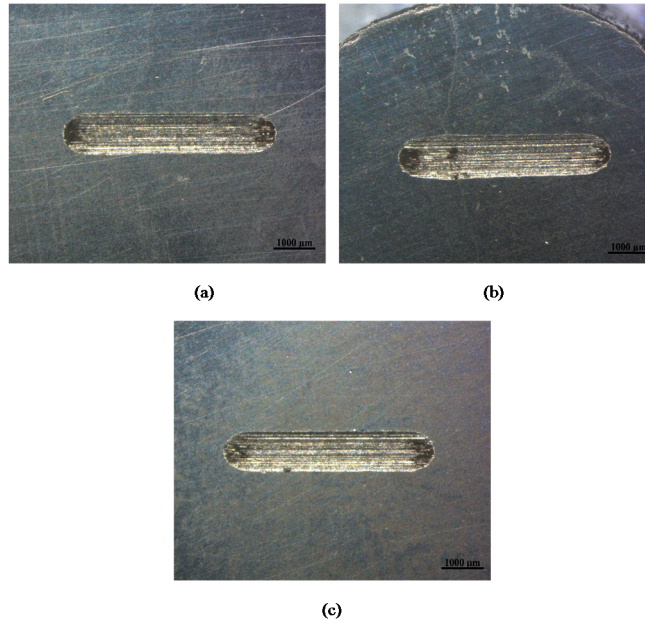
Malzeme	Kayıp hacim miktarı/ mm^3 (3N yük uygulanmış)
$Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-0,5CaO_2$	0.1494404
$Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-5CaO_2$	0.1206905
$Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-0,5Y_2O_3$	0.1803995
$Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-5Y_2O_3$	0.1253554
$Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-0,5La_2O_3$	0.2295912
$Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-5La_2O_3$	0.1154270

Çizelge 5.16’da farklı miktarlarda pekiştirici faz içeren ($x = 0,5, 1, 2, 5$ ağırlık %) $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg/x$ (CaO_2, Y_2O_3, La_2O_3) kompozit malzemelerine ait aşınma testi sonucunda kaybolan hacim miktarları verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde artan pekiştirici miktarlarına bağlı olarak aşınma miktarının azaldığı görülmektedir. Artan pekiştirici miktarları ile sinterlenmiş numunelerin aşınma direncinin arttığı söylenebilir.

Şekil 5.67’de MA’lanmamış (a) ve 4 saat MA’lanmış (b) $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ matris alaşımlarının aşınma yüzeylerine ait stereo mikroskop görüntüleri görülmektedir. MA’lanmamış numunenin yüzeyine ait aşınma izi genişliği yer yer farklılıklar göstermektedir. Bunun sebebi, numunenin homojen mikroyapıda olmamasıdır. 4 saat MA’lanmış numuneye ait aşınma izinin genişliği ise her yerde eşit uzunlukta görülmektedir. Mekanik alaşımlanmış numune daha homojen bir yapıya sahip olduğu için, aşınma izi genişliği de homojen gözükmemektedir. Ayrıca MA’lanmamış malzemeye ait aşınma izinin, 4 saat MA’lanmış malzemeye ait aşınma izinden geniş olması sonucunda, mekanik alaşımlama ile numunenin aşınma direncinin arttığı yorumunda bulunulabilir. Bu da alınan sertlik değerleri ile birbirini tamamlayan bir görüntüdür.



Şekil 5.67 : Sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ matris malzemelerine ait aşınma yüzeylerine ait stereo mikroskop görüntüleri (a) 0saat MA, (b) 4saat MA.

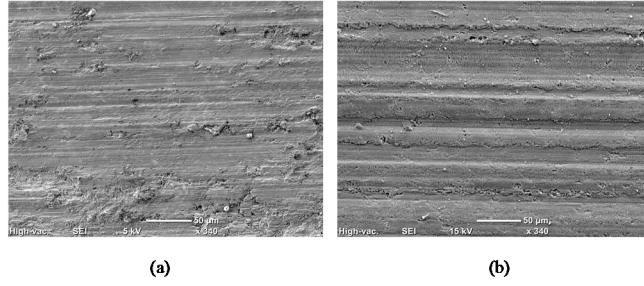


Şekil 5.68 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş (a) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{CeO}_2$, (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{Y}_2\text{O}_3$ ve (c) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{La}_2\text{O}_3$ kompozit malzemelerin aşınma yüzeylerine ait stereo mikroskop görüntüleri.

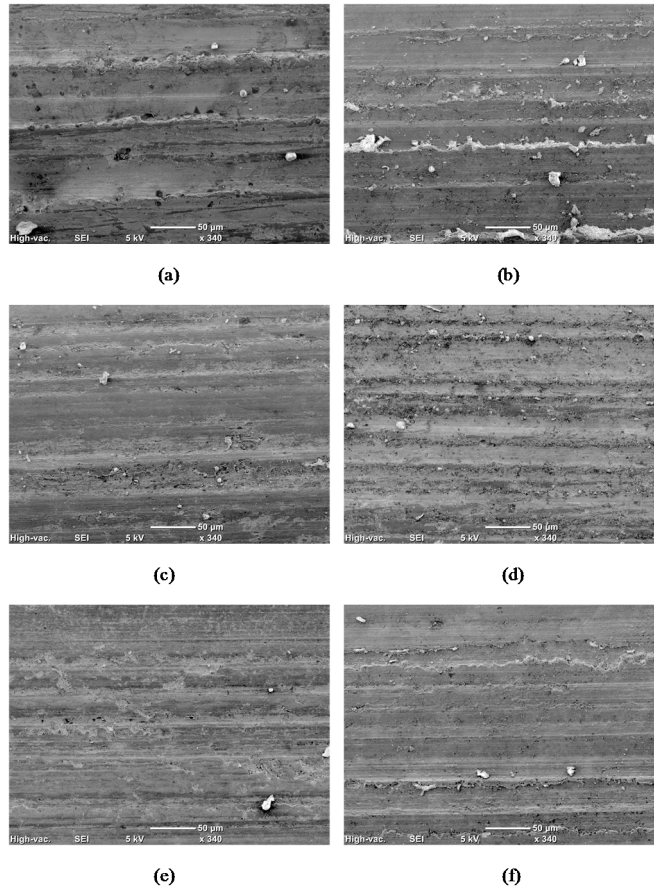
Şekil 5.68'de ise sırası ile 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-5\text{CeO}_2$, $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-5\text{Y}_2\text{O}_3$ ve $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}-5\text{La}_2\text{O}_3$ kompozit malzemelere ait aşınma izleri görülmektedir. Bu aşınma izlerinin de genişlikleri göz önünde bulundurulduğunda, her noktada homojen bir bir uzunluktan söz etmek mümkündür. 4 saat mekanik alaşımlanmış $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ matris alaşımına ait aşınma izi ile karşılaştırıldığında, takviyeli sinter ürünlerin aşınma izi genişliği azalmış olup, bu görüntüler gene ölçülen sertlik değerleri ile paralellik göstermektedir.

Şekil 5.69'da MA'lanmamış (a) ve 4 saat MA'lanmış (b) $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ matris malzemelerinin aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri görülmektedir. Mekanik

alaşımlanmamış tozun aşınma yüzeyinde yer yer derin çukurlar görülmektedir. Bu çukurların, gözeneklerin veya birincil Si bölgelerinde meydana gelen kopmaların sebep olduğu çukurlar olma ihtimali yüksektir. 4 saat MA'lanmış takviyesiz matriks malzemesinin aşınma yüzeyi ise daha homojen bir görünümündedir. Aşınma mekanizması ise abrazif aşınmadır. Aşınma testlerinde kullanılan alümina topa ait bir kalıntı veya sıvanma aşınma yüzeylerinde görülmemiştir.



Şekil 5.69 : Sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg matriks malzemesine ait aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri (a) 0 saat MA, (b) 4 saat MA.



Şekil 5.70 : Sinterlenmiş (a) Al15Si,5Cu0,5Mg/5CeO₂, (b) Al15Si₂,5Cu₀,5Mg/5Y₂O₃ ve (c) Al15Si₂,5Cu₀,5Mg/5La₂O₃ kompozit malzemelerinin aşınma yüzeylerine ait stereo mikroskop görüntüleri.

Şekil 5.70’de sırasıyla, 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{CeO}_2$, $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{Y}_2\text{O}_3$, $\text{Al}_{15}\text{Si}_2,5\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}/5\text{La}_2\text{O}_3$ sinter numunelere ait aşınma izlerinin SEM görüntüleri görülmektedir. Bu aşınma izleri de aşınma mekanizmasının abrazif aşınma olduğunu göstermektedir. Takviyesiz ve 4 saat mekanik alaşımlanmış numuneler ile kıyaslandığında, aşınma izleri benzer görünümündedir.

6. GENEL DEĞERLENDİRME

1. Mekanik alaşımlama ve yüksek enerjili öğütme işlemleri ile elementel ticari, Al, Si, Cu, Mg, CeO₂, Y₂O₃ ve La₂O₃ tozları kullanılarak hazırlanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg esaslı ve CeO₂, Y₂O₃ ve La₂O₃ katkılı MMK malzemeler toz metalürjisi yöntemiyle üretilmiştir.
2. Kompozit tozlarının numunelerin mekanik alaşımlama sonrası X-ışınları difraksiyon paternleri incelendiğinde artan mekanik alaşımlama süresi veya artan takviye miktarı ile birlikte, numunelerin kristal tane boyutları azalmış ve yapıya kazandırılan iç gerilmelerin ve deformasyonun etkisiyle tüm difraksiyon paternlerindeki pikler genişlemiş ve pik yükseklikleri azalmıştır. MA işlemleri sonucunda yapıda herhangi bir reaksiyon meydana gelmediği ve yeni faz oluşmadığı XRD analizleri ile belirlenmiştir.
3. Tozlara ait taramalı elektron mikroskobu görüntüleri, mekanik alaşımlamanın toz parçacıklarının şekillerini ve boyutlarını değiştirdiği göstermiştir. 4 saat mekanik alaşımlanmış takviyeli ve takviyesiz tozlar, partikül boyut ölçümlerindeki ortalama değerlerdeki gibi ağırlık olarak 300-400 nm mertebesinde görülmüşler ve bir miktar da 1-2 µm boyutunda tozların da yapıda bulunduğu görülmüştür. Tozlar, kısa öğütme sürelerinde yassı bir yapıya sahipken öğütme süresi arttıkça eş eksenli ve daha homojen görünümlü bir yapıya sahip olmuştur.
4. Partikül boyut dağılım grafikleri mekanik alaşımlama süresinin artmasının, ortalama partikül boyutunda önemli bir düşüş meydana getirdiğini göstermiştir. Tozlar yaklaşık 3 saatlik MA süresi sonunda ağırlıklı olarak mikronaltı boyutlara indirgenmişlerdir. Maksimum zeta potansiyel değerleri titrasyon ile belirlenip hazırlanan koloidal çözeltiler içerisinde elde edilen partikül boyut dağılım grafikleri, toz SEM görüntüleri ile birbirini tamamlamıştır.

5. Tozlara yapılan Enerji Dağılım Spektroskopisi analizleri sonucunda, toz kompozisyonlarındaki sapmaların kabul edilebilir sınırlarda olduğu görülmüştür. Ek olarak, MA süresi veya takviye oranının artması ile, sistemdeki demir oranının artmış olduğu EDS verilerinde gözlemlenmiştir.
6. Öğütme kabı-bilya ve bilya-bilya arasındaki çarpışmalar ve/veya sürtünmeler, takviyesiz tozlardaki demir kirliliğine sebep olmuştur. Takviye içeren tozlarda ise bu etkenlere ek olarak oksit formdaki takviye tozların bilya ve/veya öğütme kabı ile etkileşimleri demir kirliliğinin bir miktar daha artmasına yol açmıştır.
7. DTA analizlerinde, mekanik alaşımlanmamış tozlarda meydana gelen endotermik pikin saf alüminyuma ait olduğu görülmüştür. Fakat henüz 1 saat yüksek enerjili olarak öğütülmüş tozlarda bile endotermik pikin Al-Si ötektik sıcaklığına ötelenişi, mekanik alaşımlamanın 1 saatlik MA sonrasında bile gerçekleştiğini göstermiştir. Ayrıca, Al_2Cu fazına ait endotermik pik de yaklaşık $520^{\circ}C$ ' de görülmüştür. Bu da, $570^{\circ}C$ ' de gerçekleştirilen sinterleme prosesinin sıvı faz sinterleme şeklinde olduğunu göstermiştir. Son olarak, takviye içeren tozlara ait DTA grafiklerine bakıldığında, matriks alaşımı ile aralarında bir reaksiyon olduğunu gösteren herhangi bir pike rastlanmamış ve Al-Si ötektik sıcaklığındaki pikte de önemli bir ötelenme meydana gelmediği görülmüştür.
8. Sinterlenmiş numunelere ait gerçek yoğunluk değerleri büyük oranda % 90-99 arasında seyretmiştir. 8 saat mekanik alaşımlanmış $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ numunesinde bu değer %90' ın altına düştüğü görülmüştür. Bunun sebebinin, 8 saatlik MA sonunda tozlarda meydana gelen aşırı soğuk kaynaklanma olduğu düşünülmektedir.
9. Sinterlenmiş numunelere ait X-Işınları Difraksiyonu paternleri, DTA grafiklerinde $520^{\circ}C$ ' de görülen endotermik pikin, Al_2Cu fazına ait olduğunu göstermiştir. Bunun dışında ise, sinterleme sonucu takviye malzemeler ve alaşım arasında yeni bir faz oluştuğuna dair bir pike rastlanmamıştır.
10. Optik mikroskop görüntülerinde ise mekanik alaşımlama süresinin artması ile birlikte yapıdaki ikincil fazların, matriks içinde dağılımının daha homojen hale geldiği görülmektedir. Sadece 8 saat mekanik alaşımlanmış $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ numunesine ait mikroyapının homojenliğinin iyi olmadığı

söylenbilir. Kompozit numunelerde ise, alaşım siteminde pekiştirici eleman takviyesinin artması ile az miktarda ve boyutlarda gözenek oluşumları görülmüştür. Bu gözeneklerin ortaya çıkışı da, piknometre değerlerindeki düşüşün sebebini açıklamaktadır.

11. Sinterlenmiş numunelere ait mikrosertlik değerleri, MA süresinin artması ile artış göstermiştir. 1 saat mekanik alaşımlanmış $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ numunesinde, mekanik alaşımlanmamış numuneye göre keskin bir artış görülmüştür. Daha sonra bu artış daha yavaş bir şekilde devam etmiş ve 8 saatlik mekanik alaşımlama sonucunda, mekanik alaşımlanmamış numuneye göre yaklaşık 1 kat daha fazla bir mikrosertlik değerine ulaşmıştır. Kompozit numunelerde ise, takviye miktarının artması ile sertlik artmaya devam etmiştir. Kompozit numunelerin mikrosertlik değerlerinde, takviyesiz numunelerinden yaklaşık %30 daha fazla yüksek değerlere ulaşılmıştır.
12. Aşınma testleri sonuçları da mikrosertlik değerlerini doğrulamıştır. $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ numunelere ait aşınma miktarları, MA süresinin artması ile ciddi bir şekilde azalma göstermiştir. Kompozit malzemelere ait aşınma testleri de, takviye oranının artmasının, malzemenin aşınma direncine olumlu etki yarattığını göstermiştir. Aynı sürede mekanik alaşımlanmış (4 saat) kütlece %5 pekiştiricili ve takviyesiz numuneler arasında aynı şartlar altında gerçekleştirilen aşınma testleri sonucunda, aşınmaya bağlı kayıp miktarının %5 pekiştirici içeren kompozitlerde yarı yarıya azaldığı görülmüştür.
13. Sinterlenmiş numunelere ait taramalı elektron mikroskobu görüntülerinde, mekanik alaşımlama yapılmamış numune yüzeyinde derin ve geniş çatlak/porozitelere rastlanmıştır. Mekanik alaşımlamanın mikroyapıdaki homjenliğe ve gözeneklere etkisi $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ numunelerde görülmüştür. Ancak 8 saat mekanik alaşımlanmış $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ numunesinin yüzeyinde gene homojen olmayan bir yapının yanısıra yer yer büyük porozitelere raslanmıştır. 8 saat MA sonucunda tozlarda meydana gelen kaynaklanma, son üründe de kendini göstermiştir. Kompozit numunelerin taramalı elektron mikroskobu görüntülerinde ise mikroyapıda takviyesiz alaşıma göre önemli değişimler görülmemiştir.

14. Enerji Dağılım Spektroskopisi analizleri ile matriks içerisindeki pekiştiricilerin bulunduğu noktalardan EDS analizleri gerçekleştirilmiş ve yapıdaki pekiştirici tozların mikronaltı boyutlarda ve dağınık halde olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, Al_2Cu olduğu düşünülen bakırca zengin bölgelere yapıya homojen dağılmış halde rastlanmıştır. Ek olarak, mekanik alaşımlanmamış ve 4 saat mekanik alaşımlanmış numunelere yapılan haritalama analizleri sonucunda, silisyumun ve alüminyumun yüksek enerjili öğütme ortamının etkisi ile yapıda homojen bir hale geldiği görülmüştür. Haritalama analizleri ayrıca, pekiştiricilerin matriks içerisinde homojen olarak dağıldığını göstermiştir.

KAYNAKLAR

- [1] **Ashby, M. F. David R. H.** (1998). Engineering Materials 2: An Introduction to Microstructures, Processing and Design, **2**, İngiltere: Biddles Ltd.
- [2] **Abouelmagd, G.** (2004). Hot deformation and wear resistance of P-M aluminium, *Journal of Materials Processing Technology*, **155-156**, 1395-1401.
- [3] **Zhang, T. Evans, J. R. G. Bevis, M. J.** (1996). Control of orientation in short fibre-reinforced metal matrix composites, *The International Journal of Powder Metallurgy*, **32 (4)**, 331–339.
- [4] **Tjong, S. C. Ma, Z. Y.** (2000). Microstructural and mechanical characteristics of in situ metal matrix composites, *Materials Science and Engineering*, **29**, 49-113.
- [5] **Miracle, D. B. Donaldson S. L.** (2001). Introduction to composites. In: ASM handbook. In: Miracle DB, Donaldson SL, editors. Composites, Materials Park: ASM International; **21**, 3–17.
- [6] **Miracle, D.B.** (2005). Metal matrix composites-From science to technological significance, *Composite Science and Technology*, **64**, 2526-2540.
- [7] **Suresh, S. Montensen, A. Needleman, A.** (1993). Fundamentals of Metal Matrix Composites, Butterworth/Heinemann, London.
- [8] **Rack, H.J. Kumar, P. Vedula, K. Ritter, A.** (1988). Processing and Properties of Powder Metallurgy Composites, The Metallurgical Society, Warrendale, PA, 155.
- [9] **Torralba, J. M. Da Costa, C. E. Velasco, F.** (2003). P/M aluminium matrix composites: an overview, *Journal of Materials Processing Technology*, **133**, 203–206.
- [10] **Shih, H. C. Ho, N. J. Huang, J. C.** (1996). Kinetic Study of Precipitation Behaviour in Al- Cu- Mg and 2024 Aluminum Alloys, *Metallurgical and Materials and Transactions: A*, **27**, 2479–2494.
- [11] **Sukumaran K. Ravikumar K. K. Pillai, S. G. K. Rajan, T. P. D. Ravi, M. Pillai, R. M. Pa, B. C.** (2008). Studies on squeeze casting of Al 2124 alloy and 2124- 10% SiC_p metal matrix composite, *Materials Science and Engineering: A*, **490**, 235-241.
- [12] **Onat, A.** (2010). Mechanical and dry sliding wear properties of silicon carbide particulate reinforced aluminium–copper alloy matrix composites produced by direct squeeze casting method, *Journal of Alloys and Compounds*, **489**, 119-124.

- [13] **Tochigi, I. Kyosuke Ai, T.I.** (1995). High temperature mechanical properties of a β -Si₃N₄ whisker reinforced aluminium alloy composite produced by squeeze casting, *Scripta Metallurgica et Materialia*, **32**, 1801-1806.
- [14] **Suresha, S. Shenbaga, N. Moorthi, V.** (2013). Process development in stir casting and investigation on microstructures and wear behavior of TiB₂ on Al6061 MMC, *Procedia Engineering*, **64**, 1183-1190.
- [15] **Suryanarayana, C. Aqeeli, N.** (2013). Mechanically alloyed nanocomposites, *Progress in Materials Science*, **58**, 383-502.
- [16] **German, R.M.** (1994). Powder Metallurgy Science, Princeton, New Jersey, USA.
- [17] **Cullity, B. D. Graham C. D.** (2008). Introduction to Magnetic Materials (2), Hoboken, NJ, Wiley-IEEE, 485–90.
- [18] **Last, H. R. Garret, R. K.** (1996). Mechanical behavior and properties of mechanically alloyed aluminum alloys, *Metallurgical and Materials and Transactions*, **27**, 737–745.
- [19] **Van Meter M. L. Kampe S. L. Lawley A.** (1992). Dispersion Strengthened P/M Al-Mg Alloys in Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, Campus J. M and German R. M (eds), Metal Powder Industries Federation, Princeton, 285–301.
- [20] **McCormick P. G. Froes F. H.** (1998). The fundamentals of mechanochemical processing, *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, **50(11)**, 61–65.
- [21] **Suryanarayana, C., Ivanov, E. and Boldyrev, V.V.,** (2001). The Science and Technology of Mechanical Alloying, *Materials Science and Engineering A*, **304-306**: 151-158.
- [22] **Lavernia E.J. Han, B.Q. Schoenung, J.M.** (2008). Cryomilled nanostructured materials: Processing and properties, *Materials Science and Engineering A*, **493**, 207-214.
- [23] **Mehrotra, P. K.** (2014). Powder Processing and Green Shaping Kennametal Inc., Latrobe, PA, USA, Elsevier Ltd.
- [24] **Beddoes, J. Bibby, M. J.** (2003). Principles of Metal Manufacturing Processes, Jordan Hill, Oxford, MA, 173-188.
- [25] **Mazumdar, S. K.** (2002). Composites Manufacturing: Materials, Product and Process Engineering, USA, CRC Press LLC, 1-21.
- [26] **Clyne, T. W.** (2000). Composite Materials, 3, An Introductory Overview of MMC Systems, Types and Developments, University of Cambridge, UK.
- [27] **Loos, M.** (2014). Carbon Nanotube Reinforced Composites, Oxford, UK, Elsevier Ltd., 37-72.
- [28] **Biron, M.** Thermosets and Composites, Oxford, UK, Elsevier Ltd., 300.
- [29] **Materials Processing and Manufacturing Science Handbook:** Powder Metallurgy, 1984, 7, ASM, 394-397.

- [30] **Chawla, N. Chawla , K. K.** (2006). Metal Matrix Composites, Springer, New York, USA.
- [31] **Chen, I. W.** (2000). Low temperature processing and kinetics of ceramics and ceramic matrix composites with large interfacial areas, Department of Energy, Basic Energy Sciences, Final Technical Report, Philadelphia, USA.
- [32] **Askeland, D.R.** (1998). The Science and Engineering of Materials, Nelson Thornes Ltd., United Kingdom.
- [33] **Callister, W. D-Jr.** (2000). Materials Science and Engineering: An Introduction, Wiley, New York.
- [34] **Demirkesen, E.** (2003). Kompozit Malzemeler Ders Notları, İstanbul Teknik Üniversitesi.
- [35] **El-Eskandarany, M. S.** (2001). Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials, Noyes Publications, New York.
- [36] **Ersoy, H.Y.** (2001). Kompozit Malzeme, Literatür Yayınları, İstanbul.
- [37] **Fayed, M.E. and Otten L.** (1997). Handbook of Powder Science and Technology, Chapman & Hall, New York.
- [38] **Kevorkijan, V.** (2002). Development of Al MMC composites for automotive industry, *Metallurgija-Journal of Metallurgy*.
- [39] **Kainer, K.U.** (2006). Metal Matrix Composites-custom Made Materials for Automotive and Aerospace Engineering, Wiley VCH-Verlag GmbH, Weinheim.
- [40] **Majidi, P.** (1993). Structure and Properties of Composites, (ed.) Chou T. W., VCH, Weinheim.
- [41] **Dutta, J. D. Seigenhaler, D. M.** (1993). *Acta Metall. Mater.*, **41**, 885-908.
- [42] **Clyne, T.W.** (2001). Metal Matrix Composites: Matrices and Processing Encyclopedia of Materials: Science and Technology (ed.) Mortensen A., Elsevier.
- [43] **Ozben, T. Kilickap, E. Çakır, O.** (2008). Investigation of mechanical and machinability properties of SiC particle reinforced Al-MMC, *Journal of Materials Processing Technology*, **198**, 220-225.
- [44] **Bansala, P. Upadhyay, L.** (2013). Experimental Investigations To Study Tool Wear During Turning Of Alumina Reinforced Aluminium Composite, *Procedia Engineering*, **51**, 818-827.
- [45] **Liu J. Zheng, Z. Wang, J. Wu, Y. Tang, W. Lü, J.** (2008). Pressureless infiltration of liquid aluminum alloy into SiC preforms to form near-net-shape SiC/Al composites, *Journal of Alloys and Compounds*, **465**, 239-243.
- [46] **Konopka, K. Szafran, M.** (2006). Fabrication of Al₂O₃-Al composites by infiltration method and their characteristic, *Journal of Materials Processing Technology*, **175**, 266-270.
- [47] **Zhang, J. Lee J-M. Cho, Y-H. Kim, S-H. Yu, H.** (2013). Fabrication of aluminum matrix composites by quick spontaneous infiltration process

through combustion reaction of Al–Ti–B₄C–CuO powder mixtures in molten aluminum, *Scripta Materialia*, **69**, 45-48.

- [48] **Chen, Z. Teng, J. Chen, G. Fu, D. Yan, H.** (2007). Effect of the silicon content and thermomechanical treatment on the dry sliding wear behavior of spray-deposited Al–Si/SiC_p composites, *Wear*, **262**, 362-368.
- [49] **Wei, L. Zhenhua, C. Ding, C. Cang, F. Canrang, W.** (2010). Thermal fatigue behavior of Al–Si/SiC_p composite synthesized by spray deposition; *Journal of Alloys and Compounds*, **504**, S522-S526.
- [50] **Shabani, M. O. Mazahery, A.** (2013). Fabrication of AMCs by spray forming: Setting of cognition and social parameters to accelerate the convergence in optimization of spray forming process, *Ceramics International*, **39**, 5271-5279.
- [51] **Hou, L.G. Cui, C. Zhang, J.S.** (2010). Optimizing microstructures of hypereutectic Al–Si alloys with high Fe content via spray forming technique, *Materials Science and Engineering: A*, **527**, 6400-6412.
- [52] **Rehman, A. Das, S., Dixit G.** (2012). Analysis of stir die cast Al–SiC composite brake drums based on coefficient of friction, *Tribology International*, **51**, 36-41.
- [53] **Bocking C. Jacobson D. M. Rennie A. E. W. Bennett G.** (2002). The fabrication of electronic packages from high silicon aluminium alloys using Thin Shell Electroformed (TSE) EDM electrodes : Electrodeposition in Electronics, *Transactions of the Institute of Metal Finishing*, **80**, 92-96.
- [54] **Lin, J.C. Jehng, W.D. Lee, S.L.** (2003). Electroplating of copper onto a preanodized 7005Al/Al₂O_{3(p)} metal matrix composite, *Journal of Applied Electrochemistry*, **33**, 597-60.
- [55] **Srivatsan, T.S. Sudarshan T.S. Lavernia, E.J.** (1995). Processing of discontinuously-reinforced metal matrix composites by rapid solidification, *Progress in Materials Science*, **39**, 317-409.
- [56] **Yamaguchi, M. Bernhardt, J. Faerstein, K. Shtansky, D. Bando, Y. Golovin, I. S. Sinning, H. -R.** (2013). Fabrication and characteristics of melt-spun Al ribbons reinforced with nano/micro-BN phases, *Acta Materialia*, **61**, 7604-7615.
- [57] **Guo, T. M. L. Tsao, C. Y. A. Huang, J. C. Jang, J. S. C.** (2005). Crystallization behavior of spray-formed and melt-spun Al₈₉La₆Ni₅ hybrid composites with amorphous and nanostructured phases, *Materials Science and Engineering: A*, **404**, 49-56.
- [58] **Nemati, N. Khosroshahi, R. Emamy, M. Zolriasatein, A.** (2011). Investigation of microstructure, hardness and wear properties of Al–4.5 wt. % Cu–TiC nanocomposites produced by mechanical milling, *Materials & Design*, **32**, 3718-3729.
- [59] **Pérez-Bustamante, R. Gómez-Esparza, C. D. Estrada-Guel, I. Miki-Yoshida M. Licea-Jiménez, L. Pérez-García, S.A. Martínez-Sánchez, R.** (2009). Microstructural and mechanical characterization

of Al–MWCNT composites produced by mechanical milling, *Materials Science and Engineering: A*, **502**, 159-163.

- [60] **Arik, H. Ozcatalbas, Y. Turker, M.** (2006). Dry sliding wear behavior of in situ Al–Al₄C₃ metal matrix composite produced by mechanical alloying technique, *Materials & Design*, **27**, 799-804.
- [61] **Khakbiz, M. Akhlaghi, F.** (2009). Synthesis and structural characterization of Al–B₄C nano-composite powders by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, **479**, 334-341.
- [62] **Lu, L. Lai, M. O. Ng, C. W.** (1998). Enhanced mechanical properties of an Al based metal matrix composite prepared using mechanical alloying, *Materials Science and Engineering: A*, **252**, 203-211.
- [63] **Wieczorek-Ciurowa, K.** (2013). Mechanochemical synthesis of metallic–ceramic composite powders, High-Energy Ball Milling–Mechanochemical Processing of Nanopowders, Cracow University and Technology, Poland, 193-223.
- [64] **Hosseini, S. N. Karimzadeh, F. Menayati M. H.** (2012). Mechanochemical synthesis of Al₂O₃/Co nanocomposite by aluminothermic reaction, *Advanced Powder Technology*, **23**, 334-337.
- [65] **Yih, P. Chung, D. D. L.** (1996). Powder Metallurgy Fabrication of Metal Matrix Composites using Coated Fillers, *Metal Powder Report*, **51**, 335-341.
- [66] **Tjong, S.C. Lau, K. C.** (1999). Properties and abrasive wear of TiB₂/Al-4%Cu composites produced by hot isostatic pressing, *Composites Science and Technology*, **59**, 2005-2013.
- [67] **Tavighi, K. Emamy, M. Emami, A. R.** (2013). Effects of extrusion temperature on the microstructure and tensile properties of Al–16 wt. % Al₄Sr metal matrix composite, *Materials & Design*, **46**, 598-604.
- [68] **Dasgupta, R. Das, S. Chaturvedi, S. Jha, A. K.** (2010). Effect of extrusion on properties of Al-based composite, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **20**, 2229-2233.
- [69] **Kaftelen, H. Öveçoğlu, M. L. Henein, H. Çimenoglu, H.** (2010). ZrC particle reinforced Al–4 wt. % Cu alloy composites fabricated by mechanical alloying and vacuum hot pressing, *Materials Science and Engineering: A*, **527**, 5930–5938.
- [70] **Zhang, X. -P. Ye, L. Mai, Y. -W. Quan, G. -F. Wei, W.** (1999). Investigation on diffusion bonding characteristics of SiC particulate reinforced aluminium metal matrix composites (Al/SiC_p-MMC), *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, **30**, 1415-1421.
- [71] **Rølland, T. Schmidt, R. Arnberg, L. Thorpe, W.** (1996). Macrosegregation in indirectly squeeze cast Al-0.9 wt. %Si, *Materials Science and Engineering: A*, **212**, 235-241.
- [72] **Barrirero, J. Engstler, M. Ghafoor, N. Jonge, N. de Odén, M. Mücklich, F.** (2014). Comparison of segregations formed in unmodified and Sr-modified Al–Si alloys studied by atom probe tomography and transmission electron microscopy, *Journal of Alloys and Compounds*, **611**, 410-421.

- [73] **Islam, Md. A. Farhat, Z. N.** (2011). Effect of porosity on dry sliding wear of Al–Si alloys, *Tribology International*, **44**, 498-504.
- [74] **Ammar, H. R. Samuel, A. M. Samuel, F. H.** (2008). Effects of surface porosity on the fatigue strength of AE425 and PM390 hypereutectic Al–Si casting alloys at medium and elevated temperatures, *Materials Science and Engineering: A*, **473**, 58-64.
- [75] **Tekmen, C. Ozdemir, I. Cocen, U. Onel, K.** (2003). The mechanical response of Al–Si–Mg/SiC_p composite: influence of porosity, *Materials Science and Engineering: A*, **360**, 365-371.
- [76] **Liao, H. Yu, S. Sun, G.** (2002). Correlation between mechanical properties and amount of dendritic α -Al phase in as-cast near-eutectic Al–11,6%Si alloys modified with strontium, *Materials Science and Engineering: A*, **355**, 62-66.
- [77] **Kennedy, A. R. Karantzalis, A. E. Wyatt, S. M.** (1999). The microstructure and mechanical properties of TiC and TiB₂-reinforced cast metal matrix composites, *Journal of Materials Science*, **34**, 933–940.
- [78] **Zhang, J. S. Kang, B. Yu, H. Cho, J. H. Min, G. Stetsenko, V. Y.** (2011). Effect of fine-grained raw material addition on microstructure refinement and tensile properties in horizontal continuous casting Al–12%Si alloy billets alloy, *Materials & Design*, **32**, 3566-3569.
- [79] **Chirita, G. Soares, D. Silva, F. S.** (2008). Advantages of the centrifugal casting technique for the production of structural components with Al–Si alloys, *Materials & Design*, **29**, 20-27.
- [80] **Roll, K. H.** (1984). Metals Handbook 9th Edition, Vol. 7, ASM Metals Park, Ohio, USA, 671-678.
- [81] **Lawley, A.** (1992). Monographs in P/M Series No : 1. Metal Powders Industries Federation, Princeton, NJ, USA, 1-11.
- [82] **Lenel, F. V.** (1972). Powder Metallurgy – Principles and Applications, Metal Powders Industries Federation, Princeton, NJ, USA.
- [83] **Coolidge, U. S.** Patent 963872, 1910.
- [84] **Lohman ve Voigtlander**, German patents 289,066, 1915; 292,583, 1916; 295,656, 1916.
- [85] **Liebman ve Laise**, U. S. Patents 1,343,976 ve 1,343,977, 1917.
- [86] **Schröter**, German Patent 420689, 1923.
- [87] **Krupp**, British Patents 278,955, 1928; 279,376, 1928.
- [88] **Schubert, T. Weisgarber, T. Kieback, B. Balzer, H.** (2005). Aluminium PM is a challenge that industry can overcome, *Metal Powder Report*, **60 (3)**, 32-37.
- [89] **Suryanarayana, C.** (1995). Bibliography on mechanical alloying and milling, International Science Publishing, Cambridge, England.
- [90] **Suryanarayana, C.** (1996). Metals and Materials. 2, 195-209.

- [91] **Lai, M.O., Lu, L.** (1998). Mechanical alloying, Kluwer Academic Publishers, Boston, MA, USA.
- [92] **Murty, B. S., Ranganathan, S.** (1998). Novel Materials Synthesis by Mechanical Alloying/Milling, *International Mater Rev.*, **43**, 101-141.
- [93] **McCormick, P. G.** (1995). Application of mechanical alloying to chemical refining, *Mater Trans Japan Inst Metals.*, **36**, 161- 169.
- [94] **Ruiz-Navas, E. M., Fogagnolo, J.B. Velasco, F. Ruiz-Prieto, J. M., Froyen, L.** (2006). One step production of aluminium matrix composite powders by mechanical alloying; *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, **37**, 2114-2120.
- [95] **Goff, A.** (2003). Modeling and synthesis of a piezoelectric ceramic-reinforced metal matrix composites, MS Thesis, Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, VA, A.B.D.
- [96] **Övecoglu, M. L.** (1987). Development of a dispersion-strengthened Al-Fe-Ce alloy by mechanical alloying and related theoretical modeling of dislocations in composite materials, Ph.D. Thesis, Stanford University, Stanford, Palo Alto, CA, A.B.D.
- [97] **Keçeli, Z.** (2007). Characterization investigations of powder and sintered Al-SiC and Al-B₄C composites developed via mechanical alloying, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [98] **Söyler, A. U.** (2008). Mekanik alaşımlama yöntemleri ile üretilmiş Al - Fe tabanlı SiC ve Y₂O₃ pekiştiricili kompozitlerin geliştirilmesi ve karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [99] **Liu, Y. B. Lim, S. C. Lu, L. and Lai, M. O.** (1994). Recent Development in the Fabrication of Metal Matrix Particulate Composites Using Powder Metallurgy Techniques, *Journal of Materials Science*, **29**, 1999-2007.
- [100] **Newkirk, J.W. and Kosher, R. A.** (2004). Designing with Powder Metallurgy Alloys, in *Handbook of Mechanical Alloy Design*, (ed) Totten, G. E., Xie, L. and Funatani, K. M., Dekker, New York.
- [101] **Upadhyaya, G.S.** (2000). Sintered Metallic and Ceramic Materials: Preparation, Properties, and Applications, Wiley, New York.
- [102] **Huo, S. H. Qian, M. Schaffer, G. B.** (2011). Aluminium Powder Metallurgy, RMIT University, Australia, Woodhead Publishing Limited, 655-663.
- [103] **Kang, S-J. L.** (2005). Sintering Densification, Grain Growth and Microstructure, Elsevier, Butterworth-Heinemann, Amsterdam.
- [104] **Olevsky, E. A.** (1998). Theory of Sintering, *Materials Science and Engineering*, **R23**, 41-100.
- [105] **Fang, Z. Z. Wang, H.** (2013). Sintering of ultrafine and nanosized ceramic and metallic particles, University of Utah, USA, Woodhead Publishing Limited, 1-43.

- [106] **Tabereaux, A. T. Peterson, R. D.** (2014). Aluminum Production, *Treatise on Process Metallurgy: Industrial Processes*, **3**, 839-917.
- [107] **Schweitzer, P. E.** (2003). Metallic Materials: Physical, Mechanical and Corrosion Properties, Pennsylvania, USA, Marcel Decker Inc., 571.
- [108] **Grard, C.** (1920). Aluminium and Its Alloys Their Properties, Thermal Treatment and Industrial Application, İngiltere.
- [109] **Totten, G. E. Mackenzie D. S.** (2003). Handbook of Aluminum Vol:1, NY, USA, Markel Dekker Inc.
- [110] **Vargel, C.** (2004). Corrosion of Aluminium, Oxford, UK, Elsevier Ltd.
- [111] **Surappa, M. K.** (2003). Aluminium matrix composites: challenges and opportunities, *Sadhana*, **28**, 319–334.
- [112] **Milligan, J. Vintila, R. Brochu, M.** (2009). Nanocrystalline eutectic Al-Si alloy produced by cryomilling, *Materials Science and Engineering A*, **508**, 43-49.
- [113] **Chandrashekharaiiah, T. M. Kori, S. A.** (2009). Effect of grain refinement and modification on the dry sliding wear behaviour of eutectic Al-Si alloys, Friction and wear of aluminium-silicon alloys, *Tribology International*, **42**, 59-65.
- [114] **Torabian, H. Pathak, J. P. Tiwari, S. N.** (1994). Wear characteristics of Al-Si alloys, *Wear*, **172**, 49–58.
- [115] **Riyadh, A. Rafezi, A. K. Yarub, A. D.** (2013). Effect of Roughness of Hypo- and Hyper-Eutectic Al-Si Piston Alloy on Wear Characteristics under Lubrication, *Procedia Engineering*, **53**, 616-623.
- [116] **Deya, S. K. Lukitschb, M. J. Balogh, M. P. Meng-Buranya, X. Alpas, A. T.** (2011). Ultra-mild wear mechanisms of Al–12.6 wt.% Si alloys at elevated temperature, *Wear*, **271**, 1842-1853.
- [117] **Clarke, J. Sarkar, A. D.** (1979). Wear characteristics of as-cast binary aluminium silicon alloys: Wear of aluminium-silicon alloys, *Wear*, **54**, 7-16.
- [118] **Choi, H. J. Shin J. H., Min, B. H. Bae, D. H.** (2010). Deformation behavior of Al–Si alloy based nanocomposites reinforced with carbon nanotubes, *Composites: Part A*, **41**, 327-329.
- [119] **Rajabi, M. Simchi, A. Vahidi, M. Davami, P.** (2008). Effect of particle size on the microstructure of rapidly solidified Al–20Si–5Fe–2X (X = Cu, Ni, Cr) powder, *Journal of Alloys and Compounds*, **466**, 11-118.
- [120] **Witkin, D. B., Lavernia E. J.** (2006). Synthesis and mechanical behavior of nanostructured materials via cryomilling, *Progress in Materials Science*, **51**, 1-60.
- [121] **Zeren, M. Karakulak, E. Gümüş, S.** (2011). Influence of Cu addition on microstructure and hardness of near-eutectic Al-Si-xCu-alloys, *Trans. Nonferrous Met. Soc.*, **21**, 1698-1702.
- [122] **Polmear, I.** (2006). Light Alloys: From Traditional Alloys to Nanocrystals, Software Sevices Pvt. Ltd., İngiltere.

- [123] **Wu, C. T. Lee, S. L. Hsieh, M. H. Lin, J. C.** (2010). Effects of Cu content on microstructure and mechanical properties of Al–14.5Si–0.5Mg alloy, *Materials Characterization*, **61**, 1074-1079.
- [124] **Choi, S. W. Kim, Y. M. Lee, K. M. Cho, H. S. Hong, S. K. Kim, Y. C. Kang, C. S. Kumai, S.** (2014). The effects of cooling rate and heat treatment on mechanical and thermal characteristics of Al–Si–Cu–Mg foundry alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, **617**, 654-659.
- [125] **Aguilara-Luna, I. Castro-Roman, M. J. Escobedo-Bocardo, J. C. Garcia-Pastor, F. A. Herrera-Trejo, M.** (2014). Effect of cooling rate and Mg content on the Al–Si eutectic for Al–Si–Cu–Mg alloys, *Materials Characterization*, **95**, 211-218.
- [126] **Salleh, M. S. Omar, M. Z. Syarif, J.** (2015). The effects of Mg addition on the microstructure and mechanical properties of thixoformed Al–5%Si–Cu alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, **621**, 121-130, Baskıda.
- [127] **Hong, L. Gang, Z. Chun-ming, L. Liang, Z.** (2006). Effects of magnesium content on phase constituents of Al–Mg–Si–Cu alloys, *Trans. Nonferrous Met. Soc.*, **16**, 376-381.
- [128] **Mondolfo, F.** (1976). Aluminum Alloys: Structure and Properties, Butterworths, Woburn, MA.
- [129] **Vasudevan, A. K. Doherty (ed.), R. D.** (1989). Preface to Aluminum Alloys: Contemporary Research and Applications, Treatise on Materials Science and Technology, **31**.
- [130] **Starke, Jr. E. A. Staley, J. T.** (1996). Application of modern aluminum alloys to aircraft , *Progress in Aerospace Sciences*, **32**, 131–172.
- [131] **Hatch, J. E.** (2005). Aluminum-Properties and Physical Metallurgy, American Society for Metals, Metals Park, OH.
- [132] **Jiang, K.** (2011). Fabrication and Catalytic Property of Cerium Oxide Nanomaterials, Yüksek Lisans Tezi, University of Nebraska, A.B.D.
- [133] **Tao, L. Sun, C- G. Fan, M. -L. Lui, Q.** (2007). Synthesis and characterization of lanthanum oxide nanotubes using dendritic surfactant, *Recent Progress in Mesosstructured Materials*, **165**, 339-341.
- [134] **Liu, I. Hon, M. H. Teoh, L. G.** (2014). The preparation, characterization and photocatalytic activity of radical-shaped CeO₂/ZnO microstructures, *Ceramics International*, **40**, 4019-4024.
- [135] **Roa, J. J. Gilioli, E. Bissoli, F. Pattini, F. Rampino, S. Capdevilla, X. G. Segarra, M.** (2009). Study of the mechanical properties of CeO₂ layers with the nanoindentation technique, *Thin Solid Films*, **518**, 227-232.
- [136] **Aguirre, M. V. Martin, A. Pastor, J. Y. LLorca, J. Monge, M. A. Pareja, R.** (2010). Mechanical properties of Y₂O₃-doped W–Ti alloys, *Journal of Nuclear Materials*, **404**, 203-209.
- [137] **Lei, P. Zhu, J. Zhu, Y. Jiang, C. Yin, X.** (2013). Evolution of composition, microstructure and optical properties of yttrium oxide thin films with substrate temperature, *Surface and Coatings Technology*, **229**, 226-230.

- [138] **Ahmadi, H. Nouri, M.** (2011). Effects of Yttrium Addition on Microstructure, Hardness and Resistance to Wear and Corrosive Wear of TiNi Alloy, *Journal of Materials Science and Technology*, **27(9)**, 851-855.
- [139] **Pardo, A. Merino, M. C. Arrabal, R. Felli, S. Viejo, F. Carboneras, M.** (2006). Enhanced corrosion resistance of A3xxx/SiC_p composites in chloride media by La surface treatments, *Electrochimica Acta*, **51**, 4367-4378.
- [140] **Zhang, G. Yang, Z. Li, B. He, W. Sun, J.** (2013). Effects of lanthanum oxide content on mechanical properties of mechanical alloying Mo–12Si–8.5B (at. %) alloys, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, **41**, 585-589.
- [141] **Zhang, G. Liu, G. Sun, Y. Jiang, F. Wang, L. Wang, R. Sun, J.** (2009). Microstructure and mechanical properties of lanthanum oxide-doped Mo–12Si–8.5B(at%) alloys, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, **27**, 173-176.

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad: Emre TEKOĞLU

Doğum Yeri ve Tarihi: KADIKÖY, 17.03.1988

E-Posta: tekoglue@itu.edu.tr

Lisans: 2012, Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

Yüksek Lisans: 2015, İstanbul Teknik Üniversitesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği

Mesleki Deneyim ve Ödüller:

- Referans numarası İSTKA/2012/BİL/28 olan "İ. T. Ü. Partikül Malzemeler ve Karakterizasyon Laboratuvar Olanakları ile İlişkili Endüstriyel Faaliyetler" başlıklı proje

Görev: Laboratuvar Sorumlusu

Süre: Ocak 2013- Aralık 2013

- İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya-Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

Görev: Araştırma Görevlisi

Süre: Aralık 2014- Halen

TEZDEN TÜRETİLEN YAYINLAR/SUNUMLAR

- Tekoğlu E., Gökçe H., Öveçoğlu, M.L., 2014:** Fabrication of Al15Si2.5Cu0.5Mg (wt%) alloys via mechanical alloying and pressureless sintering. III. International Ceramic, Glass, Porcelain, Enamel, Glaze ve Pigment Congress, October 15-17, 2014, Eskişehir Turkey.

