

AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ



**TİTANYUM DİBORÜRÜN BAĞLAYICI ALAŞIM İLE BASINÇSIZ
SİNERLENMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

Nazlı ÖZDEMİR

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDSİLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HAZİRAN 2022

ANTALYA

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ**



**TİTANYUM DİBORÜRÜN BAĞLAYICI ALAŞIM İLE BASINÇSIZ
SİNERLENMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

Nazlı ÖZDEMİR

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDSİLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HAZİRAN 2022

ANTALYA

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**TİTANYUM DİBORÜRÜN BAĞLAYICI ALAŞIM İLE BASINÇSIZ
SİNERLENMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

**Nazlı ÖZDEMİR
MAKİNE MÜHENDSİLİĞİ
ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Bu tez
Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından
FM-2020-5385 nolu proje ile desteklenmiştir.**

HAZİRAN 2022

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

TİTANYUM DİBORÜRÜN BAĞLAYICI ALAŞIM İLE BASINÇSIZ
SİNERLENMESİ VE KARAKTERİZASYONU

Nazlı ÖZDEMİR
MAKİNE MÜHENDSİLİĞİ
ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

Bu tez 10/06/2022 tarihinde jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU
Prof. Dr. Gürkan ALTAN
Prof. Dr. Mustafa Serdar KARAKAŞ

HAZİRAN 2022

ÖZET

TİTANYUM DİBORÜRÜN BAĞLAYICI ALAŞIM İLE BASINÇSIZ SİNERLENMESİ VE KARAKTERİZASYONU

Nazlı ÖZDEMİR

Yüksek Lisans Tezi, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU

Haziran 2022; 56 sayfa

Bu çalışmada TiB_2 takviyeli Ni ve Fe alaşım matrisli kompozitler nispeten düşük sıcaklıkta basınçsız sinterleme ile üretilmiştir. TiB_2 yüksek sertlik ve korozyon direncine sahip olan bir yüksek sıcaklık seramigidir. Bağ yapısı ve düşük difüzyon katsayısı nedeniyle TiB_2 'yi saf halde sinterlemek güçtür. Bu nedenle sinterlenmesi için 1800 °C ve üzerinde sıcaklıklar gerekmektedir. Sinterleme sıcaklığı, metal bağlayıcı eklenerek düşürülebilmektedir. Ni, Fe ve alaşımları TiB_2 'nin sıvı faz sinterlenmesi için faydalı katkılar olarak bilinmektedir.

Bu çalışmada ağırlıkça % 10, 17,5 ve 25 oranlarında TiB_2 içeren Ni, Fe ve alaşımı matrisli kompozitler argon atmosferinde basınçsız sinterleme ile 1375 °C'de üretilmiştir. %10 Ni matrisin, bu sıcaklıkta sürekli bir matris oluşturmak için yeterli olmadığı bulunmuştur. Üretilen kompozitlerde ham bağl yoğunluklar yaklaşık %65-70 ve sinterlenmiş bağl yoğunluklar % 88-90 olmuştur. En yüksek sertlik ve eğme dayanımı değerleri, %25 Ni matrisli kompozitte sırasıyla 1556±115 HV_{0.2} ve 279 MPa değerleri ile elde edilmiştir. PEG kullanımı veya ılık sıkıştırma uygulaması yoğunluğu veya mikrosertliği arttırmada etkili bulunmamıştır. TiB_2 parçacıklarının 6-10 mikrometre aralığında olduğu görülmüştür. Bazı deneylerde başlangıç tozlarına WC-Co ortamında bilyeli öğütme uygulanmıştır. Öğütülmüş tozlardan üretilmiş olan kompozitlerin mekanik özellikleri diğerleri ile benzer olmuştur fakat TiB_2 parçacıkları 2-4 mikrometre aralığında olarak daha küçüktür. Kompozitlerin öğütme ortamından kaynaklanan WC parçacıklarını içerdiği SEM ve EDS analizleri ile belirlenmiştir. Fe, Fe+Ni ve Fe+Ni+Co matrisli kompozitlerin özellikleri, Ni matrisli kompozitlerden daha düşük olmuştur.

ANAHTAR KELİMELEER: Metal matrisli kompozit, Toz metalürjisi, Basınçsız sinterleme, TiB_2 , Ni matris

JÜRİ: Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU

Prof. Dr. Gürkan ALTAN

Prof. Dr. Mustafa Serdar KARAKAŞ

ABSTRACT

PRESSURELESS SINTERING AND CHARACTERIZATION OF TITANIUM DIBORIDE WITH BINDING ALLOY

Nazlı ÖZDEMİR

MSc Thesis in Mechanical Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Hasan Erdem CAMURLU

June 2022; 56 pages

In this study, TiB₂ reinforced Ni and Fe alloy matrix composites were obtained through pressureless sintering at relatively low temperature. TiB₂ is a high temperature ceramic with high hardness and corrosion resistance. It is difficult to sinter TiB₂ in plain form due to its bond character and low diffusion coefficient. Thus, sintering requires high temperatures of over 1800 °C. Sintering temperature can be reduced by introducing metal binders. Ni, Fe and their alloys are known to be fruitful additives in liquid phase sintering of TiB₂.

In the present study, composites containing 10, 17.5 and 25 vol.% TiB₂ particles and Ni, Fe alloy matrix were prepared by pressureless sintering at 1375 °C in argon atmosphere. 10 % Ni addition was found to be insufficient at this temperature to provide a continuous matrix. In the obtained composites, green relative density values were about 65-70 % and the sintered relative density values were mostly about 88-90%. Maximum microhardness and bending strength values were attained in 25% Ni matrix composite with values of 1556±115HV_{0.2} and 279 MPa, respectively. Utilization of PEG or warm compaction was not found to be effective in enhancing density or microhardness. TiB₂ particles were in 6-10 micrometer range. In some experiments, ball milling of the starting powders was employed in a WC-Co medium. In the composites obtained from milled powders, the mechanical properties were found to be similar to others, however TiB₂ particles were finer, in 2-4 micrometer range. In SEM and EDS analyses, composites were seen to contain some WC particles, due to the milling medium. The properties of the composites having Fe, Fe+Ni ve Fe+Ni+Co matrices were inferior to those of Ni matrix composites.

KEYWORDS: Metal Matrix Composites, Powder Metallurgy, Pressureless Sintering, Titanium Diboride, Ni matrix

COMMITTEE: Prof. Dr. Hasan Erdem CAMURLU

Prof. Dr. Gürkan ALTAN

Prof. Dr. Mustafa Serdar KARAKAŞ

ÖNSÖZ

Tez çalışmamın belirlenmesinde, planlanmasında, araştırılmasında ve yürütülmesinde ilgi ve desteğini esirgemeyen, engin bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım, yönlendirme ve bilgilendirmeleriyle çalışmamı bilimsel temeller ışığında şekillendiren sayın hocam Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU'ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Beni bu günlere sevgi ve saygıyla yetiştirerek getiren ve benden hiçbir zaman maddi ve manevi desteğini esirgemeyen bu hayattaki en büyük şansım olan aileme sonsuz teşekkürler.

Bu tezi FYL-2020-5385 nolu proje ile desteklemiş olan Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne çok teşekkür ederim.



İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
ÖNSÖZ.....	iii
AKADEMİK BEYAN	vi
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	viii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xi
1.GİRİŞ	1
2. KAYNAK TARAMASI.....	3
2.1. Toz Metalurjisi	3
2.1.1. Toz metalurjisi üretim yöntemleri	4
2.1.2. Toz metalurjisinde temel işlemler.....	5
2.2. Kompozit Malzemeler	12
2.2.1. Metal matrisli kompozitler.....	13
2.2.2. TiB ₂ ve TiB ₂ takviyeli kompozitler.....	14
3. MATERYAL VE METOT.....	18
3.1. Kullanılan Tozlar ve Toz Karışımlarının Hazırlanması.....	20
3.2. Toz Karışımlarının Preslenmesi.....	26
3.3. Sinterleme İşlemleri	28
3.4. Metalografik ve Mekanik İncelemeler.....	29
3.4.1. Yoğunluk ölçümleri	29
3.4.2. Üç Nokta Eğme Testleri.....	30
3.4.3. Sertlik ölçümleri.....	31
3.4.4. Metalografik incelemeler için numunelerin hazırlanması.....	31
3.4.5. Optik mikroskop ve SEM incelemeleri.....	32
4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....	33
4.1. Ni Matrisli Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Parçalar	33
4.1.1. Yoğunluk değerleri	33
4.1.2. Mikroyapı.....	34
4.1.3. Mekanik özellikler	38
4.2. Ni Matrisli Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Parçalar	40
4.2.1. Yoğunluk.....	40

4.2.2. Mikroyapı.....	40
4.2.3. Mekanik özellikler	41
4.3. Fe Matrisli Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Parçalar	42
4.3.1. Yoğunluk Değerleri	42
4.3.2. Mikroyapı.....	42
4.3.3. Mekanik Özellikler	44
4.4. Fe Matrisli Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Parçalar	44
4.4.1. Yoğunluk değerleri	44
4.4.2. Mikroyapı.....	45
4.4.3. Mekanik Özellikler	46
4.5. Fe-Ni Matrisli Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Parçalar	47
4.5.1. Yoğunluk değerleri	47
4.5.2. Mikroyapı.....	47
4.5.3. Mekanik Özellikler	48
4.6. Fe+Ni Matrisli Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Parçalar	48
4.6.1. Yoğunluk Değerleri	48
4.6.2. Mikroyapı.....	49
4.6.3. Mekanik özellikler	49
4.7. Fe+Ni+Co Alaşımı Matrisli Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Parçalar.....	49
4.7.1. Yoğunluk değerleri	49
4.7.2. Mikroyapı.....	50
4.7.3. Mekanik özellikler	50
4.8. Fe+Ni+Co (+Ti) Alaşımı Matrisli Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Parçalar.....	50
4.8.1. Yoğunluk Değerleri	50
4.8.2. Mikroyapı.....	51
4.8.3. Mekanik Özellikler	52
5. SONUÇLAR.....	53
6. KAYNAKLAR.....	55
ÖZGEÇMİŞ	

AKADEMİK BEYAN

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “Titanyum Diborürün Bağlayıcı Alaşım İle Basınçsız Sinterlenmesi Ve Karakterizasyonu” adlı bu çalışmanın, akademik kurallar ve etik değerlere uygun olarak yazıldığını belirtir, bu tez çalışmasında bana ait olmayan tüm bilgilerin kaynağını gösterdiğimi beyan ederim.

...../...../20....

Nazlı ÖZDEMİR



SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

m	: Metre
s	: Saniye
g	: Gram
MPa	: Mega pascal
HV	: Vickers sertlik
°C	: Derece santirat

Kısaltmalar

SEM	: Scanning electronic misroscope (Taramalı Elektron Mikroskop)
EDS	: Energy-dispersive spectroscopy
XRD	: X-Ray diffraction
MMK	: Metal matrisli kompozit
TiB ₂	: Titantum diborür
BPR	: Bilyanın toza ağırlık oranı
CIP	: Soğuk izostatik presleme
TY	: Teorik yoğunluk
SÖ	: Sinter öncesi
SS	: Sinter sonra

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Tipik toz metalurjisi ürünleri: (a) WC-Co sert metalinin mikro yapısı (b) eksantrik mili kayış kasnağı	3
Şekil 2.2. Tozdan işlemeye ve nihai ürüne kadar toz metalurjisi için kavramsal akış şeması.....	4
Şekil 2.3. (a) Döner silindirler (b) Dönen küp (c) Çift koni (d) İkiz kabuk ve (e) Turbo karıştırıcı (German 2005)	6
Şekil 2.4. (a) Temel aşamaları ve (b) toz sıkıştırma şemasını gösteren, metal tozu sıkıştırma sırasında sıkıştırma basıncına karşı yoğunluğun bir taslağı (German, 1994)	7
Şekil 2.5. Geleneksel toz sıkıştırmanın şematik gösterimi (German 1994).....	8
Şekil 2.6. Soğuk izostatik sıkıştırmanın (CIP) şematik diyagramı (Chaira 2022).....	9
Şekil 2.7. D çaplı küreler için sinterleme modellerinde boyun büyümesi. (German, R.M., 2014)	10
Şekil 2.8. 10Ni+TiB ₂ ve 10HEA+TiB ₂ sistemlerinin DSC analizi (Fu ve Koç 2017). ..	16
Şekil 2.9. Ni+TiB ₂ ve HEA+TiB ₂ kompozitlerin SEM mikrografları (Fu ve Koç 2017).	16
Şekil 3.1. Genel İşlem Şeması.....	18
Şekil 3.2. Deneylerde kullanılan tozların taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.....	21
Şekil 3.3. Hassas Terazı ve Havan.....	22
Şekil 3.4. Soğuk preslenerek üretilen ham parçanın üç boyutlu çizimi ve boyutları (Dere 2019)	27
Şekil 3.5. Kullanılan kalıbın üç boyutlu çizimi ve boyutları (Dere 2019).....	27
Şekil 3.6. Hidrolik preste numunenin kalıptan çıkarılması	28
Şekil 3.7. (a) Elektra fırın, (b) Kroze içinde preslenmiş numuneler.....	29
Şekil 3.8. T _{iç} 1275-1315 °C Sinterleme Sıcaklık-Zaman grafiği	29
Şekil 3.9. Arşimet yöntemi ile yoğunluk ölçümü mekanizması	30
Şekil 3.10. Çekme-basma test cihazı ve uygulanaşı	30

Şekil 3.11. Mikro-sertlik ölçüm cihazı	31
Şekil 3.12. Döner tablalı zımparalama ve parlatma makineleri.....	32
Şekil 4.1. SEM görüntüleri: (a,b) Ağ. % 10 Ni (NT10-4), (c,d) Ağ. % 17,5 Ni (NT17-4), (e,f) Ağ. % 25 Ni (NT25-4) içeren ve sinterlenmiş olan kompozitler.....	35
Şekil 4.2. SEM görüntüleri: Ağ. % 25 Ni içeren (a,b) PEG içeren, 300 MPa basınçla (NT25-P3), (c,d) PEG içeren, 500 MPa basınçla (NT25-P5) preslenmiş ve sinterlenmiş olan kompozitler.....	36
Şekil 4.3. SEM görüntüleri: Ağ. % 25 Ni içeren ılık sıkıştırılmış (NT25-I5) ve sinterlenmiş olan kompozit	37
Şekil 4.4. EM görüntüleri: Ağ. % 25 Ni, %2 Zr içeren, 500 MPa basınçla (NTZ25-5) preslenmiş ve sinterlenmiş olan kompozit	37
Şekil 4.5. SEM görüntüleri: Ağ. % 25 Ni ve laboratuvarımızda üretilmiş olan TiB ₂ partiküllerini içeren, 500 MPa basınçla (NTÜ25-5) preslenmiş ve sinterlenmiş olan kompozit.....	38
Şekil 4.6. Ağırlıkça %10, 17,5 ve 25 Ni matris içeren kompozitlerin mikrosertlik değerlerinin matris oranına göre değişimi (P=400 MPa).....	39
Şekil 4.7. Ağırlıkça %10, 17,5 ve 25 Ni matris içeren kompozitlerin eğme dayanım değerlerinin matris oranına göre değişimi (P=400 MPa).....	40
Şekil 4.8. SEM görüntüleri: Ağ. % 25 Ni içeren, öğütülmüş tozların 500 MPa basınçla (NTO25-5) preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş olan kompozit.....	41
Şekil 4.9. Optik mikroskop görüntüsü: Ağ. % 25 Ni içeren, öğütülmüş tozların 500 MPa basınçla (NTO25-5) preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş olan kompozit	41
Şekil 4.10. SEM mikrografları (FT25-5)	43
Şekil 4.11. Optik mikroskop görüntüleri: (a) FT16-5 (44), (b) FT16-5 (47), (c) FT16-P5 (48), (d) FT16-P5 (7).....	43
Şekil 4.12. SEM mikrografları (FTO16-5)	45
Şekil 4.13. SEM mikrografları (FTO16-P5).....	45
Şekil 4.14. SEM mikrografları (FTO25-5)	46
Şekil 4.15. SEM mikrografları (FTO25-P5).....	46
Şekil 4.16. Optik mikroskop görüntüsü: FNT25-P5.....	48

Şekil 4.17. SEM mikrografları: FNTO16-5 (6)	49
Şekil 4.18. SEM mikrografları: FNCT25-5	50
Şekil 4.19. SEM mikrografları: FNCTO25-P5	51
Şekil 4.20. SEM mikrografları: FNCTTO25-P5	51



ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Toz metalurjisi kullanan çeşitli kompozit üretim yöntemlerinin özeti (Khodaei, M., Yaghobizadeh, O., 2018)	12
Çizelge 3.1. Genel Deney Çizelgesi.....	19
Çizelge 3.2. Sinter Öncesi Özellikleri; Ağ. %16 oranında farklı matris içeren kompozitler	23
Çizelge 3.3. Sinter Öncesi Özellikleri; Ağ. %25 oranında farklı matris içeren kompozitler	24
Çizelge 3.4. Sinter Öncesi Özellikleri; Ağ. %25 oranında farklı matris içeren kompozitler	25
Çizelge 3.5. Sinter Öncesi Özellikleri; Ağ. %10-17,5-25 oranında farklı matris içeren kompozitler	26
Çizelge 4.1. Nikel Matrisli, Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Numunelerin Sinter Öncesi (S.Ö) ve Sinter Sonrası (S.S) % Teorik Yoğunlukları (TY)	34
Çizelge 4.2. Nikel Matrisli, Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Numunelerin Eğme Dayanımı ve Mikrosertlik Değerleri (*: çatlak olduğu için dayanımı belirlenememiş.)	39
Çizelge 4.3. Ni Matrisli Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Parçalar Mekanik Özellikleri .	40
Çizelge 4.4. Nikel Matrisli, Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Numunelerin Eğme Dayanımı ve Mikrosertlik Değerleri	42
Çizelge 4.5. Fe li Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Parçalar Mekanik Özellikleri.....	42
Çizelge 4.6. Öğütme İşlemi Uygulanmadan Üretilmiş Olan Fe Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri	44
Çizelge 4.7. Öğütülmüş Tozlar Kullanılarak Üretilmiş Olan Fe Matrisli Kompozitlerin Yoğunlukları	44
Çizelge 4.8. Öğütülmüş Tozlar Kullanılarak Üretilmiş Olan Fe Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri	47
Çizelge 4.9. Öğütme İşlemi Uygulanmadan Üretilmiş Olan Fe+Ni Matrisli Kompozitlerin Yoğunlukları	47
Çizelge 4.10. Öğütme İşlemi Uygulanmadan Üretilmiş Olan Fe+Ni Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri	48

Çizelge 4.11. Öğütülmüş Tozlar Kullanılarak Üretilmiş Olan Fe+Ni Matrisli Kompozitlerin Yoğunlukları	48
Çizelge 4.12. Öğütülmüş Tozlar Kullanılarak Üretilmiş Olan Fe+Ni Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri	49
Çizelge 4.13. Fe+Ni+Co Alaşımı Matrisli Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Kompozitlerin Yoğunluk Değerleri	49
Çizelge 4.14. Fe+Ni+Co Alaşımı Matrisli Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Kompozitlerin Mekanik Özellikleri	50
Çizelge 4.15. Fe+Ni+Co Alaşımı Matrisli Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Kompozitlerin Yoğunluk Değerleri	51
Çizelge 4.16. Fe+Ni+Co Alaşımı Matrisli Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Kompozitlerin Mekanik Özellikleri	52

1.GİRİŞ

Partikül takviyeli metal matrisli kompozitler, genellikle nispeten düşük sertliğe sahip olan metal matrisin sertliğini ve aşınma direncini arttırmak amacıyla, sert seramik partiküllerin takviyesi ile elde edilmektedir. Yaygın olarak kullanılan matris malzemeleri alüminyum, demir, nikel, titanyum gibi metallerdir. Başlıca partikül takviye malzemeleri ise SiC, TiC, TiB₂, Si₃N₄, Al₂O₃ gibi karbür, borür veya oksit seramiklerdir.

Metal matrisli kompozitlerin üretimi için başlıca uygulanan yöntemler döküm ve toz metalürjisidir. Döküm yönteminin sınırlamalarından birisi, matrise eklenebilecek olan takviye partiküllerinin miktarının çok fazla olmamasıdır. Bu sınırlama, artan takviye partiküllerinin miktarının artması ile, metalin viskozitesinin artmasından kaynaklanmaktadır.

Toz metalürjisi yöntemi ise, bu sınırlamadan etkilenmemektedir. Böylece çok yüksek takviye partikül oranlarına sahip (%90-95) metal matrisli kompozitlerin üretilmesi bu yöntemle mümkün olmaktadır.

Toz metalürjisinde, parça şekillendirme işlemi genellikle soğuk presleme işlemi ile gerçekleştirilmekle birlikte, yüksek yoğunluklu parçalar için sıcak presleme işlemleri de uygulanmaktadır. Soğuk presleme işlemi sonrasında gerçekleştirilen basınçsız sinterleme işlemi, en yaygın metotlardan birisidir. Sinterlenmekte olan parçaların oksitlenmekten korunması ve yüksek yoğunluğun sağlanması amacıyla genellikle koruyucu atmosfer kullanılmaktadır.

Metal matris ve takviye partikülleri arasındaki arayüzey bağı, oluşan kompozitin özellikleri açısından önem arz etmektedir. Bununla birlikte, yüksek yoğunluğa ulaşılabilmesi için metalin seramik partiküllerini iyi ıslatması, istenilen bir durumdur. Kullanılan partiküllerin, metal matriste bir miktar çözünmesi, bu kapsamda olumlu sonuçlar vermektedir.

Bu tezin amacı, toz metalürjisi yöntemi kullanarak, titanyum diborür (TiB₂) tozunun bağlayıcı alaşım ile sinterlenmesi ve üretilen parçaların mikroyapı ve mekanik özelliklerinin belirlenmesidir.

Titanyum diborür (TiB₂), 3225±20 °C'lik yüksek erime noktası, elastiklik modülü (~500 GPa), kimyasal kararlılık ve yüksek sertlik (~20 GPa) gibi üstün özelliklerin bir kombinasyonu nedeniyle ultra yüksek sıcaklık yapısal malzemeleri, kesici takımlar ve hafif zırh malzemeleri gibi uygulamalar için büyük bir potansiyele sahiptir.

TiB₂, kovalent-iyonik bağ yapısı nedeniyle ve difüzyon katsayısının düşük olması nedeniyle monolitik olarak sinterlenmesi 1800-2000 °C gibi yüksek sıcaklık gerektirmektedir. Bu nedenle çalışmamızda, ağı. %75 oranında TiB₂, %25 oranında bağlayıcı alaşım içeren sermet (metal alaşımı ile bağlanmış seramik partikülleri) malzemelerin, 1375 °C sıcaklıkta sinterlenmesi amaçlanmıştır. Tez çalışmamızda TiB₂'ye partikül halinde Fe-Ni-Co ve Ti tozları elemental olarak kullanılması

tasarlanmıştır. Sinterleme işleminin geliştirilmesi amacıyla eklenen bağlayıcıların sıvı faz oluşturup TiB_2 'nin sinterlenmesini sağlaması beklenir. Ayrıca bu çalışma kapsamında, elde edilecek olan sermetin içerdiği TiB_2 partikülleri sayesinde yüksek sertlik, dayanım ve aşınma direncine sahip olması beklenmiştir. Bununla birlikte eklenen bağlayıcılar sayesinde sinterleme daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşip yüksek yoğunluklu numunelerin elde edilmiş olması, çalışmanın yararlarındanıdır.

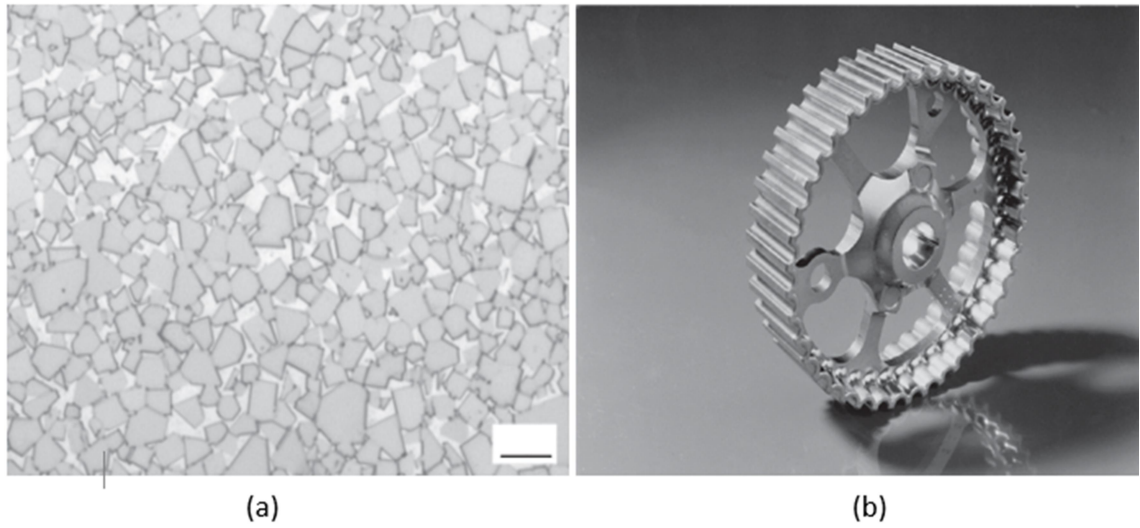
Literatürde, titanyum diborürün sinterlenmesi ile ilgili çalışmalarda genellikle spark plazma sinterleme (SPS) cihazı veya sıcak pres cihazı kullanılmıştır. Tez çalışmamızda, basınçsız sinterleme işleminin ve nispeten düşük sinterleme sıcaklığının ($1375\text{ }^{\circ}C$) uygulanmış olması daha ekonomik ve kolay bir üretim metodu olmuştur.



2. KAYNAK TARAMASI

2.1. Toz Metalurjisi

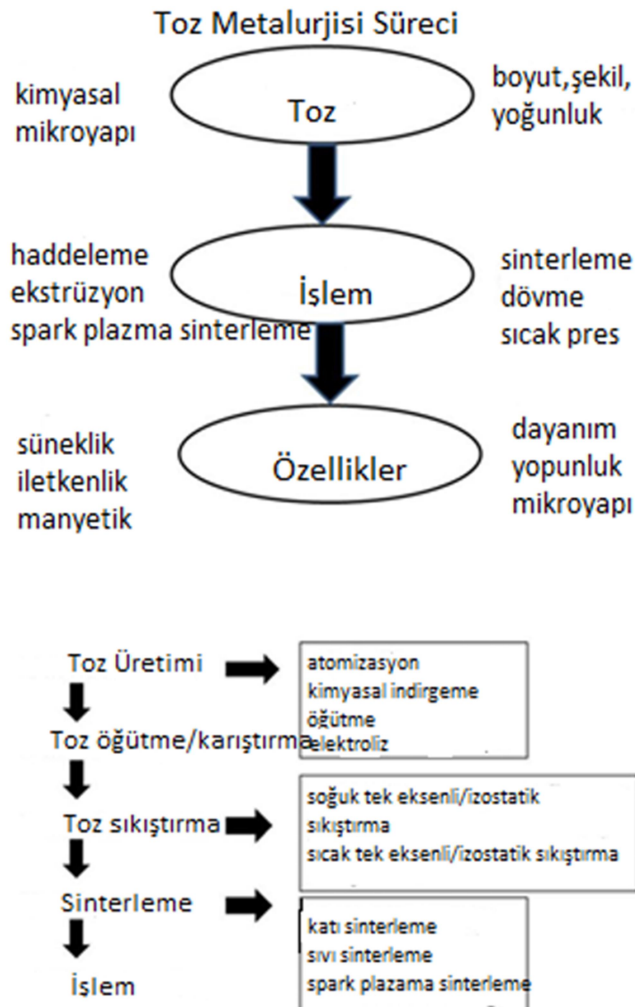
Toz metalurjisi (TM), geleneksel döküm metalurjisi yolu yerine tozlardan metalik malzemeler ve bileşenler üretme teknolojisidir. TM ürünleri büyük ölçüde iki ana gruba ayrılabilir. Bir grup 'toz metalurji malzemeleri'ni içerir, yani bu durumda TM yolu, diğer yollarla erişilemeyen veya en azından gerekli spesifik özelliklere sahip olmayan malzemeleri elde etmek için seçilir. Tipik bir örnek, döküm yöntemi ile üretilmeyen kendine özgü mikro yapısıyla Şekil 2.1. (a) WC-Co sert metalidir. Diğer grup ise toz metalurjisi ile hassas parçaların üretimini içerir. Burada TM, çok sayıda karmaşık şekilli parçaların ekonomik üretimini sunar; klasik bir örnek, otomotiv eksantrik mili kayış kasnağıdır (Şekil 2.1. (b)). Bu nedenle, birinci durumda TM'yi destekleyen teknik nedenler varken, ikinci durum ağırlıklı olarak daha ekonomik bir üretim yolu tercih edilmiş olur. Bununla birlikte, birçok durumda, PM ürününün kendisi rakip bir üründen daha pahalı olabilir, ancak performansı o kadar yüksektir ki, elde edilen maliyet tasarrufları, daha yüksek satın alma maliyetini dengelemekten daha fazlasını sağlar (Danninger ve Gierl-Mayer 2013).



Şekil 2.1. Tipik toz metalurjisi ürünleri: **(a)** WC-Co sert metalinin mikro yapısı **(b)** eksantrik mili kayış kasnağı

Toz metalurjisi, metal tozlarının imalatı, karakterizasyonu ve kullanışlı mühendislik bileşenlerine dönüştürülmesi dahil olmak üzere metal tozlarının işlenmesinin incelenmesidir. Çok çeşitli yeni malzemeler, mikro yapı ve özellikler sunabilen esnek bir üretim sürecidir. Şekil 2.2, tozdan işleme yoluyla nihai ürüne kadar toz metalurjisi için kavramsal akış şemasını göstermektedir. Toz metalurjisi uygulamaları, TM yaklaşımları kullanılarak benzersiz özellik veya mikro yapı elde edilebildiğinden çok yönlüdür. Bazı örnekler arasında gözenekli malzemeler, alaşımlar, sermet (seramik-metal kompozitler), sement karpür ve biyomalzemeler sayılabilir. Reaktif ve ateşe dayanıklı metallerin ve amorf veya camsı metallerin imalatının diğer tekniklerle işlenmesi oldukça zordur. Toz metalurjisi, bu malzemelerin üretilbildiği bir

işlemdir. Bu süreç, diğer üretim teknolojilerine kıyasla daha düşük enerji tüketimi, daha yüksek malzeme kullanımı ve daha az sayıda işlem adımı sayesinde diğer yöntemlerden öne geçmiştir. TM işlemede, işleme operasyonlarını tamamen ortadan kaldırmak da mümkündür ancak bu adım diğer geleneksel üretim süreçlerinde esastır. Ayrıca, sinterlenmiş üründe yakın boyutsal tolerans kontrolünü sağlamak için doğrudan karmaşık geometrik şekiller oluşturma avantajlarına da sahiptir. Şekil 2.2, toz metalurjisinde yer alan temel süreçleri göstermektedir. Temel adımlar arasında toz üretimi, tozun karıştırılması/karıştırılması, kompaktın sıkıştırılması ve sinterlenmesi yer alır (Chaira, 2021).



Şekil 2.2. Tozdan işlemeye ve nihai ürüne kadar toz metalurjisi için kavramsal akış şeması

2.1.1. Toz metalurjisi üretim yöntemleri

Toz oluşumu, yeni yüzey alanı oluşturmak için malzemeye enerji verilmesini içerir. Tozların hazırlandığını dört yöntem vardır. Yöntemler;

- Mekanik imalat tekniği

- Elektrolitik üretim tekniği
- Kimyasal indirgeme tekniği
- Atomizasyon tekniği

Mekanik üretim tekniği – Tozun mekanik üretim tekniği ile üretimi sırasında dört temel mekanik ufalama yöntemi: çarpma, aşındırma, kesme ve sıkıştırma yer alır. Toz üretimi için kullanılan temel ufalama teknikleri şunlardır:

- a) İşleme-Metal işleme süreçleri sırasında külçenin işlenmesi toz üretir. Çok miktarda hurda üretilir ve bu hurdaların öğütülmesi ile toz üretilebilir. Üretilen toz kabadır ve toz özellikleri üzerinde kontrol eksikliği, işlemenin en büyük dezavantajıdır. Ayrıca oksijen, yağ ve diğer metallerin kontaminasyonu, toz üretimi için işleme tekniğinin önemli bir dezavantajıdır.
- b) Öğütme ve Mekanik alaşımlama – Bir kavanozdaki bilyeler kullanılarak tozun/hurdaların çarpması ve aşınması, toz üretiminin başka bir kaynağıdır. Öğütme işlemi sırasında iki veya daha fazla elementin alaşımlanması yapılabilir ve mekanik alaşımlama olarak adlandırılır. Hem öğütme/mekanik alaşımlama, hem de çeşitli parametreler içerdiğinden karmaşık bir olgudur. Parametreler aşağıdaki gibidir:
 - i. Öğütme hızı
 - ii. Bilyanın toza ağırlık oranı (BPR)
 - iii. Kavanoz doldurma
 - iv. Öğütme sıcaklığı
 - v. Öğütme atmosferi
 - vi. Islak/kuru öğütme
 - vii. Yüzey aktif madde kullanımı
 - viii. Kontaminasyon sorunu

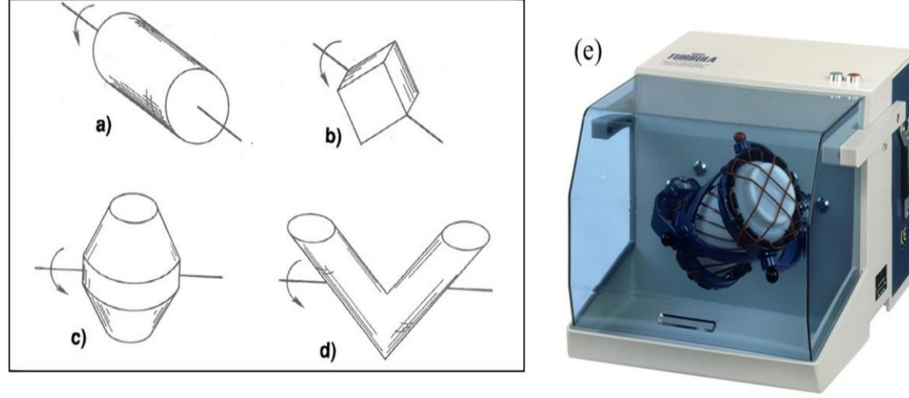
Öğütme etkisi sırasında öğütme parametrelerinin etkisinin detayları mevcuttur (Suryanarayana, 2001; Chaira ve Karak, 2015). Öğütme ve mekanik alaşımlama sırasında öğütme cihazları olarak; bilyalı değirmen, planet değirmen, attritor değirmen, kavanoz değirmen vb. cihazlar kullanılabilir. Kirlenme, öğütme tekniğinde önemli bir sorundur. Toz sentezi sadece çeşitli öğütme parametrelerine bağlı değildir aynı zamanda malzemenin yapısına da bağlıdır.

Kırılgan malzemeler kırılma yoluyla kolayca toza dönüştürülürken, sünek malzemeler başlangıçta plastik olarak deforme olur. Daha sonraki aşamada, sünek malzemeler işlenerek sertleştirilir, kırılgan hale gelir ve sonunda toz haline getirilir.

2.1.2. Toz metalurjisinde temel işlemler

Toz karıştırma işlemi temel işlemlerin başlangıç aşamasıdır. Bir kompozit; toz partikülü, boyut, şekil ve yoğunlukta değişiklik gösteren iki veya daha fazla faza sahiptir. Kompozit parçacıklar benzersiz akış, paketlenme, homojenlik ve sinterleme oluşturmak için birleştirilir. Son durumda elde edilen kompozit ürünün optimum özelliklerini elde etmek için kontrollü segregasyon ile homojen karışım gereklidir. Bu nedenle, çoğu metal/alaşım kompozit karışımları, dönen kaplarda harmanlanarak veya

karıştırılarak hazırlanır. Bu tür karıştırma cihazlarının şematik diyagramları Şekil 2.3.'te gösterilmiştir. Karıştırıcıdaki tozun hacmi, karıştırma verimini belirler. Karıştırıcı kapasitesinin %20-40'ı kadar bir toz hacmi genellikle optimaldir. Karıştırıcının dönüş hızı da karıştırmada önemli bir rol oynar ve tozun optimum şekilde karıştırılması kritik hızın %75'inde gerçekleşir.



Şekil 2.3. (a) Döner silindirler (b) Döner küp (c) Çift koni (d) İkiz kabuk ve (e) Turbo karıştırıcı (German, R.M., 2005)

Karıştırma, şekillendirme için bir toz-bağlayıcı hammadde hazırlanmasındaki ilk adımdır. Karıştırma eksiklikleri sonraki işlemlerle giderilemeyeceği için karıştırma çok önemlidir. Bir karışımdaki homojensizlikler, bağlayıcının tozdan ayrılması ve bağlayıcı içindeki partikül boyutuna göre ayrışma olmak üzere iki ana biçimde meydana gelir. Karıştırmanın ana amaçları, partikülleri bağlayıcı ile kaplamak, toz topraklarını parçalamak ve hammadde boyunca bağlayıcı ve partikül boyutunun homojen dağılımını sağlamaktır.

Sıkıştırma sırasında kalıp duvarı ve toz arasındaki sürtünme önemli bir problemdir. Sıkıştırma basıncı arttıkça, toz kütesinin kalıptan çıkarılması daha zor hale gelir ve kalıp aşınmasını en aza indirmek ve çıkarmayı kolaylaştırmak için yağlayıcılar kullanılır. Yağlayıcılar genellikle preslemeden önce son bir adım olarak metal/alaşım tozu ile karıştırılır. Genellikle ağırlıkça 0,5-1,5 Ca, Zn, Li, Mg ve Al stearat tozları % metal/alaşım tozu ile eklenir. Presleme sırasında, yağlayıcılar, yüksek viskoziteli polimerden kalın bir film oluşturarak sürtünmeyi azaltan bir sıvı oluşturur. Düşük viskoziteli akışkanlar, toz sıkıştırmada kullanılan yüksek basınçla sürtünme noktalarından uzaklaştırılacağı için etkili değildir. Akışkanlığın arttığı, artan yağlayıcı içeriği ile azaldığı ve artan yağlayıcı miktarı ile püskürtme basıncının düştüğü gözlemlenmiştir. Sıkıştırmadan sonra ham yoğunluğun ağırlıkça 1 % yağlayıcı içerdiğinde maksimuma ulaştığı da bulunmuştur ve daha fazla yağlayıcı eklenmesi ham yoğunluğu azaltır (German 1994).

Tozun yağlayıcılar ve katkı maddeleri ile karıştırılmasından sonraki adım, tozun sıkıştırılmasıdır. Daha yüksek yoğunluk elde etmek için harici basınç uygulaması gereklidir. Basınç uygulaması ile ilk yoğunlaşma oranı yüksektir. Sıkıştırma ilerledikçe, sertleşme nedeniyle yoğunlaşma hızı azalır. Basınç uygulandığında, başlangıçta

partikülün yeniden düzenlenmesi, daha yüksek bir paketleme koordinasyonu sağlayan büyük gözeneklerin doldurulmasıyla gerçekleşir. Toz sıkıştırmanın temel aşamalarını ve şemasını gösteren, metal tozu sıkıştırması sırasında sıkıştırma basıncına karşı yoğunluğun bir taslağı Şekil 2.4. (a) ve (b)'de gösterilmektedir.



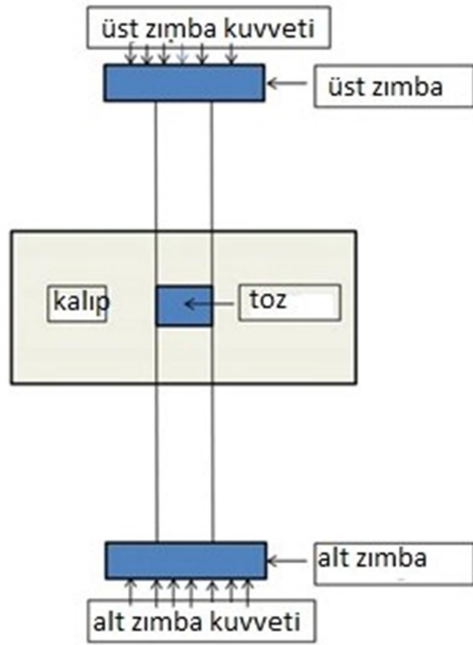
Şekil 2.4. (a) Temel aşamaları ve **(b)** toz sıkıştırma şemasını gösteren, metal tozu sıkıştırma sırasında sıkıştırma basıncına karşı yoğunluğun bir taslağı (German 1994)

Sıkıştırma sırasında, artan basınçla ve ayrıca sıkıştırmanın ilerlemesiyle temas alanı ve temas sayısı artar. Kontakt noktaları elastik deformasyona uğrar ve tüm temas noktalarında elastik enerji kompaktta depolanır. Yüksek basınç, plastik deformasyon yoluyla temas genişlemesi yoluyla yoğunluğu artırır. Basınç arttıkça, temaslardan homojen plastik akış yayılır ve tüm partikül sertleşmiş olur. Sünek malzemelerde gerinim sertleşmesi meydana gelse de, kırılmal malzemelerde parçalanma ile yoğunlaşma meydana gelir. Sertlik ve işlem sertleştirme davranışı sıkıştırmayı etkiler. Parçacık boyutu ve şekli de sıkıştırma davranışını etkiler. Küçük parçacık boyutu ve düzensiz parçacık, daha yüksek parçacıklar arası sürtünme ve daha yüksek parçacık sertleşme hızı nedeniyle sıkıştırmayı engeller.

Kullanılan toz sıkıştırma yöntemlerinden olan geleneksel sıkıştırma, silindirik kalıp ve zımbalar (üst ve alt zımbalar) kullanılarak gerçekleştirilir. Bu teknikte, kalıbın içine alt zımba yerleştirilir ve ardından toz doldurulur. Daha sonra üst zımba kalıbın üst tarafına yerleştirilir. Son olarak, tek eksenli sıkıştırma altında kalıp ve zımba tertibatı preslenir. Sabit zaman periyotları için basınç uygulandıktan sonra, üst zımba çıkarılır ve alt zımba, kompaktı çıkarmak için kullanılır. Şekil 2.5., geleneksel kalıp sıkıştırmasının şematik diyagramını göstermektedir. Geleneksel kalıp sıkıştırmada, üst ve alt zımbalardan basınç uygulandığında, işleme çift etkili presleme denir. Öte yandan, sadece bir zımbadan basınç uygulandığında, işleme tek hareketle presleme denir.

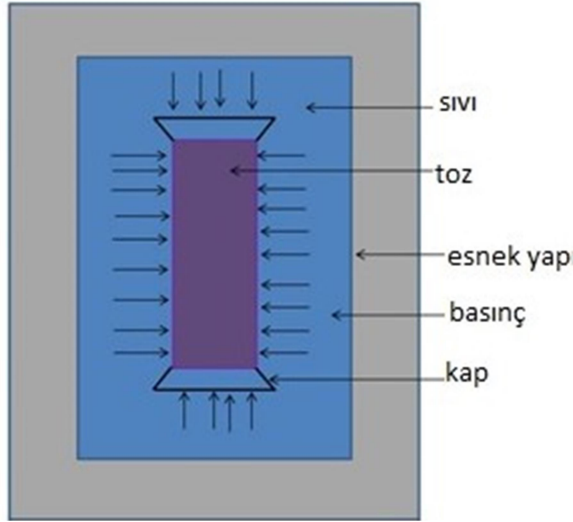
Tek eksenli kalıp sıkıştırmada, basınç iletimi kompaktın yüksekliği ile katlanarak azalır. Bu nedenle, uzunluk ve radyal enine kesit kompakt boyunca basınç dağılımında değişiklik vardır. Basınç değişimi yoğunluk gradyanıyla sonuçlanır ve kesit boyunca kompaktta mukavemette değişime yol açar. Yükseklik-çap (H/D) oranı tek tip kompakt özellikler oluşturmak için önemlidir. Genel olarak, yükseklik-çap oranı beşi

aştığında, kalıp sıkıştırma başarısız olur. Tek tip yoğunluk ve kompakt mukavemet elde etmek için soğuk izostatik sıkıştırma (CIP) benimsenmiştir.



Şekil 2.5. Geleneksel toz sıkıştırmanın şematik gösterimi (German, 1994)

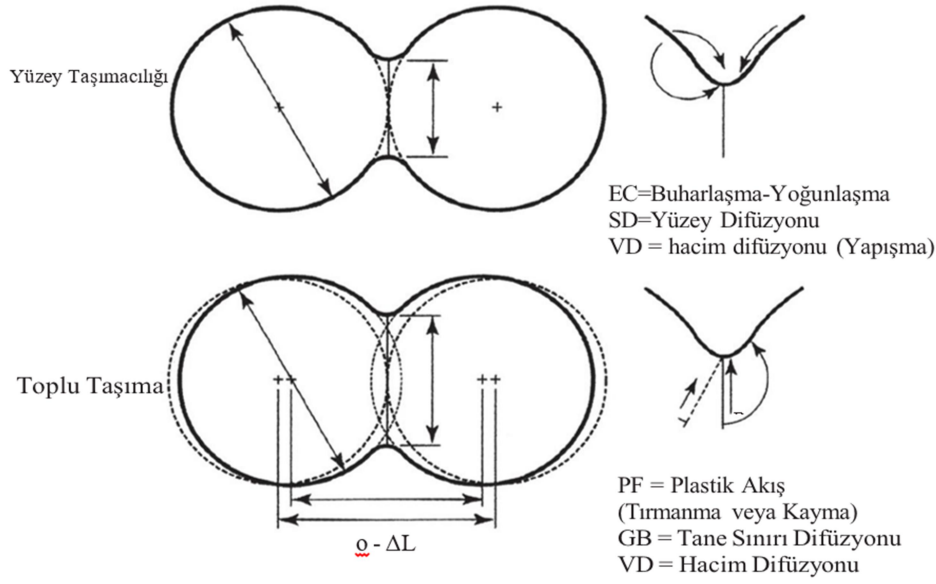
Karmaşık şekil, büyük uzunluk-çap oranı ve tek tip yoğunluk ve mukavemet elde etmek için CIP uygun bir tekniktir. Esnek bir kalıp tozla doldurulur ve yağ veya su gibi bir sıvı kullanılarak izostatik olarak basınçlandırılır. Tüm yönlerde basınç uygulandığından, geleneksel kalıp sıkıştırmaya kıyasla daha yüksek yoğunluk elde edilebilir. Ayrıca, daha düşük yoğunluklu gradyanlar elde edilir ve karmaşık şekil, soğuk izostatik presleme ile sıkıştırılabilir. Şekil 2.6., CIP'nin şematik diyagramını göstermektedir.



Şekil 2.6. Soğuk izostatik sıkıştırmanın (CIP) şematik diyagramı (Chaira 2022)

Sinterleme, parçacıkların daha yüksek sıcaklıkta bağlanmasıdır. Katı hal sinterleme ile erime noktasının (ergime sıcaklığının 0,7-0,8'i) altında oluşabilir. Sinterleme ayrıca sıvı faz oluşumunu da içerir. Sinterlemenin itici gücü, yüzey enerjisindeki azalmadır. Küçük partiküller yüksek yüzey alanına sahiptir ve kaba partiküllere göre daha hızlı sinterlenir. Sinterleme, difüzyon yoluyla atomik taşıma ile oluşan termal olarak aktive edilen bir işlemdir.

Sinterlemede iki tür taşıma mekanizması, yüzey taşıma ve yığın taşıma gerçekleşir. Sinterleme iki parçacık arasında gerçekleştiğinde bir boyun oluşur. Yüzey taşıma mekanizmasında kütle yüzeyde başlayıp son bulunduğu için büzülme veya yoğunlaşma olmaz. Yüzey difüzyonu ve buharlaşma-yoğunlaşma (EC), yüzey taşıma kontrollü sinterleme sırasında en önemli iki katkıdır. Metallerin düşük sıcaklıkta sinterlenmesi sırasında yüzey difüzyonu baskındır. Öte yandan, toplu taşıma büzülme veya yoğunlaşmaya neden olur. Kütle, partikülün iç kısmından kaynaklanır ve boyunda birikir. Toplu taşıma mekanizması, hacim difüzyonu, tane sınırı difüzyonu, plastik akış ve viskoz akışı içerir. Hem yüzey hem de toplu taşıma işlemleri boyun büyümesine neden olsa da, toplu taşıma ile toplu küçülme veya yoğunlaşma meydana gelir. Toplu taşıma genellikle yüksek sıcaklıkta gerçekleşir. Şekil 2.7., hem toplu hem de yüzey taşımacılığının şematik diyagramını göstermektedir.



Şekil 2.7. D çaplı küreler için sinterleme modellerinde boyun büyümesi (German 2014)

Sinterleme, TM kompaktlarının özellikleri üzerinde baskın bir role sahiptir. Sinterleme derecesi arttıkça yoğunluk, mukavemet, süneklik, termal ve elektriksel iletkenlik, korozyon direnci ve diğer özellikler iyileşir. Sinterleme, sinterleme süresi, sıcaklık, ısıtma hızı, sinterleme atmosferi ve ayrıca ham kompakt gibi çeşitli faktörlere bağlı olan karmaşık bir süreçtir.

İyileştirilmiş sinterleme özellikleri elde etmek için tüm sinterleme parametreleri optimize edilmelidir. Daha yüksek basınçta sıkıştırma, sinterlemeden sonra daha yüksek mukavemet, yoğunluk, temas boyutu ve boyut kontrolü sağlar. Daha yüksek sıkıştırma basıncı daha büyük net boyun boyutlarına yol açar, ancak sıkıştırma daha yüksek basınçlara katkıda bulunur.

Sinterleme sırasında partiküller arasındaki boşluklar sinterlenmiş üründe gözenek oluşturur. Sinterlemenin ilk aşamasından sonra, tane sınırı ve gözenek konfigürasyonu sinterleme hızını kontrol eder. Ara aşamanın başlangıcında, gözenek geometrisi oldukça kıvrımlıdır ve gözenekler tane sınırı kesişimlerinde bulunur. Sinterleme ilerledikçe, gözenek şekli, gözenek yarıçapında azalma ile yoğunlaşmanın meydana geldiği silindirik şekle dönüşür. Sinterlemenin sonraki aşamasında, gözenek ve tane sınırı arasındaki etkileşim üç şekilde olabilir: gözenek tane büyümesini geciktirebilir, gözenek tane büyümesi sırasında hareketli tane sınırları tarafından sürüklenebilir veya tane sınırları gözenekten ayrılarak gözenekten ayrılabilir. Düşük sıcaklıkta, gözenekler tane sınırına bağlı kalır ve tane sınırının hareketini engeller. Bununla birlikte, gözenekler tane sınırından daha yavaş hareket eden türler olduğundan, daha yüksek sıcaklıkta tane sınırları gözeneklerden kopar. Sinterlemenin son aşamasında gözenekler küreselleşir ve ayrılır (German, 1994).

Toz metalürjisi ile kompozit malzemelerin üretilebileceği çeşitli yöntemler vardır. İmalat yöntemleri, malzeme sistemine ve bileşenin özellik gereksinimlerine bağlıdır. Yöntemler genel olarak iki kategoride sınıflandırılabilir: geleneksel sinterleme yöntemleri ve basınç destekli tam yoğunluklu işleme teknikleri. Kalıp sıkıştırmadan sonra geleneksel sinterleme yöntemi izlenir. Sinterleme tekniği, katı hal veya sıvı hal sinterleme olarak seçilir. Basınç destekli tam yoğunluklu işleme tekniklerinde ise dış basınç uygulanır (Chaira 2021).

Teknikler;

- (1) Tek eksenli sıcak presleme ve sıcak izostatik presleme (HIP)
- (2) Kıvılcım plazma sinterleme
- (3) Mikrodalga sinterleme
- (4) Toz dövme
- (5) Toz haddeleme
- (6) Toz ekstrüzyonu
- (7) Dinamik toz sıkıştırma

Geleneksel basınçsız sinterleme ile üretimde kompozit toz karışımı önce kalıp kullanılarak sıkıştırılır ve daha sonra sıkıştırılan kütle, fırında sinterlenir. Sinterleme sırasında malzeme sistemine bağlı olarak Ar, N₂, H₂ ve NH₃ gibi atmosfer çeşitleri seçilir. Ham kompaktlar, katı hal veya sıvı hal ile sinterlenir. Katı hal sinterleme durumunda yoğunlaşma hızı daha düşüktür; bu nedenle bazen sıvı faz oluşumu için harici katkı maddeleri eklenir. Sinterleme sıcaklığı genellikle seçilen erime noktasının 0.7-0.8'idir. Araştırmacılar tarafından sıkıştırma ve ardından basınçsız sinterleme kullanılarak çeşitli kompozitlerin üretimi aşağıda vurgulanmıştır (Chaira 2021).

Xu vd. (2019), amorf tozlarla desteklenen basınçsız sinterleme yoluyla Al₂O₃-ZrO₂ nanoseramiklerinin düşük sıcaklıkta hazırlanmasını inceledi. Al₂O₃-5 mol %ZrO₂ ve Al₂O₃-ağ. %10 ZrO₂'nin 1350 °C kadar düşük bir sıcaklıkta neredeyse tamamen yoğunlaştığını ve yoğunlaşmanın, amorf tozların sinterleme yardımcıları (Al₂O₃-ZrO₂) yarı kararlı durumuna ve faz geçişine bağlandığını bulmuşlardır. Ayrıca kompozitlerin ince tane boyutuna sahip Al₂O₃ ve ZrO₂ partiküllerinin yoğun ve homojen bir karışımını sergilediğini ve mikroyapı iyileştirmesinin üstün mekanik özelliklere daha da katkıda bulunduğunu gösterdiler.

Liu ve ark. (2017), 1380 °C'de 1 saat boyunca basınçsız sinterleme ile TiC NiTi/Ni sermetleri üretti. TiC_{0.7}-NiTi sermetlerinin sertlik ve elastik modülünün, karşılık gelen TiC_{0.95}-Ni eşdeğerinden daha düşük olduğunu, kırılma tokluğu ve eğilme mukavemetinin ise önemli ölçüde daha yüksek olduğunu gösterdiler. Ayrıca Ni bağlayıcının gevrek bir kırılma sergilediğini, NiTi bağlayıcının ise sünek bir şekilde kırıldığını gözlemlediler.

Çizelge 2.1. Toz metalurjisi kullanan çeşitli kompozit üretim yöntemlerinin özeti (Khodaei ve Yaghobizadeh 2018)

Üretim Yöntemi	Ana Süreç Özellikleri	Pekiştirilmiş Ürünün Yoğunluğu, Tane Yapısı
Geleneksel sinterleme	Katı/sıvı hal sinterleme, Basıncsız sinterleme, gereken süre birkaç saat	Düşük yoğunluk seviyesi maks. TY'nun yaklaşık %90'ı), Yüksek tane irileşme olasılığı, Ucuz, basit süreç
Sıcak presleme	Tek eksenli basınç/izostatik basınç, gerekli zaman 1-2 saat	Yüksek yoğunluk seviyesi (Maks. %98-%99 TY), Tane irileşmesi olasılığı, pahalı
Kıvılcım plazma sinterleme (SPS)	DC darbesi ile konsolidasyon, Süre – birkaç dakika (5–10 dak), Basınç destekli	%99–%100 TY, Daha az tane irileşmesi, Nanoyapı sinterlemeden sonra korunur, Çok pahalı.
Mikrodalga sinterleme	Mikrodalga ile konsolidasyon uygun frekans (2.45 GHz)	Tam yoğunlaşma, tane irileşme olasılığı
Toz dövme	Tek eksenli stresle konsolidasyon (darbe kuvveti)	Tam yoğunlaştırma, dövme yönü boyunca tanelerin konumu
Toz haddeleme	Sıkıştırma kuvveti ile konsolide	Tam yoğunlaştırma, haddeleme yönü boyunca tanelerin konumu
Toz ekstrüzyonu	Kesme gerilimi ile konsolidasyon	Tam yoğunlaştırma, ekstrüzyon yönü boyunca tanelerin konumu
Dinamik toz sıkıştırma	Birkaç dakika içinde şok dalgasıyla konsolidasyon	Tam yoğunlaşma, tane irileşmesi olasılığı yok, hızla katılıyor Denge dışı yapı

2.2. Kompozit Malzemeler

Modern teknolojiler, geleneksel metaller, alaşımlar, seramikler ve polimerik malzemeler tarafından karşılanamayan alışılmadık özellik kombinasyonlarına sahip malzemeler gerektirir. Bu, özellikle havacılık, yüksek sıcaklık, su altı/aşındırıcı ortamlar ve nakliye uygulamaları gibi kritik uygulamalarda kullanılan malzemeler için geçerlidir. Bu tür uygulamalar için, bireysel özelliklerin daha iyi kombinasyonlarını sergileyen özel malzemelere ihtiyaç vardır. Kompozit, her iki bileşen fazın özelliklerinin önemli bir bölümünü sergileyen ve bileşen fazlar arasında farklı bir arayüze sahip olan çok fazlı

bir malzeme olarak kabul edilen özel malzemedir. Kompozit malzemeler matris ve takviye malzemelerini oluşturmaktadır. Matris fazı genellikle takviye malzemelerini tutan yumuşaktır, oysa takviyeler sert ve kırılğan fazdır. Matris fazı, yükü matristen donatıya aktarırken, donatı esas olarak kompozitin yükünü taşır. Matrisin ve takviye fazının doğasına bağlı olarak kompozit malzemeler metal matrisli kompozit (MMC), seramik matrisli kompozit (CMC) ve polimer matrisli kompozit (PMC) olarak sınıflandırılır. Takviye fazı, partikül veya fiber formda olabilir (Chaira 2021).

Kompozit malzemeleri üretmek için çeşitli imalat yöntemleri mevcuttur. Bunlar arasında toz metalurjisi, yüksek kaliteli, karmaşık parçaları yakın toleranslara ekonomik bir şekilde üretme kabiliyetine sahip olduğu için benzersiz bir üretim yöntemidir.

Kompozit malzemeler, hafiflikleri ve üstün mekanik özellikleri nedeniyle son birkaç on yılda güçlü ve seçkin malzemeler olmuştur. Kompozit maddelerin kullanım hacmi ve miktarı hızla artmakta, dolayısıyla yeni pazarlar kazanılmaktadır. Mevcut kompozit maddeler, özelliklerin artırılması için değişen hacim fraksiyonları ile takviye edici liflerin ve matrisin önemli bir oranını oluşturur. Farklı dolgu türlerinin kullanımı da birçok araştırmacı tarafından oldukça yaygın bir uygulamadır ve mühendislik uygulamalarında çok faydalı olduğu kanıtlanmıştır (Godara 2021).

2.2.1. Metal matrisli kompozitler

Metal matrisli kompozitler (MMC'ler) ile elde edilebilecek fiziksel ve mekanik özellikler, onları havacılık, otomotiv ve diğer birçok uygulama için çekici aday malzemeler haline getirmiştir. Daha yakın zamanlarda, partikül takviyeli MMC'ler, nispeten düşük maliyetleri ve karakteristik izotropik özelliklerinin bir sonucu olarak büyük ilgi görmüştür. Takviye malzemeleri karbürleri, nitrürleri ve oksitleri içerir. Parçacık takviyeli MMC'leri üretmek için kullanılan işleme yöntemleri, işleme sırasında metalik matrisin sıcaklığına bağlı olarak gruplandırılabilir. Buna göre prosesler üç kategoriye ayrılabilir: (a) sıvı faz prosesleri, (b) katı hal prosesleri ve (c) iki fazlı (katı-sıvı) prosesler. Fiziksel özelliklerle ilgili olarak, metal matrisli kompozitlerde güçlendirme, işlem sırasında farklı termal büzülme, geometrik kısıtlamalar ve plastik deformasyondan kaynaklanan matriste çok yüksek yoğunluklu dislokasyonlarla ilişkilendirilmiştir (İbrahim 1991).

Takviyelerin matris malzemesi ile kimyasal stabilitesi ve uyumluluğu, yalnızca son uygulama için değil, aynı zamanda malzeme üretimi sırasında da önemlidir. Takviye ve matris arasındaki termal uyumsuzluk gerilimi, e, termal döngüye maruz kalacak kompozitler için önemli bir husustur (İbrahim ve Mohamed 1991).

MMC'lerde arayüzey bağ gücünü en üst düzeye çıkarmak için, ıslanmayı teşvik etmenin, kimyasal etkileşimleri kontrol etmenin ve oksit oluşumunu en aza indirmenin gerekli olduğu artık yaygın olarak kabul edilmektedir. Etkileşim, matris ve takviye arasında mekanik kilitleme veya kimyasal bağlanma şeklinde olabilir. Ara yüzey bağının gücü sıvının yüzey gerilimini aştığında, bir metal ile bir sıvı arasında ıslanma gerçekleşir (İbrahim ve Mohamed 1991).

Matris malzemesine Li, Mg, Ca, Ti, Zr ve P gibi reaktif elementlerin eklenmesi, metal seramik sistemlerin ıslanma özelliklerini şu yollarla iyileştirir: (a) eriyiğin yüzey

geriliminin azaltılması, (b) bir azalma eriyiğın katı sıvı arayüzey enerjisinin veya (c) arayüzde bir kimyasal reaksiyonu indükleyerek. Örneğın alüminyum alaşımlarında, grup I ve II'dekiler (örneğin lityum ve magnezyum) gibi oksijen için yüksek afiniteye sahip elementlerin eklenmesiyle belirli seramiklerin ıslanması artırılabilir (Shelty ve Twu-Wei 1985).

Sınırlı arayüzey reaksiyonları, MMC'lerin yük taşıma yeteneklerini artırabilse de, yüksek işlem sıcaklıkları ile şiddetlenen geniş arayüzey reaksiyon bölgeleri, kompozitin zararına oluşacaktır. Farklı fazlar arası reaksiyonlar oluşmaya başlamadan önce bir dereceye kadar ıslanma gerekli olsa da, bu reaksiyonların kapsamı ve ürünleri çoğunlukla ilgili elementlerin termodinamik potansiyeline bağlı olacaktır (Delenay ve Froyen 1987).

2.2.2. TiB_2 ve TiB_2 takviyeli kompozitler

TiB_2 , yüksek sertlik, çok yüksek bir Young modülü, olağanüstü yüksek sıcaklık mukavemeti, iyi bir termal ve elektrik iletkenliği ve kimyasal kararlılık gibi üstün özelliklere sahiptir. Böylelikle TiB_2 kesici aletler veya aşınmaya dayanıklı uygulamalar için oldukça uygun bir malzemedir. Tek bileşenli (monolitik) olarak kullanılabilmeyle birlikte, metal matrisli veya seramik matrisli kompozitlerde diğer malzemelerle birlikte kullanılmaktadır. Üstün özellikleri sayesinde TiB_2 ve TiB_2 takviyeli kompozitlerden kesici uçlar, aşınma direnci gerektiren parçalar, zırh ve yüksek sıcaklık uygulamaları, havacılık ve savunma sektörü gibi birçok alanda faydalanılır (Munro 2000).

TiB_2 'nin sinterlenmesinin zor olma sebebi; TiB_2 'nin kovalent bağ yapısı ve düşük difüzyon katsayısıdır. Bu nedenle ancak spark plazma sinterleme gibi özel yöntemlerle 1800 °C ve üzeri sıcaklıklarda basınç destekli olarak sinterlenebilmektedir (Torizuka S. 1995, Jüngling Th 1991). TiB_2 'nin sinterlenebilmesi için, Ni, Fe gibi bazı metal bağlayıcılar kullanılmaktadır (Einarsrud 1991, Jüngling 1991).

TiB_2 çok yüksek sertliğe, elastiklik modülüne ve yüksek sıcaklık dayanımına sahip olan bir seramik malzemedir. Bununla birlikte, zayıf sinterlenebilirlik, kırılgeçirlik ve yüksek sıcaklıkta aşırı tane büyümesi, TiB_2 seramiklerinin mühendislik uygulamalarında yaygın olarak kullanılmasını sınırlamaktadır. Saf TiB_2 'nin sinterlenmesi çok yüksek sıcaklıklar gerektirdiğı için ancak spark plazma sinterleme (SPS) gibi 1800 °C ve üzeri sıcaklıklarda basınç destekli olarak sinterlenebilmektedir (Yang 2014, Einarsrud 1997, Gonzalez 1996, Jugling 1991). TiB_2 'nin sinterlenebilmesi için başka bir yöntem ise, Fe, Ni, Co, gibi bazı metal bağlayıcılar eklenerek sıcak pres ile veya basınçsız sinterlenmesidir (Yang 2014, Jugling 1991). Kovalent bağ yapısı, düşük öz-difüzyon katsayısı ve ayrıca toz yüzeyindeki oksit tabakalarının (TiO_2 , B_2O_3) mevcudiyetinin, TiB_2 seramiklerinin sinterlenmesinin zor olmasının nedenleri olduğuna inanılmaktadır (Torisuka 1995, Einarsrud 1997). Bu çalışmada TiB_2 'ye eklenen bağlayıcı alaşım sayesinde sinterleme sıcaklığının düşürölüp SPS yerine basınçsız sinterleme kullanılarak sermet üretilmesi amaçlanmıştır.

Bu çalışmada bağlayıcı element seçerken düşük erime noktasına ve daha iyi ıslatabilirliğe sahip olduğı için demir ve nikel içeren alaşımlar, TiB_2 'nin sıvı faz sinterlenmesi için bağlayıcı alaşım elemanları olarak seçilmiştir. Literatürde çeşitli

bağlayıcı alaşım bileşimleri ile ilgili çalışmalar bulunmaktadır (Yang 2014, Barandika 1998, Davies 1995, Gonzalez 1996, Torisuka 1995, Einarsrud 1997, Jugling 1991).

Literatürde, titanyum diborürün sinterlenmesi ile ilgili çalışmalarda genellikle spark plazma sinterleme (SPS) cihazı veya sıcak pres cihazı kullanılmıştır. Tez kapsamında, basınçsız sinterleme işlemi uygulanmış olması, hem daha ucuz bir üretim metodudur, hem de bu çalışmanın özgün yönlerinden birisidir.

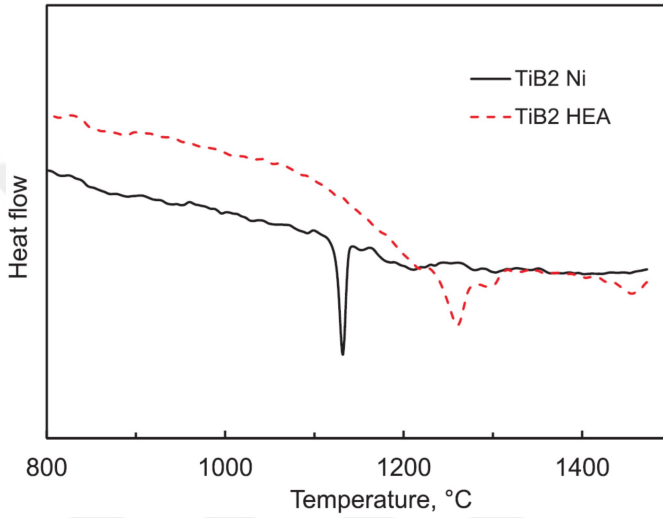
Literatürde, titanyum diborürün sinterlenmesi sırasında WC partiküllerinin de eklendiği az sayıda çalışma bulunmaktadır (Chao 2015, Song 2011). Bu çalışmada, üretilen kompozitlerin yapılarında bulunan WC partikülleri, öğütme ortamından kaynaklanmıştır.

Literatürde TiB_2 'nin sinterlenmesinde kullanılan bağlayıcı alaşım miktarı çeşitli oranlarda değişmektedir. % 8 (Zou 2012) gibi az oranda bağlayıcı kullanılmış olan çalışmalarla birlikte, %33 oranında (Gonzalez 1996) bağlayıcı alaşım kullanılmış olan çalışmalar da bulunmaktadır. Bu çalışmada ağırlıkça %25 oranında bağlayıcı kullanılmıştır.

Shiro Torizuka ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada (Torizuka S, 1995), basınçsız sinterleme kullanarak yoğunlukları %100'e yaklaşan TiB_2 kompakt bileşenleri elde etmek zor olduğundan SiC ilavesi, TiB_2 'nin sinterlenebilirliğini arttırmada çok etkili olmuştur. X-ışını fotoelektron spektroskopisi, toz yüzeyinin ağırlıklı olarak TiO_2 ve B_2O_3 'dan oluştuğunu göstermiştir. 1700 °C'de vakum sinterlemenin kullanılmasıyla, % 2.5 SiC içeren TiB_2 numuneleri teorik yoğunluğunun % 96'sına ulaşmış ve HIP ile % 99 yoğunluk sağlanmıştır. TEM gözlemleri, SiC'in amorf bir faz oluşturması için reaksiyona girdiğini ortaya koymuştur (Torizuka 1995).

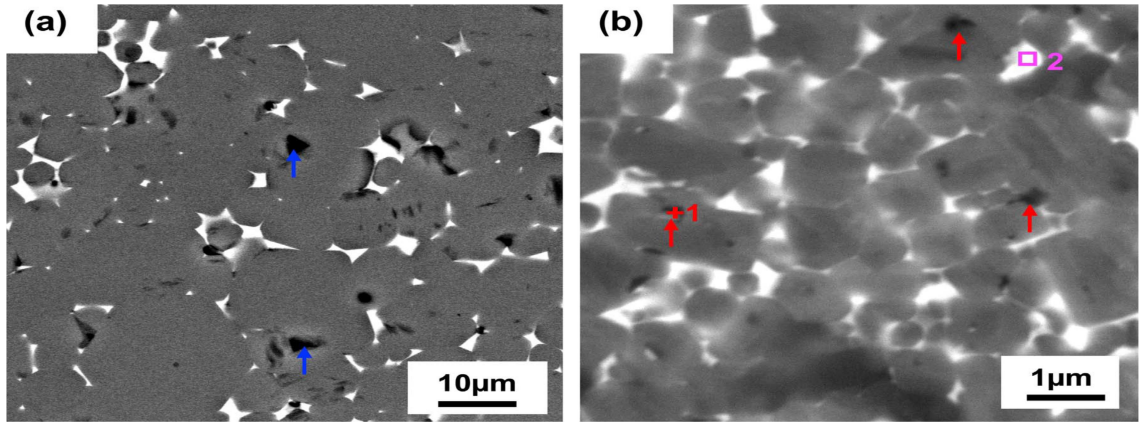
Literatürde, TiB_2 'nin sinterlenmesi için çeşitli bağlayıcı alaşımların incelendiği çalışmalar bulunmaktadır. Rasit Koc ve arkadaşlarının çalışmasında (Fu ve Koc 2017); TiB_2 -ağırlıkça %10 $TiNiFeCrCoAl$ yüksek entropili alaşım (HEA), MA (mechanical alloying-mekanik alaşımlama) prosesi ile $TiNiFeCrCoAl$ HEA tozu üretilmiştir. Ti, Ni, Fe, Cr, Co ve Al elementel tozları (45 µm'den küçük çap ve %99'dan yüksek saflıkta, eşit molar oranda, bir bilyalı tungsten karbür öğütme kavanozunda, T=30 saat, 3 mm çap tungsten karbür bilyeleri ile, BPR 10:1 parametreleri ile öğütülmüştür. Aşırı soğuk kaynaklamayı (birleşmeyi) önlemek için işleme ajanı olarak metanol kullanılmıştır. Üretilen TiB_2 ve HEA tozları, tungsten karbür şişesinde iki saat boyunca öğütülüp 200 MPa basınç, sertleştirilmiş bir çelik kalıpta (12,95 mm iç çap), tek eksenli pres ile kompakt hale getirilmiştir. Sinterleme işlemi; T=1550 °C, t= 1 saat, akan argon (0.1 L / dak) tüp fırındadır. Yüksek entropi alaşımı (HEA), bir eş molar veya yaklaşık eşit molar oranda en az beş ana metalik element içeren bir katı çözelti türüdür. Optimum bileşimler ve işleme koşulları ile HEA'lar yüksek sertlik ve mukavemet, mükemmel süneklik ve olağanüstü oksidasyon dirençleri gösterir. HEA tozlarını hazırlamak için en umut verici yöntemlerden biri mekanik alaşımlamadır (MA). Bu çalışma, geliştirilmiş sertlik ve çentik kırılma tokluğuna sahip yeni bir TiB_2 -ağırlıkça %10 $TiNiFeCrCoAl$ yüksek entropi alaşımı (HEA) sunmaktadır. Geleneksel TiB_2 -Ni kompozitiyle karşılaştırıldığında, $TiNiFeCrCoAl$ HEA ilavesi, sinterlenmiş yoğunluğu arttırmak için TiB_2 'deki oksit safsızlıklarını giderebilir; ve TiB_2 'nin HEA içindeki çözünürlüğünü ve tane-sıvı yüzey enerjisini, tane büyümesini engellemek için azaltır. Mikro yapı

üzerindeki diğer gözlem, sertleşmenin ince tane büyüklüğü ve yüksek bitişiklikten kaynaklandığını göstermektedir ve tokluk artırma; çatlak sapması, dallanma, köprülenme ve tane çıkarma işlemine bağlanabilir. Bu çalışmada, ağ. %10 saf Ni ve ağ. %10 HEA tozları ile TiB_2 toz karışımları DSC analizine tabi tutulmuştur. Şekil 2.8’de görüldüğü gibi, $Ni+TiB_2$ karışımlarında $1130\text{ }^{\circ}C$ ’de erime olmaktadır. Nikelin erime sıcaklığı ise $1453\text{ }^{\circ}C$ ’dir. $1130\text{ }^{\circ}C$ ’deki erimenin, nikelin Ti ile veya B ile reaksiyona girerek yaptığı ötektik dönüşüm nedeniyle olduğu düşünülmektedir. HEA’da ise erime $1260\text{ }^{\circ}C$ ’de görünmektedir. HEA içindeki Ti ve B difüzyonunun, Ni içindeki difüzyondan çok daha yavaş gerçekleştiği ve bu nedenle HAE matris içinde TiB_2 tane büyümesinin çok daha az olduğu belirtilmiştir (Fu ve Koc 2017).



Şekil 2.8. $10Ni+TiB_2$ ve $10HEA+TiB_2$ sistemlerinin DSC analizi (Fu ve Koç 2017).

Şekil 2.9.’da Fu ve Koç’un (2017) çalışmasında elde edilmiş olan $Ni+TiB_2$ ve $HEA+TiB_2$ kompozitlerin SEM mikrografları sunulmaktadır. Bu görüntülerdeki koyu taneler TiB_2 , aralarındaki açık renkli matris Ni veya HEA’dır. Görüldüğü gibi, $HEA+TiB_2$ sisteminde TiB_2 tane boyutu çok daha küçüktür. $Ni+TiB_2$ sisteminde tane boyutu yaklaşık 7 mikron olurken, $HEA+TiB_2$ sisteminde tane boyutu mikron altıdır.



Şekil 2.9. $Ni+TiB_2$ ve $HEA+TiB_2$ kompozitlerin SEM mikrografları (Fu ve Koç 2017).

Koç ve arkadaşlarının diğer bir çalışmasında; (Fu ve Koc, R., 2017) ağırlıkça %5, 10 ve 20 HEA içeriğine sahip bir dizi TiB_2 - $TiNiFeCrCoAl$ yüksek entropi alaşımı (HEA) bileşimi, akan argonda 1550 °C'de uygulanan dış basınç olmadan % 95'in üzerinde bir nispi yoğunlukta üretildi. Araştırmalar; sıvı HEA oluşumunun, bir sıvı faz sinterleme mekanizması yoluyla sinterlemeyi kolaylaştıran optimize edilmiş bir öğütme işlemi yardımıyla desteklendiğini ve HEA, TiB_2 'deki oksit safsızlıkları ile reaksiyona girebildiğini ve haliyle yoğunlaştırmayı geliştirdiğini göstermiştir. Mikro yapılar ve özellikler üzerine sürekli gözlemler, sırasıyla ağırlıkça %5, 10 ve 20 HEA içeren numuneler için; sinterlenmiş kompozitlerin mikronaltı tane boyutunun 0.90 ± 0.11 , 0.79 ± 0.09 ve 0.74 ± 0.07 μm ; 23.3 ± 0.9 , 21.6 ± 1.0 ve 17.5 ± 1.2 GPa'lık yüksek sertlik; ve yüksek yoğunlukta kırılma tokluğu 8.7, 11.1 ve 12.8 $0.6 MPa.m^{1/2}$ olduğunu göstermiştir. Yüksek sertlik esas olarak ince tanecik boyutuna bağlanmıştır ve sertleştirme mekanizmaları çatlak sapmaları, FCC HEA'nın yüksek plastikleri içerir ve kırılma borür fazı oluşmadan devam edilmiştir. HEA'nın TiB_2 'ye eklenmesi yoğunlaşmayı önemli ölçüde artırabilir, ince mikroyapılarla sonuçlanabilir ve mekanik performansı iyileştirebilir. Bir seri TiB_2 - $TiNiFeCrCoAl$ HEA kompozitleri üretilmiştir. Örnekler, toz hazırlama yönteminden avantajlar sağladığı için akan argonda 1550 °C'de harici basınç uygulanmadan %95'in üzerinde bir nispi yoğunluğa erişebildi. Nispi yoğunluğu arttırmak için TiB_2 -HEA tozlarının optimize edilmiş bir bilyalı değirmen işlemi gereklidir, çünkü:

1-Bilyalı değirmen, partikül boyutunun azalması ve sonuç olarak TiB_2 'nin sıvı HEA'daki çözünürlüğünün artması nedeniyle sıvı faz HEA oluşumunu teşvik edebilir ve

2- Bilyalı değirmen yardımıyla HEA ilavesi, oksit safsızlıklarını giderebilir ve yoğunlaşmayı hızlandırabilir (Koc, R., 2017).

Yukarıda belirtilen literatür analizleri ışığında bu çalışmada, ağırlıkça %75 oranında TiB_2 , %25 oranında (ve daha az) bağlayıcı alaşım içeren sermet (metal alaşımı ile bağlanmış seramik partikülleri) malzemelerin, 1375 °C sıcaklıkta sinterlenmesi amaçlanmıştır.

3. MATERYAL VE METOT

Titanyum diborürün, ağırlıkça çeşitli oranlarda (%10, 17,5, 25) bağlayıcı alaşım tozlarıyla homojen olarak karıştırılıp, bilyalı değirmende öğütülüp, karışımın soğuk veya ılık preslenerek şekillendirilmesi ve basınçsız sinterlenmesiyle titanyum diborür takviyeli bağlayıcı alaşım içeren kompozitlerin üretimi ve üretilen parçaların karakterize edilmesi bu tezin kapsamını oluşturmaktadır.

İşlem basamakları Şekil 3.1.'deki şemada verilmiş olup kısaca şöyledir; kullanılacak tozlar belirlenen oranlarda tartılarak havanda karıştırılmıştır. Karıştırılan tozlar yağlanan kalıba boşaltılmıştır. Daha sonra soğuk pres yapılarak tozlar sıkıştırılmış ve numune kalıptan çıkarılmıştır. Kalıptan çıkan numunenin boyu, eni, kalınlığı sinter öncesi yoğunluk hesaplamaları için kumpasla ölçülmüştür. Ağırlığı ise hassas terazide tartılmıştır. Bu numuneler atmosfer kontrollü boru fırında sinterlenerek çıkan parçaların havada ve suda tartılmıştır. Bu verilerden yoğunluk değerleri belirlenmiştir. Bu işlemler sonucunda içyapıyı görebilmek için numuneler zımparalanarak mikroskopta incelemeleri yapılmıştır.



Şekil 3.1. Genel İşlem Şeması

Aşağıdaki genel çizelgede, bu çalışma kapsamında üretilmiş olan ve sinterleme işlemine tabi tutulmuş olan numuneler yer almaktadır. Numunelerin içerdiği matris türü, numune kodunun ilk harfinde belirtilmiştir (örn. Ni için N, Fe için Fe). Matris oranı sonraki sayılardır (örn. ağ. %17,5 için 17, %25 için 25). Soğuk pres öncesi PEG eklenmiş olan numunelerin kodunda P harfi ile belirtilmiştir. Öğütme uygulanmış olan parçaların kodunda O bulunmaktadır. Ilık sıkıştırma uygulanmışsa I bulunmaktadır. Soğuk sıkıştırma basıncı, son rakamla belirtilmiştir (Örn. 400 MPa için 4).

Çizelge 3.1. Genel Deney Çizelgesi

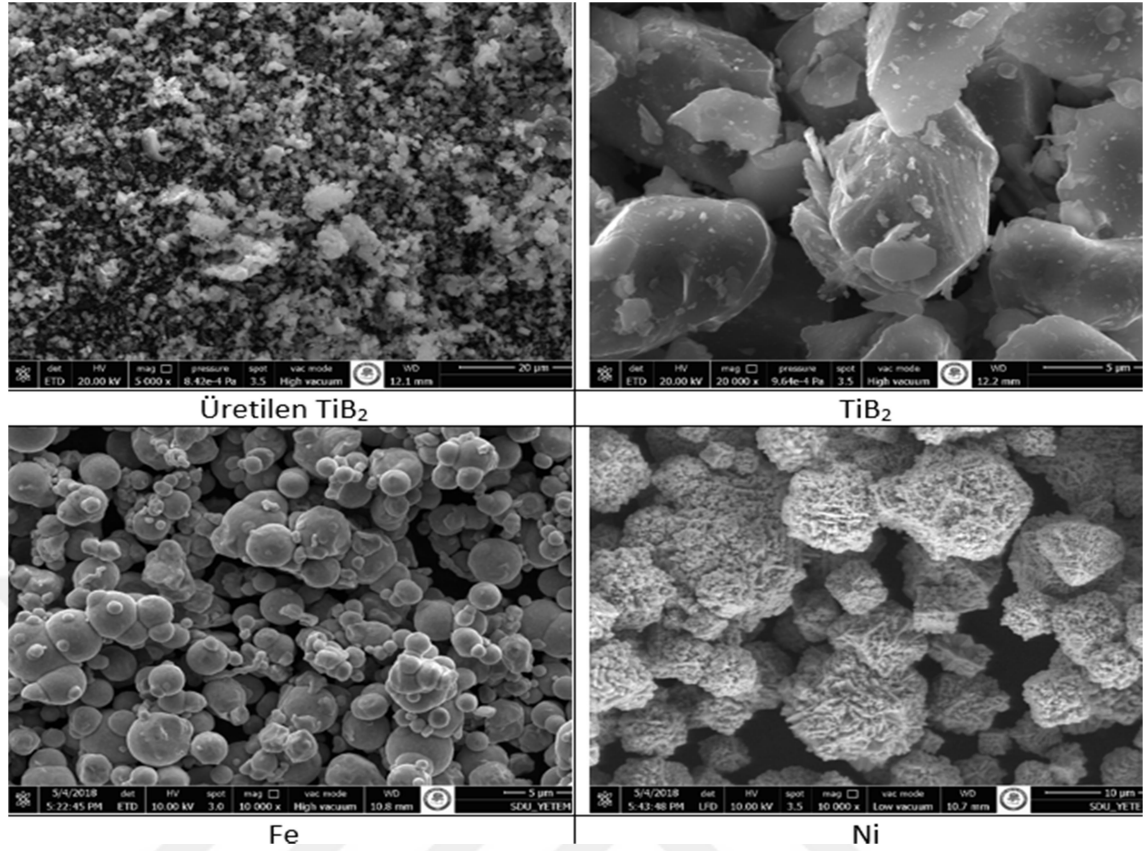
Deney Kodu	Numune Kodu	Ağ. %Bağ.	Hac. % Bağ.	Pres (MPa)	PEG g/g (%)	Granülleme	Öğütme (dev-süre (s))
Ni li Öğütmesiz							
NT10-4	38	10	5	400	-	-	-
NT10-4	39	10	5	400	-	-	-
NT17-4	40	17	9,5	400	-	-	-
NT17-4	41	17	9,5	400	-	-	-
NT25-4	36	25	15	400	-	-	-
NT25-4	37	25	15	400	-	-	-
NT25-5	27-1	25	15	500	-	-	-
NT25-5	33	25	15	500	-	-	-
NT25-P3	9-1	25	15	300	1	Var	-
NT25-P5	17-1	25	15	500	6	Var	-
NT25-I5	25-1	25	15	500 (150 °C)	-	-	-
NT25-I5	26-1	25	15	500 (200 °C)	-	-	-
NTZ25-5	35	25	15	500	-	-	-
NTÜ25-6	32	25	15	500	-	-	-
Ni li Öğütmeli							
NTO25-P5	16-1	25	15	500	6	Var	250 -2
Fe li Öğütmesiz							
FT16-P5 (1250)	1-2	16	10	500-300	2	Var	-
FTC16-P5 (1250)	4-2	16	10	500	0,7	Var	-
FT16-5	44	10	16		-	-	-
FT16-5	47	16	10	500	-	-	-
FT16-P5	7-1	16	10	500	1,4	Var	-

Çizelge 3.1'in devamı

FT16-P5	48	16	10	500	1	Var	-
FT25-P5	19-1	25	16	500	6	Var	-
Fe li Öğütmeli							
FTO16-5	42	16	10		-	-	100-12
FTO16-5	45	16	10		-	-	100-12
FTO16-5	49	16	10	500	-	-	100-12
FTO16-P5	5-2	16	10	500	2	Var	100-12
FTO16-P5	43	16	10		1	Var	100-12
FTO16-P5	50	16	10	500	1	Var	100-12
FTO25-5	46	25	16		-	-	100-12
FTO25-P5	18-1	25	16	500	6	Var	250-2
FeNi Öğütmesiz							
FNT16-P3 (1250)	2-2	16	10	300	0,5	Var	-
FNT16-P5 (1250)	3-2	16	10	500	0,7	Var	-
FNT25-P5	21-1	25	16	500	6	Var	-
FeNi Öğütmeli							
FNTO16-5	6-1	16	10	500	-	Var	100-12
FNTO25-P5	20-1	25	16	500	7	Var	250-2
Alaşım2							
FNCT25-5	13-2	25	16	300	1	Var	-
FNCTO25- P5	14-2	25	16	300	1	Var	250-2
FNCTO25-5	14-1	25	16	300	1	Var	250-2
FNCTTO25- P5	15-1	25	16	250	1	Var	250-2
FNCTTO25- P5	15-2	25	16	250	1	Var	250-2
316L Öğütme							
316LO25-P6	22-1	25	16	500	6	var	250-2

3.1.Kullanılan Tozlar ve Toz Karışımlarının Hazırlanması

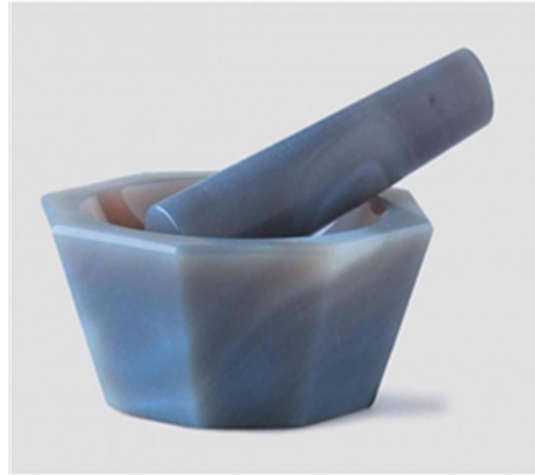
Deneyler Merck markalı, <10 µm boyuta sahip TiB₂ tozlarıyla yapılmıştır. Kullanılan bağlayıcı malzemeler de dahil olmak üzere tozların saflık dereceleri ≈ %99'dur. TiB₂ tozunun parçacıkları düzensiz şekillidir ve boyutları 10µm'den küçüktür. Şekil 3.2.'de TiB₂ tozunun SEM görüntüsü verilmiştir.



Şekil 3.2. Deneylerde kullanılan tozların taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü

Başlangıç deneylerinde, ağırlıkça %25 oranında bağlayıcı alaşım içeren TiB_2 bazlı sermetlerin üretimi amaçlanmaktadır. Titanyum diborür partiküllü kompozit üretirken, toz karışımındaki oksitlerin temizlenmesi ve istenmeyen ikincil borürlerin oluşumunu en aza indirmenin yanı sıra sinterleme yardımcısı olarak karışıma bazı metal elementler ilave edilmiştir. Kompoziti oluşturan elementlerin bileşim oranları bu ilkelere göre ayarlanmıştır ve TiB_2 matrise toz halinde yalnızca Ni, yalnızca Fe sonrasında Ni-Fe ve alaşım sistemleri denenerek farklı numuneler üretilmiştir. Alaşım sistemi için literatürdeki çalışmalar göz önünde bulundurularak, TiB_2 takviye fazına toz halinde Fe-Ni-Co ve Ti eklenmiştir.

Tozların gereken miktarlarda tartılması ve karıştırılması için kullanılan terazi ve havan Şekil 3.3.'te gösterilmiştir.



Şekil 3.3. Hassas Terazi ve Havan

Ağırlıkça farklı yüzdelerde bağlayıcı tozu içeren TiB_2 kompozitlerinde TiB_2 ve bileşenlerinin miktarlarının hesaplanması $\rho=m/V$ formülüyle hesaplanmıştır. Formüldeki; ρ =yoğunluk(gr/cm^3), m =ağırlık(gr), V =hacim(cm^3)'dir. Kompozitin toplam hacmi, üretilen kompozitlerin yüzey alanı ve yüksekliğinin çarpılmasıyla hesaplanmıştır. Buna göre toplam hacmi hesaplanan karışımın, % istenilen bağlayıcı alaşım oranına göre ve o bağlayıcının yoğunluğuna göre, kütleleri formülize edilerek hesaplanmıştır. Kütleleri bu şekilde belirlenen ve tartılan tozlar daha sonra kalıba koyularak soğuk veya ılık presleme işlemine tabi tutulmuştur.

Çalışmanın ilerleyişine göre anlatılacak olan deneylerin toz hazırlama süreçleri ve kullanılan başlangıç miktarları Çizelge 3.2.'de verilmiştir.

Tez kapsamında başlangıç numuneleri olarak hacimce %10 bağlayıcı oran esas alınarak tozlar karıştırılmıştır. Bağlayıcı element olarak Fe, Fe-Ni, Fe-Cu, nFe kullanılmış ve %100 Ni olarak da bir deney yapılmıştır. Kuru karıştırılmalı deneyler yerine, yapılacak numunenin toplam kütlelerinin %1 i kadar eklenecek olan PEG için; belirli oranda PEG içeren alkol bir kaptaki karıştırılmıştır. Tozların birbirine tutunmasını sağlayan PEG, farklı derişimlerde numuneye eklenmiştir. Toz-PEG karışımı paslanmaz çelikten imal edilmiş havanda karışımın ıslaklığı geçip havana yapışmaması sağlanıncaya kadar karıştırılmıştır. Granülizasyon işlemi, PEG içeren toz karışımlarının 200 mesh (70 mikron) elekten geçirilmesi ile gerçekleştirilmiştir. Ham tozların granüllü-granülsüz-öğütülmüş ve öğütülmemiş kombinasyonları denenmiştir. Tozların parça içinde homojen dağılmasını sağlamak amacıyla yapılan öğütme işlemi; tungsten karbür kavanoz ve bilyaları içeren bilyalı değirmende 100 dev/dk hızla 12 saat olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Başlangıç deney içeriği Çizelge 3.2.'de verilmiştir.

Çizelge 3.2. Sinter Öncesi Özellikleri; Ağ. %16 oranında farklı matris içeren kompozitler

Numune Kodu	S.Ö. Kütle (g)	S.Ö. Kalınlık (mm)	S.Ö. %TY.
FT16-P5 (1250)	1,03	3,3	72,4
FNT16-P3 (1250)	1,08	3,8	65,4
FNT16-P5 (1250)	1,02	3,4	70,6
FTC16-P5 (1250)	1,03	3,2	75,7
FTO16-P5	0,76	2,4	73,9
FNTO16-5	1,08	2,6	72,6
FT16-P5	0,96	3,1	72,7
NT25-P3	0,98	3,3	65,8

Başlangıç deneylerinden sonra literatürü de esas alarak TiB_2 'ye farklı alaşımlar eklenerek devam edilmiştir. Bunun yanı sıra %100 Ni içeren ve %100 alaşımdan oluşan numuneler de yapılmıştır. Bu alaşım; Fe, Ni, Co, Ti'den oluşmaktadır. Önceki deneylerde esas alınan hacimce %10=ağırlıkça %16 bağlayıcı oran ile yapılmış olan deneylere ağırlıkça %25 bağlayıcı oranı ile devam edilmiştir. Alaşım için ağırlıkça %25, hacimce %20'ye denk gelirken; Ni için ağırlıkça %25, hacimce %16 olur. Tozların parça içinde homojen dağılmasını sağlamak amacıyla yapılan öğütme işlemi; konulan toz ağırlığının 10 katı konulan tungsten karbür (WC) bilyalı değirmende, 100 dev/dk hızla 2 dk çalışıp 1 dk durma şeklinde olarak toplam 3 saat ve konulan toz ağırlığının 30 katı WC bilya konarak 250 dev/dk hızla 2 dk çalışıp 1 dk durma şeklinde ilerleyerek toplam 3 saat olacak şekilde farklı parametrelerle gerçekleştirilmiştir.

Farklı içeriklerdeki alaşımlar için başlangıçta 6 parçalık (yükseklik 2,5- 2,5*6) tozu hesaplanarak kütleler belirlenip tartılmıştır. Toplamda 6 parça için 6,5 g toz tartılmıştır. Tozlar havanda karıştırılıp 2 pelet için (yükseklik 5mm) gereken 2,12 g toz, öğütmesiz deneyler için ayrılmıştır. Geriye kalan tozlar değirmene atılarak belirtilen parametrelerde öğütülmüştür.

Bu deneyler yapıldıktan sonra alaşım değerleri ve içerikleri değiştirilmiş olup alaşımının kendi içindeki değerleri sırasıyla; Fe, Ni, Co- ağırlıkça % 63-27-10 olacak şekilde sabitlenmiştir ve ağırlıkça %75 TiB_2 - %25 bağlayıcı oranı uygulanmıştır.

Deney içeriği Çizelge 3.3.'te verilmiştir.

Çizelge 3.3. Sinter Öncesi Özellikleri; Ağ. %25 oranında farklı matris içeren kompozitler

Numune Kodu	İçerik	S.Ö. Kütle (g)	S.Ö. Kalınlık (mm)	S.Ö. %TY.
FNCT25-5	TiB ₂ Fe,Ni,Co	0,85	2,9	64,4
FNCTO25-P5	TiB ₂ Fe,Ni,Co	0,96	3,1	67,9
FNCTO25-5	TiB ₂ Fe,Ni,Co	0,94	3,1	69,3
FNCTTO25-P5	TiB ₂ Fe,Ni,Co,Ti	1,02	3,4	66,8
FNCTTO25-P5	TiB ₂ Fe,Ni,Co,Ti	0,99	3,3	67,2

TiB₂'ye eklenen alaşımlı deneylerden daha iyi sonuç veren Ni, Fe, FeNi bağlayıcılarına yoğunlaştırılmıştır. Önceki deneylerdeki Ni, Fe, FeNi ile yapılan deneylerin parametreleri; içerikleri, PEG oranları, presleme basınçları, sinterleme sıcaklıkları değiştirilerek deneyler tekrar gerçekleştirilmiştir. Ağırlıkça %25 bağlayıcı alaşım, %75 TiB₂ oranı esas alınmıştır. Bu gruptaki her numuneye %6 derişimli 1 cc PEG oranı uygulanıp 70 mikron (200 mesh) olan elekten geçirilip granüllenererek, presleme basıncı 500 MPa (4,5 ton) olarak soğuk presleme yapılmıştır. Öğütmeli ve öğütmesiz olarak yapılması planlanan deneyler için öncelikle kütleler hesaplanmıştır. Her seferinde öğütölmek için 4 peletlik hesaplanan ve yaklaşık 4,5 g olan toz karışımları için değirmene toplam 118 g WC bilya konulmuştur. bilya/toz oranı 1/18 olarak alınmıştır. Bilyaların ve toz karışımının bulunduğu kaba 45 cc saf alkol eklenerek 250 dev/dk hızla 2 dk çalışıp 1 dk durma şeklinde ilerleyerek toplam 3 saat olarak değirmen çalıştırılmıştır. Öğütme sonrası numunelerin kütlelerinde artış gözlemlenmiştir.

Öğütmesiz deneyler içinse 1 peletlik hesap yapıp tartılarak işlemlere devam edilmiştir. Diğer parametreler içerik dışında aynı tutularak öğütmenin sinterlemeye etkisi gözlemlenmek istenmiştir. Öğütmesiz deneylerin başlangıcı olan 17-1 deneyinde

PEG derişimi 20 cc alkol ve 0,6 g PEG karıştırılarak karışımın derişimi %3 olarak denenmek istemiştir. Çünkü yüksek derişimli PEG de numunenin gözenekli çıkmasına, iyi sinterlenememesine sebep olabilir ve aynı içeriğe sahip kompozitlerde PEG etkisi de gözlemlenmek istenmiştir. Ama soğuk pres sonrası parçanın üst yüzeyinin ayrılması sebebiyle tekrar %6'ya çıkarılarak deneylere devam edilmiştir. Numunenin üst yüzeyinin pres sonrası ayrılmasının sebebi PEG dışında yüksek basınçtan da kaynaklı olabilir. Ama basıncın düşürülmesi numunenin ham yoğunluğunun düşük çıkmasına sebep olacağı için ilk aşamada sadece PEG derişimi yükseltilmiştir. Deney içeriği Çizelge 3.4.'te verilmiştir.

Çizelge 3.4. Sinter Öncesi Özellikleri; Ağ. %25 oranında farklı matris içeren kompozitler

Numune Kodu	S.Ö. Kütle (g)	S.Ö. Kalınlık (mm)	S.Ö. %TY.
NT025-P5	1,01	3,1	71,4
NT25-P5	0,95	3,02	68,9
FT025-P5	1,03	3,2	72,1
FT25-5	0,97	3,1	70,1
FNT025-P5	0,86	2,67	71,6
FNT25-P5	0,98	3	72,6
316LO25-P6	1,04	3,2	72,2
23-1 316LTiB ₂	0,94	3	69,6

Yapılan deneyler ve sonuçları göz önünde bulundurularak, sonuçları alaşımli sisteme göre daha iyi çıkan Ni'li ve Fe'li kombinasyonlarla çalışmalara devam edilmiştir. Kıyaslama açısından kullanılan ticari TiB₂ yerine laboratuvarıda ürettiğimiz TiB₂ kullanılarak ve Ni'li deneylerin birine Zr eklenerek de çeşitlilik sağlanmıştır. Öğütmeli, öğütmesiz gibi parametrelerin yanı sıra ağırlıkça bağlayıcı oranını 10, 17,5, 25 şeklinde değiştirmemiz bize sonuçları mukayese açısından görüş kazandırmıştır. Deney içeriği Çizelge 3.5.'te verilmiştir.

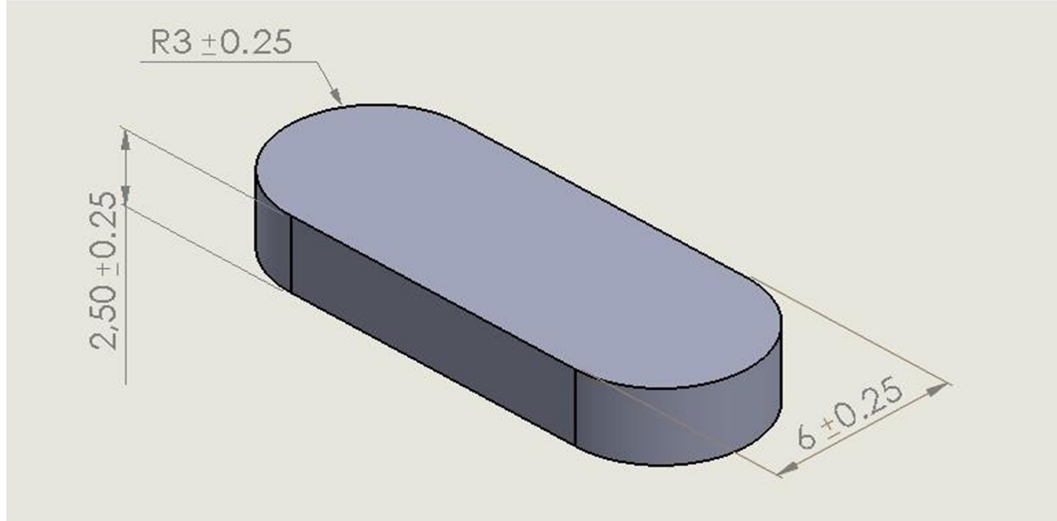
Çizelge 3.5. Sinter Öncesi Özellikleri; Ağ. %10-17,5-25 oranında farklı matris içeren kompozitler

Numune Kodu	S.Ö. Kütle (g)	S.Ö. Kalınlık (mm)	S.Ö. %TY.
NT25-I5	1,12	3,58	68,6
NT25-I5	1,14	3,5	71,4
NT25-5	1,15	3,73	67,6
NTÜ25-5	1,11	4	60,8
NT25-5	1,12	3,6	68,2
NTZ25-5	1,12	3,7	66,3
NT25-4	1,1	3,76	64,1
NT25-4	1,08	3,75	63,1
NT10-4	0,99	3,78	57,4
NT10-4	0,99	3,78	57,4
NT17-4	1,05	3,85	59,8
NT17-4	1,05	3,85	59,8
FT16-5	1,1	3,74	65,9
FT16-5	1,09	3,74	65,3
FT16-P5	1,06	3,5	67,8
FTO16-5	1,08	3,6	67,2
FTO16-P5	1,09	3,57	68,4

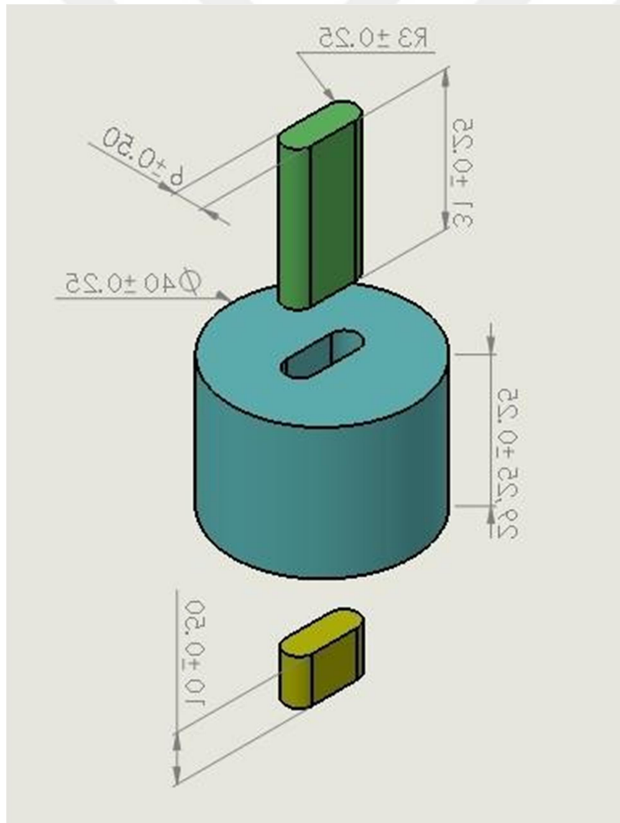
3.2. Toz Karışımlarının Preslenmesi

Karışım tozları, 3 nokta eğme testleri için standart boyutlarda numune üretmemizi sağlayan çelik kalıplarda preslenmiştir. Kullanılan kalıp ve çıkan standart numune Şekil 3.4. ve 3.5.'te de verilmiştir.

Tozlar homojen bir şekilde karıştırıldıktan sonra, oluşturulan toz karışımları kesit alanı 88,27 mm² olan kalıba dikkatlice dökülmüştür. Kalıp kullanılmadan önce temizlenmiştir ve iç kısmı yağlayıcı olarak kullanılan stearik asitle silinmiştir. Bu yağlayıcılar tozların kalıba yapışmamasını ve preslenen numunenin kalıptan kolay çıkmasını sağlamıştır. Elde edilen numunelerin boyu ve eni sabit olup genellikle 16 mm boyunda, 6 mm genişliğinde ve değişken kalınlıklarda olmasına rağmen genellikle 3 mm kalınlığındadır.



Şekil 3.4. Soğuk preslenerek üretilen ham parçanın üç boyutlu çizimi ve boyutları (Dere M.A. 2019)



Şekil 3.5. Kullanılan kalıbın üç boyutlu çizimi ve boyutları (Dere M.A. 2019)

Soğuk presleme tek yönlü gerçekleşmiş ve uygulanan presleme basıncı, 300-400-500 MPa olarak değişkenlik göstermiştir. İşleme, kalıbı pres kalıbının altına yerleştirilerek başlanmıştır. Kalıbın presleme sırasında zarar görmemesi için, presin temas edeceği noktalara eşit yük gelecek şekilde ortaya yerleştirilmiştir.

Aksi durumda kalıp, dağılıp etrafa sıçrayabilir. Presleme işlemi, toz karışımına bir anda yüksek basınç uygulayıp tek bir noktada topaklanmasını önlemek amacıyla kademeli olarak gerçekleştirildi. Basınç; kalıp ile pres temas ettikten sonra ilk olarak 100 MPa basınç maruz bırakılır sonrasında 10 saniye bekletilerek pres gevşetilir. İkinci seferde 200 MPa basınç ve 10 saniye bekletme sonrası tekrar pres gevşetilir. Son seferde gevşetilen pres 500 MPa basınca yükseltilerek 1 dakika beklendikten sonra gevşetilir ve presleme işlemi tamamlanmış olur. Bu işlem diğer basınç değerleri için de bu şekilde uygulanmıştır.

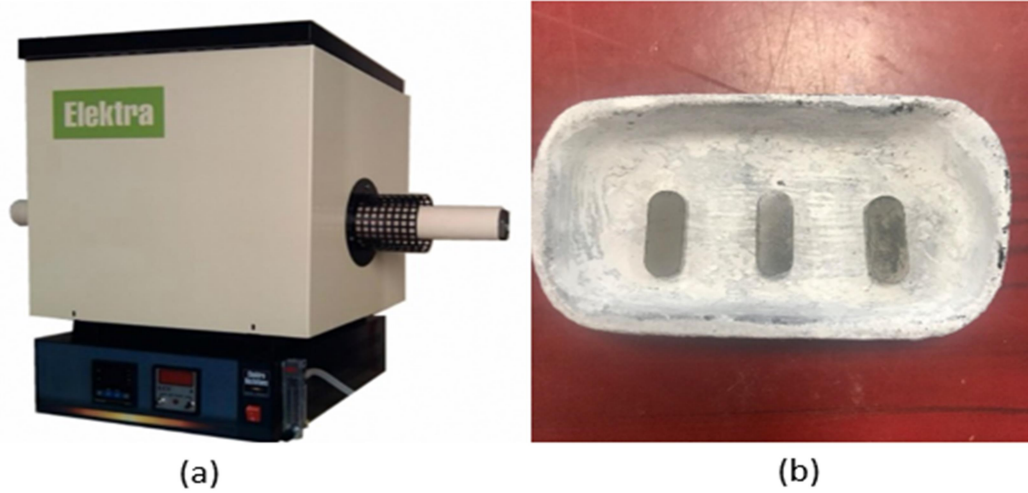


Şekil 3.6. Hidrolik preste numunenin kalıptan çıkarılması

Ilık preslemeyle sıkıştırılan numunelerde kalıp soğuk preste kullanılan stearik asitten farklı olarak molikotla yağlanarak, sıcak preste (HP) gerekli programı yazarak basılmaya hazır hale getirilmiştir. İstenilen sıcaklıklara 30 dk'da çıkan, o sıcaklıkta 10 dk bekleyen ve sonrasında soğumaya geçen program seçilip program başlayınca elektronik ekrandan ayarlamasını yaptığımız pres basıncına basılıp, basıncın çok fazla yükselmemesi için kontrol edilmiştir. Eğer basınç çok yükselirse yükleme azaltılıp istenilen değerlere geri getirilmiştir. (500-400 MPa) 150 ve 200 °C sıcaklıklarda ılık pres yapılmıştır.

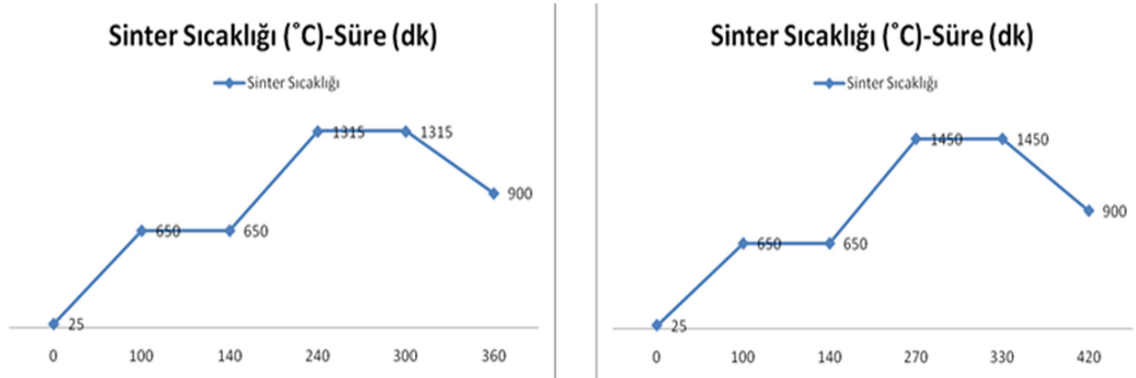
3.3. Sinterleme İşlemleri

Sinterleme sırasında polimer/yağlayıcı yakılması, parçacıklar arası bağlama, boyut değişimi ve mikroyapının önemli miktarda irileşmesi gibi birçok önemli olaylar gerçekleşir. Toz metalürjisinin yaygın kullanılan basamaklarından biri olan basınçsız sinterleme işlemi yapılırken sinterleme döngüsünde sıcaklığı ve ısıtma hızını kontrol eden sinterleme fırını kullanılmıştır.



Şekil 3.7. (a) Elektra fırın, (b) Kroze içinde preslenmiş numuneler

Kroze içine yerleştirilen preslenmiş numuneler için sinterleme işlemi 200 ml/dak debide akan argon atmosferi altında ile $T_{iç}$ 1375 °C olarak uygulanmıştır (bazı deneylerde 1215 °C). Isıtma ve soğutma hızları 5 °C/dak'dır. Sinterleme işlemi mullit boruya sahip bir fırında, argon atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Bu sıcaklıklarda 60 dakika bekleme süresi uygulanmıştır. Bu sıcaklıklara 5-6 °C/dk ısıtma hızında çıkılmıştır. Sinterleme grafikleri de aşağıda verilmiştir. Üretilmiş kompozitlerin ham yoğunlukları, teorik yoğunlukları hesaplanmış ve öğütmenin, PEG eklemenin, basıncın, sinterleme sıcaklığının nasıl bir etki yaptığı gözlemlenebilmiş ve deneylerin devamı için fikir edinilmiştir. Sinterlemeden sonra teorik yoğunluğun hesabı için çıkan parçanın kalınlığı ve kütlesi ölçülmüştür.



Şekil 3. 8. $T_{iç}$ 1275-1315 °C Sinterleme Sıcaklık-Zaman grafiği

3.4. Metalografik ve Mekanik İncelemeler

3.4.1. Yoğunluk ölçümleri

Sinterleme işleminden sonra Arşimet prensibi kullanılarak kompozitlerin yoğunlukları ölçülmüştür. Bu yöntemde yoğunluğu belirlenecek numunelerin havada ve suda ölçümleri yapılmıştır. Önce havada kuru olarak tartılan numuneler daha sonra saf su dolu hazne içerisine daldırılarak sudaki ağırlıkları ölçülmüştür.

Parçanın içine su alıp gözeneklere su dolması sonucunda doğru sonuç vermemesi ihtimalini ortadan kaldırmak için, 3 nokta eğme testinden önce ölçümleri yapılmıştır. Düzenegin görseli Şekil 3.9.'da verilmiştir.



Şekil 3.9. Arşimet yöntemi ile yoğunluk ölçümü mekanizması

3.4.2. Üç Nokta Eğme Testleri

Üretilen kompozitlere yoğunluk ölçümü sonrası üç nokta eğme testleri uygulanmıştır. Bu test için 50 kN kapasiteli Shimadzu Autograph çekme-basma test cihazı kullanılmıştır. Görselde görüldüğü gibi cihazın alt mesnetleri arasındaki açıklık 10 mm'dir. Test için öncelikle numunenin sinterleme sonrası kumpasla ölçülen kalınlık ve genişlik değerleri Trapezium-X programında girilmiştir. Numune aparatın üzerine düzgün şekilde yerleştirilip, cihaz numuneye temas edecek kadar aşağı indirildikten sonra bilgisayardan test başlatılarak ölçüm değerleri kaydedilmiştir.



Şekil 3.10. Çekme-basma test cihazı ve uygulaması

Test sonrası kompozitlerin gerilme ve birim şekil değişikliği değerlerini içeren diyagramlar elde edilmiştir. Bu diyagramlardan elde edilen verilerle numunelerin 3-nokta eğme dayanımı ve % şekil değişimi değerleri hesaplanmıştır

3.4.3. Sertlik ölçümleri

Sertlik ölçümleri; daha net sonuçlar vermesi açısından ve sinter sonrası Brinell sertlik yöntemiyle ölçümü yapılamayan numuneler için de sertlik ölçülebilmesi bakımından Vickers sertlik yöntemi tercih edilmiştir. Mikrosertlik aleti hassas bir alet olup kontrolü otomatiktir. Sertliği ölçülecek numune, mikroskobun tablasına oturtuldu ve net görüntü elde edilinceye kadar mikroskop tablası yukarı-aşağı hareket ettirilmiştir. Net görüntü elde edilip içyapıda tercihen gözeneksiz kısım bulununca sertlik ölçen uç numune üzerine getirilmiş ve test başlatılmıştır. Uç, otomatik olarak numuneye batar ve 20 saniye sonra yine otomatik olarak geriye döner. Böylece numunenin üzerine bir iz elde edilmiş olur. Bu izin boyutlarını ölçmek için mikroskobun tablası objektifin altına getirilmiş ve iz gözlenmiştir. İzin konumu objektifteki 2 çizgi arasına sıkıştırılıp, yatay ve dikey olarak belirlendikten sonra sonuç kaydedilmiştir. Mikro-sertlik deneyi için 2 standart uç kullanılır. Kullanılan uç, 136°'lik tabanı kare olan piramit uçtur (Vickers ucu).



Şekil 3.11. Mikro-sertlik ölçüm cihazı

3.4.4. Metalografik incelemeler için numunelerin hazırlanması

Gerekli testleri yapılan numuneler bakalite alınmıştır. Bakalite alma işlemi 3 nokta eğme testinden sonra numuneden ayrılan bir parçanın, tercihen küçük ve düzgün yüzeyli olanın, iletken bakalit tozu dökülerek çok yüksek basınç ve sıcaklık altında sıkıştırılması işlemidir. İletken bakalit tozu taramalı elektron mikroskobundan daha iyi görüntüler alınmasını kolaylaştırır. Burada bakalite almamızdaki amaç, çoklu ölçüm ve mikroskop görüntüsü elde edebilmemizin yanı sıra kenarları radyuslu ve tutulması zor parçaların mikroskop altında incelenebilmesi için uygun hale getirilmesidir.

Mikroyapının mikroskopta net ve düzgün şekilde görülebilmesi için yüzeyin düz ve parlak olması gerekir. Bunun için bakalite alınan parçalar parlatılmıştır. Parlatma işleminde kullanılan zımpara cihazı Metkon marka su soğutmalı bir polisaj cihazıdır. Bu zımpara cihazı ile farklı bileşime sahip kompozit malzemelerin yüzeyindeki pürüzler

yok edilinceye kadar numuneler zımparalanır. Numuneler sırasıyla 600, 1200, 3000, 4000 grit zımparaya tabi tutulup en son kumaşta parlatılıp yüzey ayna parlaklığına getirildiğinde mikroyapı incelenmesi için uygun olduğu kabul edilir ve mikroskopta incelemeye geçilir.



Şekil 3.12. Döner tablalı zımparalama ve parlatma makineleri

3.4.5. Optik mikroskop ve SEM incelemeleri

Mikroskop incelemesi Nikon Eclipse Işık Mikroskobu ile yapılmıştır. Her numunenin değişik bölgelerinden farklı büyüklükte görüntüler alarak mikroyapılar gözlemlenebilmiştir. Bilgisayarda bu görüntüleri Clemex Vision Lite programı ile incelenebilmektedir. Bu programda iyi parlatılmış yüzeylerin net resimlerini gerekli ayarlamaları yaptıktan sonra çekilerek kaydedip yorumlanmıştır.

Maksimum 1000 büyötmeye sahip optik mikroskop görüntüleri iç yapıyı görmemizi tam olarak sağlayamadığı için numunelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri Süleyman Demirel Üniversitesi Enerji Araştırmaları Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde bulunan FEI marka, Quanta FEG 250 model taramalı elektron mikroskobu ile yapılmıştır. İncelenen bölgede hangi elementlerin varlığı ve var olma yüzdesi gibi değerleri bize veren X-ışını ile Enerji Dağılımlı Spektrometre (EDS) analizi kullanılarak noktasal elemental analizler yapılmıştır.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu bölümde TiB_2 takviyeli, ağırlıkça %10-25 oranında Ni, Fe, Fe+Ni ve Fe+Ni+Co+Ti matris içeren numunelerin mikroyapı ve özellikleri incelenmiştir. Bu sistemler ayrıca öğütme işlemi uygulanmamış ve uygulanmış olarak 2 grupta değerlendirilmiştir. Bu toz karışımları soğuk veya ılık pres kullanılarak değişken presleme basıncıyla basılmış, sonrasında sinterleme parametreleri değiştirilerek 1375 (bazıları 1250 °C’de) sıcaklıkta sinterlenmiştir. Üretilen numunelerin karakterizasyon testleri aşağıda açıklanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge ve grafiklerde verilmiştir.

Numunelerin içerdiği matris türü, numune kodunun ilk harfinde belirtilmiştir (örn. Ni için N, Fe için Fe). Matris oranı sonraki sayılardır (örn. ağırlıkça % 25 için 25). Soğuk pres öncesi PEG eklenmiş olan numunelerin kodunda P harfi ile belirtilmiştir. Öğütme uygulanmış olan parçaların kodunda O bulunmaktadır. Ilık sıkıştırma uygulanmışsa I bulunmaktadır. Soğuk sıkıştırma basıncı, son rakamla belirtilmiştir (Örn. 400 MPa için 4).

4.1. Ni Matrisli Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Parçalar

4.1.1. Yoğunluk değerleri

Çalışmadaki ilk numuneler, toz karışımlarına PEG eklenmeden, öğütme işlemi uygulanmadan 400 MPa basınçla soğuk presleme işlemi uygulanarak üretilmiştir. Bu parçalar ağırlıkça %10, 17,5 ve 25 oranlarında Ni matris içerecek şekilde hazırlanmıştır ve Ni oranının etkisi incelenmiştir.

Yapılmış olan deneylerde, ağırlıkça %10 Ni içeren parçaların soğuk presleme sonrası ham yoğunluklarının teorik yoğunluğun % 52,4’ü (%52,4 TY) olduğu belirlenmiştir. Sinterleme sonrası ise yoğunluklar % 82,5-88,7 TY aralığında olmuştur. Ağırlıkça %17,5 Ni içeren parçaların soğuk presleme sonrası ham yoğunluklarının % 59,8 -71,4 TY aralığında olduğu belirlenmiştir. Sinterleme sonrası ise yoğunluklar % 83,5-85,7 TY aralığında olmuştur. Ağırlıkça %25 Ni içeren parçaların soğuk presleme sonrası ham yoğunluklarının % 63-71,4 TY aralığında olduğu belirlenmiştir. Sinterleme sonrası ise yoğunluklar % 78-96,7 TY aralığında olmuştur. Bu sonuçlardan, TiB_2 tozlarına eklenen Ni matris miktarının artması ile ham yoğunluğun arttığı anlaşılmaktadır. Bunun nedeni, TiB_2 partiküllerinin sertliklerinin yüksek, Ni partiküllerinin ise düşük olmasıdır. Nispeten yumuşak ve sünek olan Ni partiküllerinin oranının artması ile, sıkıştırılabilirliğin arttığı görülmektedir. Sinterlenmiş yoğunluğun ise, ağırlıkça %10 ve 17,5 Ni içeren parçalarda birbirine yakın, %25 Ni içeren parçalarda ise daha yüksek olduğu görülmüştür. Sinterlenmiş yoğunluktaki artışın sebeplerinden birisi, bu parçaların ham yoğunluklarının yüksek olması olabilir.

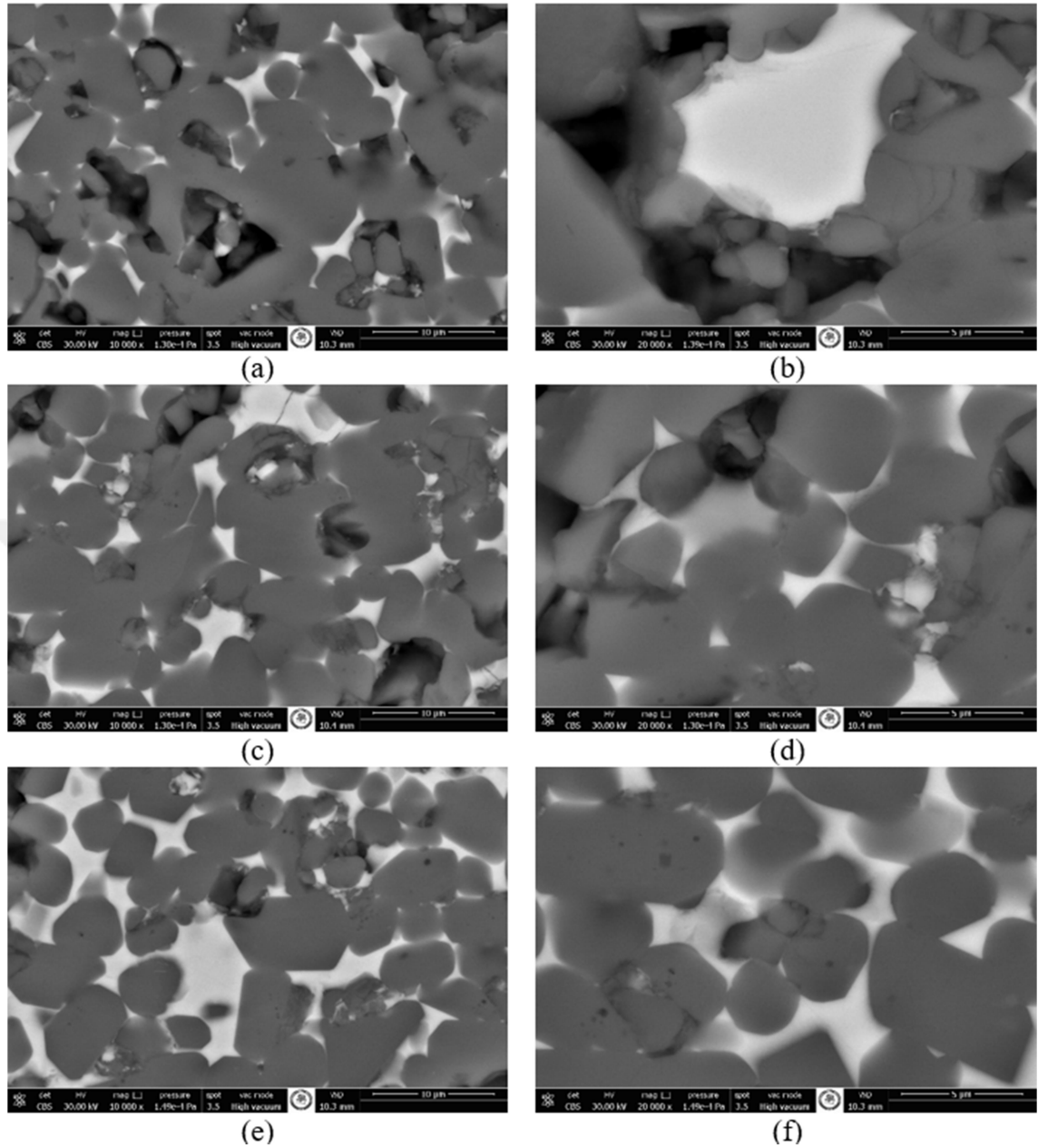
Soğuk presleme basıncının 400 MPa dan 500 MPa’a çıkartılmasının veya toz karışımlarına PEG eklenmesinin ham yoğunluk ve sinterlenmiş yoğunluk değerlerinde bir değişiklik yaratmadığı görülmüştür. Ilık sıkıştırma işleminin ham yoğunluğu az oranda arttırdığı anlaşılmıştır. Üretilmiş olan TiB_2 partikülleri kullanıldığında (NTU-25) ham ve sinterlenmiş yoğunluğun, ticari TiB_2 kullanılan parçalara göre daha düşük olduğu görülmüştür. Bu durum, mikroyapı incelemelerinde görüleceği gibi üretilen TiB_2 parçacıklarının boyutlarının daha küçük olmasından kaynaklanmış olabilir.

Çizelge 4.1. Nikel Matrisli, Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Numunelerin Sinter Öncesi (S.Ö) ve Sinter Sonrası (S.S) % Teorik Yoğunlukları (TY)

Numune Kodu	Numune No	S.Ö % TY	S.S % TY
NT10-4	38	57,4	88,7
NT10-4	39	57,4	82,5
NT17-4	40	59,8	83,1
NT17-4	41	59,8	85,7
NT25-4	36	64,1	92,5
NT25-4	37	63,1	92,7
NT25-5	27-1	67,6	90,3
NT25-5	33	68,2	88,7
NT25-P3	9-1	65,8	78,1
NT25-P5	17-1	68,9	88,3
NT25-I5	25-1	68,6	88,7
NT25-I5	26-1	71,4	88,7
NTZ25-5	35	66,3	92,5
NTÜ25-5	32	60,8	81,8

4.1.2. Mikroyapı

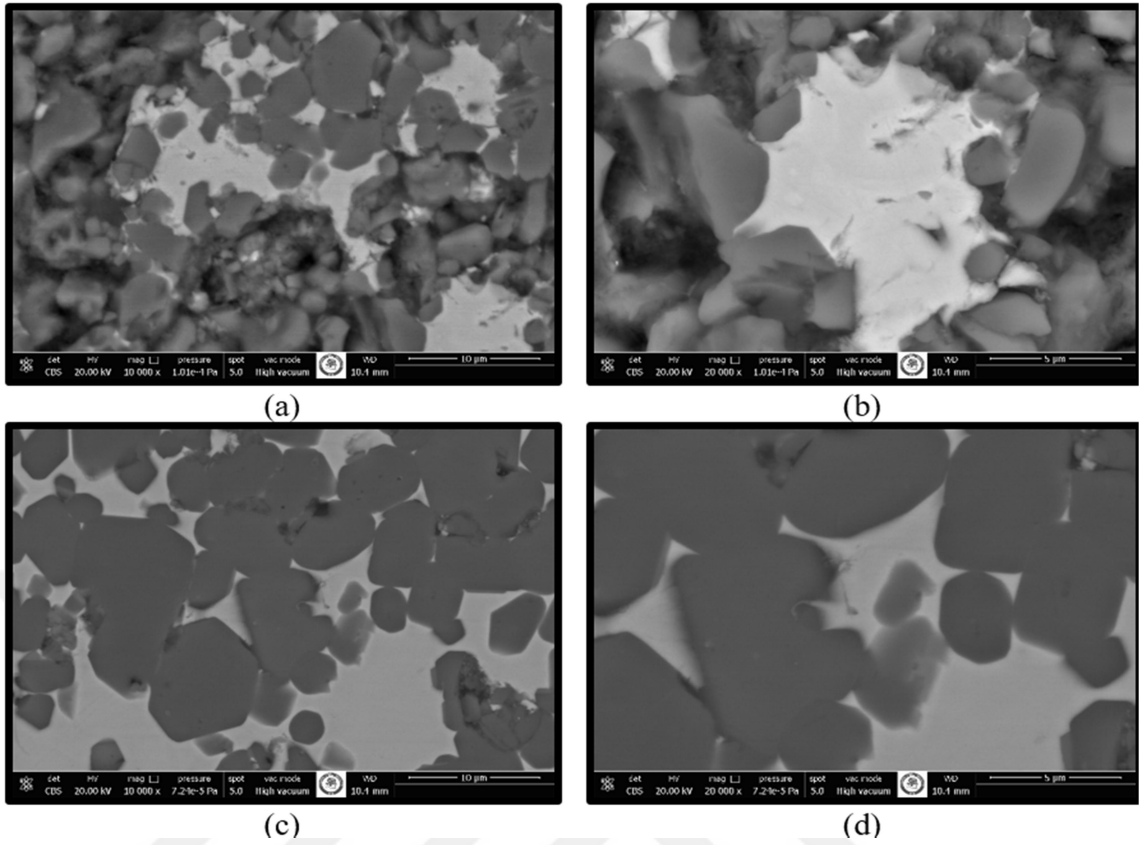
Ağırlıkça % 10, 17,5 ve 25 Ni matris içeren kompozitlerin SEM mikrografları sırasıyla Şekil 4.1. (a,b), (c,d) ve (e,f) de gösterilmektedir. Bu şekillerde koyu renkli partiküller TiB_2 ve açık renkli yapı ise Ni matristir. Yapılmış olan EDS analizlerinde, Ni matrisin içinde molce %4 civarında Ti bulunmaktadır. Bu gözlemden, TiB_2 'nin Ni matris içinde bir miktar çözündüğü anlaşılmıştır. TiB_2 partiküllerinin aralarında bulunan siyah bölgeler ise gözenektir. Şekil 4.1. (a ve b)'de görüldüğü gibi, TiB_2 partiküllerinin arasındaki Ni matris miktarı azdır ve gözenekler bulunmaktadır. Bu gözlemden %10 oranında Ni matris kullanıldığında, uygulanmış olan deney şartlarında bağlayıcı miktarı yeterli olmamaktadır. Şekil 4.1. (c ve d) ve (e ve f)'de yine gözenek bulunmakla birlikte, %17,5 ve %25 bağlayıcı matris oranlarının TiB_2 partiküllerinin aralarındaki boşlukları dolduracak şekilde yeterli olduğu görülmüştür.



Şekil 4.1. SEM görüntüleri: (a,b) Ag. % 10 Ni (NT10-4), (c,d) Ag. % 17,5 Ni (NT17-4), (e,f) Ag. % 25 Ni (NT25-4) içeren ve sinterlenmiş olan kompozitler

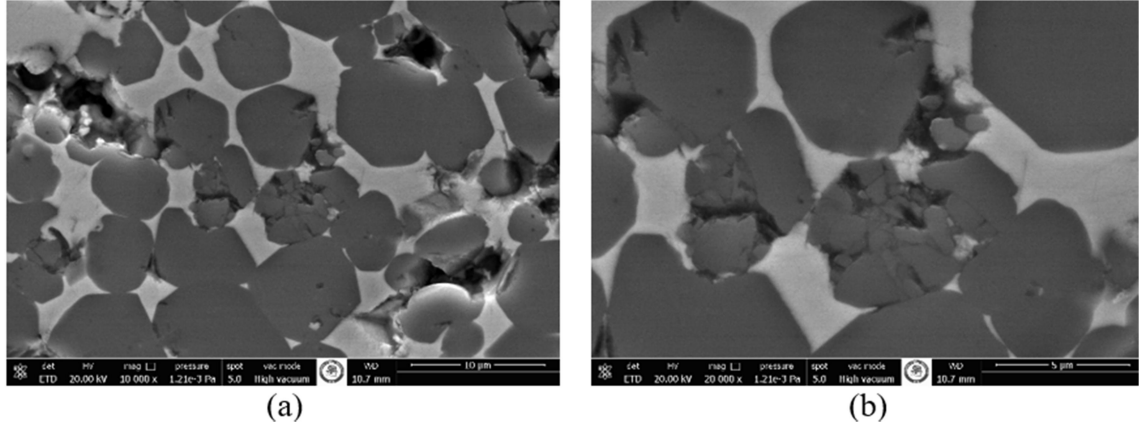
Soğuk şekillendirme basıncı olarak 400 MPa yerine parçalar 500 MPa uygulanarak sıkıştırıldığında elde edilen mikroyapı, Şekil 4.1.'dekilere benzer olmuştur.

Soğuk presleme sonrasında bazı parçaların yatay çatlak içermesi nedeniyle, polimer bağlayıcı kullanılmıştır. Bu amaçla, toz karışımlarına ağırlıkça % 2, 3 oranlarında PEG bağlayıcı eklenmiştir. PEG bağlayıcı içeren ve 300 ve 500 MPa basınçlarla soğuk sıkıştırılmış olan parçaların, sinterleme sonrası mikroyapıları Şekil 4.2.'de sunulmaktadır. 300 MPa basınç uygulanmış olan parçanın daha fazla gözenek içerdiği ve Ni matris bulunmayan bölgeleri barındırdığı görülmüştür.



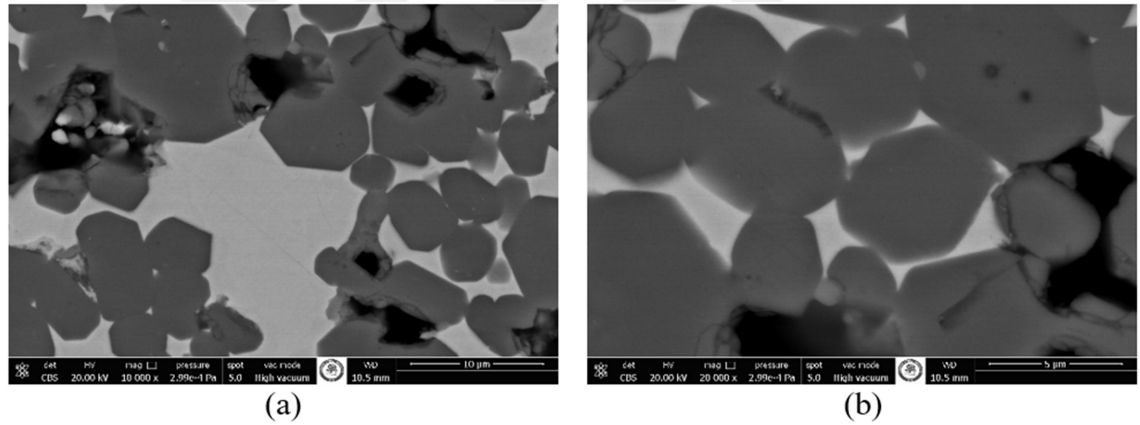
Şekil 4.2. SEM görüntüleri: Ağ. % 25 Ni içeren **(a,b)** PEG içeren, 300 MPa basınçla (NT25-P3), **(c,d)** PEG içeren, 500 MPa basınçla (NT25-P5) preslenmiş ve sinterlenmiş olan kompozitler

Soğuk presleme işleminin PEG kullanılmadan veya kullanılarak uygulanmasında yoğunluk değerlerinde ve mikroyapıda görünür bir değişiklik meydana gelmemiştir. PEG kullanıldığında, preslenen parçalarda yatay çatlak olasılığı azalmıştır. Presleme çatlaklarını engellemenin diğer bir yolu ılık sıkıştırma yöntemidir. Bu çalışmada 2 deneyde ılık sıkıştırma uygulanmıştır. Ilık sıkıştırma ile ham yoğunluk az oranda artmıştır. Sinterlenmiş yoğunluk artmamıştır. Mikroyapıda da görünür bir değişiklik olmamıştır (Şekil 4.3.).



Şekil 4.3. SEM görüntüleri: Ağ. % 25 Ni içeren ılık sıkıştırılmış (NT25-I5) ve sinterlenmiş olan kompozit

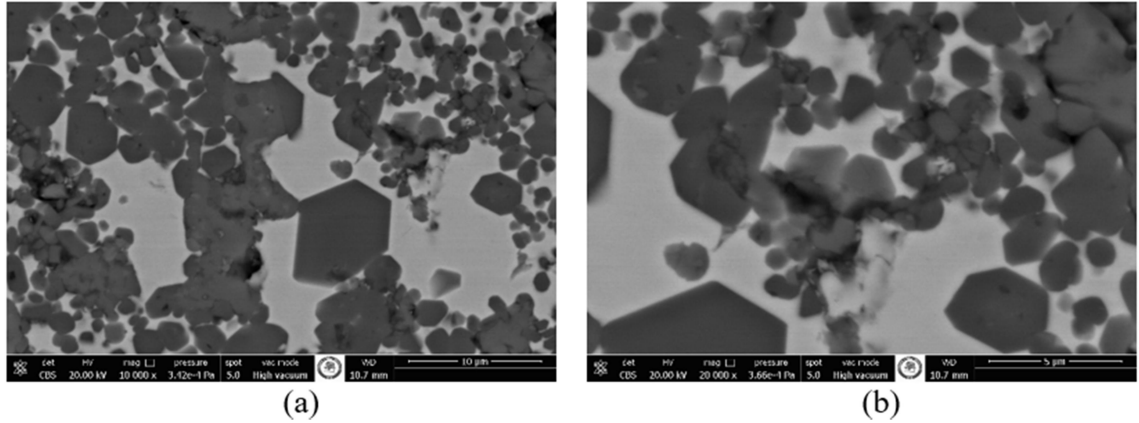
Sinterleme işleminin geliştirilmesi ve sinterleme sonrası gözenek oranının azaltılması için %2 oranında Zr eklenmesinin etkisi incelenmiştir. Bu işlem sonucunda sinterlenmiş yoğunluğun az aranda arttığı görülmüştür. Mikroyapıda bir değişiklik gözlenmemiştir. TiB_2 parçacık boyutlarının, Zr eklenmemiş olan parçalarla aynı olduğu görülmüştür.



Şekil 4.4. EM görüntüleri: Ağ. % 25 Ni, %2 Zr içeren, 500 MPa basınçla (NTZ25-5) preslenmiş ve sinterlenmiş olan kompozit

Takviye malzemesi olarak laboratuvarımızda üretilmiş olan TiB_2 partikülleri kullanılarak, ağ. %25 Ni matrisli kompozit üretilmiştir. Şekil 4.5.'te görülen mikroyapıda, üretilen TiB_2 partikülleri, ticari temin edilmiş olan TiB_2 partiküllerinden çok daha küçüktür.

Ticari TiB_2 <10 mikron boyutlarında iken, üretilen TiB_2 1-2 mikron boyutlarındadır. Fakat içinde az oranda iri partiküller de bulunmaktadır. Bu partiküllerin sinterleme sırasında tane irileşmesi sonucunda büyümüş olma ihtimali de bulunmaktadır. Üretilen TiB_2 kullanılarak elde edilmiş olan kompozitin ham ve sinterlenmiş yoğunluğu daha düşük olmuştur.



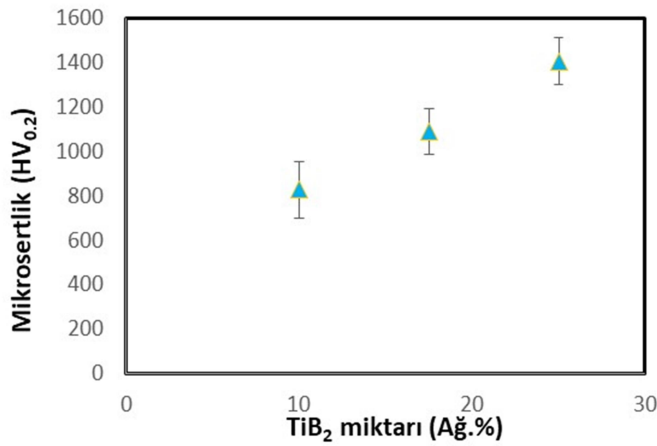
Şekil 4.5. SEM görüntüleri: Ağ. % 25 Ni ve laboratuvarımızda üretilmiş olan TiB_2 partiküllerini içeren, 500 MPa basınçla (NTÜ25-5) preslenmiş ve sinterlenmiş olan kompozit

4.1.3. Mekanik özellikler

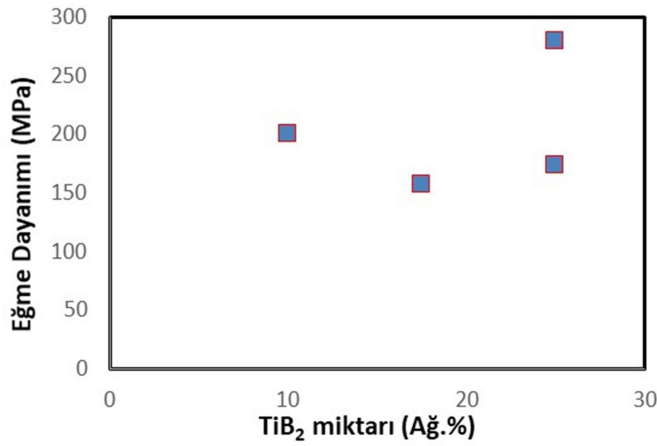
Nikel matris kullanılarak, öğütme işlemi uygulanmadan preslenmiş ve sinterlenmiş olan parçaların 3-nokta eğme dayanımları ve mikrosertlik değerleri Çizelge 4.2.'de sunulmaktadır. Çizelge 4.2.'de ve Şekil 4.6.'da, 400 MPa basınçla preslenmiş olan seride Ni oranındaki artış ile mikrosertlik değerlerinin arttığı görülmektedir. Bu durumun, artan matris oranı ile TiB_2 parçalarının daha iyi bir arada tutulmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Eğme dayanımlarının ise, çalışılmış olan aralıkta nikel oranına pek bağlı olmadığı görülmüştür (Şekil 4.7.). En yüksek dayanım değeri 279,3 MPa ile, %25 Ni içeren kompozitte olmuştur. En yüksek mikrosertlik değeri ise 1556 HV0,2 ile %25 Ni içeren kompozittedir. PEG kullanımı veya ılık sıkıştırma işlemlerinin mikrosertlik değerini arttırmadığı anlaşılmıştır.

Çizelge 4.2. Nikel Matrisli, Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Numunelerin Eğme Dayanımı ve Mikrosertlik Değerleri (*: çatlak olduğu için dayanımı belirlenememiş.)

Numune Kodu	Numune No	Dayanım (MPa)	Bir. Şek. Değ. (%)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	Mikrosertlik S.Sapma
NT10-4	38	200,7	18,0	829,5	127,1
NT10-4	39	*	-	-	-
NT17-4	40	*	-	-	-
NT17-4	41	156,7	7,6	1092,1	103,0
NT25-4	36	173,3	10,2	-	-
NT25-4	37	279,3	8,2	1405,9	106,1
NT25-5	27-1	*	7,2	1364,5	278,6
NT25-5	33	*	-	1556,8	115,9
NT25-P3	9-1	130,92	3,5	1385,9	265,1
NT25-P5	17-1	185,24	3,4	1035,8	321,0
NT25-I5	25-1	*	-	1242,1	52,4
NT25-I5	26-1	*	-	1075,2	158,4
NTZ25-5	35	*	-	1271,3	81,7
NTÜ25-5	32	207,1	8,24	1100,7	114,4



Şekil 4.6. Ağırlıkça %10, 17,5 ve 25 Ni matris içeren kompozitlerin mikrosertlik değerlerinin matris oranına göre değişimi (P=400 MPa)



Şekil 4.7. Ağırlıkça %10, 17,5 ve 25 Ni matris içeren kompozitlerin eğme dayanım değerlerinin matris oranına göre değişimi (P=400 MPa)

4.2.Ni Matrisli Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Parçalar

4.2.1. Yoğunluk

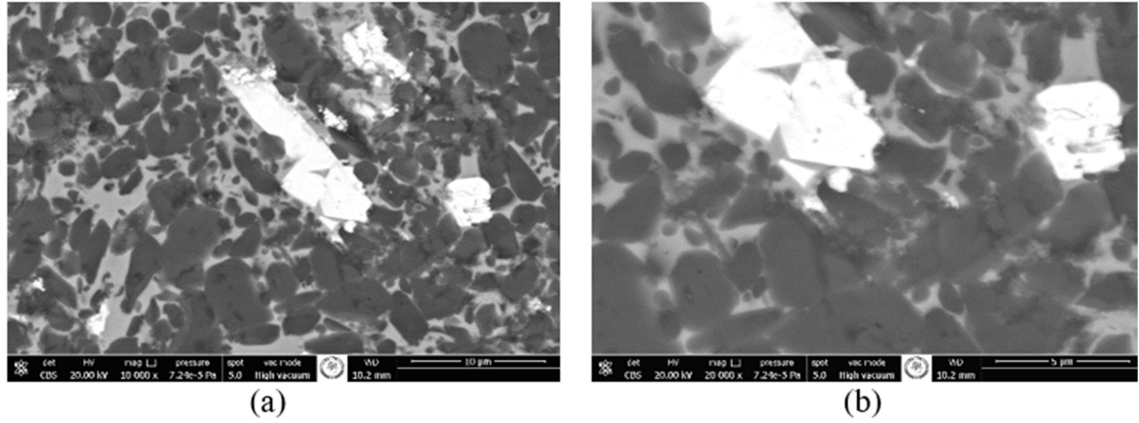
Öğütme işlemi uygulanmış olan Ni matrisli kompozitte, sinterleme öncesi ve sonrası yoğunluklar, öğütülmemiş tozlardan üretilmiş olan kompozitlerle benzer değerlerde olmuştur.

Çizelge 4.3. Ni Matrisli Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Parçalar Mekanik Özellikleri

Numune Kodu	Numune No	S.Ö % TY	S.S % TY
NT025-P5	16-1	71,4	91,2

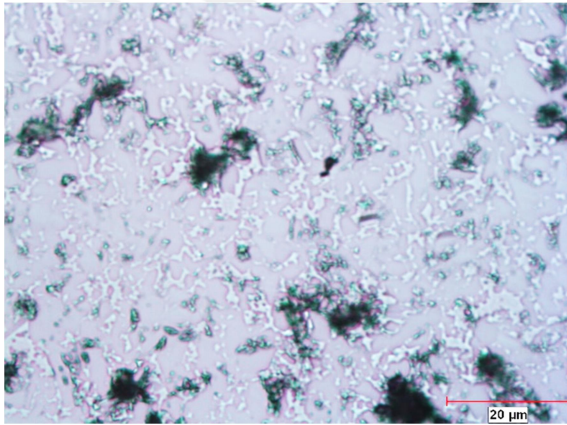
4.2.2. Mikroyapı

Ni matris kullanılarak ve öğütme işlemi uygulanarak elde edilmiş kompozitlerin SEM mikrografları Şekil 4.8.'de, optik mikroskop görüntüsü ise Şekil 4.9.'da sunulmaktadır. Öğütülmüş tozlardan elde edilmiş olan parçaların mikroyapılarında, öğütülmemiş tozlardan elde edilmiş olan parçaların mikro yapılarına kıyasla belirgin farklılıklar görülmüştür. Bu farklardan birincisi, TiB₂ parçacık boyutudur. Öğütülmemiş tozlarda TiB₂ boyutu 10 mikron civarında olurken, öğütülmüş tozlarda TiB₂ parçacık boyutu 3-4 mikron civarındadır. Bununla birlikte, yapıda WC olduğu anlaşılmış olan parçacıkların var olduğu görülmüştür. Şekil 4.8.'de görülen beyaz parçacıkların WC olduğu EDS analizleri ile belirlenmiştir. Bu parçacıkların, öğütme sırasında öğütme kavanozu ve bilyelerin aşınması sonucu, öğütülen toza karıştığı düşünülmektedir. Öğütme ortamı Co bağlı WC sert metaldir. Geri saçılmalı elektron görüntüsünde, yüksek atom numarasına sahip elementler açık renk görünmektedir. Bu nedenle Şekil 4.8.'de Ni-TiB₂-WC siteminde WC beyaz olarak görüntülenmektedir. Gri olarak görünen Ni matris bölgesinin ise, molce %1 civarında Co içerdiği bununla birlikte az oranda B ve Ti içerdiği EDS analizlerinden anlaşılmıştır.



Şekil 4.8. SEM görüntüleri: Ağ. % 25 Ni içeren, öğütülmüş tozların 500 MPa basınçla (NTO25-5) preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş olan kompozit

SEM görüntülerinde ayrı parçacıklar olarak görülen TiB_2 parçacıkları, optik mikroskopta aşağıdaki gibi birbirine birleşik halde görülmektedir.



Şekil 4.9. Optik mikroskop görüntüsü: Ağ. % 25 Ni içeren, öğütülmüş tozların 500 MPa basınçla (NTO25-5) preslenmesi ve sinterlenmesi ile üretilmiş olan kompozit

4.2.3. Mekanik özellikler

Öğütülmüş olan tozlardan üretilen ve %25 Ni içeren kompozitin mekanik özellikleri Çizelge 4.3.'te gösterilmektedir. Bu parçanın eğme dayanımının, aynı bileşimdeki öğütülmemiş tozlardan üretilen parçaların çoğunun dayanımından yüksek olduğu görülmüştür. Bu durumun nedenlerinden birisi, öğütme sonucunda TiB_2 partiküllerinin küçülmüş olması olabilir. Bununla birlikte, öğütme sırasında TiB_2 ve Ni parçacıklarının çok iyi karışmış olması da etkili olmuş olabilir. Bu parçanın mikrosertlik değeri, öğütülmemiş tozlardan üretilmiş olan parçaların değerlerinin alt sınırında olmuştur.

Çizelge 4.4. Nikel Matrisli, Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Numunelerin Eğme Dayanımı ve Mikrosertlik Değerleri

Numune Kodu	Numune No	Dayanım (MPa)	Bir. Şek. Değ. (%)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	Mikrosertlik S.Sapma
NT025-P5	16-1	240	4,25	1026,9	199,2

4.3.Fe Matrisli Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Parçalar

4.3.1. Yoğunluk Değerleri

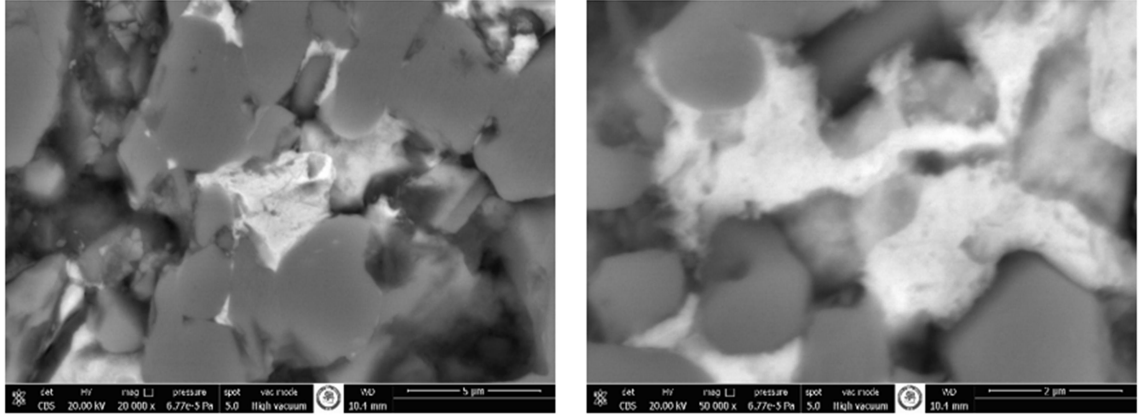
Fe matrisli parçaların ham yoğunlukları %65-75 TY aralığında olmuştur. Sinterlenmiş yoğunluk değerleri ise %80-90 TY aralığında olmuştur. 1250 °C’de sinterlenmiş olan parçaların yoğunluk değerleri %81-85 aralığındadır. Bu değerler, 1375 °C’de sinterlenmiş olan parçaların yoğunluk değerlerinin alt-orta seviyesinde bulunmaktadır. Sinterleme sıcaklığındaki artış ile yoğunluk değerlerinin daha yüksek seviyelere ulaştığı söylenebilir.

Çizelge 4.5. Fe li Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Parçalar Mekanik Özellikleri

Numune Kodu	Numune No	S.Ö % TY	S.S % TY
FT16-P5 (1250)	1-2	72,4	81,3
FTC16-P5 (1250)	4-2	75,7	85,2
FT16-5	44	65,9	89,7
FT16-5	47	65,3	81,1
FT16-P5	7-1	72,7	81,0
FT16-P5	48	67,8	80,2
FT25-5	19-1	70,1	90,8

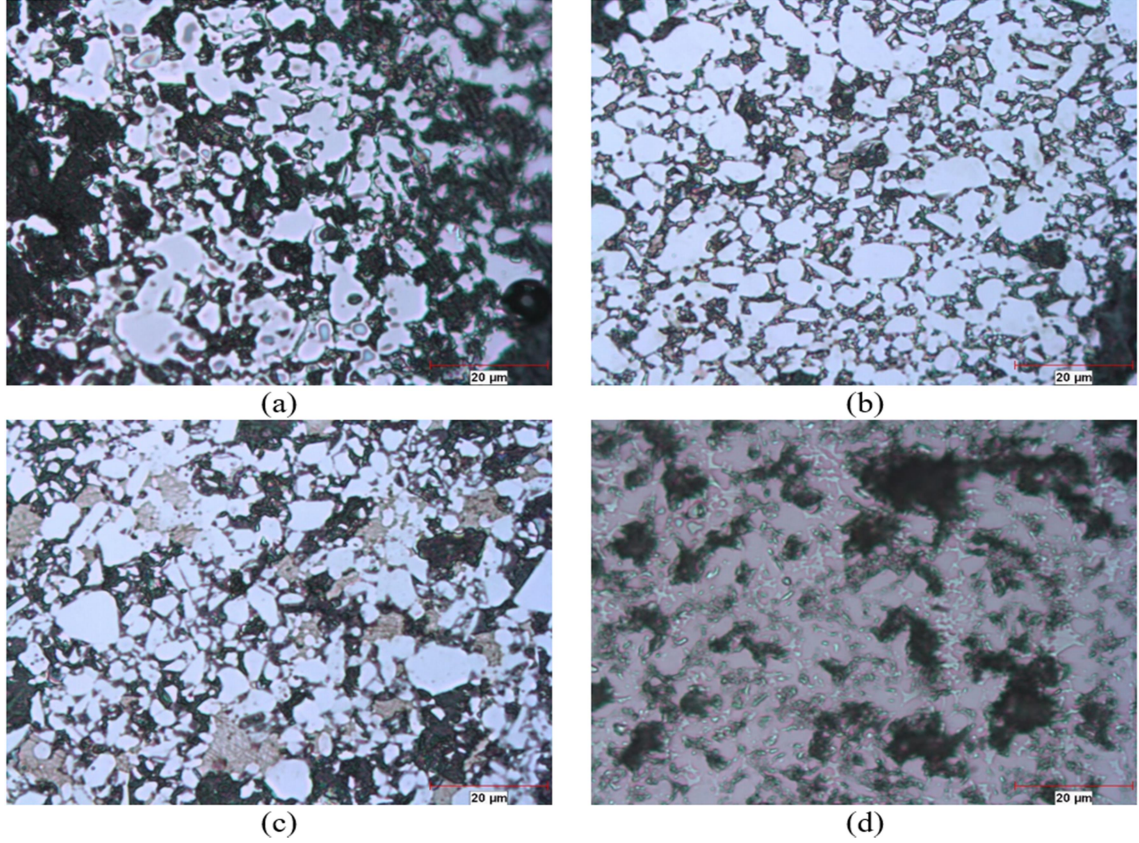
4.3.2. Mikroyapı

%25 Fe matris içeren kompozitin SEM mikrografları Şekil 4.10.’da sunulmaktadır. Fe matrisin, Ni matrise kıyasla TiB₂ partiküllerini daha az ıslattığı ve partiküller arasında daha fazla gözenek kaldığı görülmüştür. Mikroyapı incelemelerinde gerçekleştirilmiş olan bu gözlem, sinterlenmiş yoğunluk değerleri ile de desteklenmektedir. EDS analizlerinden, Fe matrisin molce % 3,5 civarında Ti içerdiği anlaşılmıştır.



Şekil 4.10. SEM mikrografları (FT25-5)

Ağırlıkça %16 Fe matris içeren parçaların optik mikroskop görüntüleri Şekil 4.11.'de sunulmaktadır.



Şekil 4.11. Optik mikroskop görüntüleri: (a) FT16-5 (44), (b) FT16-5 (47), (c) FT16-P5 (48), (d) FT16-P5 (7)

4.3.3. Mekanik Özellikler

Öğütme işlemi uygulanmadan üretilmiş olan Fe matrisli kompozitlerin mekanik özellikleri Çizelge 4.8.'de sunulmaktadır. Ni matrisli kompozitlerin dayanım değerleri 100 MPa'nın üzerinde olurken, Fe matrisli kompozitlerin dayanım değerlerinin daha düşük olduğu görülmüştür. 1250 °C sinterleme sıcaklığı uygulandığında, dayanım değerlerinin daha da düşük olduğu anlaşılmıştır. Bu durum, 1250 °C sinterleme sıcaklığının yeterli olmadığını göstermektedir. Mikrosertlik değerlerinin ise, Ni matrisli kompozitlerde genellikle 1000 HV_{0,2}'nin üzerinde olduğu ve Fe matrisli kompozitlerde bu değerin altında olduğu anlaşılmıştır. Bu durumun, Fe matrisli kompozitlerin daha düşük sinterlenmiş yoğunluğa sahip olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu değerler, öğütme işlemi uygulanmamış olan Fe matrisli kompozitlerin değerlerine yakındır, Ni matrisli kompozitlerden az oranda düşüktür.

Çizelge 4.6. Öğütme İşlemi Uygulanmadan Üretilmiş Olan Fe Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri

Numune Kodu	Numune No	Dayanım (MPa)	Bir. Şek. Değ. (%)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	Mikrosertlik S.Sapma
FT16-P5 (1250)	1-2	27,2	2,3	-	-
FTC16-P5 (1250)	4-2	7,3	0,6	-	-
FT16-5	44	*	-	-	-
FT16-5	47	*	-	893,2	247,1
FT16-P5	7-1	60,42	1,3	652,2	92,5
FT16-P5	48	95,7	4,7	558,9	58,5
FT25-1	19-1	102,82	2,54	766,5	240,6

4.4. Fe Matrisli Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Parçalar

4.4.1. Yoğunluk değerleri

Öğütülmüş tozlar kullanılarak üretilmiş olan Fe matrisli kompozitlerin ham yoğunlukları %64-74 TY aralığında olmuştur. Sinterlenmiş yoğunlukları ise %80-91 TY aralığındadır. Bu değerler, Ni matrisli kompozitlerin yoğunluk değerleri ile benzerdir.

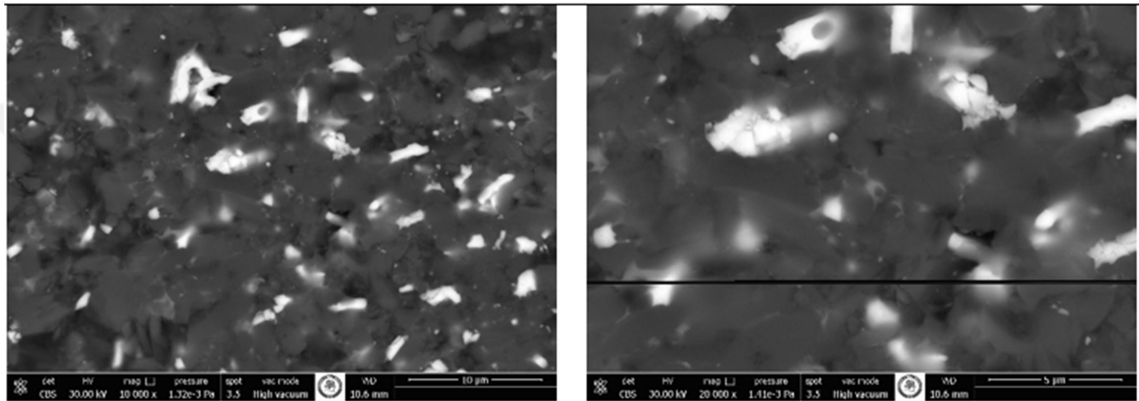
Çizelge 4.7. Öğütülmüş Tozlar Kullanılarak Üretilmiş Olan Fe Matrisli Kompozitlerin Yoğunlukları

Numune Kodu	Numune No	S.Ö % TY	S.S % TY
FTO16-5	42	64,8	83,3
FTO16-5	45	66,3	80,4
FTO16-5	49	67,2	91,6
FTO16-P5	5-2	73,9	90,6
FTO16-P5	43	67,1	90,9
FTO16-P5	50	68,4	91,1
FTO25-5	46	67,5	91,6

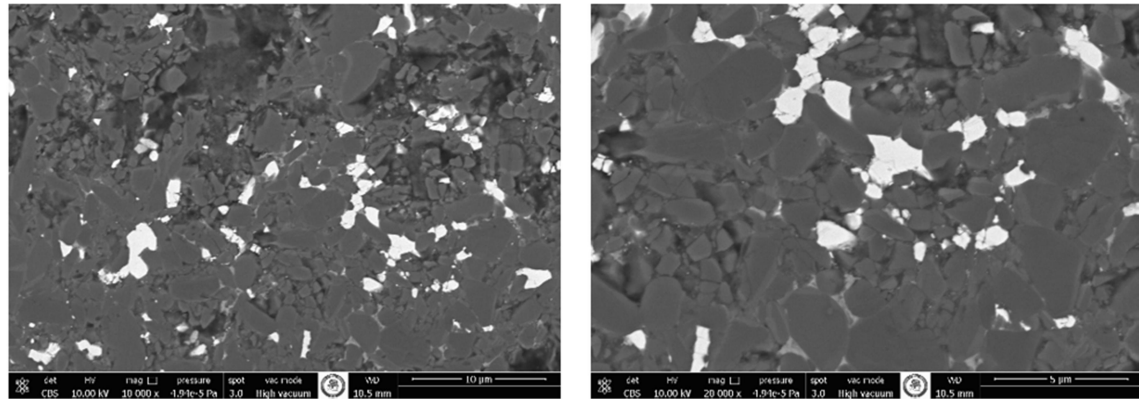
FTO25-P5	18-1	72,1	89,8
----------	------	------	------

4.4.2. Mikroyapı

Öğütülmüş tozlar kullanılarak üretilmiş olan ağırlıkça %16 Fe matris içeren kompozitlerin mikroyapıları Şekil 4.12. ve 4.13.'te sunulmaktadır. Bu yapılarda görülen beyaz parçacıkların WC olduğu EDS analizlerinden anlaşılmıştır. Yapıda görülen koyu partiküller ise TiB_2 'dir. Öğütme işlemi uygulanmamış Fe matrisli kompozitlerle kıyaslandığında, daha küçük TiB_2 partiküllerinin bulunduğu anlaşılmaktadır. TiB_2 partiküllerinin boyutları 5 mikrondan küçüktür, genellikle 3-4 mikron aralığındadır. Öğütme işlemi ile küçülmüş olan TiB_2 partiküllerinin, sinterleme sırasında aşırı büyümediği çıkarımı yapılabilir. TiB_2 partiküllerinin arasındaki gri bölgeler ise Fe matristir. Matris miktarının oldukça az olduğu görülmektedir.

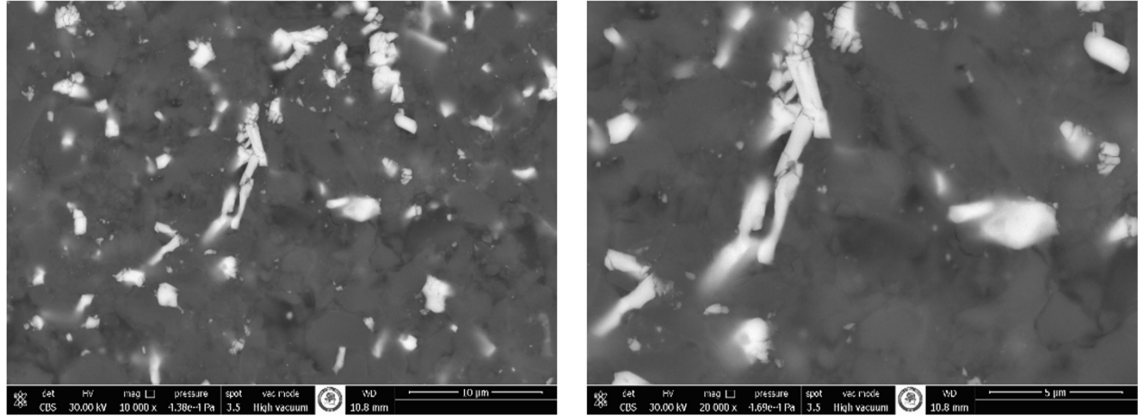


Şekil 4.12. SEM mikrografları (FTO16-5)

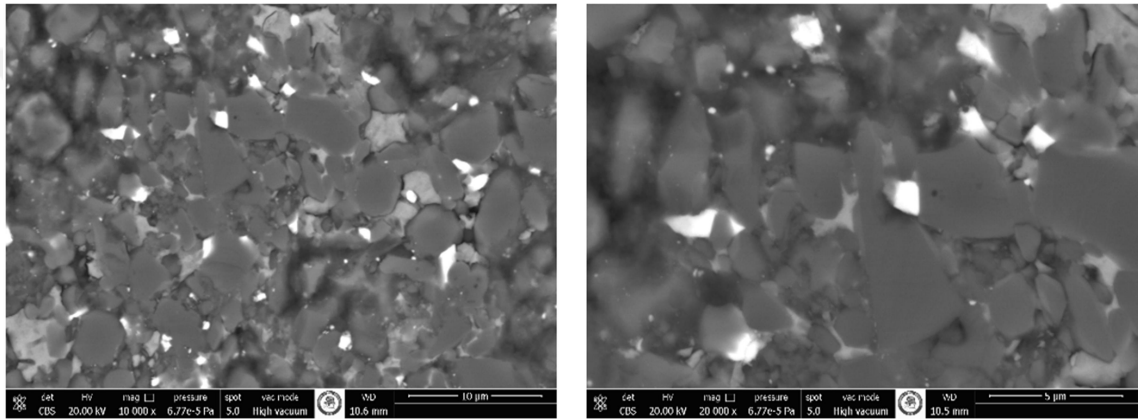


Şekil 4.13. SEM mikrografları (FTO16-P5)

Öğütülmüş tozlar kullanılarak üretilmiş olan ağırlıkça %25 Fe matris içeren kompozitlerin mikroyapıları Şekil 4.14. ve 4.15.'te sunulmaktadır. Matris miktarının, ağırlıkça %16 Fe içeren kompozitlere kıyasla daha fazla olduğu görülmektedir. %25 Ni içeren kompozitlerle kıyaslandığında ise, %25 Fe içeren kompozitlerde matris miktarı daha az görünmektedir. Demirin nikel ile göre TiB_2 ile daha fazla reaksiyona girdiği ve demir borür ve/veya demir titanit bileşikler oluşturmuş olabileceği düşünülmektedir.



Şekil 4.14. SEM mikrografları (FTO25-5)



Şekil 4.15. SEM mikrografları (FTO25-P5)

4.4.3. Mekanik Özellikler

Öğütme işlemi uygulanmadan üretilmiş olan Fe matrisli kompozitlerle kıyaslandığında, öğütme işlemi uygulanarak üretilmiş olan Fe matrisli kompozitlerin dayanım ve mikrosertlik değerlerinin genel olarak daha yüksek olduğu görülmektedir. TiB_2 partiküllerinin boyutlarının küçülmüş olmasının ve Fe matrisle çok daha iyi bir karışmanın sağlanmış olmasının, bu farka neden olduğu düşünülmektedir.

Öğütme işlemi uygulanmadan üretilmiş olan Fe matrisli kompozitlerde olduğu gibi, öğütme işlemi uygulanarak üretilmiş olan Fe matrisli kompozitlerin de dayanım ve mikrosertlik değerleri Ni matrisli kompozitlerden düşük olmuştur.

Çizelge 4.8. Öğütülmüş Tozlar Kullanılarak Üretilmiş Olan Fe Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri

Numune Kodu	Numune No	Dayanım (MPa)	Bir. Şek. Değ. (%)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	Mikrosertlik S.Sapma
FTO16-5	42	105,4	6,2		
FTO16-5	45	113,4	5,7	926,6	412,9
FTO16-5	49	73,3	3,2		
FTO16-P5	5-2	177,07	1,8	814,4	147,6
FTO16-P5	43	256,7	8,5		
FTO16-P5	50	85,9	3,6	915,8	128,8
FTO25-5	46	116,9	4,2	921,7	134,8
FTO25-P5	18-1	194,63	4,39	881,1	205,6

4.5. Fe-Ni Matrisli Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Parçalar

4.5.1. Yoğunluk değerleri

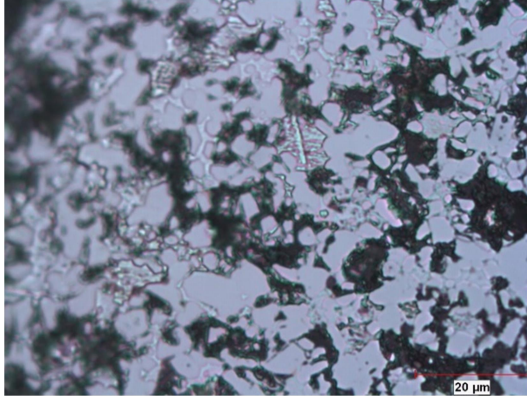
Öğütme işlemi uygulanmadan üretilmiş olan Fe+Ni matrisli kompozitlerin ham yoğunlukları %65-72 TY aralığındadır. 1250 °C’de sintreleme sonrasında yoğunluğun çok az arttığı görülmüştür. Bu sıcaklığın, sinterleme işlemi için yeterli olmadığı anlaşılmıştır. 1375 °C’de sinterleme sonrasında ise yoğunluk değerleri %82-92 TY aralığına ulaşmıştır.

Çizelge 4.9. Öğütme İşlemi Uygulanmadan Üretilmiş Olan Fe+Ni Matrisli Kompozitlerin Yoğunlukları

Numune Kodu	Numune No	S.Ö % Teo Yoğ.	S.S % Teo Yoğ.
FNT16-P3 (1250)	2-2	65,4	66,4
FNT16-P5 (1250)	3-2	70,6	82,3
FNT25-P5	21-1	72,6	92,5

4.5.2. Mikroyapı

Öğütme işlemi uygulanmadan üretilmiş olan ağırlıkça %25 Fe+Ni matrisli kompozitin optik mikroskop görüntüsü Şekil 4.16’da sunulmaktadır. Bu görüntüde, TiB₂ partikülleri ve aralarındaki (açık renkli) matris fazı görülmektedir. Siyah bölgeler ise (muhtemelen bakalit dolmuş olan) gözeneklerdir.



Şekil 4.16. Optik mikroskop görüntüsü: FNT25-P5

4.5.3. Mekanik Özellikler

Öğütme işlemi uygulanmadan üretilmiş olan Fe+Ni matrisli kompozitlerin mekanik özellikleri Çizelge 4.9.'da sunulmaktadır. 1250 °C'de sinterlenmiş olan parçaların dayanım ve mikrosertlik değerleri parçalar çok gözenekli olduğu için belirlenememiştir. 1375 °C'de sinterlenmiş olan parçanın dayanım değeri Fe matrisli parçalardan yüksek olmuştur.

Çizelge 4.10. Öğütme İşlemi Uygulanmadan Üretilmiş Olan Fe+Ni Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri

Numune Kodu	Numune No	Dayanım (MPa)	Bir. Şek. Değ. (%)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	Mikrosertlik S.Sapma
FNT16-P3 (1250)	2-2	*	-	-	-
FNT16-P5 (1250)	3-2	*	-	-	-
FNT25-P5	21-1	143,67	3,5	623,9	89,6

4.6. Fe+Ni Matrisli Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Parçalar

4.6.1. Yoğunluk Değerleri

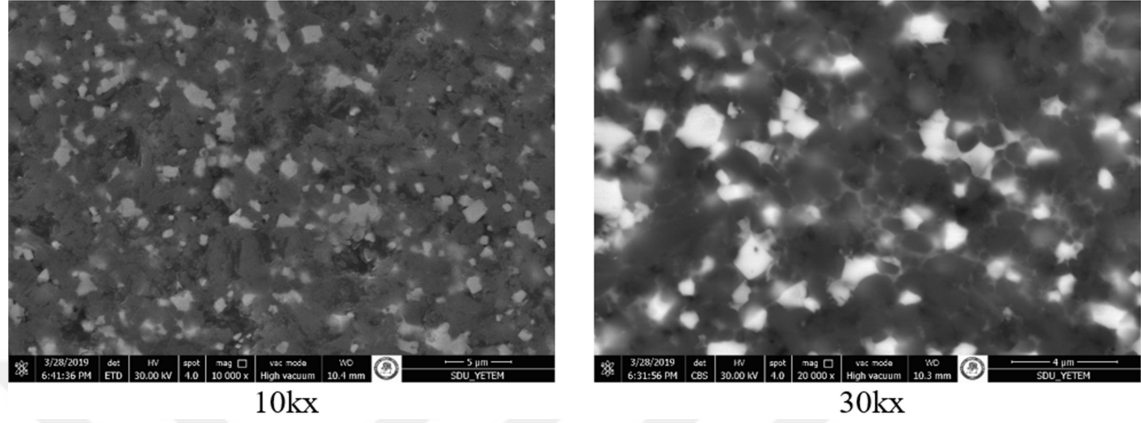
Öğütme işlemi uygulanarak üretilmiş olan Fe+Ni matrisli kompozitlerin ham yoğunlukları %72 TY olmuştur. Sinterleme sonrasında ise yoğunluk değerleri %92 TY değerine ulaşmıştır.

Çizelge 4.11. Öğütülmüş Tozlar Kullanılarak Üretilmiş Olan Fe+Ni Matrisli Kompozitlerin Yoğunlukları

Numune Kodu	Numune No	S.Ö % Teo. Yoğ.	S.S % Teo. Yoğ.
FNT016-5	6-1	72,6	92,3
FNT025-P5	20-1	71,6	92,9

4.6.2. Mikroyapı

Öğütülmüş tozlar kullanılarak üretilmiş olan ağ. %16 Fe+Ni matris içeren kompozitin mikroyapısı Şekil 4.17.'de sunulmaktadır. TiB₂ partikülleri arasındaki matris miktarının çok az olduğu görülmektedir.



Şekil 4.17. SEM mikrografları: FNT016-5 (6)

4.6.3. Mekanik özellikler

Öğütülmüş tozlar kullanılarak üretilmiş olan Fe+Ni matris içeren kompozitlerin mekanik özellikleri Çizelge 4.11.'de sunulmaktadır. Mikrosertlik değerleri Fe matrisli kompozitlerinkilere benzer olmuştur. Dayanım değerleri, Ni matrisli kompozitlerden düşük, Fe matrisli kompozitlerden yüksek olmuştur.

Çizelge 4.12. Öğütülmüş Tozlar Kullanılarak Üretilmiş Olan Fe+Ni Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri

Numune Kodu	Numune No	Dayanım (MPa)	Bir. Şek. Değ. (%)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	Mikrosertlik S.Sapma
FNT016-5	6-1	195,9	2,6	895,7	86,7
FNT025-P5	20-1	165,1	2,6	644,7	145,9

4.7. Fe+Ni+Co Alaşımı Matrisli Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Parçalar

4.7.1. Yoğunluk değerleri

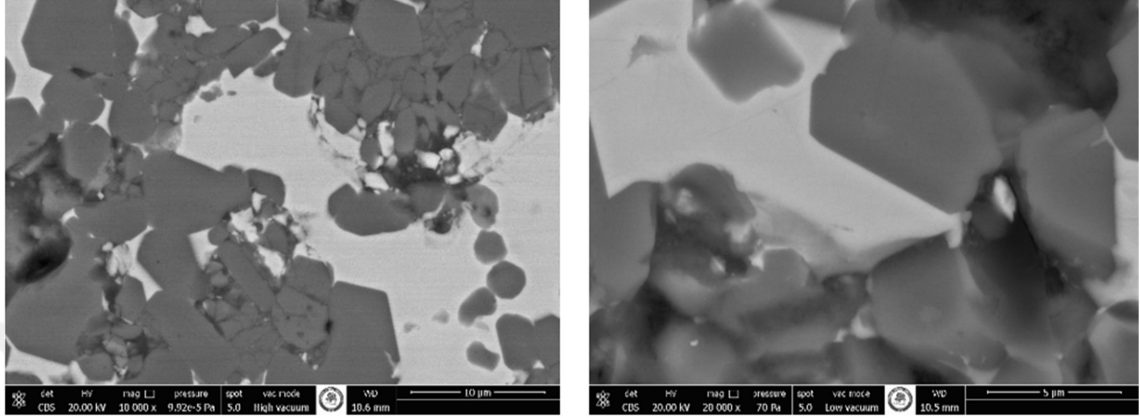
Fe+Ni+Co içeren alaşım kullanılarak, öğütme uygulanmadan üretilen parçalardan ham yoğunluğu %64 TY, sinterlenmiş yoğunluk ise %86 TY olmuştur.

Çizelge 4.13. Fe+Ni+Co Alaşımı Matrisli Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Kompozitlerin Yoğunluk Değerleri

Numune Kodu	Numune No	S.Ö % Teo. Yoğ.	S.S % Teo. Yoğ.
FNCT25-5	13-2	64,4	85,9

4.7.2. Mikroyapı

Fe+Ni+Co içeren alaşım kullanılarak, öğütme uygulanmadan üretilen parçanın mikroyapısı, Ni matris içeren parçanınkinden benzer olmuştur. Mikroyapı incelemelerinde gözlenememiş olmakla birlikte, uygulanmış olan sinterleme sıcaklığında homojen bir alaşımın oluşmamış olma olasılığı bulunmaktadır.



Şekil 4.18. SEM mikrografları: FNCT25-5

4.7.3. Mekanik özellikler

Fe+Ni+Co içeren alaşım kullanılarak, öğütme uygulanmadan üretilen parçanın dayanım ve mikrosertlik değerleri, Ni matris içeren ve Fe matris içeren parçalarınkinden düşük olmuştur. Homojen bir alaşım oluşmamış olması, mekanik özelliklerin düşük olmasının nedeni olabilir.

Çizelge 4.14. Fe+Ni+Co Alaşımı Matrisli Öğütülmemiş Tozlardan Üretilen Kompozitlerin Mekanik Özellikleri

Numune Kodu	Numune No	Dayanım (MPa)	Bir. Şek. Değ. (%)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	Mikrosertlik S.Sapma
FNCT25-5	13-2	78,3	2,02	469,7	63,7

4.8. Fe+Ni+Co (+Ti) Alaşımı Matrisli Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Parçalar

4.8.1. Yoğunluk Değerleri

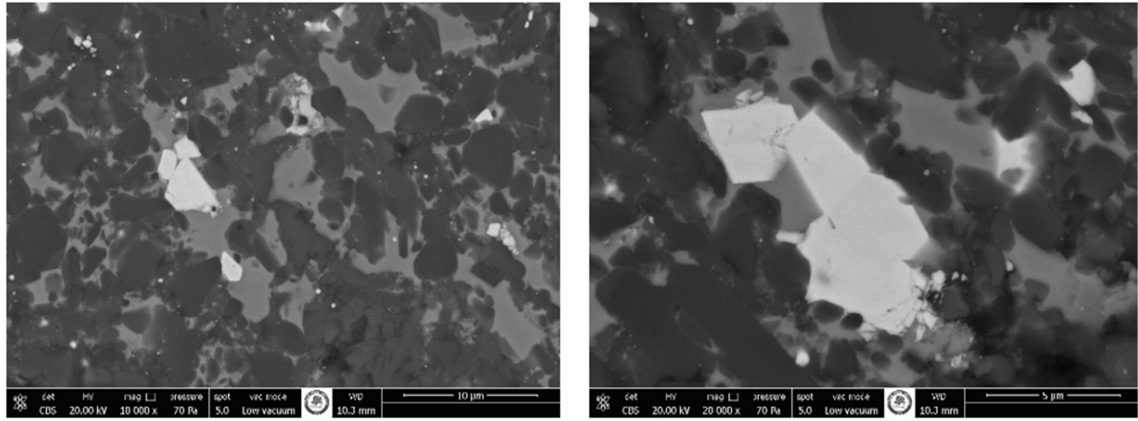
Öğütme işlemi uygulanarak üretilmiş olan Fe+Ni+Co (+Ti) alaşım matrisli kompozitlerin ham yoğunlukları %67-69 TY olmuştur. Sinterleme sonrasında ise yoğunluk değerleri %91 TY değerine ulaşmıştır.

Çizelge 4.15. Fe+Ni+Co Alaşımı Matrisli Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Kompozitlerin Yoğunluk Değerleri

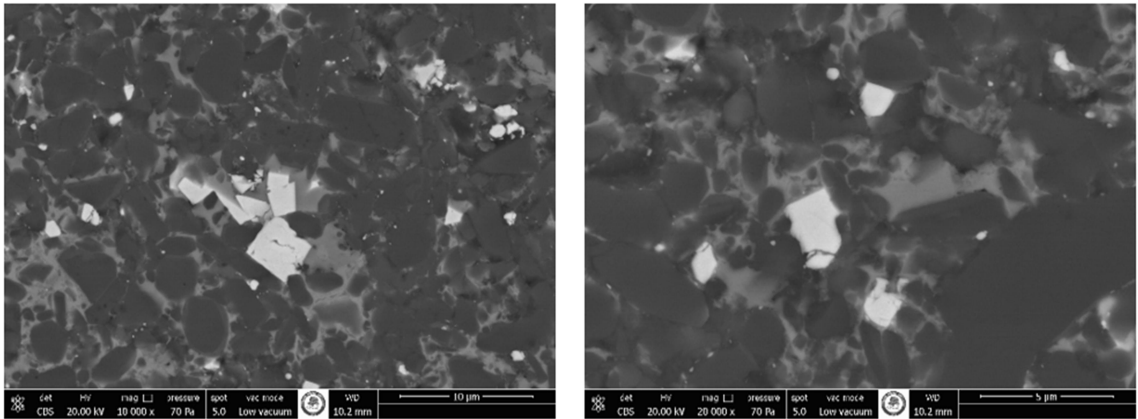
Numune Kodu	Numune No	S.Ö % Teo Yoğ.	S.S % Teo. Yoğ.
FNCTO25-5	14-2	69,3	91,8
FNCTO25-P5	14-1	67,9	91,7
FNCTTO25-P5	15-1	66,8	91,4
FNCTTO25-P5	15-2	67,2	91,5

4.8.2. Mikroyapı

Öğütülmüş tozlar kullanılarak üretilmiş olan ağırlık %25 Fe+Ni+Co ve Fe+Ni+Co+Ti matris içeren kompozitlerin mikroyapıları Şekil 4.19. ve 4.20.'de sunulmaktadır. TiB_2 partiküllerinin arasında yeterli oranda matris fazının bulunduğu görülmektedir. Öğütme ortamından kaynaklanan WC partikülleri gözlenmektedir. Öğütme işlemi uygulanmamış olan parçalara kıyasla, TiB_2 partiküllerinin daha küçük olduğu gözlenmiştir. Fe, Ni, Co ve Ti elementlerinin matris fazındaki varlığı EDS analizleri ile belirlenmiştir.



Şekil 4.19. SEM mikrografları: FNCTO25-P5



Şekil 4.20. SEM mikrografları: FNCTTO25-P5

4.8.3. Mekanik Özellikler

Öğütülmüş tozlar kullanılarak üretilmiş olan Fe+Ni+Co (+Ti) matris içeren kompozitlerin mekanik özellikleri Çizelge 4.15'te sunulmaktadır. Dayanım değerleri, Fe matrisli kompozitlere benzer olmuştur. Mikrosertlik değerleri ise Fe matrislilerden düşük olmuştur.

Çizelge 4.16. Fe+Ni+Co Alaşımı Matrisli Öğütülmüş Tozlardan Üretilen Kompozitlerin Mekanik Özellikleri

Numune Kodu	Numune No	Dayanım (MPa)	Bir. Şek. Değ. (%)	Mikrosertlik (HV _{0,2})	Mikrosertlik S.Sapma
TNCTO25-5	14-2	78,3	2,92		
FNCTO25-P5	14-1	146,12	3,64	515,4	50,9
FNCTTO25-P5	15-1	106	3,46	636,8	59,8
FNCTTO25-P5	15-2	109,73	2,93		

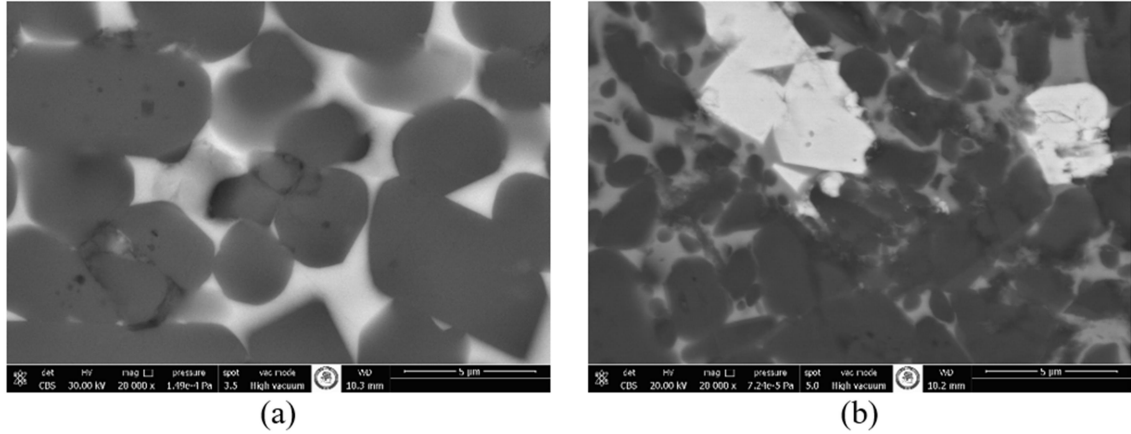
5. SONUÇLAR

Ağırlıkça %10, 17,5 ve 25 oranlarında Ni matris içeren, öğütme işlemi uygulanmamış tozlardan elde edilen kompozitler karşılaştırıldığında;

- %10 oranında Ni matris kullanıldığında, TiB_2 partiküllerinin arasındaki Ni matris miktarı azdır ve gözenekler bulunduğu ve bağlayıcı miktarının yeterli olmadığı söylenebilir. %17,5 ve %25 bağlayıcı matris oranlarının TiB_2 partiküllerinin aralarındaki boşlukları dolduracak şekilde yeterli olduğu görülmüştür.
- 400 MPa basınçla preslenmiş olan seride Ni oranındaki artış ile mikrosertlik değerlerinin arttığı görülmüştür. Bu durumun, artan matris oranı ile TiB_2 parçalarının daha iyi bir arada tutulmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.
- En yüksek dayanım değeri %25 Ni içeren kompozitte olmuştur. En yüksek mikrosertlik değeri de %25 Ni içeren kompozittedir. PEG kullanımı veya ılık sıkıştırma işlemlerinin mikrosertlik değerini arttırmadığı anlaşılmıştır.

Öğütme uygulanmış, uygulanmamış Ni, Fe, ve Fe+Ni toz karışımlarından üretilmiş olan ağırlıkça %25 matris içeren, kompozitlerin kıyaslamaları aşağıdaki gibi yapılabilir:

- Soğuk presleme işleminin PEG kullanılmadan veya kullanılarak uygulanmasında yoğunluk değerlerinde ve mikroyapıda görünür bir değişiklik meydana gelmemiştir.
- Presleme çatlaklarını engellemek için denenmiş bir yol olan ılık sıkıştırmanın içyapıya görünür bir etkisi olmamıştır, ham yoğunluk az oranda artmıştır.
- 300 MPa basınç uygulanmış olan parçanın daha fazla gözenek içerdiği ve Ni matris bulunmayan bölgeleri barındırdığı görülmüştür.
- Soğuk presleme basıncının 400 MPa dan 500 MPa'a çıkartılmasının veya toz karışımlarına PEG eklenmesinin ham yoğunluk ve sinterlenmiş yoğunluk değerlerinde bir değişiklik yaratmadığı görülmüştür.
- Öğütme işlemi uygulanmış olan Ni matrisli kompozitte, sinterleme öncesi ve sonrası yoğunluklar, öğütülmemiş tozlardan üretilmiş olan kompozitlerle benzer değerlerde olmuştur.
- Ni matrisli kompozitlerde, başlangıç tozlarına öğütme işlemi uygulanarak üretilmiş olan numunenin yapısındaki TiB_2 partiküllerinin, öğütme işlemi uygulanmadan üretilmiş olan kompozitin yapısındaki TiB_2 partiküllerinden daha küçük olduğu Şekil 5.1.'de görülmektedir. 1375 °C'de gerçekleştirilmiş olan sinterleme sonrasında, yapıdaki TiB_2 partiküllerinde aşırı tane büyümesi meydana gelmediği SEM incelemelerinden anlaşılmıştır. Bununla birlikte, öğütme işlemi sonucunda öğütme WC-Co öğütme ortamından kaynaklanan WC partiküllerinin de mikroyapıda bulunduğu SEM incelemelerinde görülmüştür (Şekil 5.1. (b)).



Şekil 5.1. SEM mikrografları (a) NT25-4, (b) NTO25-P5

- Ni matrisli kompozitlerde, başlangıç tozlarına öğütme işlemi uygulanarak üretilmiş olan numunenin dayanımının, öğütme işlemi uygulanmadan üretilmiş olan kompozitin dayanımından daha yüksek olduğu görülmüştür.
- Ni matrisli numunelerin sertlikleri; Fe matrisli ve Fe+Ni matrislik kompozitlerden daha yüksek çıkmıştır.
- Fe matris içeren kompozitin SEM görüntülerine bakıldığında; Fe matrisin, Ni matrise kıyasla daha fazla gözenekli yapıya sahip olduğu görülmüştür. Sinter sonrası yoğunluk değerlerinden de bu sonuç ortaya çıkmaktadır.
- Öğütme işlemi uygulanmış tozlardan üretilen Fe matrisli kompozitlerle kıyaslandığında, öğütme işlemi uygulanmış tozlardan üretilmiş olan Fe matrisli kompozitlerin dayanım ve mikrosertlik değerlerinin genel olarak daha yüksek olduğu görülmüştür.
- Öğütme uygulanarak üretilmiş olan Fe+Ni matrisli kompozitlerin mikrosertlik değerlerinin Fe matrisli kompozitlerinkilere benzer, dayanım değerlerinin Ni matrisli kompozitlerden düşük, Fe matrisli kompozitlerden yüksek olduğu görülmektedir.
- Ni, Fe ve Ni+Fe matrisli sistemlerde, öğütülmüş olan tozlardan üretilen ve %25 Ni içeren kompozitlerin yapılarındaki TiB_2 partiküllerinin, aynı bileşimdeki öğütülmemiş tozlardan üretilen parçaların yapılarındaki TiB_2 parçacık boyutundan daha küçük olduğu görülmüştür.
- Ni, Fe ve Ni+Fe matrisli sistemlerde, öğütülmüş olan tozlardan üretilen ve %25 Ni içeren kompozitlerin mekanik özelliklerinin, aynı bileşimdeki öğütülmemiş tozlardan üretilen parçaların çoğunun dayanımından yüksek olduğu görülmüştür. Bu durumun nedenlerinden birisi, öğütme sonucunda TiB_2 partiküllerinin küçülmüş olması olabilir. Bununla birlikte, öğütme sırasında TiB_2 ve Ni parçacıklarının çok iyi karışmış olması da etkili olmuş olabilir. Bu parçanın mikrosertlik değeri, öğütülmemiş tozlardan üretilmiş olan parçaların değerlerinin alt sınırında olmuştur.

6. KAYNAKLAR

- Barandika M. G., Sanchez J.M., Rojo T., Cortes R. and Castro F., Fe-Ni-Ti binder phases for TiB₂-based cermets: a thermodynamic approach, *Scripta Materialia*, 1998, 39, pp. 1395–1400
- Basu, B., Raju, G. B., & Suri, A. K. (2006). Processing and properties of monolithic TiB₂ based materials. *International Materials Reviews*, 51(6), 352–374.
- Chaira, D. (2021). Powder Metallurgy Routes for Composite Materials Production. Reference Module in Materials Science and Materials Engineering.
- Chao, S., Goldsmith, J., & Banerjee, D. (2015). Titanium diboride composite with improved sintering characteristics. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 49, 314–319.
- Chen K, Xu J, Zhai Q. Patent CN101590574-A; CN101590574-B.
- Chen ST, Tang WY, Kuo YF, Chen SY, Tsau CH, Shun TT, et al. Microstructure and properties of age-hardenable Al_xCrFe1.5MnNi0.5 alloys. *Mater Sci Eng, A* 2010;527:5818–25.
- Chuang MH, Tsai MH, Wang WR, Lin SJ, Yeh JW. Microstructure and wear behavior of Al_xCo1.5CrFeNi1.5 Ti_y high-entropy alloys. *Acta Mater.* 2011;59: 6308–6317
- Danninger, H., & Gierl-Mayer, C. (2013). Advanced powder metallurgy steel alloys. *Advances in Powder Metallurgy*, 149–201.
- Einarsrud M.A., Hagen E., Pettersen G., and Grande T., 1997, Pressureless sintering of titanium diboride with nickel, nickelboride, and iron additives, *Journal of The American Ceramic Society*, 80(12), pp. 3013–3020.
- Fu, Z., & Koc, R. (2017). Processing and characterization of TiB₂ -TiNiFeCrCoAl high-entropy alloy composite. *Journal of the American Ceramic Society*, 100(7), 2803–2813.
- Fu, Z., & Koc, R. (2017). Ultrafine TiB₂ -TiNiFeCrCoAl high-entropy alloy composite with enhanced mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*, 702, 184–188.
- German, R.M., 1994. *Powder Metallurgy Science*, second ed. Princeton, NJ: Metal Powder Industrial Federation.
- German, R.M., 2005. *Powder Metallurgy and Particulate Materials Processing*. Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation, p. 173, Fig. 5.13.
- German, R.M., 2014. *Sintering: From Empirical Observations to Scientific Principles*, first ed. United States: Elsevier-Butterworth Heinemann.
- Godara, S. S., Yadav, A., Goswami, B., & Rana, R. S. (2021). Review on history and characterization of polymer composite materials. *Materials Today: Proceedings*, 44, 2674–2677.
- González R, 1996, New binder phases for the consolidation of TiB₂ hardmetals, *Materials Science and Engineering*, A216, pp. 185-192.

- Hsu CY, Juan CC, Wang WR, Sheu TS, Yeh JW, Chen SK. On the superior hot hardness and softening resistance of AlCoCr_xFeMo_{0.5}Ni high-entropy alloys. *Mater Sci Eng A*. 2011;528:3581–3588.
- Huang KH, Yeh JW. A study on multicomponent alloy systems containing equal-mole elements M.S. thesis]. Hsinchu: National Tsing Hua University; 1996.
- Hume-Rothery W, Smallman RE, Haworth CW. The structure of metals and alloys. The Institute of Metals, 1 Carlton House Terrace, London SW1Y 5DB, UK, 1988.
- Ibrahim, I. A., Mohamed, F. A., & Lavernia, E. J. (1991). Particulate reinforced metal matrix composites ? a review. *Journal of Materials Science*, 26(5), 1137–1156.
- Jüngling Th., Oberacker R., Thümmel F., Sigl L.S., Schmetz K.A., 1991, Pressureless sintering of TiB₂-Fe-materials, *International Journal of Powder Metallurgy*, 23(5), pp. 296-300.
- Kuc D, Bednarczyk I, Niewieski G. The influence of deformation on the plasticity and structure of Fe₃Al–5Cr alloy. *J Achiev Mater Manuf Eng* 2007;22:27–30
- Senkov ON, Wilks GB, Scott JM, Miracle DB. Mechanical properties of Nb₂₅Mo₂₅Ta₂₅W₂₅ and V₂₀Nb₂₀Mo₂₀Ta₂₀W₂₀ refractory high entropy alloys. *Intermetallics* 2011;19:698–706.
- Singh S, Wanderka N, Murty BS, Glatzel U, Banhart J. Decomposition in multi-component AlCoCrCuFeNi high-entropy alloy. *Acta Mater* 2011;59:182–90.
- Tanaka K. and Saito T., Phase equilibria in TiB₂-reinforced high modulus steel, *Journal of Phase Equilibria*, 1999, 20(3), pp. 207-214.
- Torizuka S., Sato K., HiNishio H., and Kishi T., 1995, Effect of SiC on interfacial reaction and sintering mechanism of TiB₂, *Journal of The American Ceramic Society*, 78(6), pp. 1606-1610.
- Tsai MH. Physical properties of high entropy alloys. *Entropy*. 2013;15:5338–5345.
- Wang XF, Zhang Y, Qiao Y, Chen GL. Novel microstructure and properties of multicomponent CoCrCuFeNiTi_x alloys. *Intermetallics* 2007;15(3):357–62
- Yang C., Guo H., Mo D., Qu S., Li X., Zhang W. and Zhang L., 2014, Bulk TiB₂-based ceramic composites with improved mechanical property using Fe–Ni–Ti–Al as a sintering aid, *Materials*, pp. 7105-7117.
- Yeh JW. Recent progress in high-entropy alloys. *Ann Chim-Sci Mat*. 2006;31:633–648.
- Zhang Y, Zhou YJ, Lin JP, Chen GL, Liaw PK. Solid solution phase formation rules for multi-component alloys. *Adv Eng Mater*. 2008;10:534–538
- Zhang, S., 1993, Titanium carbonitride-based cermets: processes and properties, *Materials Science and Engineering, A* 163 141-148.
- Zhou YJ, Zhang Y, Wang YL, Chen GL. Solid solution alloys of AlCoCrFeNiTi_x with excellent room-temperature mechanical properties. *Appl Phys Lett* 2007;90(18):181904.
- Zou B., Huang C., Song J., Mechanical properties and microstructure of TiB₂–TiC composite ceramic cutting tool material, *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 35 (2012) 1–9.

ÖZGEÇMİŞ

NAZLI ÖZDEMİR

ÖĞRENİM BİLGİLERİ

Yüksek Lisans 2019-2022	Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Antalya
Lisans 2013-2018	Akdeniz Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Antalya