



**TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE ÜRETİLMİŞ B₄C TAKVİYELİ
ÖNALAŞIMLI AL KOMPOZİTLERİN ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE
SİNERLEME YÖNTEMLERİNİN ETKİSİ**

Seher İrem AYDOĞAN

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

ŞUBAT 2021

ETİK BEYAN

Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

.....
Seher İrem AYDOĞAN
04/02/2021

TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE ÜRETİLMİŞ B₄C TAKVİYELİ ÖNALAŞIMLI AL KOMPOZİTLERİN ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE SİNERLEME YÖNTEMLERİNİN ETKİSİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Seher İrem AYDOĞAN

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Şubat 2021

ÖZET

Bu çalışmada B₄C parçacık takviyeli Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg matrisli kompozit malzeme üretiminde, geleneksel, mikrodalga ve spark plazma sinterleme yöntemlerinin mikroyapıya, yoğunluk değerlerine, çapraz kırılma dayanımı ve sertlik sonuçlarına etkisi incelenmiştir. Soğuk-pres numuneler 620 MPa basınç uygulanarak tek yönlü presleme tekniğiyle üretilmiştir. 555, 580 ve 605°C sıcaklıklarda geleneksel sinterleme ve mikrodalga sinterleme gerçekleştirilmiştir. Sinterleme sıcaklığında bekleme süreleri ise geleneksel sinterleme için 60 dk., mikrodalga sinterleme için beklemeden (0 dk.), 15, 30, 45 ve 60 dk. olarak uygulanmıştır. Spark plazma sinterlemede ise 50 MPa presleme basıncı, 450°C sinterleme sıcaklığı ve 5 dk. bekleme süresi parametreleri kullanılmıştır. Mikroyapı analizlerinde optik ve taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. Yoğunluk ölçümü ASTM-B962-08 standardına göre yapılmıştır. Sertlik değerleri Brinell sertlik metoduna göre ölçülmüştür. Çapraz kırılma testleri ASTM-B528-16 standardına uygun yapılmıştır. Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg tozlara diferansiyel termal analiz testi uygulanmıştır. X-ışını kırınımı analizi ile Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg numunesi mikroyapısında bulunan element ve bileşikler belirlenmiştir. Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg tozlarından üretilen numunenin mikroyapısında elementel-Al, esas alaşım (Al-Si-Cu-Mg), birincil-Si ve θ (CuAl₂), β (Mg₂Si), γ (Al₂CuMg) ikincil fazları belirlenmiştir. Artan parçacık takviye oranıyla gözenek miktarında artış gözlenmiştir. Geleneksel ve mikrodalga sinterleme yöntemlerinde optimum sinterleme sıcaklığı 555°C olarak belirlenmiştir. Spark plazma sinterlemeyle üretilen numunelerde %96'nın üzerinde yoğunluk elde edilmiştir. Sertlik ve çapraz kırılma dayanım sonuçlarına göre mikrodalga sinterlemede optimum değerleri sinterleme sıcaklığında beklenilmeden üretilen numuneler vermiştir.

Bilim Kodu : 91528

Anahtar Kelimeler : Toz metalurjisi, kompozit malzemeler, mikrodalga sinterleme, spark plazma sinterleme, çapraz kırılma dayanımı, mikroyapı, sertlik

Sayfa Adedi : 83

Danışman : Dr. Öğr. Üyesi Melika ÖZER

THE EFFECT OF SINTERING METHODS ON THE PROPERTIES OF B_4C
REINFORCED PRE-ALLOYED AL COMPOSITES PRODUCED BY POWDER
METALLURGY METHOD

(M. Sc. Thesis)

Seher İrem AYDOĞAN

GAZİ UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

February 2021

ABSTRACT

In this study, effects of conventional, microwave and spark plasma sintering on microstructure, density, transverse rupture strength and hardness results in the production of Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg/ B_4C composite material were investigated. Cold-pressed specimens were produced with uniaxial pressing technique by applying 620MPa pressure. Conventional and microwave sintering were performed at temperatures of 555, 580 and 605°C. Waiting times at sintering temperature were 60min for conventional sintering, without holding time (0min), 15, 30, 45 and 60min for microwave sintering. In the spark plasma sintering, 50MPa pressure and 450°C, 5min sintering parameters were used. Optical and scanning electron microscopes were used in microstructure analysis. Density measurement was made according to ASTM-B962-08. Hardness values were measured according to the Brinell. Transverse rupture strength tests were made in accordance with ASTM-B528-16. Differential thermal analysis was applied to Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg powders. Elements and compounds in the microstructure of the Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg sample were determined by X-ray diffraction. In the microstructure of the Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg samples, elemental-Al, master alloy (Al-Si-Cu-Mg), primary-Si and $\theta(CuAl_2)$, $\beta(Mg_2Si)$, $\gamma(Al_2CuMg)$ secondary phases were determined. The amount of pores increased with increasing reinforcement ratio. In conventional and microwave sintering methods, the optimum sintering temperature was determined as 555°C. Density over 96% was obtained in samples produced by spark plasma sintering. According to the hardness and transverse rupture strength results, it was determined that the samples produced without holding time at the sintering temperature give optimum values in microwave sintering.

Science Code : 91528

Keywords : Powder metallurgy, composite materials, microwave sintering, spark plasma sintering, transverse rupture strength, microstructure, hardness

Page Number : 83

Supervisor : Dr. Lecturer Melika ÖZER

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tezimin yönetimini üstlenen ve bu tez konusunun proje haline gelme sürecinde bilgilerini esirgemeyerek teşvik edici yaklaşımıyla teze hazırlık, tez çalışması ve proje sürecini yönlendiren danışmanım Sayın Dr. Öğretim Üyesi Melika ÖZER'e teşekkür eder, saygılarımı sunarım.

Fikir ve önerileri ile tez çalışması ve bilimsel araştırma projesinin tamamlanma sürecinde yardımlarını esirgemeyen Gazi Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksek Okulu Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Doç. Dr. Alpay ÖZER, Gazi Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Öğretim Üyesi Sayın Doç. Dr. Hanifi ÇİNİCİ ve Hacettepe Ankara Sanayi Odası 1. OSB Meslek Yüksekokulu Öğretim Görevlisi Sayın Dr. Halil KARAKOÇ'a teşekkürü borç bilirim.

Laboratuvar olanaklarından yararlanmama imkân tanıyan, deneyimli uzman kadrosuna sahip Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı Başkanlığı'na teşekkür ederim. Yöneticiliğini üstlendikleri laboratuvar ekipmanlarının kullanımına izin veren Gazi Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Öğretim Üyeleri Prof. Dr. Adem KURT ve Prof. Dr. Halil ARIK'a teşekkür ederim. Spark plazma sinterleme yöntemi ile numune üretiminin yapılmasına imkân tanıyan Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Ana Bilim Dalı ile bilgi ve yardımlarını esirgemeyen, ilgili konuda çalışmalara sahip Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü Öğretim Üyesi Doç. Dr. Erhan AYAS'a saygılarımı sunar, teşekkür ederim.

07/2019-13 nolu proje ile bu çalışmaya maddi destek sağlayan Gazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	ix
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	x
RESİMLERİN LİSTESİ	xii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xiv
1. GİRİŞ.....	1
2. GENEL LİTERATÜR BİLGİLERİ	3
3. LİTERATÜR ÖZETİ	19
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	25
4.1. Malzeme.....	25
4.2. Metot	26
4.2.1. Tozların karıştırılması.....	26
4.2.2. Tozların preslenmesi.....	26
4.2.3. Sinterleme işlemi	27
4.2.4. Mikroyapı analizleri	30
4.2.5. Yoğunluk ölçümü	31
4.2.6. Mekanik testler	32
5. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	35
5.1. Numune Üretimi.....	35
5.2. Malzeme Karakterizasyonu.....	36

	Sayfa
5.3. Mikroyapı Karakterizasyonu.....	40
5.4. Yoğunluk Değişimleri.....	51
5.5. Sertlik Ölçüm Sonuçları.....	57
5.6. Çapraz Kırılma Dayanımı	61
6. SONUÇLAR.....	69
KAYNAKLAR	75
ÖZGEÇMİŞ	83



ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1. Geleneksel sinterleme, mikrodalga sinterleme ve spark plazma sinterlemenin yoğunluk ve mekanik özelliklere etkisi	21
Çizelge 4.1. Alumix® 231 ötektik üstü alaşımın kimyasal kompozisyonu (ağ.%)	25
Çizelge 4.2. Alumix® 231 için önerilen presleme ve sinterleme koşulları katalog verileri.....	25
Çizelge 4.3. Kompozit numuneler için kullanılan tozların miktarları	26
Çizelge 5.1. Farklı sinterleme işlemleri uygulanan kompozitlerin numune kodlamaları	35
Çizelge 5.2. Ham numunelerin yoğunluk ölçüm sonuçları.....	51
Çizelge 5.3. Farklı sıcaklıklarda geleneksel sinterlenen numunelerin %teorik yoğunluk değerleri.....	52
Çizelge 5.4. GS ile üretilen numunelerin çapraz kırılma dayanım sonuçları	62
Çizelge 5.5. 555°C sinterleme sıcaklığında ve farklı sinterleme sürelerinde MW sinterleme ile üretilen numunelerin ağ.%B ₄ C parçacık miktarına bağlı ÇKD değerleri.....	63

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Çeşitli sinterleme türlerinin gösterimi	7
Şekil 2.2. Sinterleme fırınındaki kademeler (sıcaklık–zaman ilişkisi)	8
Şekil 2.3. Lazer sinterlemede lazer-malzeme etkileşimi	10
Şekil 2.4. SPS işleminin şematik görüntüsü	11
Şekil 2.5. Bir SPS süreci modeli: Parçacıklar boyunca DC darbe akımı akışı	12
Şekil 2.6. Geleneksel ve mikrodalga yöntemleri arasında ısıtma prosedürünün karşılaştırılması.....	13
Şekil 2.7. Mikrodalgaların malzemelerle etkileşimini gösteren şematik diyagram.....	15
Şekil 5.1. Alumix231-GS-555C kodlu numunenin XRD grafiği	40
Şekil 5.2. Ecka Alumix® 231 tozuna ait DTA grafiği	43
Şekil 5.3. Ham numunelerin yoğunluk ölçüm grafiği.....	51
Şekil 5.4. GS tekniği ile sinterlemede B ₄ C (ağ.%) parçacık oranının bağıl yoğunluk değerine etkisi.....	53
Şekil 5.5. MW sinterlemede sinterleme sıcaklık ve sürelerinin Alumix231 bağıl yoğunluğuna etkisi.....	54
Şekil 5.6. 555°C sıcaklıkta MW sinterlemede parçacık oranı ile bağıl yoğunluk değişimi	55
Şekil 5.7. SPS ile üretilen numunelerde parçacık oranı ile bağıl yoğunluk değişimi.....	55
Şekil 5.8. Soğuk presleme sonrası ham yoğunluk ve GS, MW sinterleme, SPS sonrası yoğunluk değerlerinin B ₄ C (ağ.%) parçacık oranı ile değişimi	56
Şekil 5.9. Farklı sinterleme sıcaklıklarında GS ile üretilen numunelerde ağ.%B ₄ C parçacık oranı artışı ile sertlik değişimi.....	58
Şekil 5.10. Farklı sinterleme sürelerinde MW sinterleme ile üretilen numunelerde ağ.%B ₄ C parçacık oranı ile sertlik değişimi.....	59
Şekil 5.11. SPS ile üretilen numunelerde ağ.%B ₄ C parçacık oranı ile sertlik değişimi .	59
Şekil 5.12. GS, MW sinterleme ve SPS teknikleri üretilen numunelerde ağ.%B ₄ C parçacık oranı ile sertlik değişimi.....	60

Şekil	Sayfa
Şekil 5.13. GS ile üretilen numunelerde ÇKD'nin sinterleme sıcaklığı-ağ.%B ₄ C parçacık oranı ile değişimi.....	62
Şekil 5.14. 555°C sinterleme sıcaklığında ve farklı sinterleme sürelerinde MW sinterleme ile üretilen numunelerin ağ.%B ₄ C parçacık miktarına bağlı ÇKD eğrileri	63
Şekil 5.15. MW sinterlemede ÇKD değerlerinin sinterleme süresi ile değişimi	64
Şekil 5.16. SPS tekniği ile üretilen numunelerin ÇKD değerlerinin ağ.%B ₄ C ile değişimi	65
Şekil 5.17. GS, MW sinterleme ve SPS teknikleri ile sinterlenen numunelerin ÇKD değerlerinin ağ.%B ₄ C ile değişimi	66

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 4.1. Turbula T2F tipi üç eksenli toz karıştırıcı	26
Resim 4.2. Soğuk presleme işleminde kullanılan (a) hidrolik pres, (b) numune üretim düzeneği ve (c) presleme kalıbı.....	27
Resim 4.3. Soğuk presleme ile üretilen numunelerin görüntüsü	27
Resim 4.4. Geleneksel sinterleme işlemi için kullanılan tüp fırın fotoğrafı	28
Resim 4.5. Mikrodalga sinterleme fırını fotoğrafı	28
Resim 4.6. SPS cihazı	29
Resim 4.7. (a) SPS için kullanılan karbon kalıp (b) üretilen numune	29
Resim 4.8. LEICA DMI 5000M metal mikroskobu	30
Resim 4.9. Jeol 6060 LV taramalı elektron mikroskobu	31
Resim 4.10. Yoğunluk ölçüm cihazı	32
Resim 4.11. Çapraz kırılma dayanımı testlerinin gerçekleştirildiği test cihazı	33
Resim 4.12. Çapraz kırılma dayanım (a) test düzeneği ve (b) test aparatı fotoğrafları ..	33
Resim 4.13. Makro sertlik ölçme cihazı	34
Resim 5.1. (a) Soğuk presleme sonrası elde edilen ham Alumix231 numunesinin ve (b) Alumix231-GS-555, (c) Alumix231-MW-555-0dk ve (d) Alumix231-SPS-450-5 kodlu numunelerin SEM görüntüsü ve EDS analizleri	36
Resim 5.2. Alumix231-GS-555 numunesinin optik mikroskop görüntüsü	38
Resim 5.3. (a) %15B4C-GS-555C ve (b) Alumix231-MW-555C-0dk kodlu numunenin SEM alarım elementleri haritası.....	39
Resim 5.4. Soğuk preslenmiş ham Alumix-231 SEM görüntüsü	41
Resim 5.5. (a) Ham Alumix231, (b) Alumix231-GS-555, (c) Alumix231-GS-580, (d) Alumix231-GS-605 kodlu numunelerin optik mikroskop mikroyapı fotoğrafları	42
Resim 5.6. Farklı oranlarda B ₄ C takviyeli geleneksel sinterleme ile üretilmiş numunelerin optik mikrografları	44

Resim**Sayfa**

Resim 5.7. 555°C sıcaklıkta MW sinterleme ile üretilen numunelerin mikroyapı fotoğrafları (a) Alumix231-MW-555-0dk; (b) Alumix231-MW-555-60dk; (c) %5B ₄ C-MW-555-0dk; (d) %5B ₄ C-MW-555-60dk; (e) %10B ₄ C-MW-555-0dk; (f) %10B ₄ C-MW-555-60dk; (g) %15B ₄ C-MW-555-0dk; (h) %15B ₄ C-MW-555-60dk	45
Resim 5.8. SPS tekniği ile üretilen numunenin mikroyapı fotoğrafları (a) Alumix231-SPS-450-5; (b) %5B ₄ C-SPS-450-5; (c) %10B ₄ C-SPS-450-5; (d) %15B ₄ C-SPS-450-5.....	46
Resim 5.9. Geleneksel, mikrodalga ve spark plazma sinterleme teknikleri ile üretilen numunelerin mikroyapı görüntüleri (a) Alumix231-GS-555; (b) %15B ₄ C-GS-555; (c) Alumix231-MW-555-0dk; (d) %15B ₄ C-MW-555-0dk; (e) Alumix231-SPS-450-5; (f) %15B ₄ C-SPS-450-5.....	48
Resim 5.10. GS, MW ve SPS teknikleri ile üretilen numunelerin mikroyapıları (a) Alumix231-GS-555; (b) %15B ₄ C-GS-555; (c) Alumix231-MW-555-0dk; (d) %15B ₄ C-MW-555-0dk; (e) Alumix231-MW-555-60dk; (f) %15B ₄ C-MW-555-60dk; (g) Alumix231-SPS-450-5; (h) %15B ₄ C-SPS-450-5	50

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklamalar
Al	Alüminyum
B₄C	Bor karbür
Cu	Bakır
Co	Kobalt
°C	Santigrat derece
dk.	Dakika
GHz	Gigahertz
HB	Hardness Brinell
kN	Kilonewton
kgf	Kilogram-force
m	Metre
mm	Milimetre
Mg	Magnezyum
mg	Miligram
MHz	Megahertz
MPa	MegaPascal
N₂	Azot
Si₃N₄	Silisyum nitrür
Si	Silisyum
SiC	Silisyum karbür
TiC	Titanyum karbür
T_{ergime}	Ergime sıcaklığı
µm	Mikrometre
cm³	Santimetreküp
g	Gram

Kısaltmalar**Açıklamalar**

Ağ.	Ağırlıkça
Bkz.	Bakınız
ÇKD	Çapraz kırılma dayanımı
DC	Doğrusal akım
DTA	Diferansiyel termal analiz
EDS	Enerji dağılımlı spektrometre
GS	Geleneksel sinterleme
MMK	Metal matrisli kompozitler
MW	Mikrodalga (microwave)
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
SPS	Spark plazma sinterleme
T/M	Toz metalurjisi
BY	Bağıl yoğunluk
XRD	X ışını difraktometresi

1. GİRİŞ

Çeşitli kimyasal bileşimlere ve mekanik özelliklere sahip mühendislik malzemeleri, farklı üretim teknikleri kullanılarak üretilmektedir. İleri mühendislik malzemeleri olarak sınıflandırılan kompozit malzemeler modern üretim teknolojisi için bir gereklilik haline gelmiştir. Kompozit malzemelerin ana uygulama alanları havacılık, askeri ve otomobil endüstrileridir. Bunun nedeni, kompozit malzemelerin gelişmiş fiziksel ve mekanik özelliklere sahip olmasıdır.

Endüstrinin ihtiyacı ve kullanım alanına göre geliştirilen kompozit malzemeler farklı şekillerde sınıflandırılmaktadır. Matris malzemesine göre kompozit malzemeler metal matrisli kompozitler (MMK), seramik matrisli kompozitler ve polimer matrisli kompozitler olarak sınıflandırılır.

Metal matrisli kompozitlerin üretimi için farklı teknikler kullanılmaktadır. Bu tekniklerden en yaygın olanı toz metalurjisidir (T/M). T/M tekniği, 1990'lı yıllardan beri araştırmacıların ilgisini çekmiş ve mühendislik malzemelerinin mekanik özellikleri T/M teknikleri ile geliştirilmeye çalışılmıştır. T/M tekniği genel olarak; toz üretimi, üretilen tozların karıştırılması, tozların preslenmesi ve sinterlemesi işlem basamaklarından oluşmaktadır. Günümüzde malzeme ve/veya parça üretimi farklı T/M teknikleri kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Soğuk presleme ve sinterleme bilinen en genel T/M tekniklerinden biridir.

T/M tekniğinin başlangıç aşaması olan soğuk preslemede tozlar kalıp içerisinde sıkıştırılır. Presleme sonrası ham yoğunluk değerine ulaşan kompaktlar, yoğunluklarını arttırmak ve böylece mekanik özelliklerini iyileştirmek için sinterlenir. Sinterleme, kompaktların ergime derecelerinin altındaki sıcaklıklara çeşitli ısıtma teknikleri ile ısıtılması ve uygun süre beklenilmesi işlemidir. Günümüzde T/M kompaktların sinterlenmesinde farklı sinterleme teknikleri kullanılmaktadır. Ancak, son yıllarda azaltılmış sinterleme süreleri ve enerji tasarrufu sağlayan sinterleme teknikleri önem kazanmıştır.

T/M tekniğinin ilk yıllarından itibaren alüminyum ve/veya alüminyum alaşımları metal matris malzemesi olarak yoğun ilgi görmüştür. Matris malzemesi olarak Al ve/veya Al-

alaşımlarının kullanımı ile üretilen kompozitler otomotiv, havacılık, demiryolu taşımacılığı ve diğer sektörlerde özellikle yüksek aşınma direnci gerektiren hareketli parçalarda tercih edilmektedir. Al – alaşımları içerisinde ötektik üstü Al-Si T/M alaşımları giderek artan bir ilgi görmektedir. Yüksek aşınma direnci, yüksek mukavemet, düşük ısı genleşme katsayısı gibi özellikler ötektik üstü Al-Si alaşımlarına olan bu ilginin nedenleri arasında sayılabilir.

T/M tekniği ile üretilen metal matrisli kompozitlere çeşitli seramik parçacıklar güçlendirici olarak katılmaktadır. B_4C kompozisyonundaki bor karbür yüksek sertlik, aşınma direnci, düşük yoğunluk gibi üstün özellikleri ile cazip bir güçlendiricidir.

Bu çalışmada, ötektik üstü Al-Si (Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg) ön karışımı T/M alaşım tozu matris malzemesi olarak seçilmiştir. Güçlendirici olarak B_4C bileşimindeki bor karbür kullanılmıştır. Al/ B_4C kompozitleri soğuk presleme ile kompakt numuneler olarak üretilmiştir. Üretilen numunelere farklı sıcaklıklarda geleneksel sinterleme, farklı sıcaklıklar ve farklı bekleme sürelerinde mikrodalga (MW) sinterleme ve spark plazma sinterleme ısı işlemleri uygulanmıştır. Geleneksel sinterlemede farklı sinterleme sıcaklıklarının, mikrodalga sinterlemede farklı bekleme sürelerinin ve farklı sinterleme tekniklerinin birbirlerine olan üstünlükleri mikroyapı incelemeleri, sertlik ve çapraz kırılma dayanım testleri ile belirlenmiştir.

2. GENEL LİTERATÜR BİLGİLERİ

Son 40 yıldır araştırmacılar ve tasarım uzmanları araştırmalarında hafif, çevre dostu, düşük maliyetli, yüksek kaliteli ve iyi performans sergileyebilen malzemeler üzerine vurgu yapmışlardır (Feest, 1986). Bu yaklaşım, araştırmacılar ve sanayicilerin kompozit malzemelerin araştırılması ve üretilmesine olan ilgilerini arttırmıştır.

Kompozitler, son ürün içerisinde ayrı ve farklı kalan, farklı fiziksel veya kimyasal özelliklere sahip iki veya daha fazla doğal veya yapay elemanın birleştirilmesiyle elde edilen malzemelerdir (Hu, 2012: ix). Metalurji ve malzeme bilimi için kompozit malzemeyi oluşturan bileşenler mikroskobik ve/veya makroskobik olarak şekil veya kompozisyon açısından farklılık gösterirken, aralarında tanınabilir ara yüzlere sahiptir. Tipik olarak ilave güç, verimlilik veya dayanıklılık gibi belirli kullanımlar için tasarlanırlar. Kompoziti oluşturan malzemeler bireysel kimliklerini tamamen kaybetmezler, son ürünü iyileştirmek için en faydalı özelliklerini birleştirir ve bileşiğe üstün özellikler kazandırmak için birlikte çalışır. Kompozit malzemenin özellikleri kendisini oluşturan malzemelerin özelliklerinden üstündür. Dolayısıyla araştırmacılar tarafından kompozit malzeme üretiminin genel amacı, kompoziti oluşturan bileşenlerin her birinde tek başına yeterli olmayan özelliklerin iyileştirilmesi olarak özetlenebilir.

Kompozit malzemelerin en önemli avantajı hafif ve yüksek mekanik özelliklere sahip olmalarıdır (Çanakçı, 2006; Sharma, Bhandari, Aherwar, Rimasauskiene ve Pinca-Bretotean, 2020). Özellikle özgül dayanımlarının yüksek olması kompozit malzemeleri uçak ve uzay endüstrisi için çekici mühendislik malzemeleri yapmıştır (Chung, 2003: 11-12; Çavuşoğlu, 2013). Uygun matris malzemesi ve takviye elemanı seçimi ile belirli ihtiyaçları yüksek oranda karşılayabilecek son ürün kompozit malzemeler tasarlanabilir ve üretilir. Kompozit malzemeler farklı şekillerde kalıplanabilir. Bu özellik tasarım esnekliğini de beraberinde getirir. Kompozit malzemelerin avantajları ve dezavantajları aşağıdaki gibi sıralanabilir (Arpacı, 2019; Demirel, 2007; Erdem, 2015).

Avantajları

Tasarım esnekliği, yüksek mukavemet, düşük ağırlık, yüksek darbe dayanımı, yüksek korozyon direnci, yüksek aşınma dayanımı, yorulma dayanımında artış, geliştirilmiş termal özellikler.

Dezavantajları

İşlenme güçlüğü, kırılma uzamasının az olması, geri dönüşümünün olmaması, üretim zorluğu, yüksek maliyet, aynı kompozit malzemenin mekanik mukavemet değerlerinin (eğilme, kesme, basma vb.) farklı olabilme ihtimali.

Yüksek teknoloji uygulamalarında özel ve sıra dışı özelliklerin getirdiği teknolojik gereksinimler kompozit malzemelerin çeşitlenmesine neden olmuştur. İhtiyaçlar doğrultusunda çeşitlenen, üretilen ve geliştirilen kompozit malzemeler farklı şekillerde sınıflandırılmaktadır. Bu sınıflandırmada matris malzemesi veya takviye elemanı dikkate alınır (Erdem, 2015; Kaya, 2016; Sayuti, Sulaiman, Vijayaram, Baharudin ve Arifin, 2012). Matris malzemesine göre kompozit malzemeler; metal matrisli kompozitler (MMK), seramik matrisli kompozitler ve polimer matrisli kompozitler olarak gruplandırılır. Takviye elemanına göre; parçacık takviyeli kompozitler, kısa fiber takviyeli kompozit malzemeler, sürekli fiber takviyeli kompozit malzemeler, whiskers takviyeli kompozit malzemeler, lamine kompozit malzemeler ve sandviç paneller olarak gruplandırılır (Kalemtaş, 2014; Kaya, 2016; Şenel, Gürbüz ve Koç, 2018).

Matris; malzemenin şekilsel bütünlüğünü oluşturan, süreklilik gösteren, takviye elemanlarını bir arada tutan, maruz kaldığı gerilmeleri takviye elemanlarına ileten ve takviye edilmesi tasarlanan fazdır. Takviye malzemesi ise, matris malzemesinin özelliklerini geliştirmek amacıyla kullanılan, daha yüksek mekanik özelliklere ve %10-90 oranında yük taşıma kapasitesine sahip fazdır (Hull and Clyne, 1996: 71-79; Kalemtaş, 2014).

Metaller seramik malzemelere göre sünek malzemelerdir. Ancak sürünme, yorulma, aşınma direnci düşüktür. Dolayısıyla metallerde aranan sertlik, aşınma direnci, hafiflik, rijitlik, yüksek mukavemet vb. özellikleri geliştirebilmek için metal matrisli kompozitler

tasarlanmaktadır (Callister ve Rethwisch, 2010: 653-655). MMK'lar, metal veya metal alařım matrisli kompozitlerdir. Geliřtirilmiř termal özelliklere, yüksek elastik modülüne, süneklilięe ve yüksek darbe dayanımına sahiplerdir. MMK'larda kullanılan matris malzemeleri genellikle hafif metal ve alařımlarıdır. Bu hafif metal ve alařımları özgül dayanımlarının yüksek olması sebebiyle hafif yapılarda tercih edilmektedir. Ayrıca, korozyon dirençlerinin yüksek olması dięer bir karakteristik özelliktir. Alüminyum, magnezyum, alüminyum-lityum, titanyum, bakır ve süper alařımlar MMK'larda kullanılan başlıca matris malzemeleridir (Sayuti ve dięerleri, 2012). Bu alařımların tercih edilmesinin nedeni düşük yoğunluk ve ergime sıcaklığına sahip olmaları ve birçok seramik takviye elemanını kolay ıslatabilmeleridir (Kalaiselvan, Dinaharan ve Murugan, 2014; Kalemtaş, 2014).

MMK'ların üretiminde takviye malzemesi olarak fiber, visker veya partikül gibi farklı şekillere sahip malzemeler kullanılmaktadır. Partikül formundaki takviye elemanları, kompozit yapıda özelliklerin yöne baęlı olarak deęiřim göstermemesi ve üretim kolaylığı gibi etkenlerden dolayı yaygın kullanıma sahiptir (Kalemtaş, 2014; Takei, Hatta ve Taya, 1991). Takviye malzemesi olarak ise genellikle metal nitrürler (Si_3N_4 , TiN vb.), metal karbürler (SiC , B_4C , WC vb.) ve metal oksitler (Al_2O_3 , SiO_2 vb.) gibi çeřitli seramik parçacıklar takviye elemanı olarak kullanılmaktadır (Alizadeh, Taheri-Nassaj ve Hajizamani, 2011; Lee, Yeo, Hong, Yoon ve Na, 2001; Rajan, Ramabalan, Dinaharan ve Vijay, 2013). B_4C kompozisyonundaki bor karbür yüksek sertlik, aşınma direnci, düşük yoğunluk gibi üstün özellikleri ile cazip bir güçlendiricidir (Ozer, 2016; Ramnath ve dięerleri, 2014; Tuncer, Tasdelen ve Arslan, 2011).

MMK'lar sıvı faz (döküm, sıkıřtırmalı döküm, infiltrasyon) ve katı faz T/M üretim teknikleri ile üretilebilirler. Karmařık şekilli parçaların üretimde sıvı faz teknikleri kullanılabilir. Yüksek oranlarda parçacık takviyesi, daha homojen bir parçacık dağılımı ve küçük parçacık boyutlarında toz metalurjisi yöntemi daha uygundur.

T/M teknolojisi uzun yıllardır endüstrinin çeřitli alanlarında uygulanmaktadır. T/M son derece ince ve homojen mikroyapıya sahip malzemeler üretir ve benzersiz bileřen kombinasyonları veren farklı bileřenlerden oluřan malzemelerin formülasyonuna izin verir (Pokorska, 2008). Prensip olarak karıřtırma, sıkıřtırma (presleme) ve sinterleme işlem basamaklarından oluřan bir yöntemdir.

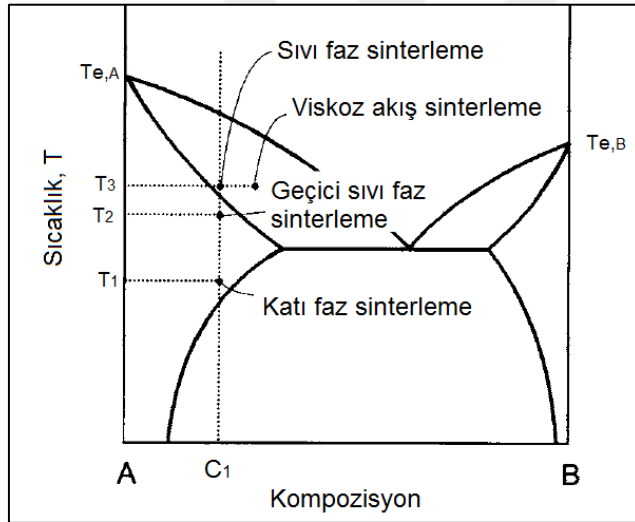
Parça üretiminde kullanılacak tozlar kalıp içerisinde preslenir. Tozlar basıncın etkisiyle birbiri üzerinden kayarak ve yüksek basınç altında şekil değiştirerek mekanik olarak kenetlenir ve kısmi soğuk kaynaklanma gerçekleşir. Bu mekanizmalar sonucunda tozlardan üretilen parça elle tutulabilir bir dayanım kazanır. Presleme ile parçaya kazandırılan ham dayanım oldukça düşüktür. Dolayısıyla üretilen parçaların mekanik özelliklerini iyileştirebilmek için presleme işlemi ile şekillendirilen toz metal parçalara uygun bir sıcaklıkta sinterleme ısı işlemi uygulanır.

Sinterleme, termal enerji uygulayarak metal ve/veya seramik tozlardan yoğunluk kontrollü malzeme ve bileşenler üretmek için kullanılan bir tekniktir. Soğuk presleme ile üretilen parçalarda atomik taşınım yoluyla toz tanecikleri arasında bağ oluşturmak amacıyla metalin ergime sıcaklığı altındaki sıcaklıklarda yapılan bir ısı işlemidir. Sinterleme parçacıkların birbirine bağlanmasını sağlayarak yüksek yoğunluk eldesine, dayanım artışına ve özelliklerin iyileşmesine neden olan bir ısı işlem süreci olarak da tanımlanabilir. Sinterleme sıcaklığı tek bileşenli sistemlerde ergime sıcaklığının 2/3 ile 4/5 arasında seçilir. Çok bileşenli sistemlerde ise ergime sıcaklığı düşük olan bileşenin ergime sıcaklığının üzerinde işlem gerçekleştirilir. Sinterleme, genel olarak sinterleme değişkenlerinin kontrolü yoluyla tekrarlanabilir ve mümkünse tasarlanmış mikroyapıya sahip sinterlenmiş parçalar üretmeyi amaçlar. Nihai amaç ince taneli bir yapıya sahip, yoğun bir yapı elde etmektir (German, 2007: 233-274; Kang, 2005: 1-7, 197-205).

Sinterleme ile presleme sonrası gözenekli bir yapı kazandırılmış tozların yüzey alanı azalır, toz parçacık temas noktaları artar, gözenek şekli değişir ve gözenek hacmi azalır (Avcı, 2018; German, 2007: 233-274). Yüksek sıcaklıklarda difüzyon ve parçacıkların yüzey enerjisinin azalmasıyla gerçekleşen bir işlemdir. Sinterlemenin gerçekleşebilmesi için sistemin serbest enerjisinin azalması gerekmektedir. Serbest yüzeylerin eğimi sinterleme için gerekli itici gücün temelini oluşturmaktadır. Dolayısıyla sinterlemenin itici gücü yüzey enerjisinin azalmasıdır (German, 2007: 233-274). Sonuç olarak sinterleme ile sistem, toplam serbest yüzeylerin azaltılması, katı/buhar arayüzlerinin ortadan kaldırılması, tane sınırlarının oluşturulması ve sonuçta tane büyümesi ile toplam serbest enerjisini azaltır (Kayıplar, 2010).

Temel olarak sinterleme işlemleri iki türe ayrılabilir: katı hal sinterleme ve sıvı faz sinterleme. Katı hal sinterlemesi, sıkıştırılmış toz metal parça sinterleme sıcaklığında katı

halde tamamen yoğunlaştırıldığında meydana gelirken, sıvı faz sinterleme, sinterleme sırasında toz metal parçada sıvı faz mevcut olduğunda meydana gelir (Kang, 2005: 1-7, 197-205). Saf ve tek fazlı malzemelerde 0,5-0,9 T_{ergime} arasındaki sıcaklıklarda yapılan sinterleme ile katı faz sinterleme gerçekleştirilir. Katı faz sinterlemede etkili taşınım mekanizması atomik difüzyon ile buharlaşma ve yoğunlaşmadır (Avcı, 2018). Sıvı faz sinterlemede ise sinterleme sıcaklığında sıvı faz oluşumu gerçekleşir. Sıvı faz oluşumu iki şekilde gerçekleşir. Birincisi, farklı kimyasal kompozisyonda toz karışımı kullanılması, ikincisi ise karışımındaki bileşenlerden bir tanesinin ergimesi veya ötektik faz oluşumudur (Ayata, 2014; Ormancı, 2012). Şekil 2.1 iki durumu şematik bir faz diyagramında göstermektedir. T_1 sıcaklığında, katı hal sinterlemesi C_1 bileşimi ile kompakt bir A-B tozunda meydana gelirken, T_3 sıcaklığında sıvı faz sinterleme aynı toz kompaktta meydana gelir (Kang, 2005: 1-7, 197-205).



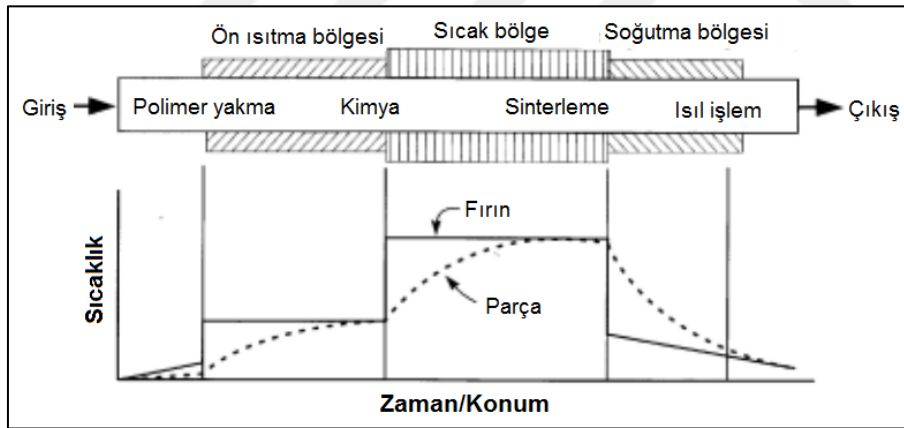
Şekil 2.1. Çeşitli sinterleme türlerinin gösterimi (Kang, 2005: 1-7)

Katı hal ve sıvı faz sinterlemeye ek olarak, diğer sinterleme türleri, örneğin geçici sıvı faz sinterleme ve viskoz akış sinterleme kullanılabilir. Viskoz akış sinterlemesi, sıvının hacim oranı yeterince yüksek olduğunda meydana gelir, böylece tane-sıvı karışımının viskoz akışı ile kompaktın tam yoğunlaşması sağlanır. Geçici sıvı faz sinterleme ise, sıvı faz sinterleme ve katı hal sinterlemesinin bir kombinasyonudur. Bu sinterleme tekniğinde, sinterlemenin erken bir aşamasında kompaktta bir sıvı faz oluşur, ancak sinterleme ilerledikçe sıvı kaybolur ve yoğunlaştırma katı halde tamamlanır. Geçici sıvı faz sinterlemesinin bir örneği Şekil 2.1’de verilmiştir. C_1 bileşimine sahip kompakt bir A-B tozu, ötektik sıcaklığın

üzerinde ancak katılaşma hattının altındaki bir T_2 sıcaklığında sinterlendiğinde, sinterleme sıcaklığı A-B ötektik sıcaklığının üzerinde olduğu için, kompaktın ısıtılması sırasında A ve B tozları arasındaki reaksiyonla bir sıvı faz oluşur. Bununla birlikte, sinterleme sırasında, sıvı faz kaybolur ve yalnızca katı bir faz kalır, çünkü verilen sinterleme koşulu altındaki denge fazı bir katı fazdır (Kang, 2005: 1-7, 197-205).

Sinterleme işlemi farklı teknikler ile gerçekleştirilebilmektedir. Bu teknikler; geleneksel sinterleme, hızlı sinterleme ve basınçlı sinterleme olarak nitelendirilir.

Geleneksel sinterleme; preslenmiş numunelerin ısıtılma fırınlarında (tercihen atmosfer kontrollü) sinterlenmesi işlemidir. Sinterlenme fırını sinterleme çevrimi sırasında sıcaklığı ve zamanı kontrol eder (German, 2007: 233-274). İlk olarak uygun sıcaklık ve sürede yağlayıcı uçurma işlemi gerçekleştirilir. Bu işlem sinterleme sıcaklığına göre daha düşük sıcaklıklarda yapılır. İkinci işlem ise sinterleme işlemidir. Fırın uygun sinterleme sıcaklığına ayarlanır ve yeterli süre beklenir. Son aşama ise soğutma işlemidir.



Şekil 2.2. Sinterleme fırınındaki kademeler (sıcaklık – zaman ilişkisi) (German, 2007: 233-274)

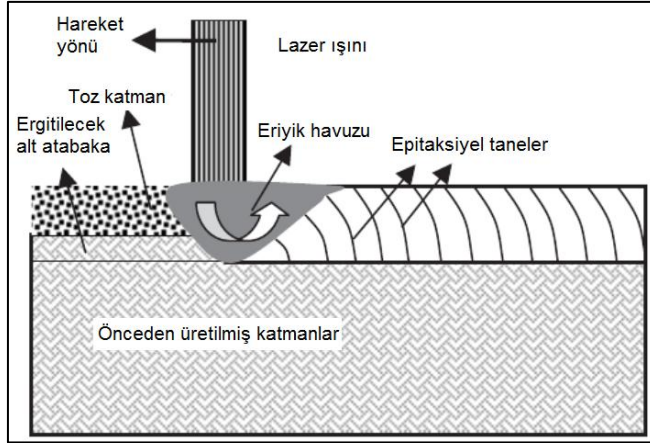
Hızlı sinterleme teknikleri; indüksiyonla sinterleme, lazer sinterleme, spark plazma sinterleme ve mikrodalga sinterlemedir.

İndüksiyonla sinterleme; değişken akım taşıyan iletken bobin ile sağlanır. Bobinde oluşan akım, toz malzeme içinde girdap akıma neden olan manyetik alanı oluşturur. İndüksiyonla sinterleme yönteminde kullanılan frekans 50 Hz ile 50 kHz arasında değişebilir (Atik ve Çavdar, 2011).

Hareketli manyetik alan içerisinde kalan iletkende oluşan potansiyel fark nedeniyle iletkenin içerisinden akım geçer. Bu olay indüksiyon olarak bilinir. İndüksiyon ısıtmanın prensibi elektromanyetik enerjinin ısı enerjisine dönüştürülmesidir. Bobine uygulanan alternatif akım ile değişken bir manyetik alan meydana getirilir. Manyetik alan içerisindeki malzemede oluşan manyetik alanın yoğunluğu, uygulanan frekansa bağlıdır ve frekansın etkisi ile yüzeyde maksimum dağılıma sahipken, merkeze doğru üstel bir şekilde azalır (Akpınar, 2013). İndüksiyon ısıtmanın önemli özelliği ısıнын doğrudan parçada ve hızlı oluşmasıdır. Frekans ne kadar yüksek olursa indüksiyon akımları yüzeye o kadar yakın bölgede oluşur. Isı transferi, diğer ısıtma sistemlerinden 3 000 kez daha iyidir. Dolayısıyla ısınma hızlı tamamlanır, ısınma için gerekli süre azalır, sonuçta sinterleme süresini kısaltır (Çavdar, 2009; Çivi, 2011).

Lazer sinterleme; toz malzemenin lazer veya farklı bir ışık uygulanması yöntemiyle katman katman ergitilerek katı parça üretilmesine lazer sinterleme adı verilir (Keleş ve Türker, 2018). Bu teknikte, düzgün bir tabaka halinde yayılan toz malzeme lazer ışınıyla taranır. Işının çarptığı bölgelerde meydana gelen yüksek sıcaklık, birbiriyle temas halindeki toz tanelerin sinterlenmesini sağlar (Duman ve Kayacan, 2017; King ve Tansey, 2002; Partee, Hollister ve Das, 2006). Bu teknikte lazer enerji kaynağı olarak genellikle fiber lazer, karbon dioksit (CO₂) lazer ve Nd: YAG (Neodmiyum: Yitrium-alüminyum garnet) lazer; koruyucu gaz olarak da azot veya argon kullanılır (Duman ve Kayacan, 2017). İşlem, bir toz yatağının taranan bölgelerinde lazer ve termal enerji uygulamasından kaynaklanan partikül birleşmesi ile karakterize edilir. Partikül birleşmesi ile ilişkili yüzey serbest enerjisindeki azalma, sinterleme işlemi için ana itici güçtür (Das, 2003).

Şekil 2.3’de lazer sinterlemede lazer-malzeme etkileşimi şematik olarak gösterilmiştir. Toz yatağının yoğunluğu başlangıçta yaklaşık %55 teorik yoğunluktadır. Lazer ışını toz yüzeyine çarptığında, oluşan bölgesel yüksek sıcaklık ile tozlar sinterlenerek yoğunlaşır. Sinterlenmiş tozlar ek lazer enerjisine maruz kalırsa, sinterlenmiş toz parçacıkların sıcaklığı artar ve ergime başlar. Tarama lazer ışını, toz yatağının komşu kısmına ilerledikçe, lazer ışını altında oluşan geçici eriyik havuzundaki yüzey gerilimi gradyanlarına bağlı olarak güçlü konveksiyon akımları oluşur. Sonuçta eriyik havuzu, epitaksiyel tanelerin önceki katmanın yeniden eritilmiş yüzeyinden çekirdeklenmesiyle katılaşmaya uğrar (Das, 2003; King ve Tansey, 2002).



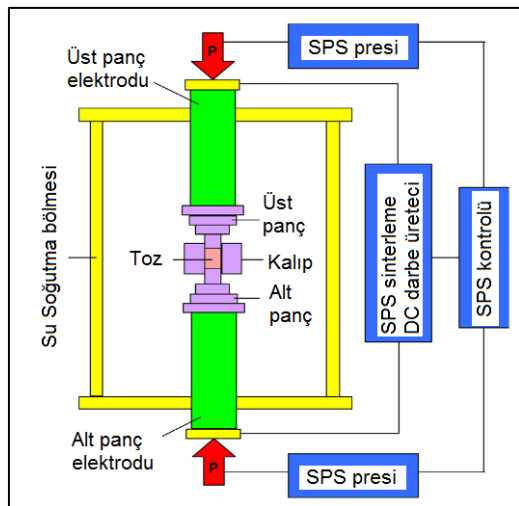
Şekil 2.3. Lazer sinterlemede lazer-malzeme etkileşimi (Das, 2003)

Spark Plazma Sinterleme (SPS); toz sıkıştırma ve sinterleme tekniğidir. Geleneksel sinterleme tekniklerinde ısıtma radyasyon ve harici ısıtma elemanları ile sağlanır. Dolayısıyla geleneksel ısıtma tekniklerinde ısıtma hızı yavaş olduğu için ($5-10^{\circ}\text{C/dk}$) tane büyümesi meydana gelir. Bu nedenle, 1960'larda SPS adı verilen yeni bir toz sıkıştırma ve sinterleme yöntemi geliştirilmiştir (ABD patent No. 3 241 956). SPS sıcak presleme, sıcak izostatik presleme ve atmosferik fırınlar gibi geleneksel sinterleme tekniklerine göre birçok avantaj sunar. Yüksek ısıtma hızı ($1\ 000^{\circ}\text{C/dk}$ (kalıbın geometrisine, zımbalara ve güç kaynağına bağlı olarak)), düşük sinterleme sıcaklığı, kısa sinterleme süresi, ön sıkıştırmaya gerek olmaması, sinterlenmiş yapılar için homojen ısıtma bu avantajlar arasında sayılabilir. Ancak, SPS tekniği yalnızca çok basit şekillerin üretimi için kullanılabilir (Grasso, Sakka ve Maizza, 2009; Langer, Hoffmann ve Guillon, 2009; Nygren ve Shen, 2003; Orru, Licheri, Locci, Cincotti ve Cao, 2009). SPS tekniği nano yapıli malzemeleri, amorf malzemeleri, metaller arası bileşikleri, metal matrisleri ve seramik matris kompozitleri ve geleneksel yöntemlerle sinterlenmesi güç olan refrakter metalleri ve seramikleri sinterlemede kullanılabilir (Song, Wang ve Shi, 2013; Zhang ve diğerleri, 2014).

SPS, doğrusal akım (DC) darbeleri olarak verilerek, yüksek sıcaklıkta partiküllerin arasındaki boşluklarda plazma (kıvılcım) yaratma esasına dayalı basınçla sinterleme yöntemidir. SPS yönteminin çalışma prensibi, yüksek akım yoğunluğundaki DC elektrik akımının, grafit kalıp sistemi ve kompakt hale gelmesi istenen tozun içerisinde geçirilmesi esasına dayanır. Böylece, SPS tekniğinde numune içeriden ısınır (Ayata, 2014).

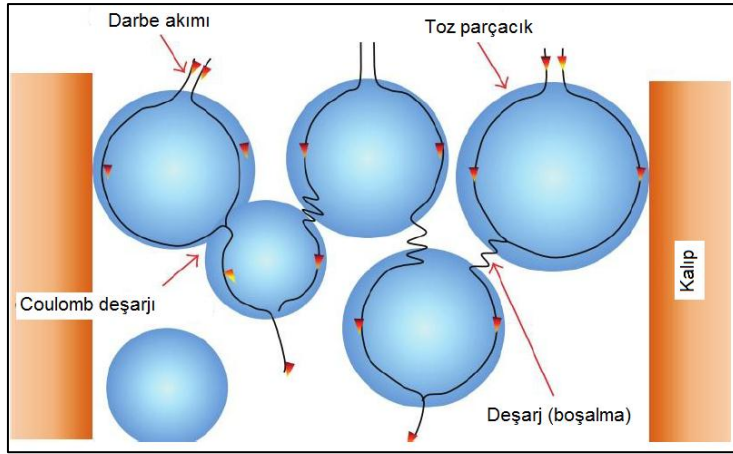
SPS tekniğinde akım ve basınç eş zamanlı olarak uygulanır. Hazırlanan tozlar grafit bir kalıbın içerisine şarj edilir ve uygulanan darbeli doğru akımın toz üzerinden geçirilmesi ile tozun ısınması sağlanır. SPS tekniğinde ısı verimliliği yüksektir. İşlem sırasında toz parçacıkları arasında ark noktalarının oluşması sinterlemeyi kolaylaştırır. Sonuçta homojen sinterlenmiş ve mekanik özellikleri iyileştirilmiş numuneler üretilir. Ayrıca, SPS tekniği yüksek ısıtma hızı ve kısa sinterleme süresi ile tane büyümesi gerçekleşmeden numune üretimine imkan veren bir sinterleme tekniğidir (Cengiz, 2016). SPS tekniğinde plazma kavramı, grafit kalıp içerisindeki tozların ısıtılması sırasında bir darbeli doğru akım tarafından oluşturulan anlık spark (kıvılcım) ile karakterize edilir. Elektrik deşarj makinesinde iki elektrot arasında boşluklar vardır ve burada yüksek enerjili plazma üretilir (Omori, 2000).

Şekil 2.4'te standart bir SPS sistemi şematik olarak gösterilmektedir. Bu sistem, elektrot görevi gören tek eksenli basınç düzeneği, su soğutma ünitesi, vakum/gaz atmosfer kontrol ünitesi, darbeli doğru akım güç jeneratörü ve kontrol ünitesinden oluşmaktadır (Cengiz, 2016). Sistem, genellikle dikey basınçlandırma eksenli bir hidrolik pressten oluşur. Basınç, aynı zamanda elektrot olarak da kullanılan iki çelik silindir aracılığıyla aktarılır. Sinterlenmiş toz, silindirik bir kalıba şarj edilir ve zımbalar arasında preslenir. Güç kaynağı, grafit zımbalar, sinterlenmiş toz ve özellikle grafit kalıp içinden akan elektrik akımı üretir. Bu nedenle, kalıp ve zımbalar, yüksek sıcaklık ve basınca direnç göstermesi gereken elektriksel olarak iletken bir malzemeden yapılır. Tercih edilen malzeme çoğunlukla grafit ve tungsten karbürdür (Cinert, 2018).



Şekil 2.4. SPS işleminin şematik görüntüsü (Zhang ve diğerleri, 2014)

Açık-kapalı DC darbesi, Şekil 2.5'te görüldüğü gibi, SPS'de kalıba şarj edilen tozlar arasındaki temas noktaları ya da boşluklarda arklar (ısı noktası) ve sparklar (kıvılcım) oluşturabilir. Spark deşarjlarının oluşumu, parçacık yüzeyleri arasındaki boşluklarda yer almaktadır. Spark deşarjları, spark alanındaki her iki parçacığın yüzeyinin buharlaşması ve erimesi ile sonuçlanan $10\,000^{\circ}\text{C}$ 'ye kadar yüksek sıcaklık alan noktaları oluşturur. Böylece anlık bölgesel yüksek sıcaklıklar elde edilir. Oluşan ani bölgesel sıcaklık artışı ile toz tanelerinin yüzeylerinde buharlaşma ve ergime gerçekleşir. Ergimenin meydana geldiği tanelerin temas alanı çevresinde boyun bölgeleri oluşur (Saheb ve diğerleri, 2012; Cengiz, 2016).

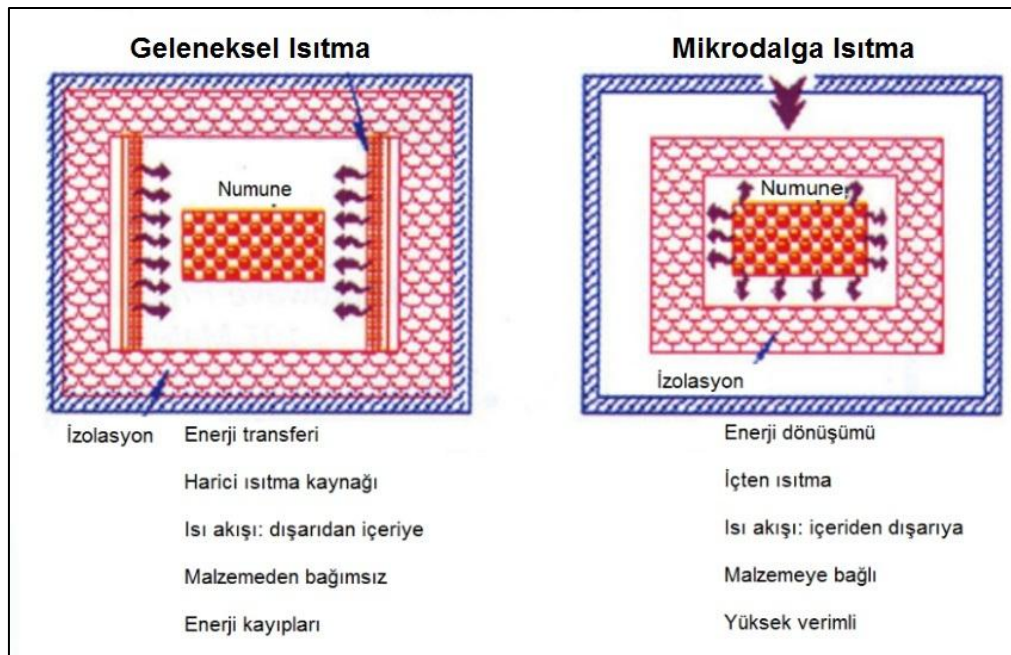


Şekil 2.5. Bir SPS süreci modeli: Parçacıklar boyunca DC darbe akımı akışı (Saheb ve diğerleri, 2012)

Mikrodalga sinterleme; mikrodalga işleminde ısı, dış kaynaklardan gelmek yerine malzeme içinde dahili olarak üretilir ve dolayısıyla ters bir ısıtma profili vardır. Mikrodalga sinterleme yöntemi geleneksel sinterleme yöntemine göre daha düşük sıcaklıklarda çalışma imkânı sunarken, daha az enerji harcanması açısından üstünlük sağlamaktadır. Ayrıca yüksek ısıtma hızı avantajı ile daha düşük sürelerde sinterleme yapılma imkânı vermektedir. Kısa sürede sinterleme yapılabildiği için tane büyümesi sınırlandırılarak daha iyi mekanik özellikler ve homojen dağılım elde edilebilir (Oghbaei ve Mirzaee, 2010).

Geleneksel ısıtmada ısı radyasyon ve/veya konveksiyon mekanizmaları ile gerçekleşir ve dıştan ısıtma kaynağı ile ilk olarak malzemenin yüzeyi ısınır, devam eden süreçte ısı malzemenin içine doğru ilerler. Oldukça yavaş bir süreçtir ve termal dengeyi sağlamak önemli ölçüde zaman alır. Geleneksel ısıtmadan farklı olarak mikrodalga ısıtma, ısı

transferinden ziyade elektromanyetik enerjiden termal enerjiye bir enerji dönüşümünü içerir. Malzeme, enerji dönüşümü ile ısıtıldığından ısıtma çok hızlıdır. Mikrodalga enerjisi, elektromanyetik alanla moleküler etkileşim yoluyla doğrudan malzemeye iletilir. Mikrodalgalar malzemeye nüfuz edip enerji sağlayabildiğinden, malzemenin hacmi boyunca ısı üretilebilir ve bu da hacimsel ısınmaya neden olur. Önemli termal enerji kayıplarının olduğu geleneksel ısıtmanın aksine, elektromanyetik enerjinin neredeyse %100 oranında ısıya dönüştürülmesi söz konusudur. Mikrodalga ısıtmanın geleneksel ısıtma yöntemlerine göre birçok avantajı vardır. Bu avantajlardan bazıları, zaman ve enerji tasarrufu, çok hızlı ısıtma hızları ($> 400^{\circ}\text{C}/\text{dk}$), önemli ölçüde azaltılmış işlem süresi, ince mikro yapılar ve dolayısıyla gelişmiş mekanik özellikler, ekipman ve süreçlerin taşınabilirliği. Bu ayırt edici avantajlara dayanarak, mikrodalgalar, gıda işleme, farklı kurutma süreçleri, tıbbi atık arıtma, metallerin ve seramiklerin sinterlenmesi, plazma işleme gibi çeşitli teknolojik ve bilimsel alanlarda kullanılmaktadır (Agrawal, 1998, 2006; Aparna, Başak ve Balakrishnan, 2007; Menendez ve diğerleri, 2010; Mishra, Upadhyaya ve Sethi, 2006; Motshekga, Pillai, Sinha, Jalama ve Krause, 2012; Sun, Wang ve Yue, 2016; Wang ve diğerleri, 2015; Xiqiang ve diğerleri, 2014; Zhao ve diğerleri, 2011). Şekil 2.6 geleneksel ve mikrodalga ısıtma arasındaki bazı ayırt edici özellikleri göstermektedir (Agrawal, 2006).



Şekil 2.6. Geleneksel ve mikrodalga yöntemleri arasında ısıtma prosedürünün karşılaştırılması (Agrawal, 2006)

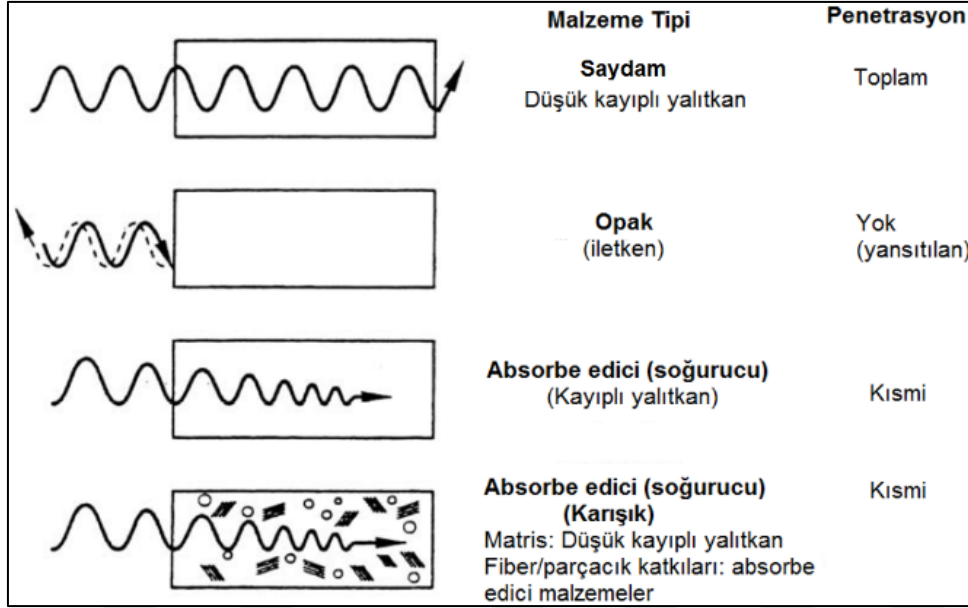
Başlangıç çalışmalarında malzemelerin mikrodalga enerjisi ile işlenmesi seramikler, yarı iletkenler, inorganik ve polimerik malzemelerle sınırlandırılmıştır. Çünkü özellikle dielektrik özelliğe sahip olan seramik malzemeler mikrodalga enerjisi ile kolay etkileşmektedir. Diğer taraftan yapılan yanlış yorumlar neticesinde, araştırmacılar arasında, metallerin mikrodalgaları absorbe etmeyip yansıttığı veya plazma oluşumuna neden olduğu için metallerin mikrodalgalar ile ısıtılamayacağı düşüncesi oluşmuştur. Ancak sonraki yıllarda yapılan çalışmalarla araştırmacılar, bu durumun tam yoğun metaller için geçerli olduğunu fark edip, preslenmiş toz metal parçaların mikrodalga yardımı ile ısıtılabileceğini belirtmişlerdir (Clark ve Sutton, 1996; Güler, 2016).

Mikrodalgalar, mikrodalga radyasyonu, 0,3 – 300 GHz aralığında frekanslara ve 1 mm ile 1 m dalga boylarına sahip elektromanyetik radyasyondur. Mikrodalgalar optik yasalarına uyduğundan, iletilebilir, absorbe edilebilir ve yansıtılabilir. Evsel ve endüstriyel uygulamalarda kullanılan uluslararası kabul görmüş frekans bantları sırasıyla 2450 MHz ve 915 MHz'dir (Pickles, 2009).

Mikrodalga-madde etkileşimine dayalı olarak çoğu malzeme, mikrodalgaların malzeme içinden geçirgenliği açısından, üç kategoriye ayrılabilir: opak, şeffaf (çok düşük dielektrik kayıplı malzemeler) ve absorbe ediciler (orta ila yüksek dielektrik kayıplı malzemeler) (Roy, Agrawal, Cheng ve Gedevanishvili, 1999; Sun ve diğerleri, 2016).

Opak malzemeler; gelen mikrodalgaları ne iletir ne de absorbe ederler. Elektromanyetik radyasyonun malzeme yüzeylerinden yansır (Şekil 2.7). Şeffaf malzemeler, mikrodalgalar bu malzemelerden çok düşük enerji kaybıyla geçebilirler. (Şekil 2.7).

Absorbe edici malzemeler; elektromanyetik dalgalarla verimli bir şekilde birleşir ve mikrodalga enerjisinin çoğunu ısıya dönüştürür (Şekil 2.7). Yüksek kayıplı dielektriklerden toz iletkenlere kadar geniş bir malzeme bu grupta kabul edilir (Kayıplar, 2010).



Şekil 2.7. Mikrodalgaların malzemelerle etkileşimini gösteren şematik diyagram (Kayıplar 2010)

Metaller opak malzemelerdir, doğrudan mikrodalga enerjisi ile eşleşmediği, oda sıcaklığında gelen dalgaları yansıttığı iyi bilinmektedir. Ancak, toz halindeki metaller mikrodalgaları çok iyi emer ve çok etkili bir şekilde ısıtılır. Günümüzde mikrodalga ısıtma, toz metallerin ve alaşımların sinterlenmesinde başarıyla uygulanmaktadır. Diğer çoğu malzeme ya saydamdır ya da mikrodalgaları ortam sıcaklığında değişen derecelerde absorbe eder. Mikrodalga ısıtma malzemeye bağlıdır. Bu nedenle ısınma hızı, dielektrik kaybı, tane boyutu, gözeneklilik, frekans, elektriksel iletkenlik vb. çeşitli faktörlerin bir fonksiyonu olan absorpsiyon derecesine bağlıdır. Keskin kenarlı, uçlu ve submikroskobik düzensizliklere sahip metaller veya sıkıştırılmış metal tozu kompaktları bir mikrodalga alanına maruz kaldığında, mikrodalga kaynaklı elektrik deşarjları ark, kıvılcım ve/veya bazı zayıf deşarjlar şeklinde meydana gelebilir. Makro, mikro veya submikroskobik düzensizliklerde gerçekleşen bu deşarjlar önemli miktarda ısı üretirler. Deşarj işlemi geçici ve yoğun olduğundan yüksek sıcaklıklarda bölgesel sıcak nokta oluşumuna yol açmaktadır. Mikroskobik düzeyde, bu sıcak noktalar aslında plazmalardır (Demirskyi, Agrawal ve Ragulya, 2010; Ghosh ve diğerleri, 2011; Roy ve diğerleri, 1999; Sun ve diğerleri, 2016).

Elektromanyetik dalgalar bir ortamla karşılaştığında, dalgalar yansıtılabilir, soğurulabilir, iletebilir veya bu üç etkileşimin herhangi bir kombinasyonu olabilir. Mikrodalga-madde etkileşimlerinden sorumlu birçok mekanizma vardır ve bunlar dielektrik kayıplar, iletken

kayıplar ve manyetik kayıplar olarak genelleştirilebilir. Bunların tümü elektromanyetik alan özelliklerine ve malzemenin özelliklerine bağlıdır. Elektromanyetik alan, elektrik alan bileşeni ve manyetik alan bileşeni olmak üzere iki bileşene sahip olduğundan, farklı bileşenler, farklı mekanizmalara göre malzemelerle etkileşime girecektir (Sun ve diğerleri, 2016).

Mikrodalgaların elektrik alanı bileşeni, dielektrik ısıtmadan sorumludur. Dielektrik ısıtma mikrodalgaların frekans aralığına göre iki ana mekanizma, dipolar polarizasyon ve iyonik iletim yoluyla gerçekleştirilir. Polarizasyon mekanizmasında, bir dipol harici elektrik alanlarına duyarlıdır ve kendisini döndürerek elektriksel alanla hizalamaya çalışır. Yüksek frekanslı bir elektrik alanı altında, dipollerin salınım alanına cevap vermek için yeterli zamanları yoktur, alanı takip etmeye çalıştıklarında birbirleriyle çarpışırlar ve malzemede ısı üretirler. Dipolar polarizasyon mekanizması, elektriksel olarak yalıtkan malzemelerin dielektrik kaybı ile ısıtılmasını içeren mikrodalga dielektrik ısıtmanın birincil prensibidir. İyonik iletimde mekanizmasında ise, herhangi bir mobil yük taşıyıcıları (elektronlar, iyonlar vb.) mikrodalga elektrik alanının etkisi altında malzeme içinde ileri geri hareket ederek bir elektrik akımı oluşturur. Bu indüklenen akımlar, komşu molekül veya atomların çarpışmasının neden olduğu herhangi bir elektrik direnci nedeniyle, numunede ısınmaya neden olacaktır (Sun ve diğerleri, 2016). Daha az yaygın olarak, parçacıklar arasındaki ark ve manyetik alanın manyetik bir malzeme ile etkileşimi ısı üretebilir (Pickles, 2009).

Mikrodalga manyetik alan bileşeni, elektrik alan bileşeni ile karşılaştırıldığında, manyetik alan bileşenine atfeden çok sayıda araştırma bulunmamaktadır. Aslında, manyetik alan bileşeni, manyetik malzemeler, iletkenler, yarı iletken malzemeler ve diğerleri dahil olmak üzere çok çeşitli malzemelerin mikrodalga ısıtmasına önemli ölçüde katkıda bulunmaktadır. Mikrodalga manyetik alan ısıtmasının mikrodalga elektrik alanı bileşeni ısıtmasına göre belirgin farkları olmasına karşın, mekanizması tam olarak anlaşılamamıştır. Bugüne kadar, mikrodalga manyetik alan ısıtması için belirlenebilen ana mekanizmalar girdap (eddy) akımı kayıpları, histerezis kayıpları ve manyetik rezonans kayıplarıdır (Sun ve diğerleri, 2016). Mekanizmalarda sözü edilen kayıp (faktörü), giren mikrodalga enerjisinin malzeme içerisinde ısı olarak tüketilmesiyle kaybolma miktarını vermektedir (Ayata, 2014).

Basınçlı sinterleme teknikleri; sinterleme sıcaklığında, kalıp içerisine sarj edilen malzemelere basınç kuvveti uygulama esasına dayanır. Yüksek yoğunluklu kompakt malzemeler elde edilir. Sıcak presleme ve sıcak izostatik presleme tercih edilen basınçlı sinterleme teknikleridir.

Sıcak Presleme; kısa işleme süresi, tam yoğunlaştırma kapasitesi, takviye elemanlarının homojen dağılımı ve net şekle yakın üretim avantajlarını birlikte sunan bir T/M tekniğidir (Fogagnolo, Robert, Ruiz-Navas ve Torralba, 2004; Huda, Hashmi ve El-Baradie, 1995; Ozer, 2016). Sıcaklık ve basınç birlikte kullanılarak hızlı ve kontrollü yoğunlaşma sağlanır (Çelik, 2010).

Sıcak izostatik presleme; deforme olabilen bir kalıp içerisine şarj edilen bir toz kütlesine bütün yönlerden eşit şekilde basınç uygulaması ile gerçekleştirilen bir şekil verme yöntemidir. Sıcaklık ve basınç birlikte uygulanır ve böylece yüksek yoğunluklu parçalar üretilir. Bu teknikte basınç homojen bir şekilde dağılmakta ve üniform bir yoğunluk elde edilmektedir (Aybarç, Kara, Çubuklusu ve Çe, 2017; Henderson, Chandler, Akisanya, Barber ve Moriarty, 2000). Sıcak izostatik preslemede, kalıp duvarı, toz parçacıklar ve pres arasında sürtünme olmadığı için kalıpta sıkıştırma yöntemine göre daha fazla yoğunluk elde edilir. Sıcak izostatik presleme’de basınç geçirici ortam olarak inert gazlar kullanılır (Aritman, 2014, Aybarç ve diğerleri, 2017).



3. LİTERATÜR ÖZETİ

Yeni sinterleme teknolojileri hızlı ısıtma, düşük enerji maliyeti ve yeni mikro yapılar vadetmektedir. Sinterlenmiş ürünlerin özelliklerini ve üretim işlemlerini geliştirebilmek için çalışmalar devam etmektedir. Yeni ısıtma teknikleri mikrodalga, plazma ve indüksiyon kaynaklarını içermektedir (German, 2014: 387-408). Mikrodalga sinterleme ve SPS hızlı ısıtma, düşük sinterleme süresi ve mikroyapı ile bazı mekanik özelliklerde iyileşme avantajlarını sunmaktadır. Ancak bu iki yöntemin sunduğu avantajlar birbirinden bağımsızdır. Mikrodalga sinterleme dielektrik kayıp mekanizması ile enerjinin malzeme hacminde yoğunlaşması avantajını sunmakta ve SPS yönteminin alternatifidir (Kuşoğlu, 2011).

Heard, Donaldson ve Bishop (2009) Al-15Si-2,5Cu- 0,5Mg tozunun farklı sıcaklıklar ve farklı sürelerde yapılan geleneksel sinterleme yöntemini çalışmıştır. Araştırmacılar optimum geleneksel sinterleme sıcaklığını ve süresini 560°C/60 dk. olarak tespit etmişlerdir. 560°C sıcaklığın üzerindeki sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemi ile yoğunluk kaybı meydana geldiğini belirlemişlerdir. Sinterlenmiş yoğunlukta gerçekleşen bu azalma sıvı faz oluşumu ile ilişkilendirmişlerdir. Şöyle ki; 560°C sıcaklık üzerindeki sinterleme sıcaklıklarında sıvı faz hacminin artmasıyla, ani boyutsal artışların gerçekleştiği ifade edilmiştir. Soğuma sürecinde gerçekleşen hızlı bir yoğunlaşma dönemi ve sıvı fazın katılaşmasının ise gözenekliliğe neden olduğu belirtilmiştir.

Rudianto, Yang, Nam ve Kim (2011) Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg ön alaşımlandırılmış tozlarından farklı presleme basıncı ve farklı sinterleme sıcaklıkları kullanarak numuneler üretmiş ve üretim parametrelerinin mekanik özelliklere etkisini incelemiştir. 560°C sıcaklığa kadar artan sinterleme sıcaklığı ile sinterlenmiş yoğunluğun arttığını belirlemişlerdir. Ancak, 570°C sinterleme sıcaklığında yoğunluğun azaldığını tespit etmişlerdir. Sinterlenmiş yoğunluktaki azalmanın artan sıvı faz hacmine, sıvı faz bölgelerinin birleşerek büyük gölcükler oluşturmaya ve soğuma sırasında bu sıvı gölcüklerin gözenekler oluşturduğuna atfetmişlerdir.

Su, Chang ve Kuo (2013) Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg alaşım tozlarından soğuk pres + sinter yöntemi ile malzeme üretiminde sinterleme atmosferi ve sinterleme sıcaklığını değişken

parametre olarak almışlardır. Geleneksel sinterlemeye atmosferin etkisini incelemiş, en iyi yoğunluğa N₂ atmosferi kullanımı ile ulaşmışlardır. 560°C sıcaklığa kadar artan sinterleme sıcaklığı ile gözenekliliğin azaldığını, 560°C üzerindeki sıcaklıklardaki sinterleme işlemlerinde ise gözenekliliğin arttığını belirtmişlerdir. Gözeneklilikteki artışı artan sıvı faz hacim oranıyla ilişkilendirmişlerdir.

Rudinsky ve diğerleri (2015) Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg metal tozlarını kullanarak spark plazma sinterleme yöntemi ile numuneler üretmişlerdir. 400°C ve 450°C sıcaklıklarda sinterlenen numunelerde sırasıyla teorik yoğunluğun %94,8-98,5 ve %99-100 arasında sinterlenmiş yoğunluklar elde ettiklerini belirtmişlerdir.

Ozer (2016) Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg, ağırlıkça %5-10-15 B₄C parçacık takviyeli kompozit malzeme üretiminde sıcak presleme yöntemini kullanmıştır. 555°C sıcaklık ve 300 MPa basınç uygulanarak numuneler üretilmiştir. Uygulanan sıcaklık ve basınç altında 30 dakika beklenerek, sıkıştırma işlemi ile birlikte sinterleme işlemi de gerçekleştirilmiştir. Sonuçta %99'un üzerinde sinterlenmiş yoğunluğa sahip numunelerin üretildiği rapor edilmiştir.

Ghasali, Alizadeh, Ebadzadeh ve Pakseresht (2015) farklı sinterleme sıcaklıklarında mikrodalga enerjisi ile Al toz metal matrisli (ağ.%10-15-20) B₄C parçacık takviyeli kompozit malzeme üretilebilirliğini araştırmıştır. Numuneler 650°C, 750°C, 850°C ve 950°C sıcaklıklarda mikrodalga fırını (900 W ve 2,45 GHz) kullanılarak sinterlenmiştir. Aynı sıcaklıkta sinterlenen farklı kompozitlerin yoğunluğunda belirgin değişiklikler gözlenmediği ve B₄C takviyelerinin mikroyapıda homojen dağılımı belirtilmiştir.

Reddy ve diğerleri (2017) nano boyutlu SiC (hacimce %0; 0,3; 0,5; 1,0 ve 1,5) ile güçlendirilmiş alüminyum (Al) metal matris kompozitleri, mikrodalga sinterleme (550°C) ile üretmişlerdir. Güçlendirici olarak seçilen SiC parçacıkların %hacim oranı arttıkça, matris içerisinde kümelenme eğiliminin gözlemlendiği vurgulanmıştır.

Himyan, Reddy, Ubaid, Shakoore ve Mohamed (2018) tarafından Al matrisli-SiC takviyeli kompozitler, mikrodalga sinterleme tekniği ile üretilmiştir. Sinterleme sıcaklığı ve süresi sırasıyla 550°C ve 30 dakika seçilmiştir. Çalışmalarında artan takviye hacim oranı ile kompozitin sertliğinin arttığını belirtmişlerdir. Ayrıca sinterleme sıcaklığında numunelerde

büzülmenin gerçekleştiğini, maksimum büzülmenin hacimce %0,6 SiC içeren kompozitte ($\sim$ %0,38) gözlemlendiğini rapor etmişlerdir.

Ghasali, Fazili, Alizadeh, Shirvanimoghaddam ve Ebadzadeh (2017a) spark plazma, mikrodalga ve geleneksel sinterleme ile hazırlanan Al – (ağ.) %15 TiC kompozit numunelerin mekanik özelliklerini ve mikroyapısını araştırmıştır. Sinterleme işlemi, sırasıyla 400°C, 600°C ve 700°C sıcaklık ve 10 dk., 21 dk. ve 120 dk. toplam sinterleme süreleri (sinterleme sıcaklığına çıkış ve sinterleme sıcaklığında bekleme) ile SPS tekniği, mikrodalga fırın ve konvansiyonel fırınlarla gerçekleştirilmiştir. SPS ile sinterlenen numunelerin maksimum yoğunluk ve mekanik özellikleri sunduğu belirtilmiştir. En düşük yoğunluk ve mekanik özellikleri ise geleneksel sinterlemenin verdiğini belirtmişlerdir (Çizelge 3.1). Bu çalışma sonucu, süre ve sıcaklık değerleri geleneksel sinterlemeye göre daha düşük seçilmiş ve amaç edinildiği üzere zaman – enerji tasarrufu sağlanmıştır.

Çizelge 3.1. Geleneksel sinterleme, mikrodalga sinterleme ve spark plazma sinterlemenin yoğunluk ve mekanik özelliklere etkisi (Ghasali ve diğerleri, 2017a)

Numune	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Toplam Sinterleme Süresi (dk.)	Yoğunluk (g/cm ³)	Eğme Dayanımı (Mpa)	Mikro Sertlik (Vickers)
SPS	400	10	2.88±0,01	291±12	253±23
Mikrodalga	600	21	2,76±0,03	134±21	110±15
Geleneksel	700	120	2,60±0,02	95±9	80±13

Ghasali, Yazdani-rad, Asadian ve Ebadzadeh (2017b) T/M yöntemi ile üretmiş oldukları alüminyum esaslı kompozitleri geleneksel ve mikrodalga fırınları kullanarak sinterlemişlerdir. Mikrodalga tekniği ile sinterlenen numunelerin daha yüksek yoğunluk değerleri verdiğini rapor etmişlerdir.

Jauhari, Kumar ve Xavior (2016) AA 6061-Grafen-SiC kompozit malzemesini geleneksel sinterleme ve mikrodalga sinterleme metodlarını kullanarak üretmişlerdir. Sinterleme sıcaklığı ve süresi her iki sinterleme tekniğinde de 610°C–30 dk. olarak belirlenmiştir. Mikrodalga sinterlemenin sertliğe etkisini incelemişler ve üretilen malzemelerin sertlik değerlerinin geleneksel sinterlemeye kıyasla yüksek olduğunu belirlemişlerdir. Sertlikteki

artışın daha iyi sinterleme yoğunluğundan kaynaklandığını ve mikrodalga sinterleme sinterleme ile gözeneklerin azaldığını, sinterleme yoğunluğunun arttığını vurgulamışlardır.

Ghasali ve diğerleri (2018) grafen ve karbon nano tüp parçacıklar ile takviye edilmiş alüminyum matrisli kompoziti farklı sinterleme yöntemleri ile üreterek mikroyapısal karakterizasyon ve mekanik özellikler açısından incelemişlerdir. Bu çalışmada geleneksel sinterleme, mikrodalga sinterleme ve spark plazma sinterleme yöntemlerini kullanan araştırmacılar hızlı sinterleme yöntemlerinin geleneksel sinterleme yöntemine göre üstünlük sağladığını belirtmişlerdir. Spark plazma, mikrodalga ve geleneksel sinterleme işlemleri sırasıyla yaklaşık 450, 600 ve 700°C’de gerçekleştirilmiştir. Maksimum yoğunluk ve eğilme dayanımının spark plazma sinterleme ile sinterlenen numunelerde, maksimum mikro sertliğin mikrodalga sinterleme ile sinterlenen numunelerde elde edildiğini belirtmişlerdir.

Ghasali, Alizadeh ve Ebadzadeh (2016) alüminyum- %15 B₄C- %1,5 Co kompozit malzemesini mikrodalga (660°C) ve spark plazma (500°C) teknikleri ile sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Mikrodalga sinterleme ile üretilen numunelerin mikroyapılarında daha fazla gözeneklilik olduğu belirtilmiştir. Bununla ilişkili olarak spark plazma tekniği ile sinterlenen numunelerin yoğunluğunun, eğilme dayanımının ve sertliklerinin daha yüksek olduğunu vurgulamışlardır.

Adanır (2019) yapmış olduğu çalışmada, tungsten metal tozları SPS yöntemi ile 1 300°C ile 1 700°C arasındaki sıcaklıklarda 5, 10, 20 ve 30 dakikalık sürelerde sinterlenmiştir. Sinterlenen numunelerin yoğunluklarının tungsten teorik yoğunluğunun %83 ila %94’ü arasında değiştiğini ifade etmiştir. Artan sinterleme sıcaklığı ile yoğunluğun arttığını, artan sinterleme süresi ile yoğunlukta artış ve azalışların gözlemlendiğini belirtmiştir.

Öztürk, Şahin ve Kuşkonmaz (2019) ağırlıkça %10-20-30 SiC partikül oranlarına sahip Si₃N₄-SiC kompozitler hazırlanmışlardır. Numuneleri geleneksel (basıncsız) ve spark plazma sinterleme yöntemleri ile sinterleme işlemine tabi tutmuşlardır. Geleneksel sinterleme 1 850°C sıcaklıkta ve azot atmosferi altında 1 saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Spark plazma ile sinterleme ise azot atmosferi altında 1 650°C sıcaklıkta ve 5 dakika süre ile gerçekleştirilmiştir. Spark plazma sinterleme ile üretilen numunelerde %98’in üzerinde geleneksel sinterleme ile %79-84,16 arasında yoğunluklar değerleri belirlemişlerdir.

Bu çalışmada literatürden farklı olarak Ecka Alumix® 231 tozlarının mikrodalga sinterlenebilirliği ve B₄C parçacık takviyeli Alumix® 231 kompozitlerin mikrodalga sinterleme ve spark plazma sinterleme yöntemleriyle üretilmesi incelenmiştir. B₄C parçacık takviyeli Alumix® 231 kompozitlerin üretiminde, geleneksel sinterleme yöntemine kıyasla, hızlı sinterleme tekniklerinden olan mikrodalga sinterleme ve spark plazma sinterleme yöntemlerinin kısa sinterleme süresi ve düşük sıcaklıklarda sinterleme yapılabilirliği avantajları irdelenmiştir. Üretilen numunelerin mikroyapı özellikleri, yoğunluk, sertlik ve çapraz kırılma dayanımı değerlerine geleneksel sinterlemede farklı sinterleme sıcaklıklarının, mikrodalga sinterlemede farkı bekleme sürelerinin ve farklı sinterleme tekniklerinin etkisi araştırılmıştır.





4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1. Malzeme

Bu çalışmada, ECKA Granulate Velden GmbH firması tarafından üretilen Ecka Alumix[®] 231 tozları metal matris malzemesi olarak kullanılmıştır. Sinterlenmiş yoğunluğu 2,67 g/cm³ olan Alumix[®] 231 tozlarının firma kataloğunda belirtilen kimyasal kompozisyon değerleri Çizelge 4.1’de ve önerilen presleme - sinterleme koşulları Çizelge 4.2’de verilmiştir. Gaz atomizasyon yöntemi ile üretilen Alumix[®] 231 alaşım tozlarının ortalama boyutu D₅₀ ~75µm olup, D₁₀ ~22 µm ve D₉₀ ~190 µm’dir. Kompozit malzeme üretiminde takviye elemanı olarak 2,52 g/cm³ yoğunluğu ve ortalama tane boyutu (D₅₀) 10 µm olan B₄C parçacıkları kullanılmıştır.

Çizelge 4.1. Alumix[®] 231 ötektik üstü alaşımın kimyasal kompozisyonu (ağ.%)

		Al	Si	Cu	Mg	Yağlayıcı: Amidwax
Alumix [®] 231	Nominal	Kalan	14-16	2,4-2,8	0,5-0,8	1,5
	Deneysel	Kalan	15,36	3,155	0,58	

Çizelge 4.2. Alumix[®] 231 için önerilen presleme ve sinterleme koşulları katalog verileri (ECKA Granulate Velden GmbH, 2007)

Presleme	Sıkıştırma Basıncı:	620 MPa	Ham yoğunluk: 2,48 g/cm ³
Sinterleme	Yağlayıcı uçurma	380 – 420°C	
	Sinterleme Sıcaklığı	550 – 560°C	Sinterlenmiş yoğunluk: 2,67 g/cm ³
	Sinterleme süresi	~ 60 dakika	
	Atmosfer	N ₂	

4.2. Metot

4.2.1. Tozların karıştırılması

Alumix[®] 231 matrisli B₄C parçacık takviyeli kompozit malzeme üretimi için takviye elemanı ağırlıkça %5-10-15 oranlarında matris malzemesine ilave edilmiştir. Kullanılan tozların ağırlık hesapları Çizelge 4.3'te verilmiştir. Homojen bir karışım elde edebilmek için hazırlanan toz karışımlar üç eksenli karıştırıcıda 45 dakika süre ile karıştırılmıştır. Karıştırma işlemi Turbula[®] T2F tipi karıştırıcıda gerçekleştirilmiştir (Resim 4.1).

Çizelge 4.3. Kompozit numuneler için kullanılan tozların miktarları

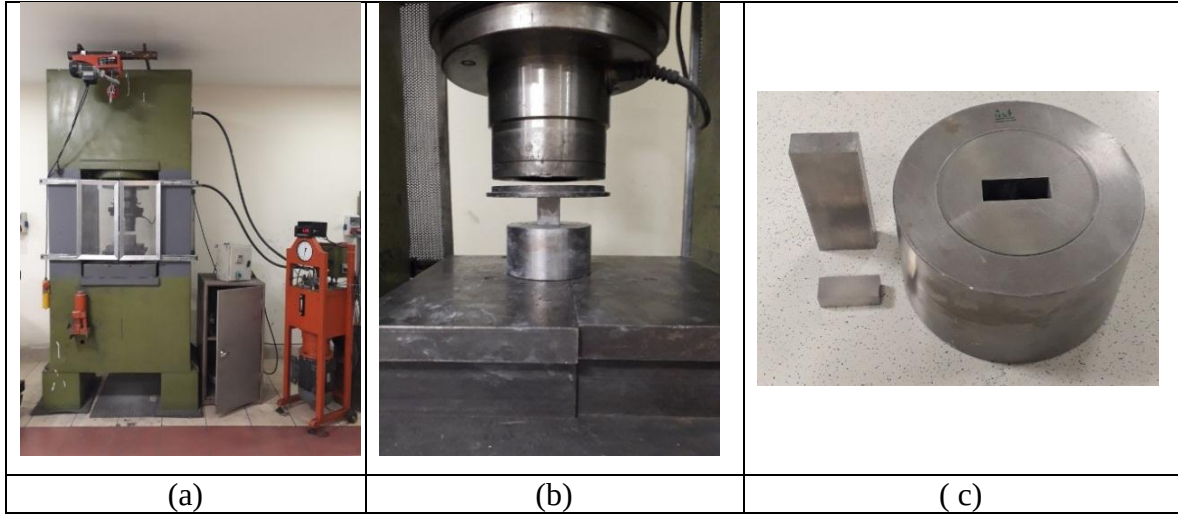
	Alumix [®] 231 (g)	B ₄ C (g)
Alumix [®] 231/ağ.%5 B ₄ C	6,56	0,32
Alumix [®] 231/ağ.%10 B ₄ C	6,21	0,64
Alumix [®] 231/ağ.%15 B ₄ C	5,87	0,97



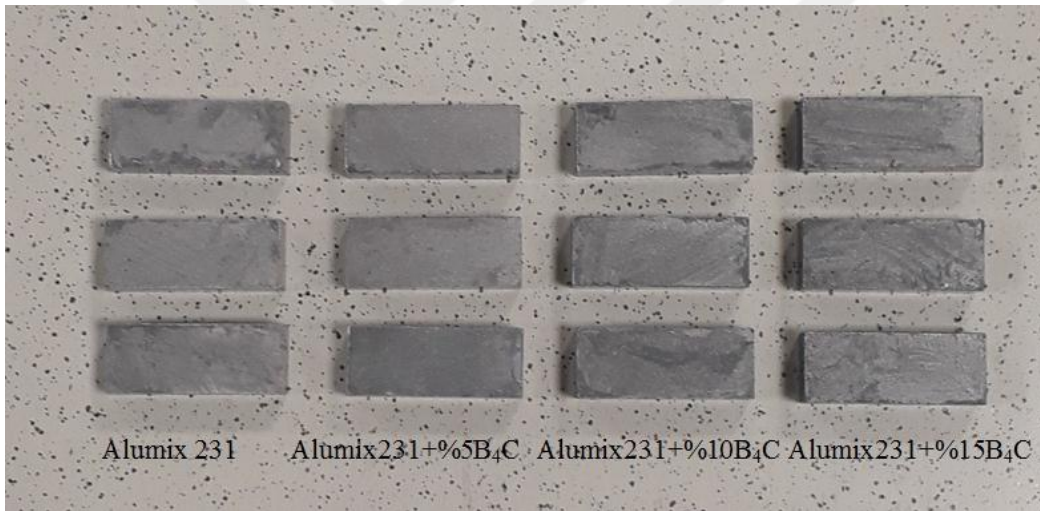
Resim 4.1. Turbula T2F tipi üç eksenli toz karıştırıcı

4.2.2. Tozların preslenmesi

Presleme işlemi için 200 ton presleme kapasitesine sahip tek yönlü hidrolik pres kullanılmıştır. Saf Alumix[®] 231 tozları ile Alumix[®] 231 ve ağ.%5-10-15 B₄C içeren karışım tozlar üretici firma kataloğuna uygun olarak 620 MPa basınç ile tek yönlü soğuk preslenmiştir (Resim 4.2). ASTM-B528-16 standartlarına uygun boyutlarda ham numuneler üretilmiştir (Resim 4.3).



Resim 4.2. Soğuk presleme işleminde kullanılan (a) hidrolik pres, (b) numune üretim düzeneği ve (c) presleme kalıbı



Resim 4.3. Soğuk presleme ile üretilen numunelerin görüntüsü

4.2.3. Sinterleme işlemi

Geleneksel sinterleme

Geleneksel sinterleme işlemi 555°C, 580°C ve 605°C sıcaklıklarında Protherm marka tüp fırın kullanılarak yapılmıştır (Resim 4.4). Sinterleme işlemleri N₂ atmosferinde 5°C/dk ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir. İlk olarak numunelere 400°C sıcaklık ve 20 dakika bekleme süresi ile yağlayıcı uçurma işlemi uygulanmıştır. Ardından fırın sıcaklığı

sinterleme sıcaklığına ayarlanarak 60 dakika sinterleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Sinterleme süresi sonunda fırın kapatılarak numuneler fırında soğumaya bırakılmıştır.



Resim 4.4. Geleneksel sinterleme işlemi için kullanılan tüp fırın fotoğrafı

Mikrodalga sinterleme

Mikrodalga sinterleme işlemi için Synotherm marka atmosfer korumasız laboratuvar tipi mikrodalga fırın kullanılmıştır (Resim 4.5). 400°C sıcaklıkta ve 20 dakika beklenerek yağlayıcı uçurma işlemi uygulanmıştır. Ardından numuneler sinterleme sıcaklıklarında (555°C, 580°C ve 605°C) 0 dk. (beklemeksizin), 15 dk., 30 dk., 45 dk. ve 60 dk. bekleme süreleri ile sinterlenmiştir. Yağlayıcı uçurma işlem sıcaklığı ve sinterleme sıcaklığı için ısıtma hızları sırasıyla 5°C/dk ve 10°C/dk olarak ayarlanmıştır.



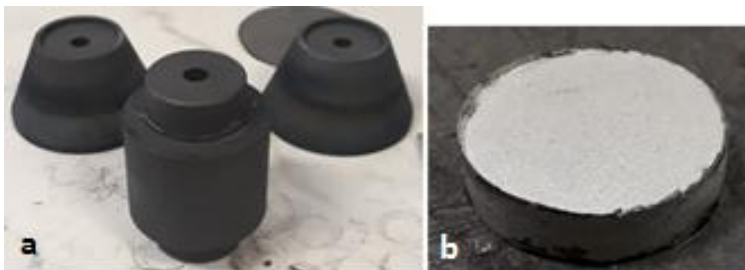
Resim 4.5. Mikrodalga sinterleme fırını fotoğrafı

Spark plazma sinterleme

SPS için 25 g toz kalıba şarj edilmiştir. 1 MPa ön yük uygulanmıştır. Tozlar 450°C sinterleme sıcaklığında, 5kN'dan 64kN'a çıkılarak, toplamda 50 MPa presleme basıncı uygulanarak 5 dakika süre ile sinterlenmiştir. Sinterleme vakum ortamında 100°C/dk ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir. 40,28 mm çap ve 7,28 mm (Alumix® 231 numune için), 7,30 mm (%5 B₄C takviyeli numune için), 7,40 mm (%10 B₄C takviyeli numune için), 7,42 mm (%15 B₄C takviyeli numune için) boyutlarında numuneler elde edilmiştir. ÇKD testi için üretilen numuneler ASTM-B528-16 standartlarına uygun boyutlarda kestirilmiştir. Sinterleme işlemi için Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünde bulunan FCT GmbH/HPD25 marka SPS cihazı kullanılmıştır (Resim 4.6). SPS sırasında kullanılan karbon kalıp ve üretilen numune Resim 4.7'de gösterilmiştir.



Resim 4.6. SPS cihazı



Resim 4.7. (a) SPS için kullanılan karbon kalıp (b) üretilen numune

4.2.4. Mikroyapı analizleri

Metalografik numune hazırlama

Mikroyapı analizleri için numuneler bakalite alındıktan sonra sırasıyla 240#, 400#, 600#, 800#, 1200#, 2500# dairesel zımpara kâğıdıyla zımparalama işlemine tabi tutulmuştur. Ardından 6µm, 3µm, 1µm parlatma solüsyonu kullanılarak parlatma işlemi gerçekleştirilmiştir. 1 µm parlatma solüsyonu kullanılarak numune yüzeylerinde çiziklerin giderilemediği numunelerde, 0,2µm fumed silica ile nihai parlatma işlemi yapılmıştır. Numunelerin dağlama işlemleri için Keller's dağlayıcısı kullanılmıştır. Metalografik numune hazırlama işlemleri Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Metalografi laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

Mikroskop incelemeleri

Numunelerin optik mikroskop incelemelerinde Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü optik mikroskop laboratuvarında bulunan LEICA DMI 5000M metal mikroskobu kullanılmıştır (Resim 4.8).



Resim 4.8. LEICA DMI 5000M metal mikroskobu

Yüksek büyütmede mikroyapı incelemeleri, elementel analiz ve mikroyapısal haritalama için Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü SEM laboratuvarında bulunan Jeol 6060 LV marka taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır (Resim 4.9).



Resim 4.9. Jeol 6060 LV taramalı elektron mikroskobu

XRD ve DTA incelemeleri

X-ışını difraktometresi (XRD) ile geleneksel yöntemle sinterlenen Alumix[®] 231 numunesinde oluşan fazlar ve intermetalik bileşikler belirlenmiştir. Numune Cu-K α radyasyonu kullanılarak 2θ : 20-80° arasında ve 2°/dk tarama hızında incelenmiştir. XRD incelemesi Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümü laboratuvarında bulunan Bruker Marka D8 Advanced Model cihaz kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Sıvı faz dönüşüm sıcaklıklarının belirlenebilmesi için Alumix[®] 231 ön alaşımlı tozlara DTA testi yapılmıştır. DTA testi Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümü laboratuvarında bulunan Hitachi STA7300 marka/model cihaz ile gerçekleştirilmiştir. N₂ atmosferinde, 25°C-700°C sıcaklıkları arasında, 10°C/dk ısıtma hızı ile Alumix[®] 231'in sıcaklık artışı karşısında verdiği tepki kaydedilmiştir. Test Alümina kefe ve 15,014 mg Alumix[®] 231 toz kullanılarak yapılmıştır.

4.2.5. Yoğunluk ölçümü

Presleme ve sinterleme işlemleri ile elde edilen ham numunelerin ve sinterlenmiş numunelerin yoğunlukları, ASTM B962-08 standardına uygun olarak, Arşimet tekniği ile

ölçülmüştür. Yoğunluk ölçümü, 0,1 mg hassasiyetli Sartorius marka hassas teraziye yoğunluk ölçme kiti monte edilerek gerçekleştirilmiştir (Resim 4.10). Yoğunluklar, teorik yoğunluk değeriyle oranlanarak bağıl yoğunluk (%) olarak rapor edilmiştir. Teorik yoğunluk, malzeme bileşimi kullanılarak karışım kuralına göre hesaplanmıştır.



Resim 4.10. Yoğunluk ölçüm cihazı

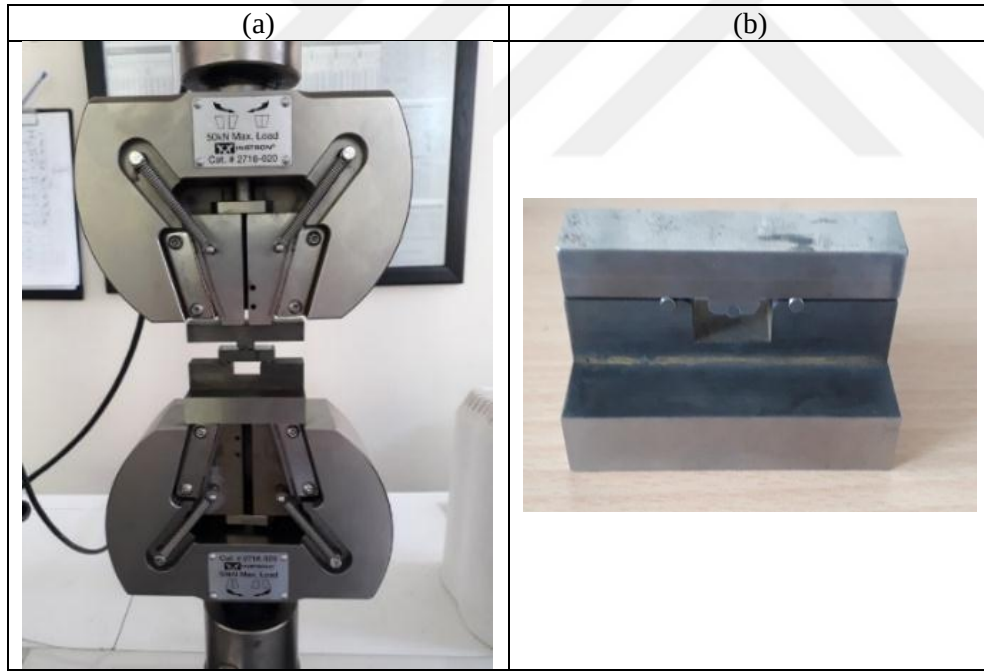
4.2.6. Mekanik testler

Çapraz kırılma dayanımı testi

Numunelerin çapraz kırılma dayanımı testleri ASTM-B528-16 standardına uygun olarak Gazi Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Mekanik testler laboratuvarında yapılmıştır. Çapraz kırılma dayanımı testi 50 kN çekme-basma kapasiteli Instron 3369 marka test cihazında gerçekleştirilmiştir (Resim 4.11). Testlerin yapılabilmesi için Resim 4.12’de görülen çapraz kırılma dayanım test aparatı kullanılmıştır. Testler 1mm/dk üst çene ilerleme hızında gerçekleştirilmiştir. Numunelerin çapraz kırılma dayanımları BlueHill programı kullanılarak hesaplanmıştır.



Resim 4.11. Çapraz kırılma dayanımı testlerinin gerçekleştirildiği test cihazı



Resim 4.12. Çapraz kırılma dayanım (a) test düzeneği ve (b) test aparatı fotoğrafları

Sertlik testi

Numunelerin makro sertlik ölçümleri Brinell sertlik türünden 31,5 kgf yük ve 2,5 mm bilye çapı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümleri için Gazi Üniversitesi Teknoloji

Fakóltesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliđi Bölümü Mekanik testler laboratuvarında bulunan Emcotest Duravision makro sertlik ölçme cihazı kullanmıřtır (Resim 4.13).



Resim 4.13. Makro sertlik ölçme cihazı

5. DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

5.1. Numune Üretimi

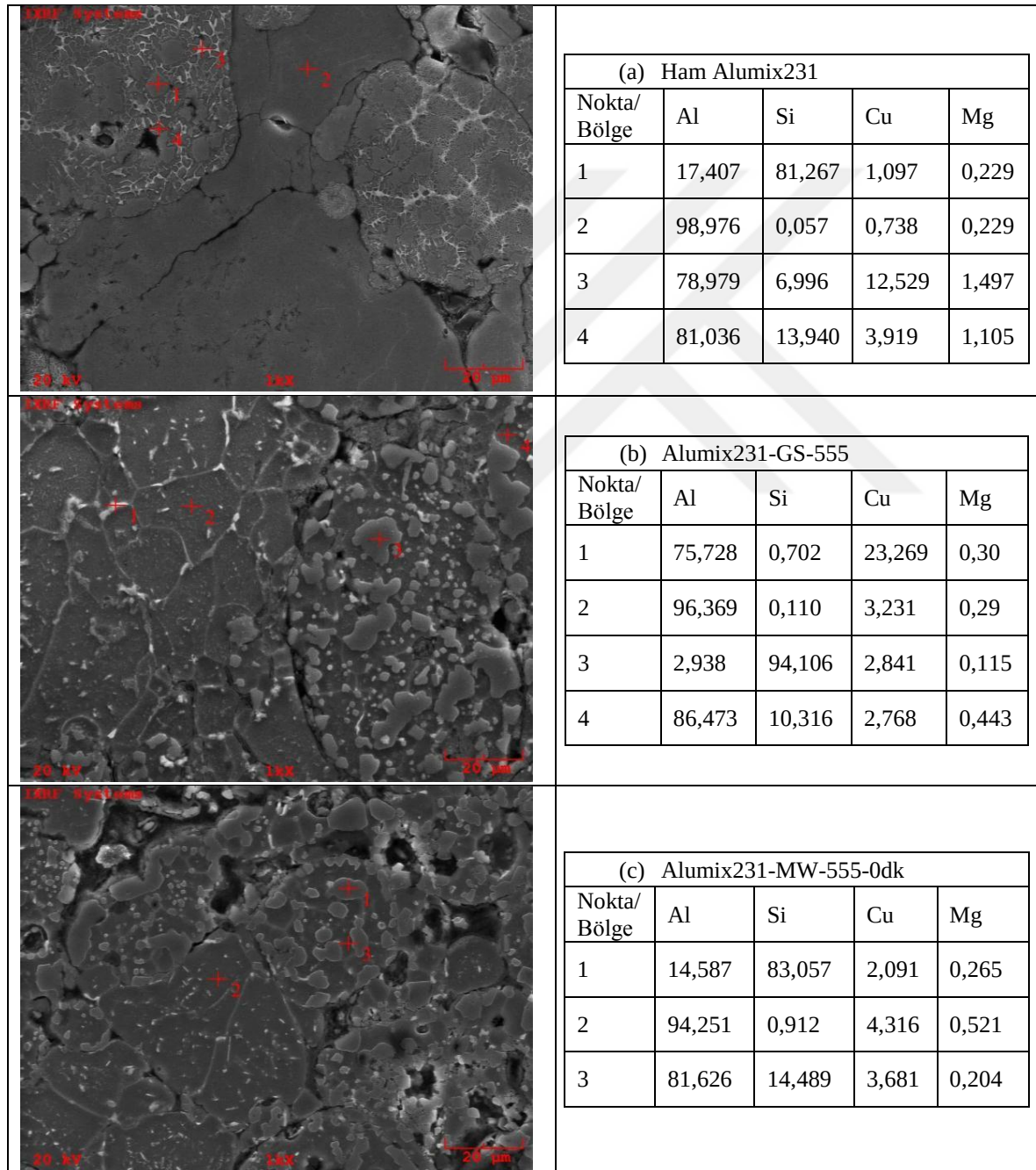
Alumix[®] 231 tozları ve ağ.%5-10-15 oranlarında eklenen B₄C tozları Turbula[®] T2F tipi karıştırıcıda 45 dk. süre ile karıştırılarak homojen toz karışımı elde edilmiştir. Tek yönlü pres ile 620 MPa basınç uygulanarak çapraz kırılma dayanımı test standardı olan ASTM-B528-16 standartlarına uygun boyutlarda ham numune üretimi yapılmıştır. Üretilen ham numuneler geleneksel, mikrodalga sinterleme teknikleri ile sinterlenmiştir. SPS tekniği ile üretilen numuneler ÇKD testi için ASTM-B528-16 standartlarına uygun boyutlarda kestirilmiştir. Üretilen numuneler için yapılan kodlamalar Çizelge 5.1’de gösterilmiştir.

Çizelge 5.1. Farklı sinterleme işlemleri uygulanan kompozitlerin numune kodlamaları

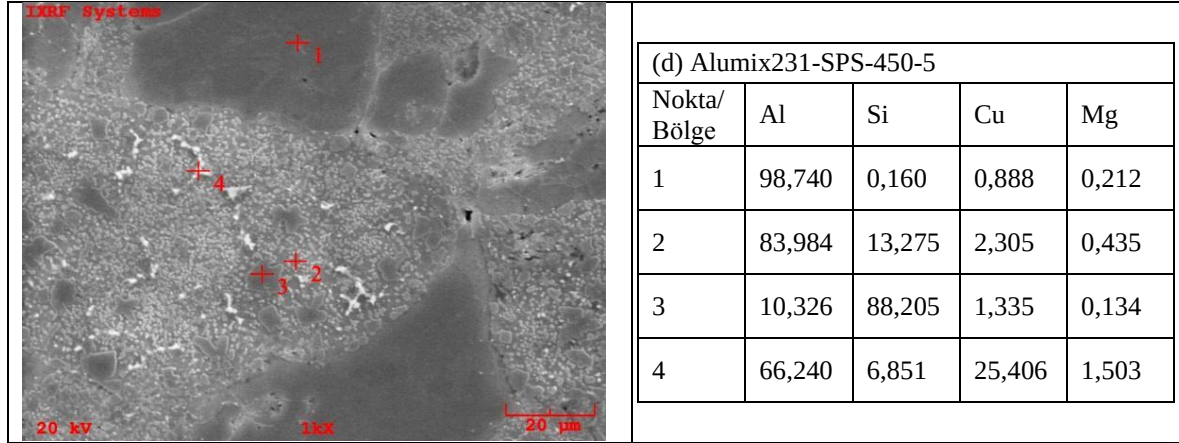
Numune kodu	Sinterleme Tekniği	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Ağ.%B ₄ C	Bekleme süresi (dk.)
Alumix231-GS-555	Geleneksel	555	--	60
Alumix231-GS-580	Geleneksel	580	--	60
Alumix231-GS-605	Geleneksel	605	--	60
%5B ₄ C-GS-555	Geleneksel	555	5	60
%10B ₄ C-GS-555	Geleneksel	555	10	60
%15B ₄ C-GS-555	Geleneksel	555	15	60
%5B ₄ C-GS-580	Geleneksel	580	5	60
%10B ₄ C-GS-580	Geleneksel	580	10	60
%15B ₄ C-GS-580	Geleneksel	580	15	60
%5B ₄ C-GS-605	Geleneksel	605	5	60
%10B ₄ C-GS-605	Geleneksel	605	10	60
%15B ₄ C-GS-605	Geleneksel	605	15	60
Alumix231-MW-555-0dk	Mikrodalga	555	--	0
Alumix231-MW-555-60dk	Mikrodalga	555	--	60
%5B ₄ C-MW-555-0dk	Mikrodalga	555	5	0
%5B ₄ C-MW-555-60dk	Mikrodalga	555	5	60
%10B ₄ C-MW-555-0dk	Mikrodalga	555	10	0
%10B ₄ C-MW-555-60dk	Mikrodalga	555	10	60
%15B ₄ C-MW-555-0dk	Mikrodalga	555	15	0
%15B ₄ C-MW-555-60dk	Mikrodalga	555	15	60
Alumix231-SPS-450-5	Spark plazma	450	--	5
%5B ₄ C-SPS-450-5	Spark plazma	450	5	5
%10B ₄ C-SPS-450-5	Spark plazma	450	10	5
%15B ₄ C-SPS-450-5	Spark plazma	450	15	5

5.2. Malzeme Karakterizasyonu

Deneyleerde matris malzemesi olarak kullanılan Alumix[®] 231 ön alaşımlı karışım tozlardan sinterleme işlemleri sonrası elde edilen numunelerin mikroyapıları incelenmiş ve analiz edilmiştir. Resim 5.1’de ham Alumix231 ve geleneksel, mikrodalga, SPS teknikleri ile sinterlenen numunelerin SEM mikroyapı görüntüleri verilmiştir.



Resim 5.1. (a) Soğuk presleme sonrası elde edilen ham Alumix231 numunesinin ve (b) Alumix231-GS-555, (c) Alumix231-MW-555-0dk ve (d) Alumix231-SPS-450-5 kodlu numunelerin SEM görüntüsü ve EDS analizleri

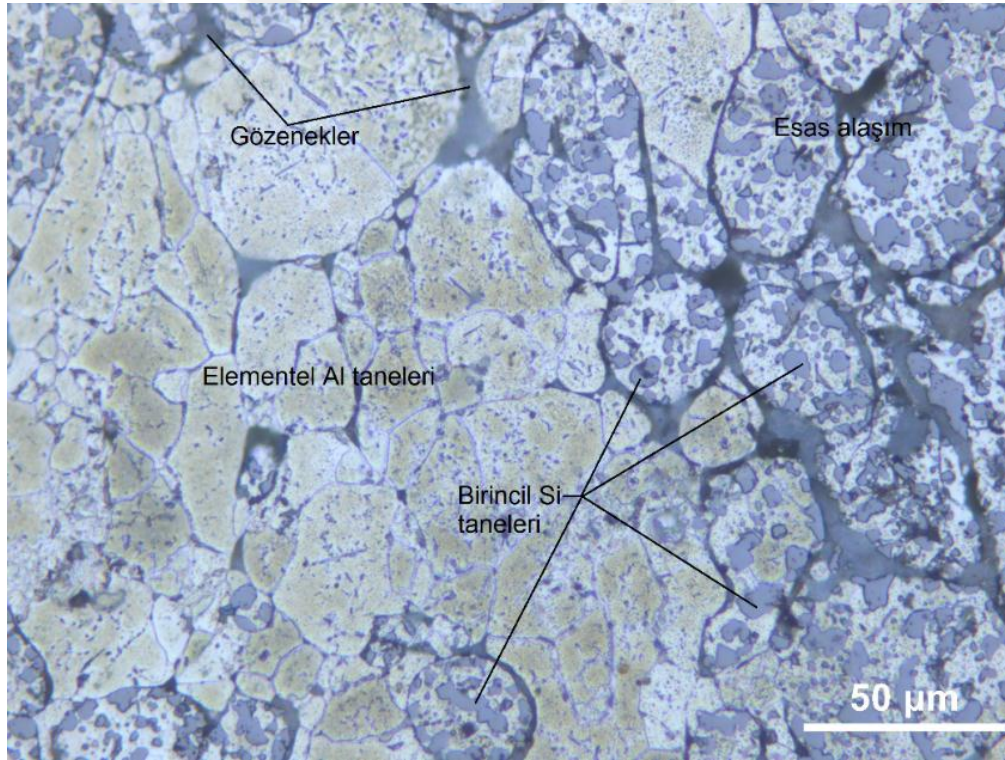


Resim 5.1. (devam) (a) Soğuk presleme sonrası elde edilen ham Alumix231 numunesinin ve (b) Alumix231-GS-555, (c) Alumix231-MW-555-0dk ve (d) Alumix231-SPS-450-5 kodlu numunelerin SEM görüntüsü ve EDS analizleri

Ecka Alumix[®] 231 elementel alüminyum ve esas alaşım (Al-Si-Cu-Mg) tozlarının karışımından oluşan bir T/M ön alaşımlı karışım tozudur. Ham Alumix231 numunesinin ve Alumix231-GS-555, Alumix231-MW-555-0dk ve Alumix231-SPS-450-5 kodlu numunelerin SEM görüntüsü ve EDS analizleri verilmiştir (Resim 5.1). EDS analizlerine göre Resim 5.1-a'de görülen ve 1-3-4 noktalarını; Resim 5.1-b'de 3-4 noktalarını; Resim 5.1-c'de 1-3 noktalarını; Resim 5.1-d'de 2-3-4 noktalarını içeren bölge, Al-Si-Cu-Mg bileşeninden oluşan orijinal esas alaşım bölgeleridir. Resim 5.1-a-b-c'de 2 noktaları ile ve Resim 5.1-d'de 1 noktası ile belirtilen bölge ise düşük miktarda Si, Cu ve Mg içeren elementel Al matristir. Yine EDS analizleri incelenecek olursa Resim 5.1-a-c'de 1 noktası ile ve Resim 5.1-b-d'de 3 noktası ile belirtilen ve %silisyum oranı %80'den fazla olan ölçüm noktaları birincil Si parçacıklarını göstermektedir. Ayrıca, mikroyapı fotoğrafları incelendiğinde birincil Si parçacıklarının esas alaşım tozunda yoğunlaştığı, elementel alüminyum matriste ise birincil Si parçacık dağılımının oluşmadığı gözlenmiştir. Dolayısıyla birincil Si parçacıklarının orijinal esas alaşım tozlarında kümeleştiği söylenebilir. Resim 5.1-b'de 1 noktası ile belirtilen ince beyaz fazlar Cu'ca zengin ikincil fazlardır. Tüm EDS analizleri incelendiğinde %Cu oranının fazla olduğu noktalar Cu'ca zengin fazları göstermektedir. Sinterleme öncesi ham numune mikrografi olan Resim 5.1-a incelendiğinde Cu'ca zengin yapının taneler arasında ötektik bileşim olarak yapı geneline bulunduğu görülmektedir. Ancak uygulanan farklı sinterleme işlemleri sonrasında elde edilen numunelerin mikrografları incelendiğinde, ince beyaz parlak görünümdeki Cu'ca zengin bu ikincil fazların yapı geneline çökeltiler şeklinde belirgin bir şekilde dağıldığı

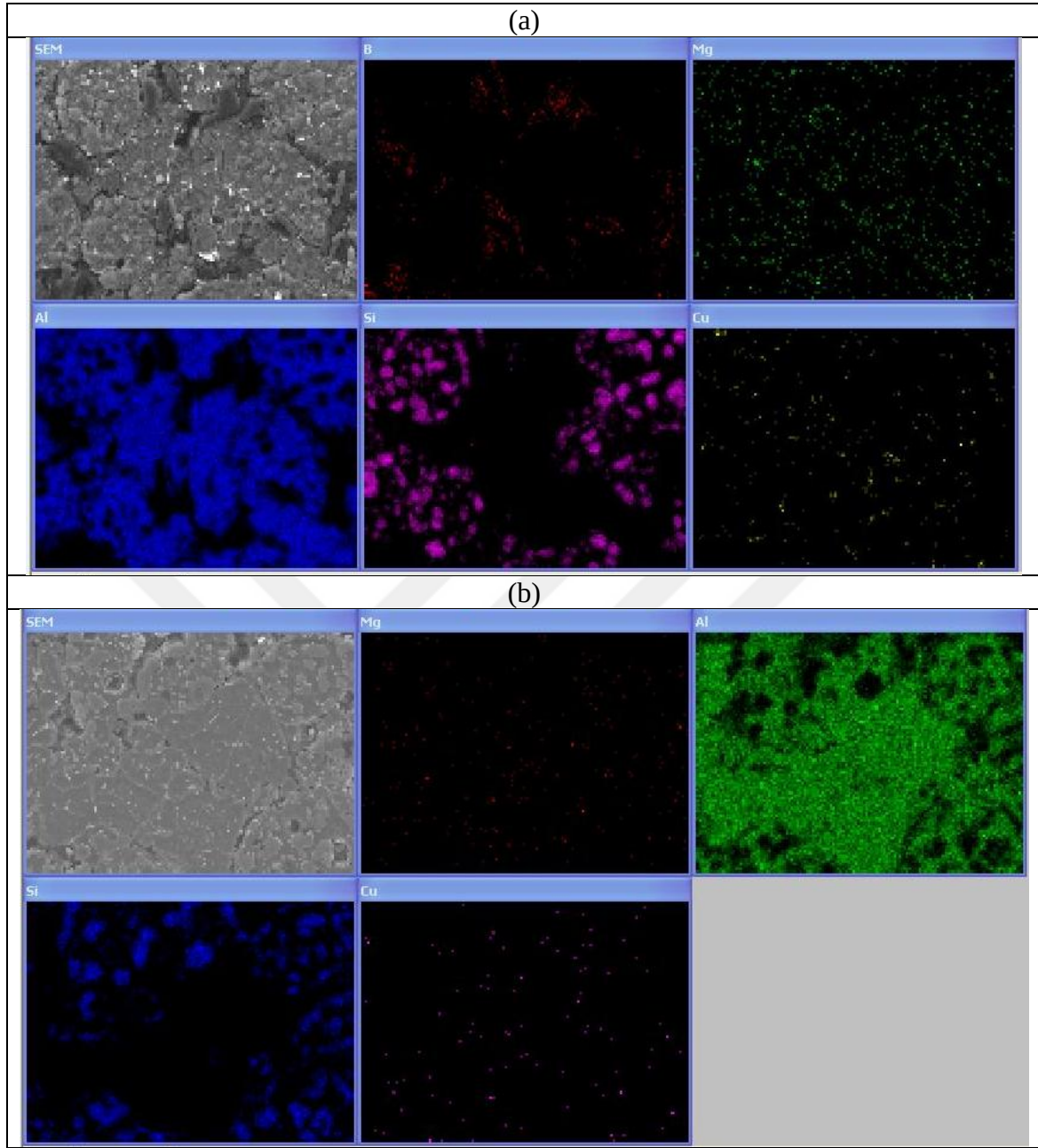
belirlenmiştir. Ticari Ecka Alumix® 231 ile yapılan benzer çalışmalarda da elementel Al, birinci Si parçacıkları, Cu ve Mg'ca zengin ikincil fazların varlığından söz edilmiştir (Arribas, Martin ve Castro, 2010; Heard ve diğerleri, 2009; Ozer, 2016; Rudinsky ve diğerleri, 2015). Ayrıca bazı araştırmacılar Cu'ca zengin ikincil fazların çoğunlukla tane sınırları boyunca çekirdeklendiğini rapor etmişlerdir (Arribas ve diğerleri, 2010; Heard ve diğerleri, 2009; Rudinsky ve diğerleri, 2015; Su ve diğerleri, 2013).

Resim 5.2'de Alumix231-GS-555 numunesinin optik mikroskop görüntüsü verilmiştir. Optik mikroskop ile elde edilen mikroyapı fotoğrafı incelendiğinde elementel Al, esas alaşım ve birincil Si taneleri görülmektedir.



Resim 5.2. Alumix231-GS-555 numunesinin optik mikroskop görüntüsü

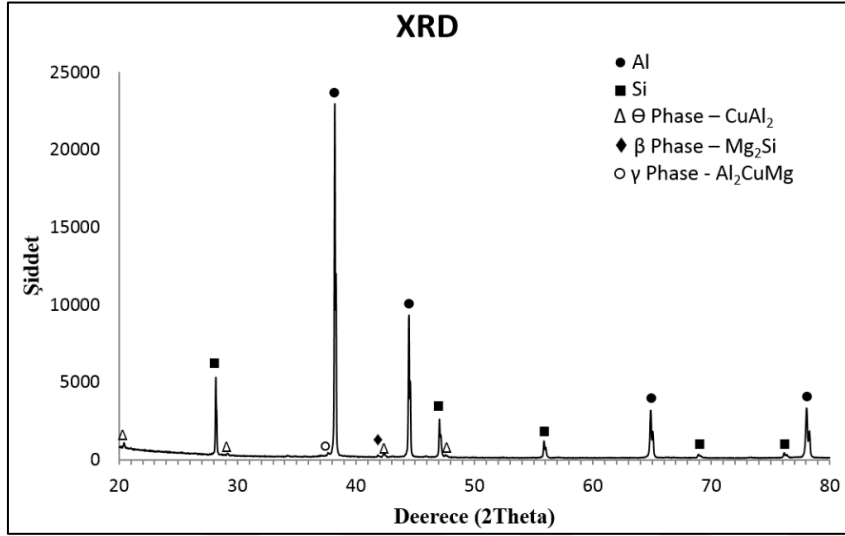
%15B₄C-GS-555C ve Alumix231-MW-555C-0dk kodlu numunelerin mikroyapı haritası Resim 5.3'de gösterilmiştir. Resim 5.3 (a)'da verilen harita bor açısından incelendiğinde, B₄C parçacıklarının bölgesel kümelenme göstermesine karşın nispeten homojen dağıldığı söylenebilir. Birincil Si parçacıklarının orijinal esas alaşım adacıkları içerisinde olduğu, Cu ve Mg içeriği bakımından zengin ikincil fazların ise mikroyapıda homojen dağıldığı gözlenmiştir.



Resim 5.3. (a) %15B4C-GS-555C ve (b) Alumix231-MW-555C-0dk kodlu numunenin SEM alařım elementleri haritası

řekil 5.1’de Alumix231-GS-555C numunesinin XRD grafiđi verilmiřtir. XRD grafiđinin incelenmesiyle numune mikroyapısında Al matris, birincil Si fazları ve θ (CuAl_2), β (Mg_2Si), γ (Al_2CuMg) ikincil fazlarının varlıđı belirlenmiřtir. Bu bilgi dođrultusunda Resim 5.1 ve 5.3’te yapı genelinde ince ve parlak olarak g r len ve Cu i eriđi bakımından zengin olan yapıların θ (CuAl_2) ve γ (Al_2CuMg) ikincil fazları olduđu s ylenebilir. Yine Resim 5.3’teki mikroyapı haritalarında yapı genelinde nispeten homojen olarak g r len

Mg elementinin ise mikroyapıda β (Mg_2Si) ikincil fazı olarak varlığını gösterdiği XRD analiz grafiği ile açıklanabilir.



Şekil 5.1. Alumix231-GS-555C kodlu numunenin XRD grafiği

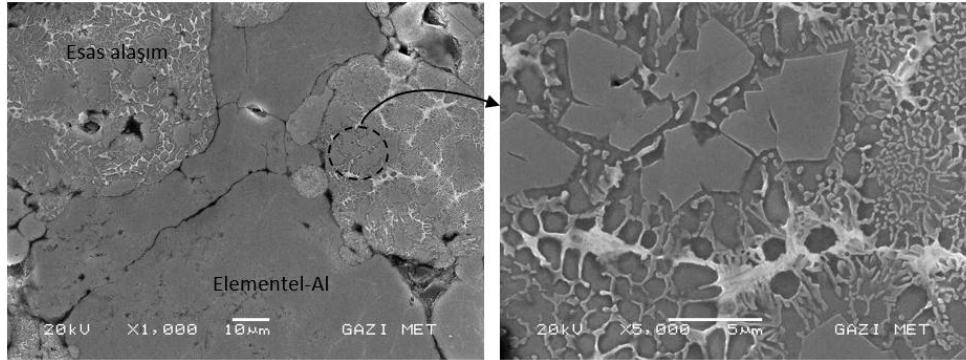
Literatüre göre θ ve β fazları yaklaşık 450°C sıcaklıkta, γ fazı $475\text{-}480^\circ\text{C}$ sıcaklıklarda oluşmaktadır (Rudinsky ve diğerleri, 2015; Wanjara ve Brochu, 2010). Bu tür alaşımlara yaşlandırma ısıl işlemi uygulandığında mikroyapıda oluşan ikincil fazlardan θ fazının, mikroyapıdaki homojen dağılımı ile baskın çökeltme-sertleşmesi fazı olduğu literatürde belirtilmiştir (Heard ve diğerleri, 2009; Rudianto, Yang, Kim ve Nam, 2012; Rudinsky ve diğerleri, 2015).

5.3. Mikroyapı Karakterizasyonu

Numune üretimi olarak hazırlanan toz karışımlar ilk olarak soğuk preslenmiştir. Soğuk presleme işlemlerinde Alumix[®] 231 tozunun üretici firma kataloğunda belirtilen değerler dikkate alınmış ve 620 MPa basınç uygulanarak soğuk presleme işlemleri gerçekleştirilmiştir. Yapılan deneysel çalışmalarda farklı sinterleme teknikleri, farklı sinterleme sıcaklıkları ve süreleri kullanılmıştır. Geleneksel sinterleme tekniği için sıcaklıklarının belirlenmesinde Alumix[®] 231 tozunun üretici firma kataloğunda belirtilen 555°C sıcaklık alt sıcaklık olarak belirlenmiştir. Sinterleme sıcaklığının mikroyapıya ve dolayısıyla mekanik özelliklerine etkilerini belirleyebilmek için ayrıca 580°C ve 605°C sıcaklıklarda da sinterleme işlemleri gerçekleştirilmiştir. Sinterleme sıcaklıklarında

bekleme süresi olarak yine Alumix® 231 kataloğu dikkate alınmış ve 60 dakika süre ile beklenilmiştir. Geleneksel sinterleme verilerine göre mikrodalga sinterleme parametreleri seçilmiştir. Mikrodalga sinterleme işlemi için sinterleme sıcaklıkları 555, 580 ve 605°C olarak belirlenmiştir. Ancak geleneksel sinterleme verileri ve yoğunluk ölçüm sonuçları neticesinde 555°C sıcaklık mikrodalga sinterleme için sinterleme sıcaklığı olarak seçilmiştir. 555°C sıcaklıkta beklenilmeden ve 60 dakika beklenilerek mikrodalga sinterleme işlemleri tamamlanmıştır. SPS numunesinde ise SPS tekniğinin düşük sıcaklıklarda ve sürelerde gerçekleştirilmesi avantajı doğrultusunda (Rudinsky ve diğerleri, 2015), Alumix® 231/B₄C kompozitlerin üretiminde, SPS tekniğiyle sinterleme işlemi 450°C sıcaklıkta ve 5 dakika bekleme süresi uygulanarak yapılmıştır. Sinterleme işlemi sırasında 50 MPa basınç uygulanmıştır.

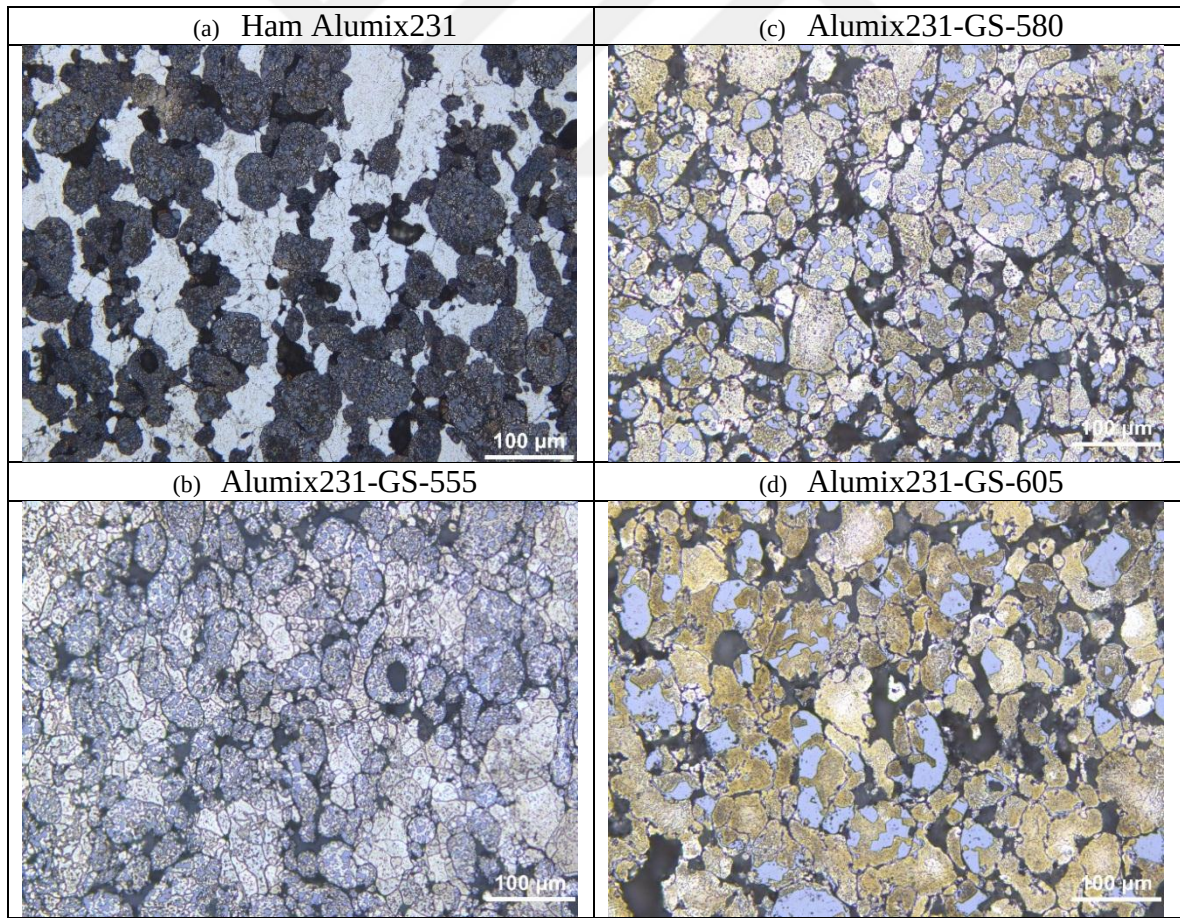
Resim 5.4'da soğuk presleme sonrası sinterleme öncesi ham Alumix-231 numunesinin SEM mikrografi verilmiştir. Ham durumdaki Alumix-231 elementel toz tanelerinden ve esas alaşım toz tanelerinden oluştuğu görülmektedir. Esas alaşım tanelerinde birincil Si parçacıklarının varlığı söz konusudur. Ayrıca birincil Si parçacıklarının Al-Si ötektik benzeri yapı ile çevrili olduğu belirlenmiştir.



Resim 5.4. Soğuk preslenmiş ham Alumix-231 SEM görüntüsü

Resim 5.5'te ham Alumix231, Alumix231-GS-555, Alumix231-GS-580, Alumix231-GS-605 kodlu numunelerin optik mikroskop mikroyapı fotoğrafları verilmiştir. Mikroyapı fotoğrafları incelendiğinde soğuk presleme sonrası elde edilen ham Alumix231 numunesinin mikroyapısına göre 555°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemi sonucunda gözeneklilikte artma belirlenmiştir. Resim 5.5-b-c-d karşılaştırıldığında ise, artan sinterleme sıcaklığı ile gözeneklilik miktarının arttığı, tane boyutunun ve birincil Si

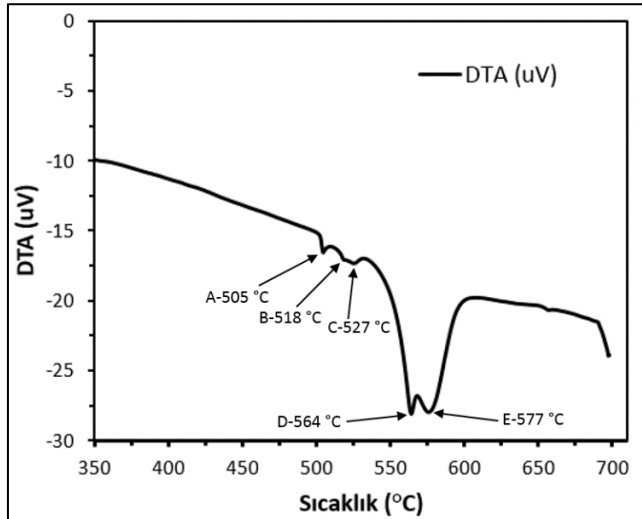
tanelerinin kabalaştığı görülmektedir. Artan sinterleme sıcaklığı ile tanelerin ve birincil Si tanelerinin difüzyon yoluyla kabalaşması beklenen bir sonuçtur. Ancak T/M de genel yaklaşım artan sinterleme sıcaklığı ile gözenekliliğin azalmasıdır. Yapılan bu çalışmada ise geleneksel sinterlemede artan sinterleme sıcaklığı ile gözenek boyutunda ve miktarında artış gözlenmiştir. Crossin, Yao ve Schaffer, (2007) yaptıkları çalışmada $\sim 530^{\circ}\text{C}$ de sıvı faz oluşumundan ötürü hacimsel artış olduğunu belirlemişlerdir. Heard ve diğerleri (2009) yaptıkları çalışmada 560°C , 565°C , 575°C 'lerde farklı sinterleme sürelerinde yaptıkları çalışmada 60 dk. sinterleme süresinde sıcaklık artışına bağlı olarak yoğunlukta azalma tespit etmişlerdir ve bunu 575°C de sıvı faz fazlalığına atfetmişlerdir. Judge, Bishop ve Kipouros (2017) Alumix 123[®] alaşımın farklı presleme basınçlarında üretilip sinterlenmesi üzerine yaptıkları çalışmada sinterleme sonrası yükseklikte hacimsel artış tespit etmişlerdir. Bu artışı sinterleme sırasında oluşan sıvı fazdan Al tanelere alaşım elementi difüzyonu olmasına bağlamışlardır.



Resim 5.5. (a) Ham Alumix231, (b) Alumix231-GS-555, (c) Alumix231-GS-580, (d) Alumix231-GS-605 kodlu numunelerin optik mikroskop mikroyapı fotoğrafları

Alumix® 231'i matris malzemesi olarak kullanan araştırmacılar benzer sonuçlar elde etmişlerdir. Bu durum 500°C'nin üzerindeki sinterleme sıcaklıklarında sıvı faz oluşumuna atfedilir. Yapılan çalışmalarda, artan sinterleme sıcaklığı ile sıvı faz miktarının arttığı belirtilmiştir (Heard ve diğerleri, 2009; Rudianto ve diğerleri, 2011, 2012; Su ve diğerleri, 2013). 555°C'nin üzerindeki sinterleme işlemlerinde gözlenen gözeneklilikteki artış, oluşan sıvı fazın bir bölgede birikmesine ve ani boyutsal değişime bağlanmıştır. Sonuç olarak, geniş gözeneklerin oluştuğu rapor edilmiştir (Heard ve diğerleri, 2009; Su ve diğerleri, 2013).

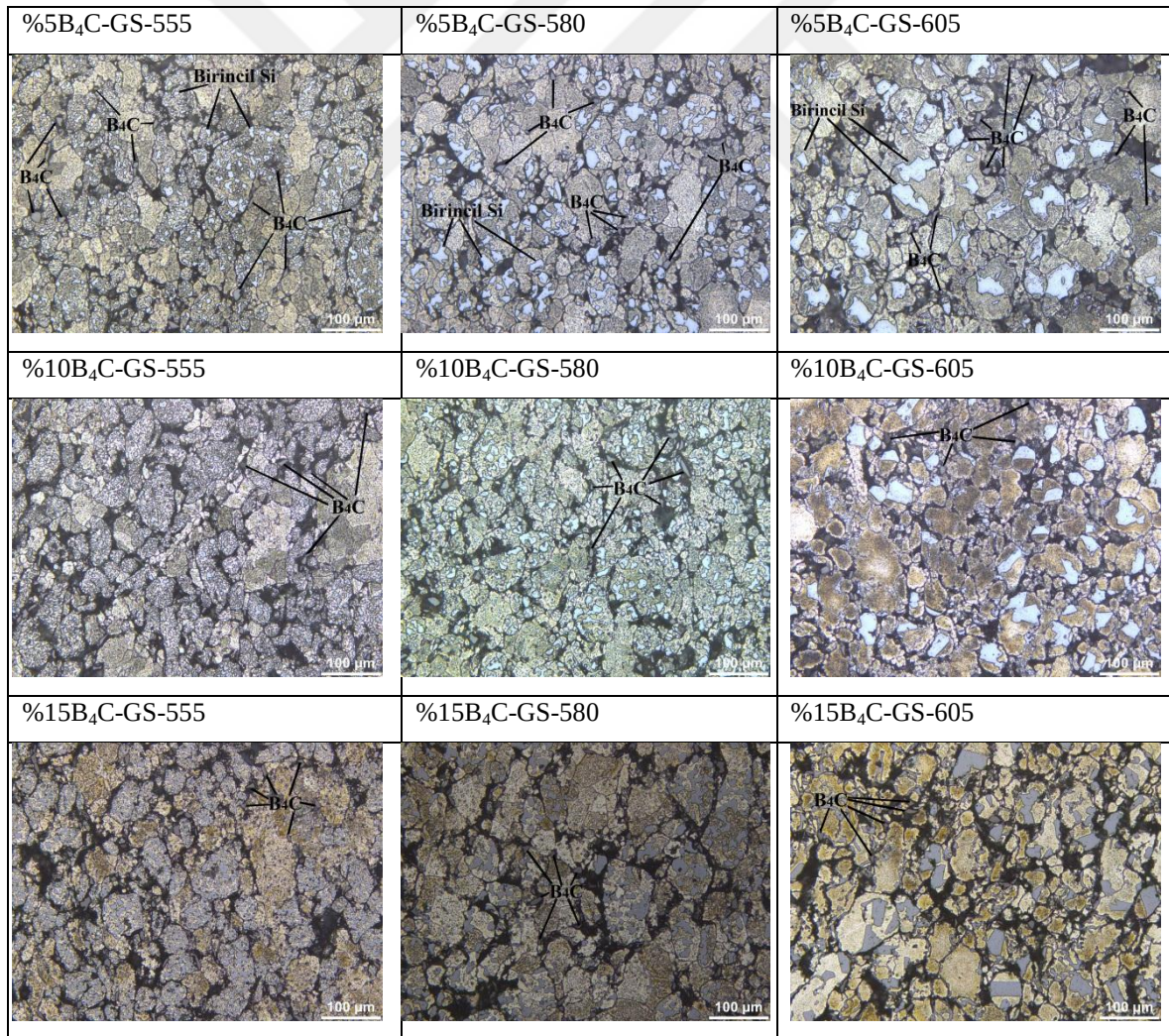
Şekil 5.2'de Ecka Alumix® 231 tozuna ait DTA grafiği verilmiştir. DTA grafiği incelendiğinde beş farklı sıcaklıkta farklı endotermik piklere sahip endotermik reaksiyon oluştuğu belirlenmiştir. Grafikten ilk sıvı fazın 505°C sıcaklıkta oluştuğu, 564°C ve 577°C sıcaklıklarda gerçekleşen endotermik pikler ile sıvı faz hacim oranını arttığı belirlenmiştir. Dolayısıyla geleneksel sinterleme işleminde sinterleme sıcaklığı olarak uygulanan 555°C, 580°C ve 605°C sıcaklıklarda mikroyapıda sıvı faz bulunmaktadır. Ancak Şekil 5.2'de verilen DTA grafiği incelendiğinde 564°C sıcaklığın üzerinde uygulanan sıcaklıklarda oluşan sıvı fazın hacim oranı daha fazladır. Dolayısıyla artan sıcaklıkla sıvı faz hacminde meydana gelen artış gözeneklilikte artışa ve gözeneklerin irileşmesine neden olmuştur (Bkz. Resim 5.6).



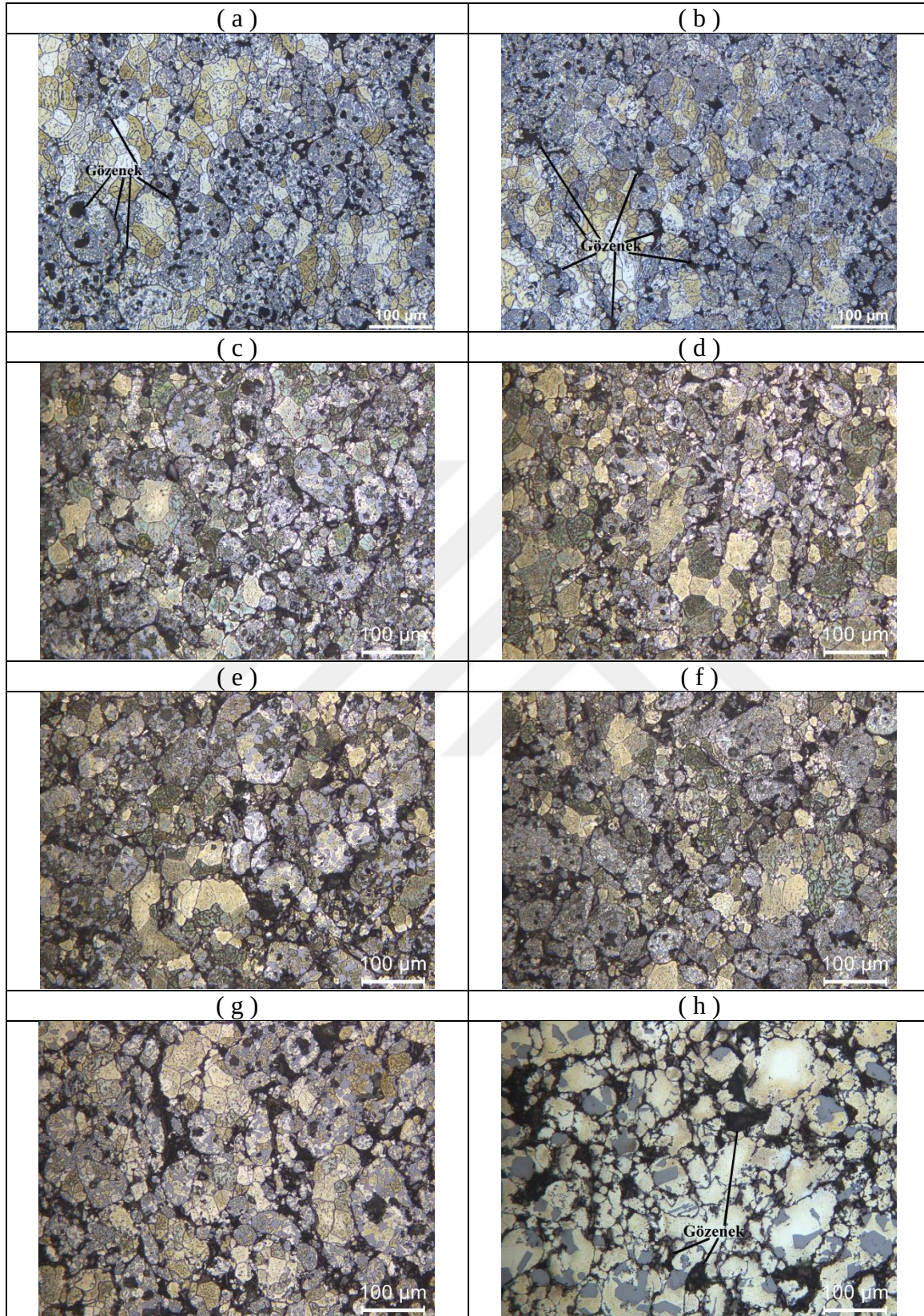
Şekil 5.2. Ecka Alumix® 231 tozuna ait DTA grafiği

Sinterleme sıcaklığında sıvı faz oluşumu ayrıca B₄C partiküllerinin de gözeneklere itilmesine ve/veya gözenekler de bulunmasına neden olmuştur. Ayrıca artan sinterleme

sıcaklığı ile tane irileşmesi ve birincil Si parçacıklarının boyutunda irileşmede meydana gelmiştir (Resim 5.6). Resim 5.7’te 555°C sıcaklıkta MW sinterleme ile elde edilen numunelerin mikroyapı fotoğrafları verilmiştir. Mikroyapı fotoğrafları incelendiğinde tüm numunelerde gözeneklilik söz konusudur. Şekil 5.2’de A-B-C ile ifade edilen endotermik piklerin olduğu sıcaklıklarda oluşan sıvı fazın ve T/M tekniğinin bir dezavantajı olarak görülen gözenekli yapı oluşumunun sonuçları olarak Resim 5.7’da görülen gözenekli yapılar elde edilmiştir. Numunelerde gözeneklilik oranı birbirine yakın (yaklaşık %9,8-13) iken, artan B_4C ilavesi ile gözenekliliğin arttığı belirlenmiştir. Artan bekleme süresinin ise tane boyutlarına, birincil Si boyutlarına ve gözenek şekline belirgin etkisi olduğu belirlenmiştir. Yine Resim 5.7 incelendiğinde 60 dakika bekleme süresi sonucunda tanelerin ve birincil Si’lerin irileştiği ve aynı zamanda her ne kadar gözenek miktarı değişmese de gözeneklerin bölgesel olarak toplanarak irileştiği görülmektedir.

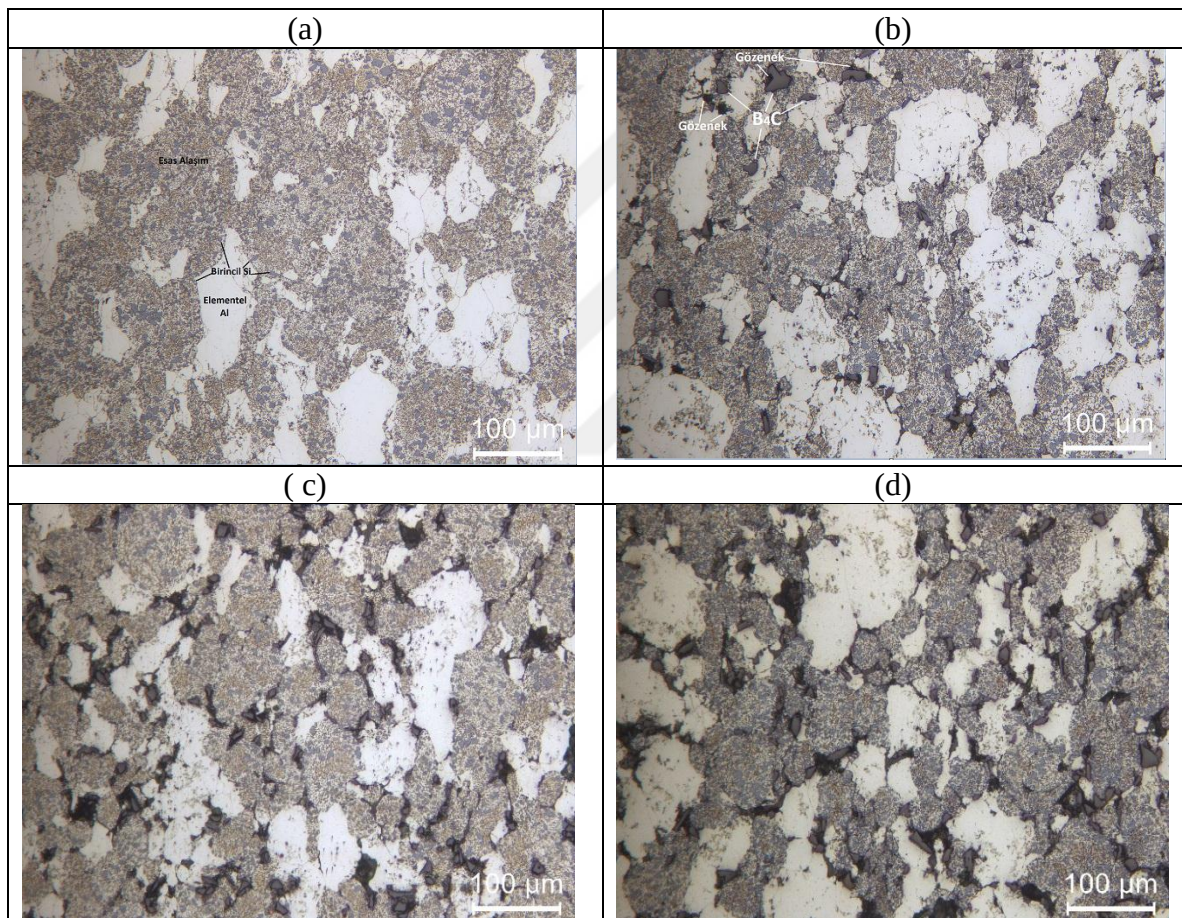


Resim 5.6. Farklı oranlarda B_4C takviyeli geleneksel sinterleme ile üretilmiş numunelerin optik mikrografları



Resim 5.7. 555°C sıcaklıkta MW sinterleme ile üretilen numunelerin mikroyapı fotoğrafları (a) Alumix231-MW-555-0dk; (b) Alumix231-MW-555-60dk; (c) %5B₄C-MW-555-0dk; (d) %5B₄C-MW-555-60dk; (e) %10B₄C-MW-555-0dk; (f) %10B₄C-MW-555-60dk; (g) %15B₄C-MW-555-0dk; (h) %15B₄C-MW-555-60dk

Resim 5.8’de SPS tekniği ile üretilen numunelerin mikroyapı görüntüleri verilmiştir. Resim 5.8 (a)’da verilen Alumix231-SPS-450-5 kodlu numunenin mikroyapı görüntüsü incelendiğinde esas alaşım, elementel Al fazları ve birincil Si taneleri görülmektedir. Resim 5.8 (a-b-c) incelendiğinde ise artan B_4C miktarının mikroyapıya etkileri görülmektedir. Artan B_4C miktarı ile gözenekliliğin arttığı açıkça görülmektedir. Gözenekler mikroyapı genelinde olmasına rağmen özellik B_4C partikülleri ile matris ara yüzeyinde yoğunlaşmaktadır. Ayrıca artan B_4C ilavesi ile B_4C parçacıklarının kümeleştiği söylenebilir.

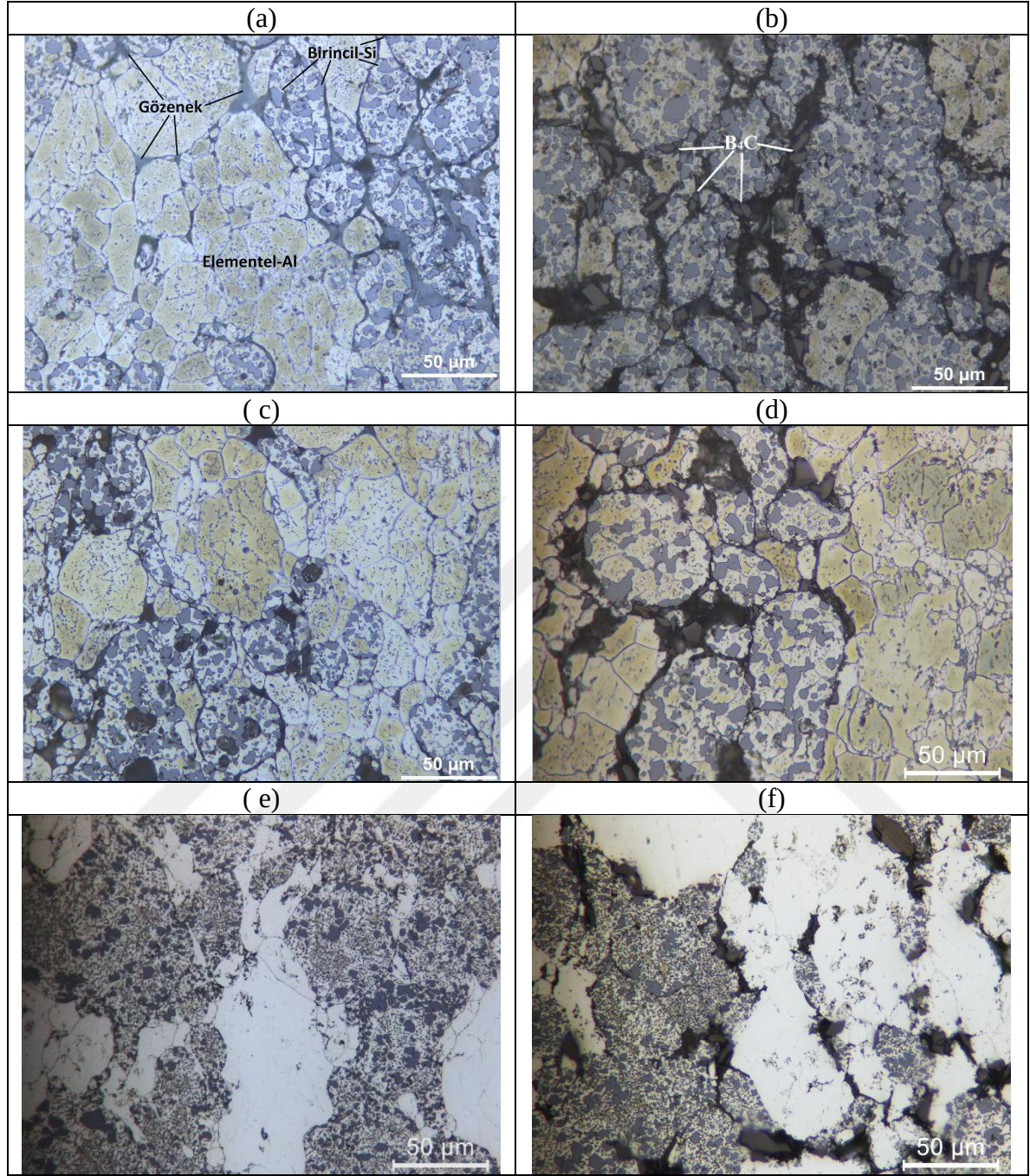


Resim 5.8. SPS tekniği ile üretilen numunenin mikroyapı fotoğrafları

(a) Alumix231-SPS-450-5; (b) %5 B_4C -SPS-450-5; (c) %10 B_4C -SPS-450-5; (d) %15 B_4C -SPS-450-5

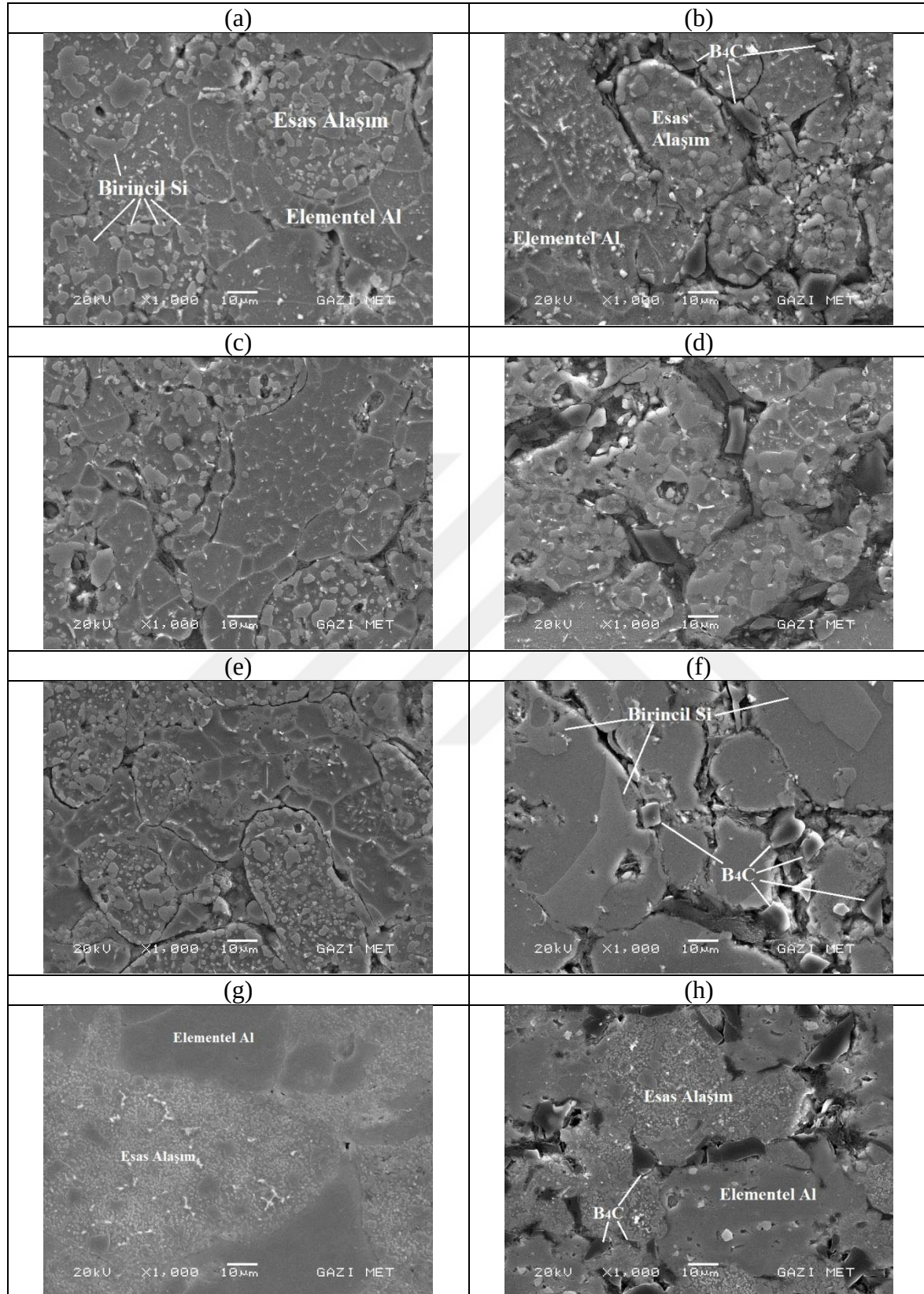
Resim 5.9’de ise geleneksel, mikrodalga ve spark plazma sinterleme teknikleri ile üretilen saf Alumix231 ve ağırlıkça %15 B_4C içeren Alumix231 kompozitlerin mikroyapıları verilmiştir. GS, MW sinterleme ve SPS teknikleri ile üretilen saf Alumix231 numuneler incelendiğinde (Resim 5.9 a-c-e) SPS tekniği ile sinterlenen numunelerde gözeneklilik

miktarının GS ve MW ile sinterlenen numunelere göre çok daha az olduğu görülmektedir. GS ve MW ile sinterlenen numunelerde ise gözeneklilik miktarının birbirine yakın olduğu görülmektedir. MW sinterleme süresinin olmaması (0 dk.) bu sinterleme tekniğinin GS tekniğine olan üstünlüğüdür. Ayrıca mikroyapıda oluşan gözenekler, her ne kadar yapı genelinde bulunsun da, esas alaşım tanelerinin içerisinde yoğunlaştığı mikroyapı fotoğraflarından belirlenmiştir (Resim 5.9 a-c-e). Esas alaşımın kimyasal kompozisyonunda bulunan alaşım elementlerinin oluşturduğu ikincil fazların ergime sıcaklığının düşük olması gözeneklerin esas alaşım tanelerinde yoğunlaşmasının nedeni olarak söylenebilir. %15 B₄C içeren numunelerin mikroyapıları incelendiğinde (Resim 5.9 b-d-f) her üç sinterleme tekniğinde B₄C parçacıklarının tane sınırlarında kümeleştiği ve bu bölgelerde gözenekliliğe neden olduğu belirlenmiştir. Yine gözeneklilik miktarı SPS tekniğinde en azdır.



Resim 5.9. Geleneksel, mikrodalga ve spark plazma sinterleme teknikleri ile üretilen numunelerin mikroyapı görüntüleri (a) Alumix231-GS-555; (b) %15B4C-GS-555; (c) Alumix231-MW-555-0dk; (d) %15B4C-MW-555-0dk; (e) Alumix231-SPS-450-5; (f) %15B4C-SPS-450-5

Resim 5.10 incelendiğinde, SPS tekniđi ile Alumix-231'in sinterlenmesi neticesinde gözenekliliđin az olduđu yoğun bir mikroyapı elde edildiđi görölmektedir. GS ve MW sinterleme teknikleri ile yapılan sinterleme işlemleri neticesinde benzer gözenekliliđe sahip mikroyapılar elde edilmiştir. B₄C ilavesi tüm sinterleme tekniklerinde gözenekliliđe sebep olmuştur. MW sinterleme tekniđi ile gerçekleştirilen sinterleme işlemleri neticesinde, sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.) (Resim 5.10 c-d) ve 60 dakika beklenilerek (Resim 5.10 e-f) yapılan sinterlemeler ile elde edilen numunelerin mikroyapıları birbirleri ile gözeneklilik açısından benzerlik göstermektedir. 60 dakika beklenerek elde edilen numunelerde tanelerde ve birincil-Si parçacıklarında irileşme gözlenmiştir. Bu nedenle MW sinterlemede, sinterleme sıcaklığında beklenilmeden gerçekleştirilen işlemler süre ve enerji bakımından avantaj sunmaktadır.



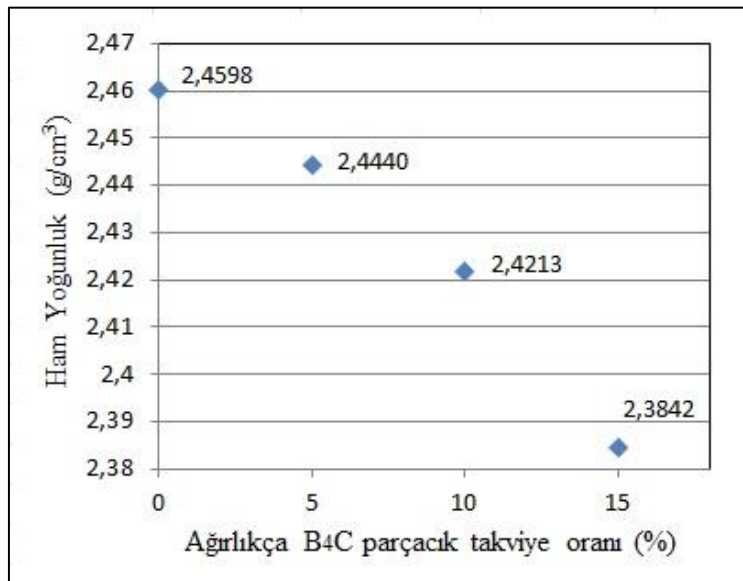
Resim 5.10. GS, MW ve SPS teknikleri ile üretilen numunelerin mikroyapıları
 (a) Alumix231-GS-555; (b) %15B₄C-GS-555;
 (c) Alumix231-MW-555-0dk; (d) %15B₄C-MW-555-0dk;
 (e) Alumix231-MW-555-60dk; (f) %15B₄C-MW-555-60dk;
 (g) Alumix231-SPS-450-5; (h) %15B₄C-SPS-450-5

5.4. Yoğunluk Değişimleri

Presleme sonrası elde edilen ham numunelerin ve sinterlenmiş numunelerin yoğunlukları ASTM B962-08 standardına uygun olarak Arşimet tekniği ile ölçülmüştür. Yoğunluklar, bağıl yoğunluk olarak rapor edilmiştir. Soğuk presleme sonrası ham numunelerin yoğunluk ölçüm değerleri Çizelge 5.2’de ve grafik olarak Şekil 5.3’te verilmiştir. Çizelge 5.2 ve Şekil 5.3 incelendiğinde artan B₄C partikül ilavesi ile numunelerin ham yoğunluklarında azalma belirlenmiştir. Ham yoğunluklarda meydana gelen bu azalma matris toz taneleri ile B₄C parçacıkları arasında kalan gözeneklere atfedilir. Artan B₄C parçacık oranı ile numunelerin ham yoğunluk değerleri azalırken, tüm numunelerin yoğunluk değerleri %90 bağıl yoğunluk değerinin üzerindedir.

Çizelge 5.2. Ham numunelerin yoğunluk ölçüm sonuçları

B ₄ C Parçacık Oranı (Ağ. %)	Ham Yoğunluk (g/cm ³)	Teorik Yoğunluk (g/cm ³)	Bağıl Yoğunluk (%)
0	2,4598	2,67	92,127
5	2,444	2,663	91,793
10	2,4213	2,655	91,197
15	2,3842	2,648	90,054



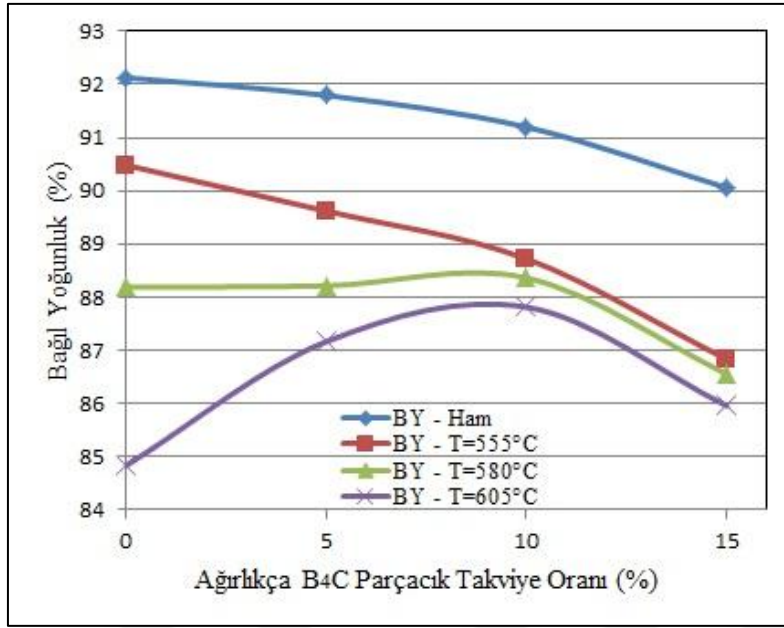
Şekil 5.3. Ham numunelerin yoğunluk ölçüm grafiği

Çizelge 5.3’de farklı sıcaklıklarda gerçekleştirilen geleneksel sinterleme ile elde edilen numunelerin bağıl yoğunluk değerleri verilmiştir. Çizelge 5.3. incelendiğinde tüm numunelerde artan sinterleme sıcaklığı ile bağıl yoğunluk değerlerinde azalma meydana gelmiştir. Yoğunluk değerlerindeki bu azalma artan sinterleme sıcaklığı ile artan sıvı faz oranına ve dolayısıyla artan sıvı faz oranı ile mikroyapıda artan gözenekliliğe atfedilir. Artan sıcaklıkla mikroyapıda gözenekliliğin arttığı görülmektedir (Bkz. Resim 5.5), (Bkz. Resim 5.6).

Çizelge 5.3. Farklı sıcaklıklarda geleneksel sinterlenen numunelerin bağıl yoğunluk değerleri

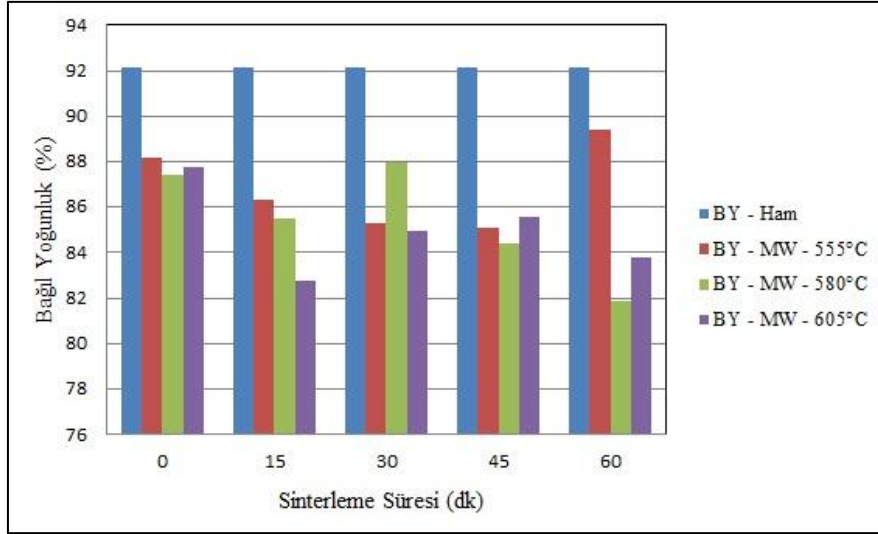
B ₄ C Parçacık Oranı (Ağ.%)	Bağıl Yoğunluk (%)			
	Ham	Sinterleme Sıcaklığı (°C)		
		T=555°C	T=580°C	T=605°C
0	92,127	90,483	88,187	84,827
5	91,793	89,618	88,214	87,162
10	91,197	88,719	88,361	87,811
15	90,054	86,829	86,553	85,952

Şekil 5.4’de GS tekniği ile sinterlemede B₄C (ağ.%) parçacık oranının bağıl yoğunluk değerine etkisi verilmiştir. Artan B₄C (ağ.%) parçacık oranı ile ham, 555°C ve 580°C sıcaklıklarda yapılan geleneksel sinterleme sonucunda bağıl yoğunluk değerlerinde azalmalar belirlenmiştir. 605°C sıcaklıkta yapılan GS işlemi neticesinde ağırlıkça %5 ve %10 B₄C parçacık ilavesi neticesinde yoğunlukta yaklaşık %3 bir artış gözlenmiştir. 605°C sıcaklıkta sıvı faz hacminin atması ve sıvı fazın B₄C partiküllerinin etrafını sarması böylelikle matris-partikül arası gözenekliliğin azalması bu artışın nedeni olarak söylenebilir. Alumix231-GS-605 kodlu numune mikroyapısı incelendiğinde gözenek miktarının fazla olduğu, %5B₄C-GS-605 ve %10B₄C-GS-605 kodlu numunelerin mikroyapıları incelendiğinde gözeneklilikte bir azalma görülmektedir (Bkz. Resim 5.5-d), (Bkz Resim 5.6). Ancak %15 B₄C ilavesi yoğunlukta azalma gözlenmiştir. Artan partikül oranı, partiküllerin kümeleşmesi ve partiküller arası gözenekliliğin artması yoğunlukta bu azalmanın nedeni olarak düşünülmektedir.



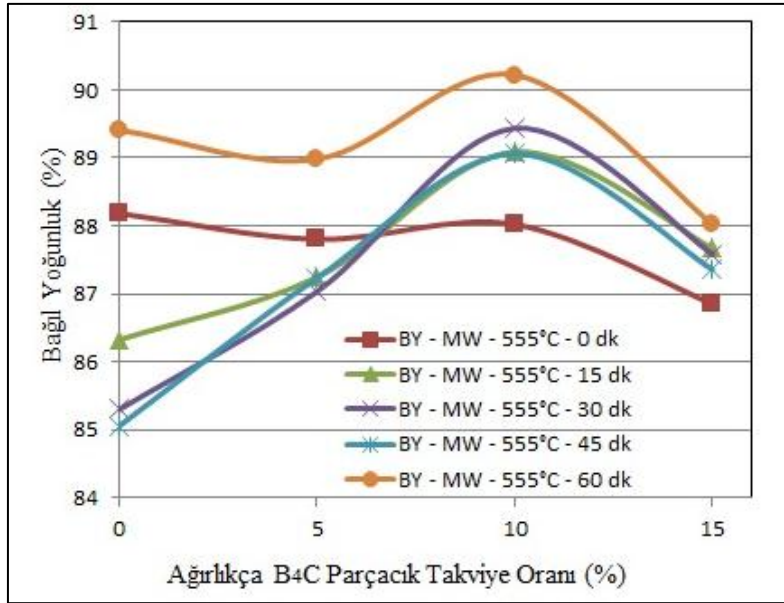
Şekil 5.4. GS tekniği ile sinterlemede B₄C (ağ.%) parçacık oranının bağıl yoğunluk değerine etkisi

Şekil 5.5’da farklı sıcaklıklarda gerçekleştirilen MW sinterlemede sinterleme sürelerinin üretilen numunelerin bağıl yoğunluğuna etkisi sütun grafik olarak verilmiştir. Grafik incelendiğinde 30 dk. ve 45 dk. bekleme süresi hariç tüm bekleme sürelerinde en yüksek yoğunluk değerlerini 555°C sıcaklıkta sinterlenen numuneler vermiştir. 30 dk. bekleme süresinde 580°C sıcaklıkta sinterlenen numune %2,7 ve 45 dk. bekleme süresinde ise 605°C sıcaklıkta sinterlenen numune %0,5 daha fazla yoğunluk değeri vermiştir. Genel olarak 555°C sıcaklıkta yapılan sinterleme işlemi neticesinde elde edilen yoğunlukların yüksek olmasının nedeni, 580°C ve 605°C sıcaklıklarda matriste sıvı fazın oluşması ve gözeneklilik oranının artması ile açıklanabilir. Dolayısıyla deneysel çalışmalarda 555°C sıcaklıkta gerçekleştirilen MW sinterleme numuneleri incelenmiştir.



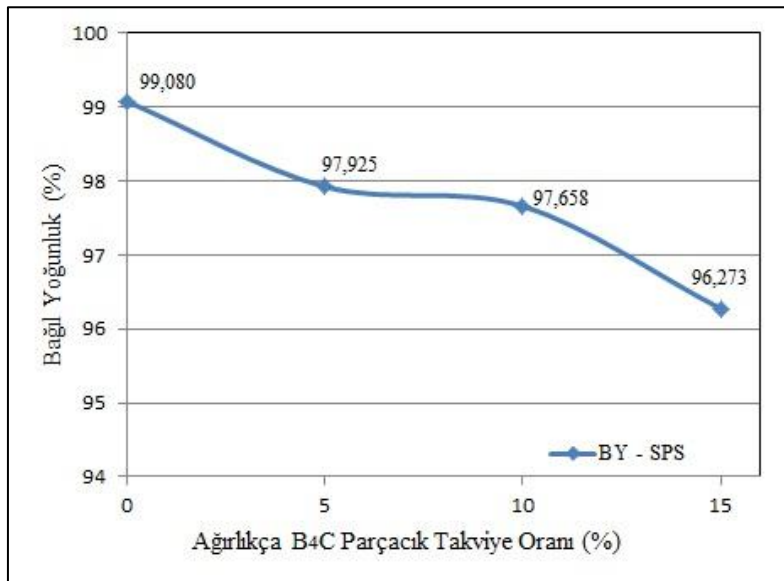
Şekil 5.5. MW sinterlemede sinterleme sıcaklık ve sürelerinin Alumix231 bağıl yoğunluğuna etkisi

Şekil 5.6'de 555°C sıcaklıkta MW sinterlemede parçacık oranı ile bağıl yoğunluk değişimine bekleme süresinin ve B₄C parçacık oranının etkisi verilmiştir. Genel olarak %5 ve %10 parçacık ilavesinin yoğunluğu artırdığı, %15 parçacık ilavesinin ise yoğunluğu azalttığı grafikten görülmektedir. %15 parçacık ilavesi B₄C partiküllerinin tane sınırlarında kümeleşmesi ve bu kümeleşme neticesinde gözenek oranının artması yoğunluktaki azalmanın sebebi olarak söylenebilir. Grafik incelendiğinde en iyi yoğunluk değerlerini 555°C sinterleme sıcaklığında 60 dakika bekleme ile elde edildiği görülmektedir. Ancak sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.) gerçekleştirilen sinterleme ile elde edilen numuneler ile 60 dakika beklenerek üretilen numunelerin yoğunlukları arasında yaklaşık %2 fark vardır. Dolayısıyla zaman ve enerji tasarrufu açısından sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.) üretilen numuneler avantaj sunmaktadır. 555°C sinterleme sıcaklığında beklemeksizin yapılan deney sonucu ham yoğunluğa en yakın ve süre açısından en avantaj sağlayan parametreler olarak belirlenmiştir.



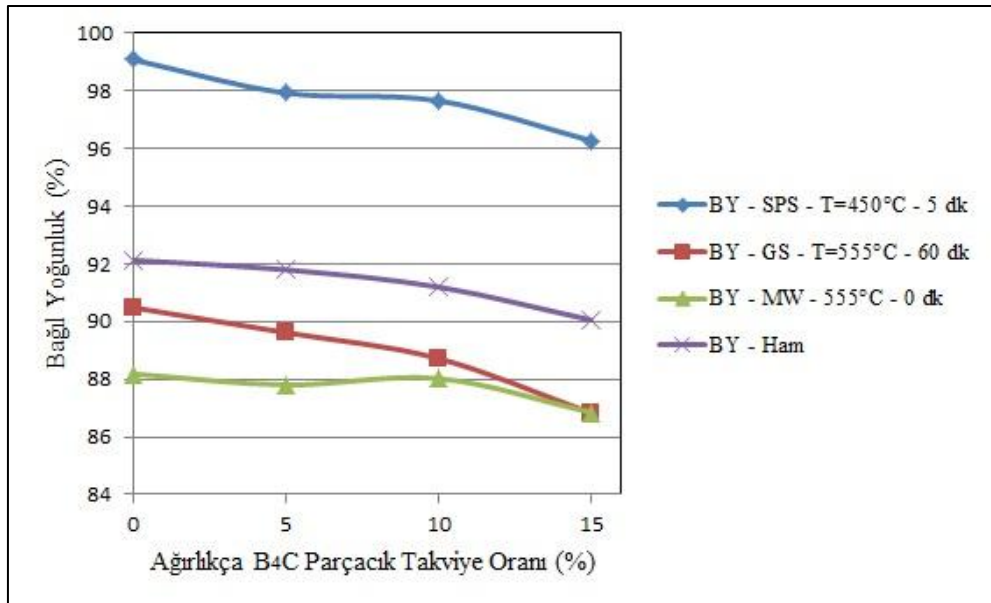
Şekil 5.6. 555°C sıcaklıkta MW sinterlemede parçacık oranı ile bağıl yoğunluk değişimi

Şekil 5.7’de SPS tekniği ile üretilen numunelerde parçacık oranı ile bağıl yoğunluk değişimi verilmiştir. Diğer sinterleme tekniklerine benzer şekilde artan B₄C parçacık oranı ile bağıl yoğunluk değeri azalmaktadır. Bu durum B₄C parçacıkları ile matris arasında kalan gözenekliliğe atfedilir. B₄C takviyesiz numunede %99’un üzerinde bir yoğunluk elde edilmiştir.



Şekil 5.7. SPS ile üretilen numunelerde parçacık oranı ile bağıl yoğunluk değişimi

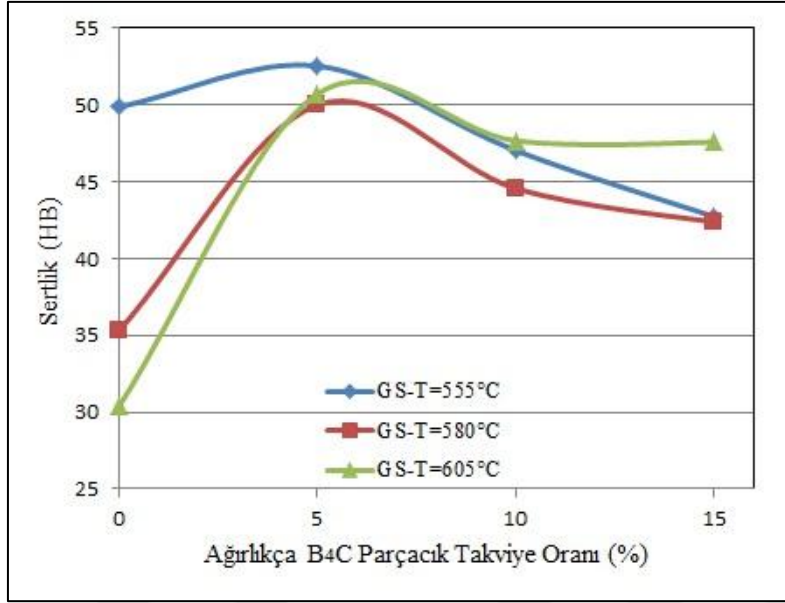
Şekil 5.8’da soğuk presleme sonrası elde edilen ham yoğunluk değerlerinin ve GS, MW sinterleme, SPS sonrası elde edilen yoğunluk değerlerinin B₄C (ağ.%) parçacık oranı ile değişimi gösterilmiştir. Belirlenen parametrelerde, tüm numunelerde artan B₄C parçacık oranı ile yoğunluklarda azalma görülmektedir. GS ve MW sinterleme sonrası elde edilen bağıl yoğunluk değerleri soğuk presleme sonrası elde edilen ham numunenin bağıl yoğunluk değerlerinden düşüktür. GS ve MW sinterleme ile sinterleme sıcaklığında oluşan sıvı fazın mikroyapıda neden olduğu gözenekler, yoğunluktaki bu azalmanın nedeni olarak söylenebilir. SPS ile üretilen numunelerde ise bağıl yoğunluk değerleri tüm B₄C parçacık ilaveli numunelerde %96’nın üzerindedir. Ayrıca, SPS numuneler soğuk presleme sonrası elde edilen ham numuneler ve GS, MW sinterleme ile elde edilen numunelere göre daha yüksek yoğunluk değerleri vermiştir. Daha yüksek yoğunluk değerlerinin elde edilmesi SPS sırasında uygulanan sinterleme sıcaklığı ve sinterleme basıncıyla ilişkilendirilir. SPS sırasında 450°C sinterleme sıcaklığı ve 50 MPa presleme basıncı uygulanmıştır. Uygulanan sinterleme sıcaklığında sıvı faz oluşmamaktadır. Dolayısıyla diğer sinterleme teknikleri olan GS ve MW sinterlemede açıklanan sıvı fazın olumsuz etkileri SPS’de gözlenmemiştir. Ayrıca, işlem sırasında uygulanan 50 MPa presleme basıncı matris ile B₄C parçacıkları arasında oluşan gözeneklerin kapanmasına böylece gözeneklilikte azalmaya ve yoğunlukta artışa neden olmuştur.



Şekil 5.8. Soğuk presleme sonrası ham yoğunluk ve GS, MW sinterleme, SPS sonrası yoğunluk değerlerinin B₄C (ağ.%) parçacık oranı ile değişimi

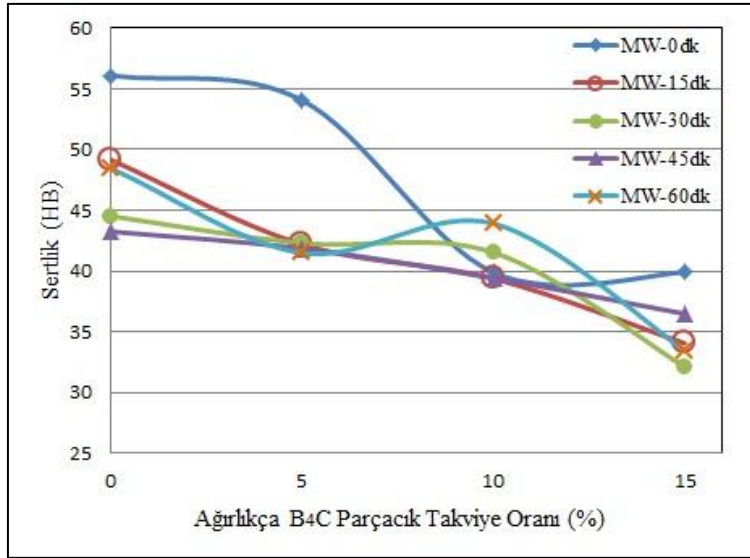
5.5. Sertlik Ölçüm Sonuçları

Şekil 5.9’da GS ile üretilen numunelerde sinterleme sıcaklığı ağırlık %B₄C parçacık oranı sertlik grafiği verilmiştir. Grafik incelendiğinde parçacık takviyesi bulunmayan Alumix® 231 tozlarından üretilen numunelerde yüksek sertlik değeri 555°C sinterleme sıcaklığında sinterlenen numunelerde elde edilmiştir. Artan sinterleme sıcaklığı ile Alumix231 numunelerin sertlik değeri düşmüştür. Alumix231 numunelerinin sertlik değeri mikroyapı ve yoğunluk verileriyle uyumludur. Artan sinterleme sıcaklığı ile oluşan sıvı fazın mikroyapıda neden olduğu gözeneklilikte artışa, yoğunlukta azalmaya ve sonuç olarak sertlik değerlerinde de azalmaya neden olmuştur. Tüm sinterleme sıcaklıklarında ağırlık %5 B₄C ilavesi sertlikte artışa neden olmuştur. Parçacık ilavesi olarak kullanılan B₄C’nin sertliğinin matristen yüksek olması bu sertlikteki artışın nedeni olarak söylenebilir. Ancak 555°C sıcaklıkta sinterlenerek üretilen numunelerde sertlikte beklenen artış elde edilememiştir. Bunun nedeni olarak B₄C parçacıklarının taneler arasında gözenekliliğe ve dolayısıyla yoğunlukta azalmaya neden olmasıdır. B₄C parçacık ilavesi ve yoğunlukta azalma kombinasyonu sonucunda 555°C sıcaklıkta sinterlenen numunelerde sertlikte yaklaşık %5’lik bir artış belirlenmiştir. 580°C ve 605°C sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemine ise ağırlık %5 parçacık ilavesi yoğunlukta artışa neden olmuştur (Bkz. Çizelge 5.3). B₄C parçacık ilavesi ve yoğunlukta artış kombinasyonu sonucunda 580°C ve 605°C sıcaklıklarda sinterlenen numunelerde sertlikte artış belirlenmiştir. Özellikle %15 B₄C ilavesi ise yoğunluk değerlerinde azalmaya neden olmuştur. Bu azalma numunelerde sertlikte azalışa neden olmuştur. Sertlikteki bu azalmanın nedeni yine artan B₄C ilavesi ile yoğunlukta gözlenen azalma ile açıklanabilir. B₄C ilavesi taneler arasında kümeleşerek gözenek boyutlarında dolayısıyla yoğunlukta azalmaya neden olmaktadır. Bu durum B₄C parçacıklarının sertlik artışına olan etkisini azaltmaktadır.



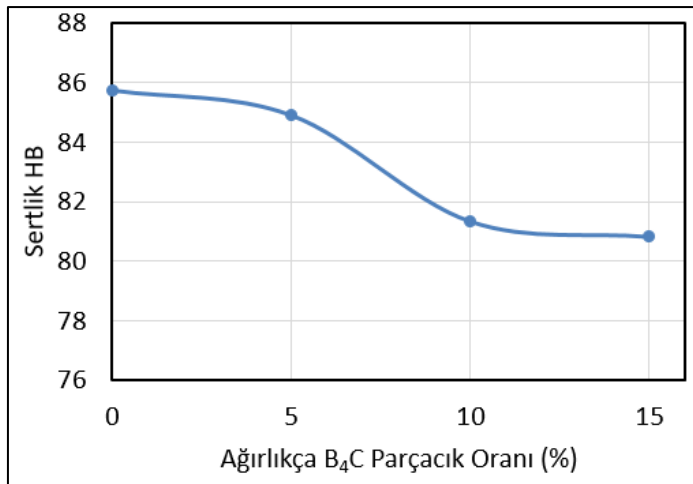
Şekil 5.9. Farklı sinterleme sıcaklıklarında GS ile üretilen numunelerde ağırlıkça B₄C parçacık oranı artışı ile sertlik değişimi

Şekil 5.10'da MW sinterleme ile üretilen numunelerde sinterleme süresi ve ağırlıkça B₄C parçacık oranının sertliğe etkisi grafik olarak verilmiştir. Sertlikteki genel eğilim artan parçacık ilavesi ile sertlikte azalma şeklindedir. En iyi sertlik değerlerini parçacık ilave edilmeden ve sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.) MW sinterleme tekniği ile sinterlenen numune vermiştir. MW sinterlemede sinterleme sıcaklığı olan 555°C sıcaklıkta bekleme süresi dikkate alındığında, sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.) üretilen numuneler en yüksek sertlik değerini verirken, diğer değişen bekleme süreleri arasında anlamlı bir ilişki kurulamamıştır. Ancak artan parçacık oranı ile genel olarak sertlikte azalma şeklinde bir eğilim söz konusudur. Sertlikte bu değişimleri belirleyen sinterleme sıcaklıkları, bekleme süreleri ve ağırlıkça B₄C parçacık oranlarının yoğunluğa etkileri ile açıklanabilir.



Şekil 5.10. Farklı sinterleme sürelerinde MW sinterleme ile üretilen numunelerde ağ.%B₄C parçacık oranı ile sertlik değişimi

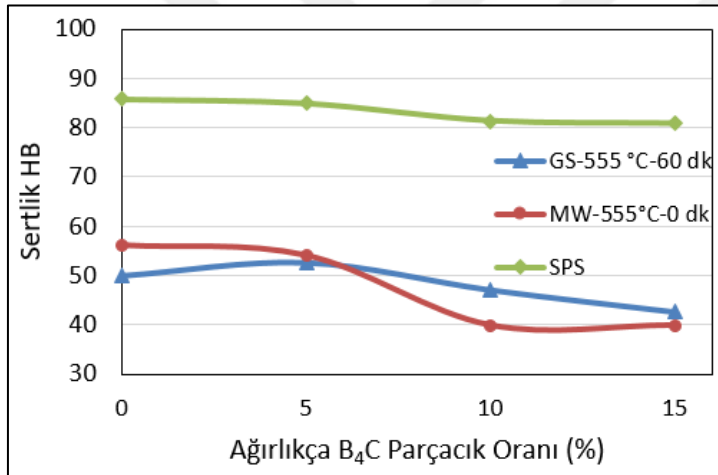
Şekil 5.11'de SPS ile üretilen numunelerde ağ.%B₄C parçacık oranının sertliğe etkisi grafik olarak verilmiştir. SPS numunelerinin yoğunluk verileriyle (Bkz. Şekil 5.7) uyumlu olarak sertlik değerleri artan B₄C parçacık oranı ile azalmıştır. B₄C parçacıkları ile matris arasında oluşan gözenekler yoğunlukta azalmaya ve dolayısıyla sertlikte azalmaya neden olmuştur.



Şekil 5.11. SPS ile üretilen numunelerde ağ.%B₄C parçacık oranı ile sertlik değişimi

Şekil 5.12'de GS, MW sinterleme ve SPS teknikleri ile üretilen numunelerde ağ.%B₄C parçacık oranının sertliğe etkisi grafik olarak verilmiştir. GS işleminde optimum değerleri veren 555°C sıcaklıkta sinterlenen numune sertlik değerleri alınmıştır. MW sinterleme

teknğinde ise yine optimum değerleri veren sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.) MW sinterleme işlemi tamamlanan numunelerin ağ.%B₄C parçacık ilavesi ile elde edilen sertlik değerleri dikkate alınmıştır. Grafik incelendiğinde GS ve MW sinterleme teknikleri, yoğunluk verilerine benzer şekilde, birbirine yakın ve benzer eğilimde sertlik eğrileri vermiştir. Bu iki sinterleme tekniği arasında seçim yapılacak olursa, zaman ve enerji tasarrufu bakımından MW sinterleme tekniği tercih edilebilir. SPS tekniği ise en yüksek sertlik değerlerini vermiştir. SPS tekniğinde sinterleme sırasında kullanılan basıncın etkisiyle matris taneleri arasında ve matris-B₄C parçacıkları arasında oluşabilecek gözenekler minimum seviyede tutulmuş bu durum hem yüksek yoğunluk hem de yüksek sertlik değerlerinin elde edilmesini sağlamıştır. Ayrıca SPS işleminde sinterleme süresinin kısa oluşu (5dk.) zaman ve enerji tasarrufunu beraberinde sunmaktadır.



Şekil 5.12. GS, MW sinterleme ve SPS teknikleri üretilen numunelerde ağ.%B₄C parçacık oranı ile sertlik değişimi

Heard ve diğerleri (2009) geleneksel sinterleme yöntemiyle Ecka Alumix[®] 231 üretiminde artan sinterleme sıcaklığıyla sertlik değişimi grafiğinde, sinterleme sonrası sertlik değerleri belli bir sıcaklığa kadar artıp sonrasında azalmıştır. 560°C’de 1 saat ve 1 hafta sonra ölçülen sertlik değerleri sırasıyla 80 HRE (74 HB), 86 HRE (81 HB) ve 575°C’de 1 saat ve 1 hafta sonra ölçülen sertlik değerleri sırasıyla 73 HRE (65 HB), 84 HRE (79 HB)’dir. 560°C’de maksimum sertlik değerine ulaşıldığı rapor edilmiştir. Sertlik değerlerindeki rapor ettikleri bu değişim, aşırı sinterleme sonucu bol miktarda sıvı faz oluşması nedeniyle kaba mikroyapı elde edilmesi ve gözenekliliğin artmasıyla sonuçlanan yoğunluk değişimiyle uyumludur. Rudianto ve diğerleri (2011) çalışmasında en yüksek sertlik değerinin, 63 HRB (112 HB) olduğunu ve 560°C’de sinterleme sonucu elde edildiğini

rapor etmişlerdir. 570°C’de sinterlenen numunelerin sertlik değeri azalmıştır. Ayrıca sertlik değerlerinin yoğunluk değerleriyle uyumlu olduğunu bildirmişlerdir. Rudinsky ve diğerleri (2015) farklı sinterleme süreleri ve sıcaklıklarının Ecka Alumix® 231 SPS numunelerinin sinterleme sonrası sertlik değerlerinde önemli bir etkisi olmadığını belirtmişlerdir. 450°C’de 60 dk. sinterlenen SPS numunesinde en yüksek sertlik değeri, 89 HV (72 HB), elde edildiği rapor edilmiştir. Geleneksel sinterleme yöntemi ile üretilen numunelerin sertlik değerinden yaklaşık iki kat yüksek değer elde etmişlerdir. Geleneksel sinterleme (sinterleme parametreleri: 560°C-60 dk.) numunelerinin ortalama sertlik değerinin 50 HV olduğunu rapor etmişlerdir. Rudinsky ve diğerleri (2015), daha önce aynı sinterleme parametrelerinde geleneksel sinterleme çalışmalarındaki (Heard ve diğerleri, 2009; Rudianto ve diğerleri, 2011) sertlik değerinden daha düşük sertlik değeri elde edilmesini numunelerin düşük yoğunluğuna atfetmişlerdir.

Ghasali ve diğerleri (2015) farklı sinterleme sıcaklıklarında mikrodalga enerjisi ile Al matrisli (ağ %10-15-20) B₄C parçacık takviyeli kompozit malzeme üretilebilirliğini araştırdıkları çalışmada parçacık takviye oranının artmasıyla mikrosertlik değerlerinde artış olduğunu rapor etmişlerdir. B₄C parçacıkların sertliğinin Al matrinden daha yüksek olması ve parçacıkların yapıda oldukça iyi dağılmış olmalarının mekanik özelliği geliştirmesine atfetmişlerdir. 650°C-950°C aralığında farklı sinterleme sıcaklıklarında çalışılmış olup sıcaklık artışıyla sertlik değerleri önce artmış, sonra azalmıştır. En yüksek sertlik değeri 850°C’de sinterlenen numunelerden elde edilmiştir. Mikrosertlik değerindeki artışı üretilen kompozitlerde, gözenekliliğin azalması ve parçacık-matris arayüzey bağının güçlenmesi nedenine atfetmişlerdir. 950°C sinterleme sıcaklığında, kompozitlerin mikrosertliğinin azalmasını artan sinterleme sıcaklığı ile muhtemelen Al₃BC oluşumu ve tane kabalaşması nedeniyle olabileceğini rapor etmişlerdir.

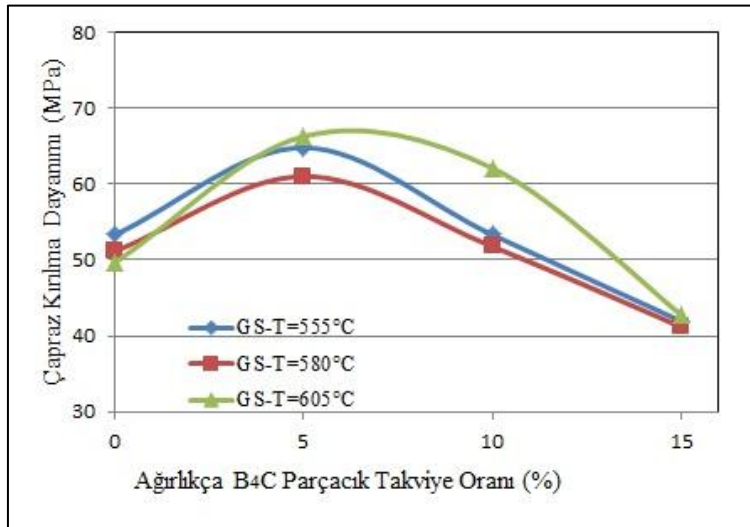
5.6. Çapraz Kırılma Dayanımı

GS tekniği ile sinterlenen numunelerin sinterleme sıcaklığı - ağ.%B₄C parçacık oranı ile değişimi Çizelge 5.4’te ve grafiksel çizimi Şekil 5.13’te verilmiştir. Çizelge 5.4 verileri ve Şekil 5.13 incelendiğinde farklı sinterleme sıcaklıklarında birbirine yakın ve benzer eğilimde ÇKD değerleri elde edildiği görülmektedir. B₄C parçacık ilavesi içermeyen Alumix-231 numunesi en iyi ÇKD değerini (53,336 MPa) 555°C sıcaklıkta sinterleme ile vermiştir. %B₄C parçacık oranı artışı ile ÇKD arasındaki ilişki incelenecek olursa, ağ.%5

B₄C parçacık ilavesi ile ÇKD artmış, ağırlıkça %10 ve %15 B₄C parçacık ilavesi ile ÇKD azalmıştır. Artan B₄C parçacık ilavesi ile ÇKD verilerindeki azalma, sertlik verileriyle uyumluluk göstermektedir. Artan B₄C parçacık ilavesi ile ÇKD verilerindeki azalma mikroyapıda artan gözeneklilik ile ilişkilendirilebilir. Takviye edilen parçacık miktarı artışı ile gözenek miktarında tespit edilen artış ÇKD değerinin düşmesinde etkindir. Şekil 5.13'deki grafiğe göre 605°C de sinterlenen ağırlıkça %5 B₄C parçacık takviyeli Alumix-231 matrisli numunelerin ÇKD verileri en yüksek değerdir. Ancak Çizelge 5.4 incelendiğinde 605°C ve 555°C sıcaklıklarda sinterlenen ağırlıkça %5 B₄C parçacık takviyeli numunelerin ÇKD değerleri sırasıyla 66,308 MPa ve 64,833 MPa'dır ve aralarında yaklaşık %2,28'lik bir fark bulunmaktadır. Servis şartlarında malzemeden istenilen özelliklerin göz önünde bulundurulması önerisiyle, zaman ve enerji tasarrufu açısından 555°C optimum geleneksel sinterleme sıcaklığı olarak seçilebilir.

Çizelge 5.4. GS ile üretilen numunelerin çapraz kırılma dayanım sonuçları

B ₄ C Parçacık Oranı (ağırlıkça %)	Çapraz Kırılma Dayanımı (MPa)		
	GS-T=555°C	GS-T=580°C	GS-T=605°C
0	53,336	51,135	49,657
5	64,833	61,039	66,308
10	53,344	51,781	62,149
15	41,939	41,188	42,792

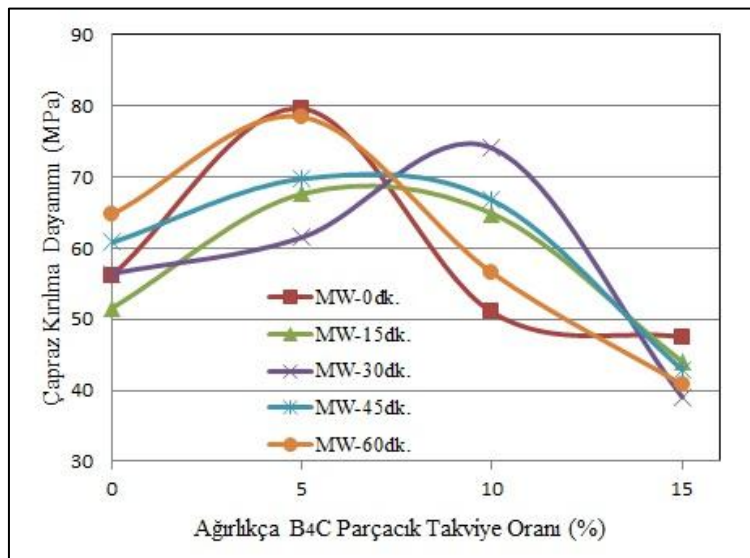


Şekil 5.13. GS ile üretilen numunelerde ÇKD'nin sinterleme sıcaklığı-ağırlıkça B₄C parçacık oranı ile değişimi

Çizelge 5.5 ve Şekil 5.14 incelendiğinde farklı sinterleme sürelerinde MW sinterleme ile üretilen numunelerin ÇKD değerlerinin artan B_4C parçacık ilavesi ile artma ve azalma şeklinde farklı eğilimler sergilediği görülmektedir. B_4C parçacık ilavesi bulunmayan Alumix-231 numunesinde en yüksek ÇKD değerlerini (64,733 MPa) sinterleme süresi 60 dk. olan numune vermiştir. Ağırlıkça %5 B_4C parçacık ilavesi içeren numunelerde ÇKD değerleri artmıştır. B_4C parçacık oranının artmasıyla sinterleme süresi 30 dk. olan numune hariç tüm numunelerde ÇKD değerleri azalmıştır. Tüm numuneler tüm süre ve B_4C parçacık ilavesi açısından incelendiğinde sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.) üretilen numunelerin ÇKD veriler etkileyici değerlere sahiptir.

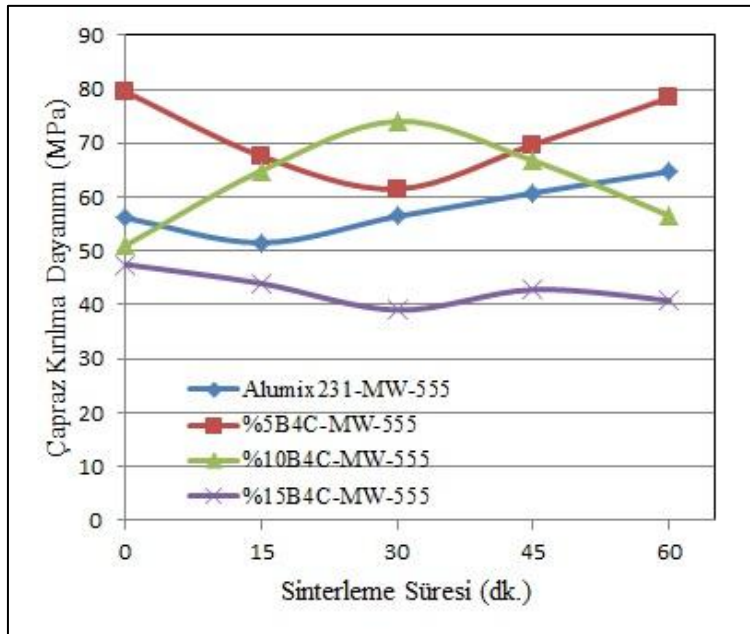
Çizelge 5.5. 555°C sinterleme sıcaklığında ve farklı sinterleme sürelerinde MW sinterleme ile üretilen numunelerin ağırlıkça B_4C parçacık miktarına bağlı ÇKD değerleri

B ₄ C Parçacık Oranı (ağırlık %)	Çapraz Kırılma Dayanımı (MPa)				
	MW-555°C (0 dk.)	MW-555°C (15 dk.)	MW-555°C (30 dk.)	MW-555°C (45 dk.)	MW-555°C (60 dk.)
0	56,146	51,546	56,419	60,788	64,733
5	79,593	67,629	61,502	69,743	78,438
10	50,979	64,862	74,059	66,737	56,522
15	47,514	44,003	39,067	42,852	40,812



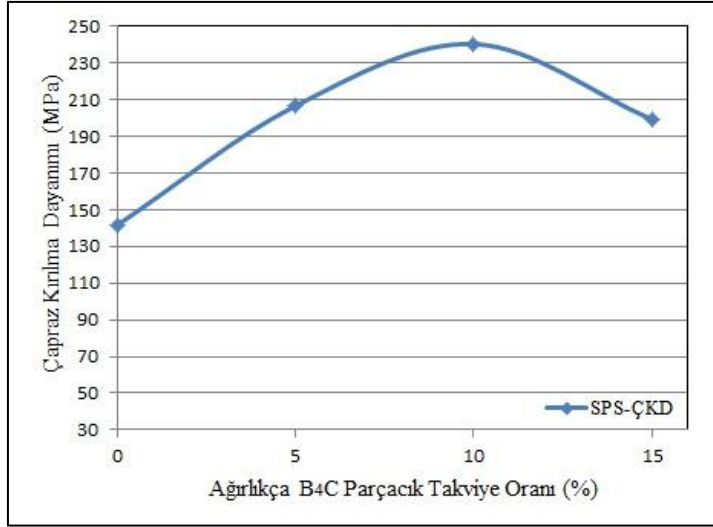
Şekil 5.14. 555°C sinterleme sıcaklığında ve farklı sinterleme sürelerinde MW sinterleme ile üretilen numunelerin ağırlıkça B_4C parçacık miktarına bağlı ÇKD eğrileri

Şekil 5.15’de ise MW sinterlemede ÇKD değerlerinin sinterleme süresi ile değişimi grafiği verilmiştir. Grafik incelendiğinde sinterleme süresine bağlı ÇKD değerlerinin azalma ve/veya artma şeklinde karmaşık eğilimler sergilediği görülmektedir. En yüksek ÇKD değerinin %5B₄C-MW-555 numunesinde ve sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.) elde edildiği grafikten anlaşılmaktadır. Bu sonuç yine MW sinterlemede, sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.) yapılacak numune üretiminin zaman ve enerji tasarrufu sağlayacağı ve optimum mekanik özelliklerin elde edileceği bilgisini sunmaktadır. Genel olarak artan B₄C parçacık ilavesi ile ÇKD değerlerinde azalmalar meydana gelmiştir.



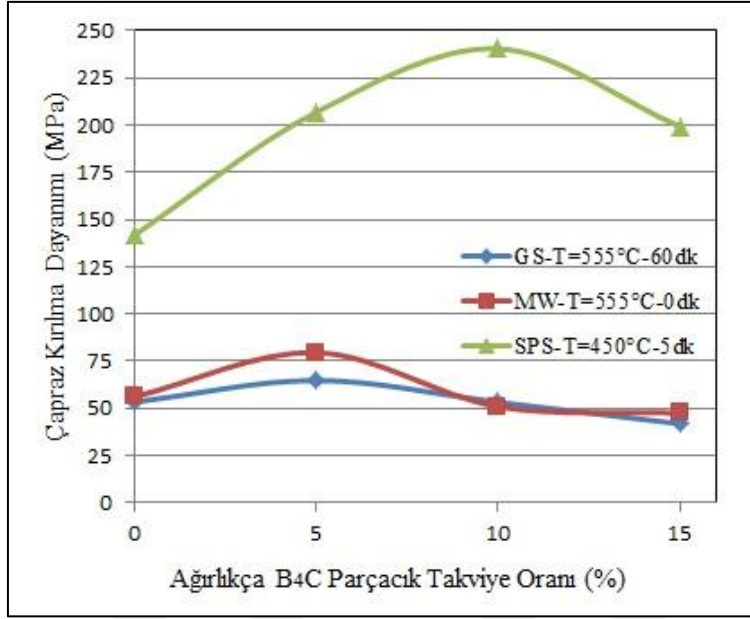
Şekil 5.15. MW sinterlemede ÇKD değerlerinin sinterleme süresi ile değişimi

Şekil 5.16’da ise SPS tekniği ile üretilen numunelerin ÇKD değerlerinin ağırlıkça %5 ve %10 B₄C ilavesi ile değişimi verilmiştir. Ağırlıkça %5 ve %10 B₄C ilavesi ile ÇKD değerleri artmış, ağırlıkça %15 B₄C ilavesi ile ÇKD değeri azalmıştır. Artan ağırlıkça %10 B₄C ilavesine kadar ilave edilen güçlendirici parçacıklar matrisin ÇKD’sini olumlu yönde etkilemiş ve arttırmıştır. Ağırlıkça %15 B₄C ilavesi ise, B₄C parçacıklarının matris taneleri arasında kümeleşmesi ve gözeneklere sebep olması neticesinde, ÇKD değerinde azalmaya neden olmuştur. Ancak tüm B₄C parçacık ilaveli numunelerin ÇKD değerleri parçacık takviyesi içermeyen Aluminix-231 numunesinden daha yüksektir.



Şekil 5.16. SPS tekniği ile üretilen numunelerin ÇKD değerlerinin ağırlıkça B₄C ile değişimi

Şekil 5.17’de GS, MW sinterleme ve SPS teknikleri ile sinterlenen numunelerin ÇKD değerlerinin ağırlıkça B₄C ile değişimini gösteren grafik verilmiştir. Grafik incelendiğinde GS ve MW sinterleme teknikleri ile üretilen numunelerin birbirine oldukça yakın ÇKD değerleri verdiği görülmektedir. Dolayısıyla MW sinterleme tekniği ile sinterleme, sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.) gerçekleştirildiği için GS tekniğine göre zaman ve enerji bakımından çok daha avantajlıdır. SPS tekniği ise GS ve MW sinterleme tekniklerine göre oldukça yüksek ÇKD değerleri vermiştir. SPS tekniğinin sunduğu yüksek yoğunluk, düşük gözeneklilik ve B₄C parçacıklarının matrisin çapraz kırılma dayanımına olan olumlu etkisi, SPS tekniği ile üretilen tüm numunelerde ÇKD değerlerinin yüksek olmasını sağlamıştır.



Şekil 5.17. GS, MW sinterleme ve SPS teknikleri ile sinterlenen numunelerin ÇKD değerlerinin ağırlıkça B₄C ile değişimi

Rudinsky ve diğerleri (2015) en yüksek eğme dayanımı değerini 450°C’de 60 dk. sinterlenen numunelerden elde edildiğini bildirmişlerdir. SPS numunelerinde pres-sinter numunelere kıyasla iki katından fazla eğme dayanımı değerlerine ulaşılması, mikroyapıda geniş Al adalarının sünekliği artırıcı etkisinden olabileceği bildirilmiştir.

Ghasali ve diğerleri (2015) üretilen B₄C takviyeli Al kompozitlerin eğme dayanımlarının sırasıyla ağırlıkça %10-20 aralığında B₄C parçacık takviyeli numuneler için 123-238 MPa aralığında olduğunu rapor etmiştir. %10 parçacık takviyeli Al kompozitlerde en düşük eğme dayanımı değerleri elde edilmiştir. Ağırlıkça %10-15-20 B₄C takviyeli numunelere sırasıyla %1-1,5-2 oranlarında Co parçacık ilavesinin, Al-B₄C parçacık bağlanmasına etkisinden ötürü, Co içermeyen numunelerin eğme dayanımından yüksek değerler elde edilmesinin nedeni olabileceği belirtilmiştir. İnce taneli yapının daha fazla tane sınırı oluşturacağı ve dislokasyon hareketine engel oluşturarak dayanımın artmasına etki edeceği bildirilmiştir. Ghasali ve diğerleri (2016) ağırlıkça %15 B₄C ve ağırlıkça %1,5 Co parçacık takviyeli Al kompozitlerin mikrodalga sinterleme ve spark plazma sinterleme yöntemleriyle üretilen numunelerin bağıl yoğunluk değerleri sırasıyla, %89,3 ve %99,3 ve eğme dayanımı değerleri sırasıyla 212 MPa ve 382 MPa’dır. Mikrodalga sinterleme ile üretilen numune değerlerine kıyasla SPS numunelerin mekanik özelliklerinin daha yüksek olmasının nedeninin yüksek yoğunluk olabileceği bildirilmiştir. Ozer (2016) ağırlıkça %

B₄C partikül oranı artışı ile çapraz kırılma dayanımı değerlerinin arttığını rapor etmiştir. Artışın nedeni, deformasyon sırasında B₄C partiküllerin tane sınırı hareketini engelleyici etkisine atfedilmiştir. Sıcak presleme ile üretilen kompozitlerde %99'un üzerinde % teorik yoğunluk değerine ulaşılmış, güçlü matris-parçacık arayüzeyi elde edilmiştir. Üretilen numunelerde gözenek miktarının birbirine yakın olması nedeniyle çapraz kırılma dayanımları arasında önemli bir fark oluşmadığı belirtilmiştir.





6. SONUÇLAR

Matris malzemesi olarak Ecka Alumix[®] 231 ve güçlendirici olarak ağırlıkça %5-10-15 oranlarında B₄C parçacıkları kullanılarak geleneksel sinterleme, mikrodalga sinterleme ve spark plazma sinterleme teknikleri ile üretilen kompozitlerin mikroyapı, yoğunluk, sertlik ve çapraz kırılma dayanımlarının araştırıldığı bu yüksek lisans tez çalışmasının sonuçları aşağıda özetlenmiştir.

B₄C (ağırlıkça %5, 10 ve 15) parçacık takviyeli Ecka Alumix[®] 231 alüminyum matrisli kompozitler soğuk pres ve geleneksel, mikrodalga, spark plazma sinterleme teknikleri ile üretilmiştir. Soğuk presleme işlemi 620 MPa basınç uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Geleneksel sinterleme işlemi 555°C, 580°C ve 605°C sıcaklıklarda yapılmıştır. Mikrodalga sinterleme işlemi 555°C sıcaklıkta ve sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.), 15, 30, 45, 60 dk. bekleme süreleri ile spark plazma sinterleme ise 450°C sıcaklıkta 50 MPa basınç uygulanarak ve 5 dk. bekleme ile gerçekleştirilmiştir.

Ecka Alumix[®] 231; elementel alüminyum ve esas alaşım (Al-Si-Cu-Mg) tozlarının karışımından oluşan bir T/M ön alaşımlı karışım tozudur. Mikroyapıda birincil silisyum parçacıkları esas alaşım tanelerinde yoğunlaşmıştır. Mikroyapıda ince dağılımlı ve beyaz olarak görülen yapılar Cu'ca zengin ikincil fazlardır. Cu'ca zengin bu ikincil fazların yapı geneline çökeltiler şeklinde dağıldığı belirlenmiştir.

Mikroyapıdaki alaşım elementlerini gösteren SEM mikroyapı haritasından B₄C parçacıklarının bölgesel kümeleşme göstermesine karşın nispeten homojen dağıldığı, birincil Si parçacıklarının orijinal esas alaşım adacıkları içerisinde olduğu, Cu ve Mg içeriği bakımından zengin ikincil fazların ise mikroyapıda homojen dağıldığı gözlenmiştir. XRD incelenmesi sonucunda numune mikroyapısında Al matris, birincil Si fazları ve $\theta(\text{CuAl}_2)$, $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$, $\gamma(\text{Al}_2\text{CuMg})$ ikincil fazlarının varlığı belirlenmiştir.

Sinterleme öncesi ham Alumix-231 numunesinin SEM mikrografi incelendiğinde Alumix[®] 231 tozlarının elementel toz ve esas alaşım toz tanelerinden olduğu, birincil Si parçacıklarının esas alaşım tanelerinde bulunduğu, ayrıca birincil Si parçacıklarının Al-Si ötektik benzeri yapı ile çevrili olduğu belirlenmiştir.

Ham Alumix-231 numunesi ile karşılaştırıldığında, 555°C sıcaklıkta yapılan geleneksel sinterleme işlemi sonucunda mikroyapıda gözeneklilikte artma belirlenmiştir. Ayrıca, geleneksel sinterlemede artan sinterleme sıcaklığı ile gözeneklik miktarının daha da arttığı, tane boyutunun ve birincil Si tanelerinin kabalaştığı görülmüştür.

Alumix-231 toz numunelerin DTA grafiği incelendiğinde beş farklı sıcaklıkta farklı büyüklükte endotermik piklere sahip endotermik reaksiyonların oluştuğu belirlenmiştir. İlk sıvı fazın 505°C sıcaklıkta oluştuğu, 564°C ve 577°C sıcaklıklarda gerçekleşen endotermik pikler ile sıvı faz hacim oranının arttığı belirlenmiştir. Dolayısıyla sinterleme işleminde 555°C, 580°C ve 605°C sinterleme sıcaklıklarında mikroyapıda sıvı faz bulunmaktadır. Artan sıcaklıkla sıvı faz hacminde meydana gelen artış gözeneklilikte artışa ve gözeneklerin irileşmesine neden olmuştur. Ayrıca, sinterleme sıcaklığında sıvı faz oluşumu B₄C partiküllerinin gözeneklere itilmesine ve/veya gözeneklerde bulunmasına neden olmuştur.

Mikrodalga sinterleme ile üretilen numunelerin mikroyapılarında gözeneklerin varlığı belirlenmiştir. Numunelerde gözeneklilik oranı birbirine yakın (yaklaşık %10-13) iken, artan B₄C ilavesi ile gözenekliliğin arttığı tespit edilmiştir. Artan bekleme süresinin ise tane boyutlarına, birincil Si boyutlarına ve gözenek şekline belirgin etkisi olduğu belirlenmiştir. 60 dakika bekleme süresi sonucunda matris tanelerinin ve birincil Si tanelerinin irileştiği ve aynı zamanda her ne kadar gözenek miktarı değişmese de gözeneklerin bölgesel olarak kümeleşerek irileştiği gözlenmiştir.

SPS tekniği ile üretilen numunelerin mikroyapı görüntüleri incelendiğinde artan B₄C miktarı ile gözenekliliğin arttığı belirlenmiştir. Gözenekler mikroyapı genelinde olmasına rağmen özellikle B₄C partiküllerinin etrafında partiküller ile matris ara yüzeyinde yoğunlaşmaktadır. Ayrıca artan B₄C ilavesi ile B₄C parçacıklarının kümeleştiği söylenebilir.

Geleneksel, mikrodalga ve spark plazma sinterleme teknikleri ile üretilen saf Alumix 231 numuneler incelendiğinde SPS tekniği ile sinterlenen numunelerde gözeneklilik miktarının GS ve MW sinterleme teknikleri ile sinterlenen numunelere göre çok daha az olduğu belirlenmiştir. GS ve MW sinterleme teknikleri ile sinterlenen numunelerde ise gözeneklilik miktarının birbirine yakın olduğu tespit edilmiştir. MW sinterleme süresinin

olmaması (0 dk.) bu sinterleme tekniğinin GS tekniğine olan üstünlüğüdür. Ayrıca mikroyapıda oluşan gözeneklerin, her ne kadar yapı genelinde bulunsun da, esas alaşım tanelerinde yoğunlaştığı mikroyapı fotoğraflarından belirlenmiştir. Esas alaşımın kimyasal kompozisyonunda bulunan alaşım elementlerinin oluşturduğu ikincil fazların ergime sıcaklığının düşük olması, gözeneklerin esas alaşım tanelerinde yoğunlaşmasının nedeni olarak söylenebilir. %15 B₄C içeren numunelerin mikroyapıları incelendiğinde her üç sinterleme tekniğinde B₄C parçacıklarının tane sınırlarında kümeleştiği ve bu bölgelerde gözenekliliğe neden olduğu belirlenmiştir.

Artan B₄C partikül ilavesi ile numunelerin ham yoğunluklarında azalma belirlenmiştir. Ham yoğunluklarda meydana gelen bu azalma matris toz taneleri ile B₄C parçacıkları arasında kalan gözeneklere atfedilir.

Geleneksel sinterleme yönteminde en yüksek yoğunluk değeri Alumix 231 için %90,48 ile 555°C sinterleme işlemi sonucunda elde edilmiştir. Üretilen kompozitlerde güçlendirici parçacık oranı arttıkça yoğunluk azalmıştır. Parçacık takviyeli Alumix 231 numune yoğunluklarında en yüksek değer, %89,62 ile 555°C sinterleme işlemiyle üretilen %5B₄C/Alumix kompozit numunesinde elde edilmiştir. GS ile üretilen tüm numunelerde artan sinterleme sıcaklığı ile bağlı yoğunluk değerlerinde azalma meydana gelmiştir. Yoğunluk değerlerindeki bu azalma artan sinterleme sıcaklığı ile artan sıvı faz oranına ve dolayısıyla artan gözenekliliğe atfedilir.

Farklı sıcaklıklarda mikrodalga sinterleme yöntemiyle üretilen Alumix numuneler arasında en yüksek bağlı yoğunluk değerleri sırasıyla %89,41 ve %88,19 değerleri ile 555°C'de 60 dk. bekleme süresi ve beklemeksizin (0dk.) sinterleme işlemi uygulanan numunelerde elde edilmiştir. 555°C sinterleme sıcaklığında mikrodalga sinterleme yöntemiyle üretilen Alumix/B₄C kompozitler arasında en yüksek bağlı yoğunluk %90,22 değeriyle 60 dk. bekleme süresince sinterlenen %10B₄C parçacık takviyeli Alumix 231 numunelerde elde edilmiştir. Diğer sinterleme sürelerinde elde edilen bağlı yoğunluk değerleri arasında yaklaşık %2'lik fark vardır. Dolayısıyla zaman ve enerji tasarrufu açısından sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.) üretilen numuneler avantaj sunmaktadır.

SPS tekniği ile üretilen numunelerde bağlı yoğunluk değerleri %96'nın üzerinde olup en yüksek bağlı yoğunluk değeri %99,08 ile B₄C parçacık takviyesiz Alumix 231

numunesinde elde edilmiştir. Artan B_4C parçacık oranı ile yoğunluk değeri azalmıştır. SPS numuneler soğuk presleme sonrası elde edilen ham numunelere, GS ve MW sinterleme ile elde edilen numunelere göre daha yüksek yoğunluk değerleri vermiştir.

GS tekniğinde en yüksek sertlik değeri, 52,53 HB'dir ve 555°C sıcaklıkta sinterlenen %5 B_4C parçacık takviyeli numunelere aittir. Alumix-231 numuneler arasında en yüksek sertlik değeri 49,87 HB ile 555°C sıcaklıkta sinterlenen numunelere aittir. Artan sinterleme sıcaklığı ile Alumix-231 numunelerin sertlik değeri azalmıştır. Tüm sinterleme sıcaklıklarında ağ.%5 B_4C parçacık ilavesi sertlikte artışa neden olmuştur.

MW sinterleme ile üretilen numunelerde sertlikteki genel eğilim artan parçacık ilavesi ile sertlikte azalma şeklindedir. MW sinterleme yönteminde 555°C'de beklemeksizin (0 dk.) üretilen Alumix 231 ve %5 B_4C parçacık takviyeli numunelerde sırasıyla 56,10 HB ve 54,07 HB sonuçları ile en yüksek sertlik değerlerine ulaşılmıştır.

SPS ile üretilen numunelerde sertlik değerleri artan B_4C parçacık oranı ile azalmıştır.

GS, MW sinterleme ve SPS teknikleri sertlik davranışları bakımından incelendiğinde, GS ve MW sinterleme teknikleri yakın ve benzer eğilimde sertlik eğrileri vermiştir. Bu iki sinterleme tekniği arasında seçim yapılacak olursa, zaman ve enerji tasarrufu bakımından MW sinterleme tekniği tercih edilebilir. SPS tekniği ise en yüksek sertlik değerlerini vermiştir.

GS tekniği ile sinterlenen numunelerde farklı sinterleme sıcaklıklarında birbirine yakın ve benzer eğilimde ÇKD değerleri elde edilmiştir. Ağırlıkça %5 B_4C parçacık ilavesi ile ÇKD artmış, ağ.%10 ve %15 B_4C parçacık ilavesi ile ÇKD azalmıştır. GS yönteminde 605°C ve 555°C sıcaklıklarda sinterlenen %5 B_4C takviyeli numunelerde sırasıyla 66,31 MPa ve 64,83 MPa ile en yüksek çapraz kırılma dayanımı değerlerine ulaşılmıştır.

MW sinterleme ile üretilen numunelerin ÇKD değerlerinin artan B_4C parçacık ilavesi ile artma ve azalma şeklinde farklı eğilimler sergilediği belirlenmiştir. MW sinterleme yönteminde en yüksek ÇKD değerine (79,59 MPa) sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.) üretilen %5 B_4C -MW-555 numunesinde ulaşılmıştır. B_4C parçacık oranının

artmasıyla sinterleme süresi 30 dk. olan numune hariç MW sinterleme ile üretilen tüm numunelerde ÇKD değerleri azalmıştır.

SPS tekniği ile üretilen numunelerde ağ.%5 ve %10 B₄C ilavesinin ÇKD değerlerini arttırdığı, ağ.%15 B₄C ilavesinin ise ÇKD değeri azalttığı belirlenmiştir. En yüksek ÇKD değerine (240,42 MPa) %10B₄C parçacık takviyeli numunede ulaşılmıştır.

GS ve MW sinterleme teknikleri ile üretilen numunelerin birbirine oldukça yakın ÇKD değerleri verdiği belirlenmiştir. Dolayısıyla MW sinterleme tekniği ile sinterleme, sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.) gerçekleştirildiği için GS tekniğine göre zaman ve enerji bakımından çok daha avantajlıdır. SPS tekniği ise GS ve MW sinterleme tekniklerine göre oldukça yüksek ÇKD değerleri vermiştir. SPS tekniğinin sunduğu yüksek yoğunluk, düşük gözeneklilik ve B₄C parçacıklarının matrisin çapraz kırılma dayanımına olan olumlu etkisi, SPS tekniği ile üretilen tüm numunelerde ÇKD değerlerinin yüksek olmasını sağlamıştır.

Tüm deney sonuçlarının ışığında enerji ve zaman tasarrufu, mikroyapı ve mekanik özellikler değerlendirilecek olursa, Alumix-231/B₄C numune üretiminde en etkili sinterleme yöntemi SPS tekniğidir. GS ve MW sinterleme kendi aralarında değerlendirilecek olursa, MW sinterleme tekniğinde sinterleme sıcaklığında beklenilmeden (0 dk.) üretilen numuneler GS tekniği ile üretilen numuneler ile benzer özellikleri sergilemekte olup enerji ve zaman tasarrufu açısından avantaj sunmaktadır.



KAYNAKLAR

- Adanır, H. (2019). Spark plazma yöntemiyle W-%25Re bileşiminin sermet yakıt üretimi için sinterlenmesi ve özelliklerinin incelenmesi. *Gazi University Journal of Science Part C*, 7(4), 869-881.
- Agrawal, D. K. (1998). Microwave processing of ceramics. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 3(5), 480-485.
- Agrawal, D. K. (2006). Microwave sintering of ceramics, composites and metallic materials, and melting of glasses. *Transactions of the Indian Ceramic Society*, 65(3), 129-144.
- Akpınar, G. (2013). *Toz Metal Parçaların İndüksiyonla Sinterleme Prosesinin Deneysel ve Teorik Olarak Modellenmesi*, Doktora Tezi, Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Manisa, 69-77.
- Alizadeh, A., Taheri-Nassaj, E., and Hajizamani, M. (2011). Hot extrusion process effect on mechanical behavior of stir cast Al based composites reinforced with mechanically milled B₄C nanoparticles. *Journal of Materials Science and Technology*, 27(12), 1113-1119.
- Aparna, K., Basak, T., and Balakrishnan, A. R. (2007). Role of metallic and composite (ceramic-metallic) supports on microwave heating of porous dielectrics. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 50, 3072-3089.
- Aritman, İ. (2014). *Soğuk İzostatik Presleme ile Üretilen Al/SiCp Metal Matrisli Kompozitlerde Faktör Etkileşimlerinin Mekanik Özelliklere Etkisi ve Karakterizasyon Çalışmaları*, Yüksek Lisans Tezi, Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 31-33.
- Arpacı, K. A. (2019). *AA2024/h-BN/B₄C Hibrit Nanokompozitlerin Üretimi ve Özelliklerinin İncelenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1-3.
- Arribas, I., Martin, J. M., and Castro, F. (2010). The initial stage of liquid phase sintering for an Al-14Si-2.5Cu-0.5Mg (wt%) P/M alloy, *Materials Science and Engineering A*, 527, 3949-3966.
- Atik, E. ve Çavdar, U. (2011). Geleneksel ve hızlı sinterleme yöntemleri. *Celal Bayar Üniversitesi Soma Meslek Yüksekokulu Teknik Bilimler Dergisi*, 1(15), 41.
- Avcı, H. (2018). *Toz Metal Bakır ve Paslanmaz Çeliğin Mikrodalga Sinterleme ile Birleştirilebilirliği*, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 26-27.
- Ayata, A. (2014). *Toz Metal Alüminyum Malzemelerin Mikrodalga Enerjisi ile Sinterlenebilirliğinin İncelenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 33-34.

- Aybarç, U., Kara, A., Çubuklusu, H. E., ve Çe, Ö. B. (2017). Sıcak izostatik preslemenin A356 alaşımının metalürjik ve mekanik özelliklerine etkisi. *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 32(4), 1327-1335.
- Callister, W. D. and Rethwisch, D. D. (2010). *Materials science and engineering: An introduction* (Eighth edition). New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 653-655.
- Cengiz, M. (2016). *B₄C Esaslı Kompozitlerin B₄C/Me Başlangıç Tozlarından Hareketle Spark Plazma Sinterleme (SPS) Yöntemi ile Üretilmesi ve Karakterizasyonu*, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 40-46.
- Chung, D. D. L. (2003). *Composite materials science and applications* (1st edition). London: Springer, 11-12.
- Cinert, J. (2018). *Study of Mechanisms of The Spark Plasma Sintering Technique*, Doctoral Thesis, Czech Technical University in Prague Faculty Of Electrical Engineering Department Of Electrotechnology, Prague, 7-16.
- Clark, D. E. and Sutton, W. H. (1996). Microwave Processing of Materials. *Annual Review Materials Science*, 26, 299-331.
- Crossin, E., Yao, J. -Y., and Schaffer, G. B. (2007). Swelling during liquid phase sintering of Al-Mg-Si-Cu alloys. *Powder Metallurgy*, 50(4), 354-358.
- Çanakçı, A. (2006). *AA2024 Matrisli B₄C Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Vorteks Yöntemiyle Üretimi ve Özelliklerinin İncelenmesi*, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 1.
- Çavdar, U. (2009). *Demir Esaslı Toz Metal Parçaların İndüksiyonla Sinterlenmesinde Parametrelerin Belirlenmesi*, Doktora Tezi, Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Manisa, 25-26.
- Çavuşoğlu, Ü. (2013). *Magnezyum Matrisli B₄C Takviyeli Kompozit Malzeme Üretimi*, Yüksek Lisans Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 13-15.
- Çelik, Y. (2010). *Bor Karbür'ün Spark Plazma Yöntemiyle Sinterlenmesi, Çeşitli Sinterleme Katkılarının Sinterleme ve Malzeme Özelliklerine Etkileri*, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 17-18.
- Çivi, C. (2011). *Demir Esaslı T/M Parçaların Düşük Frekanslı İndüksiyonla Sinterlenmesinde Sürenin Etkisi*, Yüksek Lisans Tezi, Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Manisa, 19-20.
- Das, S. (2003). Physical aspects of process control in selective laser sintering of metals. *Advanced Engineering Materials*, 5(10), 701-711.
- Demirel, M. (2007). *Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretilen Metal Matrisli Kompozitlerde Ni₃Al Metallerarası Bileşik Takviyesinin Aşınma Davranışına Etkilerinin Araştırılması*, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ, 7-8.

- Demirskyi, D., Agrawal, D. K., and Ragulya, A. (2010). Neck formation between copper spherical particles under single-mode and multimode microwave sintering. *Materials Science and Engineering A*, 527, 2142–2145.
- Duman, B. ve Kayacan, M. C. (2017). Doğrudan metal lazer sinterleme/ergitme yöntemi ile imal edilecek parçanın mekanik özelliklerinin tahmini. *Süleyman Demirel Üniversitesi Teknik Bilimler Dergisi*, 7(1), 12-28.
- ECKA Granulate Velden GmbH. (2007). *Alumix®-Ready-to-Press-Blends High Performance-PM-Aluminium Katalogue*, Germany: ECKA Granulate Velden GmbH, 6.
- Erdem, İ. (2015). *Alüminyum Esaslı Bakır Elyaf Takviyeli Kompozit Malzemenin Sıcak Presleme Yöntemi ile Üretimi ve Özelliklerinin İncelenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 3-5.
- Feest, E. A. (1986). Metal matrix composites for industrial application. *Materials & Design*, 7(2), 58-64.
- Fogagnolo, J. B., Robert, M. H., Ruiz-Navas, E. M., and Torralba, J. M. (2004). 6061 Al reinforced with zirconium diboride particles processed by conventional powder metallurgy and mechanical alloying. *Journal of Materials Science*, 39, 127-132.
- German, R. D. (2007). *Sinterleme kavramları* (çev. F. Arslan), (çev. Ed. S. Sarıtaş, M. Türker, N. Durlu). *Toz metalurjisi ve parçacıklı malzeme işlemleri*. Ankara. Türk Toz Metalurjisi Derneği Yayınları, 233-274.
- German, R. M. (2014). *Sintering: From empirical observations to scientific principles* (1st edition). USA: Butterworth-Heinemann, 387-408.
- Ghasali, E., Alizadeh, M., Ebadzadeh, T., and Pakseresht, A. H. (2015). Investigation on microstructural and mechanical properties of B₄C–aluminum matrix composites prepared by microwave sintering. *Journal of Materials Research and Technology*, 4(4), 411-415.
- Ghasali, E., Alizadeh, M., and Ebadzadeh, T. (2016). Mechanical and microstructure comparison between microwave and spark plasma sintering of Al-B₄C composite. *Journal of Alloy and Compounds*, 655, 93-98.
- Ghasali, E., Fazili, A., Alizadeh, M., Shirvanimoghaddam, K., and Ebadzadeh, T. (2017a). Evaluation of microstructure and mechanical properties of Al-TiC metal matrix composite prepared by conventional, microwave, and spark plasma sintering methods. *Materials*, 10, 1255.
- Ghasali, E., Yazdani-rad, R., Asadian, K., and Ebadzadeh, T. (2017b). Production of Al-SiC-TiC hybrid composites using pure and 1056 aluminum powders prepared through microwave and conventional heating methods. *Journal of Alloys and Compounds*, 690, 512-518.

- Ghasali, E., Sangpour, P., Jam, A., Rajaei, H., Shirvanimoghaddamb, K., and Ebadzadeh, T., (2018). Microwave and spark plasma sintering of carbon nanotube and graphene reinforced aluminum. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 18, 1042-1054.
- Ghosh, S., Pal, K. S., Dandapat, N., Mukhopadhyay, A. K., Datta, S., and Basu, D. (2011). Characterization of microwave processed aluminium powder. *Ceramics International*, 37, 1115–1119.
- Grasso, S., Sakka, Y., and Maizza, G. (2009) Electric current activated/assisted sintering (ECAS): A review of patents 1906–2008. *Science and Technology of Advanced Materials*, 10(5), 053001.
- Güler, S. (2016). *Metallere Uygulanan Mikrodalga ile Termal İşlemlerin Modellenmesi ve Bu İşlemlerin Özelliklere Etkisi*, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 22.
- Heard, D. W., Donaldson, I. W., and Bishop, D. P. (2009). Metalurgical assesment of a hypereutectic aluminum-silicon P/M alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 209, 5902–5911.
- Henderson, R. J., Chandler, H. W., Akisanya, A. R., Barber, H., and Moriarty, B. (2000). Finite element modelling of cold isostatic pressing. *Journal of the European Ceramic Society*, 20, 1121-1128.
- Himyan, M. A., Reddy, P. M., Ubaid, F., Shakoor, R. A., and Mohamed, A. M. A. (2018). Scanning electron microscopic studies of microwave sintered Al-SiC nanocomposites and their properties. *Hindawi Scanning*, 2018, 1-8.
- Hu, N. (Ed.). (2012). *Composites and their properties*, Croatia: InTech Prepress, ix.
- Huda, M. D., Hashmi, M. S. J., and El-Baradie, M. A. (1995). MMCs: Materials, manufacturing and mechanical properties. *Key Engineering Materials*, 104-107, 37-64.
- Hull, D. and Clyne T.W. (1996). *An introduction to composite materials* (2nd edition). England: Cambridge University Pres, 71-79.
- Jauhari, S., Kumar, H. G. P., and Xavior, M. A. (2016). Synthesis and characterization of AA 6061–Graphene–SiC, hybrid nanocomposites processed through microwave sintering. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 149, 012086.
- Judge, W. D., Bishop, D. P., and Kipouros, G. J. (2017). Industrial sintering response and microstructural characterization of aluminum powder metallurgy alloy Alumix 123. *Metallography Microstrucuter and Analysis*, 6, 375–382.
- Kalaiselvan, K., Dinaharan, I., and Murugan, N. (2014). Characterization of friction stir welded boron carbide particulate reinforced AA6061 aluminum alloy stir cast composite. *Materials and Design*, 55, 176-182.
- Kalemtaş, A. (2014). Metal matrisli kompozitlere genel bir bakış. *Putech & Composites*, 22, 18-30.

- Kang, S-J. L. (2005). *Sintering densification, grain growth, and microstructure* (1st edition). Oxford: Butterworth-Heinemann, 1-7, 197-205.
- Kaya, A. İ. (2016). Kompozit malzemeler ve özellikleri. *Putech & Composites*, 29, 38-45.
- Kayıplar, B. (2010). *Microwave Sintering and Characterization of Alumina and Alumina Matrix Ceramic Nanocomposites*, M.S. Thesis, The Graduate School Of Natural And Applied Sciences Of Middle East Technical University, Ankara, 13.
- Keleş, A. ve Türker, Ş. B. (2018). CAD-CAM ve lazer sinterleme teknikleri ile üretilen metal alt yapılı seramik restorasyonlarda marjinal uyum. *Atatürk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakülte Dergisi*, 28(1), 125-132.
- King, D. and Tansey, T. (2002). Alternative materials for rapid tooling. *Journal of Materials Processing Technology*, 121, 313–317.
- Kuşoğlu, M. İ. (2011). *Demir Esaslı Metal Tozlarından Geleneksel ve Mikrodalga Sinterleme Yöntemleri ile Malzeme Üretimi ve Özelliklerinin Karşılaştırılması*, Doktora Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 18.
- Langer, J., Hoffmann, M. J., and Guillon, O. (2009). Direct comparison between hot pressing and electric field-assisted sintering of submicron alumina. *Acta Materialia*, 57(18), 5454–5465.
- Lee, H. S., Yeo, J. S., Hong, S. H., Yoon, D. J., and Na, K. H. (2001). The fabrication process and mechanical properties of SiC_p/Al-Si metal matrix composites for automobile air-conditioner compresor pistons. *Journal of Materials Processing Technology*, 113, 202-208.
- Menendez, J. A., Arenillas, A., Fidalgo, B., Fernandez, Y., Zubizarreta, L., Calvo, E. G., and Bermudez, J. M. (2010). Microwave heating processes involving carbon materials. *Fuel Processing Technology*, 91, 1–8.
- Mishra, P., Upadhyaya, A., and Sethi, G. (2006). Modeling of microwave heating of particulate metals. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 37, 839–845.
- Motshekga, S. C., Pillai, S. K., Sinha, R. S., Jalama, K., and Krause, R. W. M. (2012). Recent trends in the microwave-assisted synthesis of metal oxide nanoparticles supported on carbon nanotubes and their applications. *Journal of Nanomaterials*, 2012, 1-15.
- Nygren, M. and Shen, Z. (2003). On the preparation of bio-, nano- and structural ceramics and composites by spark plasma sintering. *Solid State Sciences*, 5(1), 125–131.
- Oghbaei, M. and Mirzaee, O. (2010). Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and applications. *Journal of Alloys and Compounds*, 494, 175–189.
- Omori, M. (2000). Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by the spark plasma system (SPS). *Materials Science and Engineering: A*, 287(2), 183-188.

- Ormancı, Ö. (2012). *Titanyum Oksit İlaveli Alümina Zirkonya Kompozitlerinin Spark Plazma Sinterleme Yöntemi ile Üretimi ve Karakterizasyonu*, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 23-24.
- Orru, R., Licheri, R., Locci, A. M., Cincotti A., and Cao, G. (2009). Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering. *Materials Science and Engineering R: Reports*, 63(4–6), 127–287.
- Ozer, A. (2016). The microstructures and mechanical properties of Al-15Si-2.5Cu-0.5Mg/(wt%)B₄C composites produced through hot pressing technique and subjected to hot extrusion. *Materials Chemistry and Physics*, 183, 288-296.
- Öztürk Z. T., Şahin C., and Kuşkonmaz, N. (2019). Effect of SiC on the properties of pressureless and spark plasma sintered Si₃N₄ composites. *Erzincan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 12(2), 568-575.
- Partee, B., Hollister, S. J., and Das, S. (2006). Selective laser sintering process optimization for layered manufacturing of CAPA® 6501 polycaprolactone bone tissue engineering scaffolds. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 128, 531-540.
- Pickles, C. A. (2009). Microwaves in extractive metallurgy: Part 1–review of fundamentals. *Minerals Engineering*, 22(13), 1102-1111.
- Pokorska, I. (2008). Deformation of powder metallurgy materials in cold and hot forming. *Journal of Materials Processing Technology*, 196(1-3), 15–32.
- Rajan, H. B. M., Ramabalan, S., Dinaharan, I., and Vijay, S. J. (2013). Synthesis and characterization of in situ formed titanium diboride particulate reinforced AA7075 aluminum alloy cast composites. *Materials and Design*, 44, 438-445.
- Ramnath, B. V., Elanchezhian, C., Jaivignesh, M., Rajesh, S., Parswajinan, C., and Ghias, A. S. A. (2014). Evaluation of mechanical properties of aluminium alloy–alumina–boron carbide metal matrix composites. *Materials and Design*, 58, 332-338.
- Reddy, P. M., Shakoora, M. A., Parande, G., Manakari, V., Ubaida, F., Mohamed, A. M. A., and Gupta, M. (2017). Enhanced performance of nano-sized SiC reinforced Al metal matrix nanocomposites synthesized through microwave sintering and hot extrusion techniques. *Progress in Natural Science: Materials International*, 27(5), 606–614.
- Roy, R., Agrawal, D., Cheng, J., and Gedevanishvili, S. (1999). Full sintering of powdered-metal bodies in a microwave field. *Nature*, 399, 668–670.
- Rudianto, H., Yang, S., Nam, K., and Kim, Y. (2011). Mechanical properties of Al-14Si-2.5Cu-0.5Mg aluminum-silicon P/M alloy. *Review of Advanced Materials Science*, 28, 145-149.
- Rudianto, H., Yang, S., Kim, Y., and Nam, K. (2012). Sintering of Al-Si-Fe-Cu-Mg-SiC powder prepared by gas atomization process. *Journal of Ceramic Processing Research*, 13(1), 119-122.

- Rudinsky, S., Aguirre, J. M., Sweet, G., Milligan, J., Bishop, D. P., and Brochu, M. (2015). Spark plasma sintering of an Al-based powder blend. *Materials Science & Engineering A*, 621, 18–27.
- Saheb, N., Iqbal, Z., Khalil, A., Hakeem, A. S., Aqeeli, N-A., Laoui, T., Al-Qutub, A., and Kirchner, R. (2012). Spark plasma sintering of metals and metal matrix nanocomposites: A review. *Journal of Nanomaterials*, 2012, 1-13.
- Sayuti, M., Sulaiman, S., Vijayaram, T. R., Baharudin, B. T. H. T., and Arifin, M. K. A. (2012). Manufacturing and properties of quartz (SiO₂) particulate reinforced Al-11.8%Si matrix composites. In N. Hu (Ed.), *Composites and their properties*. Croatia: InTech Prepress, 415-419.
- Sharma, A. K., Bhandari, R., Aherwar, A., Rimasauskiene, R., and Pinca-Bretotean, C. (2020). A study of advancement in application opportunities of aluminum metal matrix composites. *Materials Today: Proceedings*, 26(2), 2419-2424.
- Song, S. X., Wang, Z., and Shi, G.P. (2013). Heating mechanism of spark plasma sintering. *Ceramics International*, 39(2), 1393-1396.
- Su, S. S., Chang, I. T. H., and Kuo, W. C. H. (2013). Effects of processing conditions on the sintering response of hypereutectic Al-Si-Cu-Mg P/M alloy. *Materials Chemistry and Physics*, 139, 775-782.
- Sun, J., Wang, W., and Yue, Q. (2016). Review on microwave-matter interaction fundamentals and efficient microwave-associated heating strategies. *Materials*, 9(231), 1-25.
- Şenel, M. C., Gürbüz, M., ve Koç, E. (2018). Toz metalürjisi metoduyla üretilen Al-Si₃N₄ metal matrisli kompozitlerin mekanik özelliklerinin incelenmesi. *Mühendis ve Makina*, 59(693), 33-46.
- Takei, T., Hatta, H., and Taya, M. (1991). Thermal expansion behaviour of particulate-filled composites 1: Single and multi-reinforcing phases. *Materials Science and Engineering: A*, 131(1), 133-143.
- Tuncer, A., Tasdelen, B., and Arslan, G. (2011). Effect of passivation and precipitation hardening on processing and mechanical properties of B₄C–Al composites. *Ceramics International*, 37(7), 2861-2867.
- Wang, W., Zhao, C., Sun, J., Wang, X., Zhao, X., Mao, Y., Li, X., and Song, Z. (2015). Quantitative measurement of energy utilization efficiency and study of influence factors in typical microwave heating process. *Energy*, 87, 678-685.
- Wanjara, P. and Brochu, M. (2010). Characterization of electron beam welded AA2024. *Vacuum*, 85(2), 268-282.
- Xiqiang, Z., Wenlong, W., Hongzhen, L., Yanpeng, M., Chunyuan, M., and Zhanlong, S. (2014). Temperature rise and weight loss characteristics of wheat straw under microwave heating. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 107, 59–66.

- Zhang, Z-H., Liu, Z-F., Lu, J-F., Shen, X-B., Wang, F-C., and Wan, Y-D. (2014). The sintering mechanism in spark plasma sintering—proof of the occurrence of spark discharge. *Scripta Materialia*, 81, 56-59.
- Zhao, X., Zhang, J., Song, Z., Liu, H., Li, L., and Ma, C. (2011). Microwave pyrolysis of straw bale and energy balance analysis. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 92(1), 43–49.





GAZİ GELECEKTİR..