

**MEKANOKİMYASAL YÖNTEMLE
RADAR ABSORPLAYICI MADDE SENTEZLENMESİ İÇİN
REAKTÖR TASARIMI VE
KATKILARLA ABSORPLAYICI MALZEMENİN GELİŞTİRİLMESİ**

Ali Rıza AKTAŞ

**DOKTORA TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

ARALIK 2013

ANKARA

Ali Rıza AKTAŞ tarafından hazırlanan “ MEKANOKİMYASAL YÖNTEMLER RADAR ABSORPLAYICI MADDE SENTEZLENMESİ İÇİN REAKTÖR TASARIMI VE KATKILARLA ABSORPLAYICI MALZEMENİN GELİŞTİRİLMESİ” adlı bu tezin Doktora tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Metin GÜRÜ

.....

Tez Danışmanı, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy çokluğu ile Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof.Dr. Ramazan ÇITAK

.....

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, G.Ü.

Prof.Dr. Metin GÜRÜ

.....

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, G.Ü.

Prof.Dr. Süleyman TEKELİ

.....

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, G.Ü.

Doç.Dr. Nuray OKTAR

.....

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, G.Ü.

Doç.Dr. Muzaffer BALBAŞI

.....

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, G.Ü.

Tez Savunma Tarihi: 27/12/2013

Bu tez ile G.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu Doktora derecesini onamıştır.

Prof. Dr. Şeref SAĞIROĞLU

.....

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Ali Rıza AKTAŞ

**MEKANOKİMYASAL YÖNTEMLE RADAR ABSORPLAYICI MADDE
SENTEZLENMESİ İÇİN REAKTÖR TASARIMI VE KATKILARLA
ABSORPLAYICI MALZEMENİN GELİŞTİRİLMESİ
(Doktora Tezi)**

Ali Rıza AKTAŞ

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
Aralık 2013**

ÖZET

İleri teknolojik malzeme üretiminde; geleneksel metotlarla üretilemeyen ve birbiri içerisinde karışmayan malzemelerin üretilmesi için boyut küçültme, katı faz reaksiyonları ve mekanik alaşımlama gibi üretim yöntemleri kullanılabilmektedir. Bu üretim yöntemleri için değişik değirmen tipleri geliştirilmiştir. Bu değirmenlerden enerji çarpanı en yüksek olanı salınlı tip değirmenlerdir. Salınlı tip değirmenlerin reaktörlerinin çok küçük olması nedeniyle üretilen malzeme miktarı 10-20 g mertebesinde. Bu miktarın artırılabilmesi için daha büyük hacimli reaktör tasarımları ve imalatları yapılmış olup deneysel çalışmalarda kullanılarak performansları test edilmiştir.

Tasarlanan reaktör çapları 59 mm ve 90 mm'dir. Pilot ölçekli üretimler için tasarlanan 90 mm çapında reaktörün bağlanabileceği salınlı tipte cihaz bulunmaması nedeniyle bu reaktörün bağlanabileceği 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü tasarlanarak imalatı yapılmıştır. Tasarlanan cihazın sonlu elemanlar methodu ile analizleri yapılarak cihazın enerji çarpanları bulunarak kullanılmakta olan salınlı tipteki cihazla (SPEX 8000) karşılaştırılmıştır.

Serbest ticareti yapılmayan ve uluslar arası ilişkilerde dostluk temeline dayalı olarak temin edilebilen oldukça pahalı ve stratejik bir malzeme olan Radar absorpsiyon malzemelerini ülkemizde daha yüksek performans özelliklerine sahip olarak üretebilmek için çalışmalar yapılmıştır. Bu kapsamda hali hazırda RAM olarak kullanılan demir silisyum içerisine ferromanyetik malzemeler olan nikel ve kobalt ile ferromanyetik olmayan krom ve bor katkıları eklenerek XRD, TGA analizleri ve absorpsiyon kapasitesi ölçümleri yapılarak optimum katkı miktarları belirlenmiştir.

Yapılan çalışmalar sonucunda tasarımı ve imalatı yapılan 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün patent başvurusu yapılmıştır. Ayrıca bu cihaz kullanılarak üretilen katkılı demir silisyumların yapılan analiz ve ölçümler sonucunda Curie sıcaklıkları ve absorpsiyon kapasiteleri tespit edilmiştir. Yapılan analizler neticesinde absorpsiyon kapasiteleri -10 dB mertebesinde olan krom ve bor katkılı demir silisyumun RAM olarak kullanılabileceğine karar verilmiştir. Ayrıca Curie sıcaklığı demir silisyuma göre daha yüksek olan kobalt katkılı demir silisyumun da yüksek sıcaklık (600⁰C) uygulamalarında RAM olarak kullanılabileceği değerlendirilmiştir. Ancak; nikel katkılı demir silisyumun düşük absorpsiyon kapasitesi ve Curie sıcaklığından dolayı RAM olarak kullanılamayacağı tespit edilmiştir.

Bilim Kodu : 912.1.094

Anahtar Kelimeler : RAM, Katkılı demir silisyum, Mekanokimyasal yöntem, Reaktör tasarımı, sonlu elemanlar metodu

Sayfa Adedi : 100

Tez Yöneticisi : Prof.Dr. Metin GÜRÜ

**DESIGN REACTOR FOR SYNTHESIS OF RADAR ABSORPTION
MATERIAL BY MECHANOCHEMICAL METHOD AND DEVELOPMENT OF
ABSORBING MATERIAL BY ADDITIVES
(Ph.D. Thesis)**

Ali Rıza AKTAŞ

**GAZİ UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES
December 2013**

ABSTRACT

The advanced technology materials, which cannot be produced by conventional methods, manufacture by using methods such as; size reduction, solid state reactions and mechanical alloying. For these production methods different mill types may be used. Energy factor is highest in the shaker mills compared to other mills. On the other hand, reactors of the shaker mills are small and at a time 10-20 grams powder can be produced. To increase milling amount per time big volume reactors were designed and manufactured. These reactors were used in RAM production experiments to test their performance.

Design reactors diameters are 59 mm and 90 mm. For pilot scale productions 90 mm diameter reactor was designed but this reactor cannot be used in the shaker mills found in market. Therefore; to fix this reactor 12 holder high energy mill was designed and manufactured. Finite element analyze was used to investigate energy factor of the designed mill and it was compared to the shaker mill found in the market (SPEX 8000).

Radar absorption materials are quite expensive and strategic materials, therefore these materials can buy without free trade and only by international friendship relations. Because of these reasons; the aim of this thesis is to produce radar absorption material with better performance in our country. Nickel and cobalt ferromagnetic materials and chromium and boron non-ferromagnetic materials were used as additive to iron silicide which is used as RAM. XRD, TGA analyzes and absorption capacity measurements were done to optimize additive amounts.

Application of a patent was also done for designed 12 holder high energy mill. In addition to this, by using this mill iron silicides were produced with additives and Curie temperature and absorption capacities were determined. According to these results; chromium and boron additive iron silicides were reached to - 10 dB absorption capacity so they can be used as RAM. In addition to this, cobalt additive iron silicides' Curie temperature is higher than pure iron silicide so it can be used as RAM for high temperature (600⁰C) applications. On the other hand, nickel additive iron silicide cannot be used as RAM because of its low absorption capacity and Curie temperature.

Science Code : 912.1.094

Keywords : RAM, Additive iron silicide, Mechanochemical method, Reactor design, finite element method

Page Number : 100

Supervisor : Prof.Dr. Metin GÜRÜ

TEŞEKKÜR

Bu tezin yönlendirilmesinde ve çalışmalarım esnasında her türlü desteği sağlayan sayın hocam *Prof.Dr. Metin GÜRÜ*'ye, çalışmam boyunca her türlü desteği veren eşim *Gülsün AKTAŞ*'a, hayatımın her alanında arkamda olan ve yardımlarını esirgemeyen annem *Döne AKTAŞ*, babam *Ensar AKTAŞ*, annem *Birşen SELİMOĞLU* ve babam *Ebubekir SELİMOĞLU*'na teşekkürlerimi sunmayı bir borç bilirim. Ayrıca doktora çalışmalarım boyunca bazen onların zamanından çaldığım biricik evlatlarım *Arda AKTAŞ* ve *Berk AKTAŞ*'a anlayışlarından dolayı teşekkür ederim.

Ayrıca teknik konulardaki yardımları için *5'inci Ana Bakım Merkezi Komutanlığı İmalat ve Yardımcı Atelyeler Grup Amiri Albay Mustafa Süleyman HALİLBEYOĞLU* ve tüm personeli ile absorpsiyon kapasitesi ölçümlerindeki yardımlarından dolayı *Faruk ÖZTÜRK*'e ve *MIGYEM Müdürlüğü personeline* teşekkürlerimi sunmayı borç bilirim. Son olarak da, proje destekleri için *ETİ Maden İşletmeleri Genel. Müdürlüğü* ve *Gazi Üniversitesi BAP Birimine* teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR	viii
İÇİNDEKİLER	ix
ÇİZELGELERİN LİSTESİ	xii
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	xiii
RESİMLERİN LİSTESİ	xvi
SİMGELER VE KISALTMALAR	xvii
1. GİRİŞ	1
2. BOYUT KÜÇÜLTME, KATI FAZ REAKSİYONLARI VE MEKANİK ALAŞIMLAMA	4
2.1. Değirmen Tipleri	4
2.2. İşlem Parametreleri	8
2.2.1. Öğütme kabı	8
2.2.2. Öğütme hızı	9
2.2.3. Öğütme süresi	9
2.2.4. Öğütücü malzemelerin tipi	10
2.2.5. Bilya-toz ağırlık oranı ve kabın doluluk oranı	10
2.2.6. Öğütme atmosferi	11
2.2.7. Öğütme sıcaklığı	12
2.3. Boyut Küçültme, Katı Faz Reaksiyonları ve Mekanik Alaşımılama İşlemlerinin Mekanizması	12
2.4. Mekanokimyasal Reaksiyonlar ve Özellikleri	13

Sayfa

3. RADAR ABSORPSİYON MALZEMESİ VE KATKILARLA ABSORPLAYICI MALZEMENİN GELİŞTİRİLMESİ	18
3.1. Radar Absorpsiyon Malzemeleri	18
3.2. Radar Absorbsiyon Malzemelerin (RAM) Tarihçesi	20
3.3. Miknatıslanma ve Histerisiz Eğrisi	21
3.4. Demir Silisyum ve Katkılarla Özelliklerinin Geliştirilmesi	24
3.4.1. Demir Silisyum bileşikleri ve özellikleri	24
3.4.2. Demir Silisyuma eklenecek katkılar ve özellikleri	26
4. DENEYSEL ÇALIŞMA	36
4.1. Reaktör ve Yüksek Enerji Çarpımlı Cihaz Tasarımı ve İmalatı	36
4.1.1. Reaktör tasarımı ve imalatı	36
4.1.2. Yüksek enerji çarpımlı cihaz tasarımı ve imalatı	42
4.2. Demir Silisyumun Katkılarla Geliştirilmesi	44
4.2.1. Kullanılan hammaddeler	44
4.2.2. Katkılı Demir Silisyum sentezi	44
4.2.3. Katkılı Demir Silisyum sentezi için yapılan analizler	49
5. BULGULAR VE TARTIŞMA	51
5.1. Reaktör ve Yüksek Enerji Çarpımlı Cihaz İmalatı ile İlgili Bulgular ve Tartışma	51
5.1.1. Reaktör tasarımı ve imalatı ile ilgili bulgular ve tartışma	51
5.1.2. Yüksek enerji çarpımlı cihaz tasarımı ve imalatı ile ilgili bulgular ve tartışma	52
5.1.3. ANSYS programı ile yapılan analiz çalışmaları	56
5.2. Katkılı ve Katkısız Demir Silisyum Üretimi ile Üretilen Bileşiklerin Özellikleri	70

	Sayfa
5.2.1. Demir Silisyuma yapılan nikel katkısının etkileri.....	71
5.2.2. Demir Silisyuma yapılan kobalt katkısının etkileri.....	77
5.2.3. Demir Silisyuma yapılan krom katkısının etkileri.....	80
5.2.4. Demir Silisyuma yapılan bor katkısının etkileri.....	85
6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ VE ÖNERİLER.....	90
6.1. Sonuçlar Değerlendirilmesi	90
6.2. Öneriler.....	93
KAYNAKLAR.....	95
ÖZGEÇMİŞ.....	99

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. SPEX 8000 Karıştırıcı Öğütücüye ait reaktörler.....	17
Çizelge 4.1. Kullanılan hammaddelerin özellikleri	44
Çizelge 5.1. Küçük ve büyük reaktörlerin boyutları	52
Çizelge 5.2. İmal edilen 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücüye ve SPEX 8000'e ait özellikler.....	53
Çizelge 5.3. 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü parçaları ve reaktörlerin imalatları için gerekli malzemeler ve maliyetleri..	55
Çizelge 5.4. Concasa ve arkadaşları tarafından yapılan numerik analize girilen değerler.....	58
Çizelge 7.1. 1 kg katkılı ve katkısız demir silisyum pigmenti üretimi için gerekli hammadde miktar ve fiyatları.....	93

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Mekanik alaşımlama sırasında bilya-toz-bilya çarpışması.....	13
Şekil 2.2. Zn ve S reaksiyonu için tutuşma zamanının bilya toz oranına göre değişim.....	16
Şekil 3.1. Mıknatıslanma olayı, a) N sarımlı toroit çekirdek, b) İndükleme akımı.....	22
Şekil 3.2. Histerisiz ve mıknatıslanma eğrisi.....	23
Şekil 3.3. Manyetik alan şiddetinin değişimiyle oluşan histerisiz eğrileri..	23
Şekil 3.4. Demir-silisyum faz diyagramı.....	25
Şekil 3.5. (a) A ve B alaşımlarının teorik faz diyagramı, A elementi ferromanyetik, B elementi ise paramanyetikdir (b) M_s ve T_c değerlerinin kompozisyona bağlı olarak değişimi.....	27
Şekil 3.6. Katkıların demir alaşımlarının Curie sıcaklığına etkisi.....	27
Şekil 4.1. Tasarlanan ve imal edilen küçük reaktörün teknik resmi.....	40
Şekil 4.2. Tasarlanan ve imal edilen büyük reaktörün teknik resmi.....	41
Şekil 4.3. 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün montaj resmi...	43
Şekil 5.1. Yapılan nümerik çalışmadan elde edilen, boş reaktörün üç eksenindeki hız ve ivme grafikleri.....	58
Şekil 5.2. SPEX 8000'nin mekanizma parçalarının simülasyonu.....	59
Şekil 5.3. Tekli sistemin ANSYS analizi için kurulan model.....	60
Şekil 5.4. 115 rad s ⁻¹ devirle çalışan teklinin boş reaktör hızının x, y ve z bileşenleri.....	61
Şekil 5.5. 115 rad s ⁻¹ devirle çalışan teklinin boş reaktör ivmesinin x, y ve z bileşenleri.....	62
Şekil 5.6. Tekli sistemin 90, 110, 115 ve 130 rad s ⁻¹ devirlerle çalışması sırasında sisteme bağlı bulunan boş reaktörün x yönündeki hızının değişimi.....	63

Şekil	Sayfa
Şekil 5.7. Tekli sistemin 90, 110, 115 ve 130 rad s ⁻¹ devirlerle çalışması sırasında sisteme bağlı bulunan boş reaktörün x yönündeki ivmesinin değişimi.....	63
Şekil 5.8. Onikili sistemin analizi için kurulan model.....	64
Şekil 5.9. Tekli ve onikili sistemlere bağlı bulunan içi boş reaktörün zamana bağlı hız değerleri.....	66
Şekil 5.10. Tekli ve onikili sistemlere bağlı bulunan reaktör içerisindeki bilyaların zamana bağlı hız değerleri.....	66
Şekil 5.11. Onikili sisteme bağlı bulunan büyük ve küçük reaktörlerin zamana bağlı hız değerleri.....	67
Şekil 5.12. Onikili sisteme bağlı bulunan küçük ve büyük reaktörlerin içerisinde bulunan bilyaların zamana bağlı hız değerleri.....	69
Şekil 5.13. Katkısız demir silisyumun XRD grafiği.....	71
Şekil 5.14. Nikel katkılı demir silisyumun XRD analizleri.....	72
Şekil 5.15. Nikel katkılı ve katkısız Fe ₃ Si numunelerinin TGA analizleri.....	73
Şekil 5.16. Nikel katkılı ve katkısız Fe ₃ Si numunelerinin Curie sıcaklıkları.....	74
Şekil 5.17. Nikel katkılı ve katkısız demir silisyumun absorpsiyon kapasiteleri	76
Şekil 5.18. Kobalt katkılı demir silisyumun XRD analizleri.....	77
Şekil 5.19. Kobalt katkılı ve katkısız Fe ₃ Si numunelerinin TGA analizleri.....	78
Şekil 5.20. Kobalt katkılı ve katkısız Fe ₃ Si numunelerinin Curie sıcaklıkları.....	78
Şekil 5.21. Kobalt katkılı ve katkısız demir silisyumun absorpsiyon kapasiteleri.....	79
Şekil 5.22. Krom katkılı demir silisyumun XRD analizleri.....	81
Şekil 5.23. Krom katkılı ve katkısız Fe ₃ Si numunelerinin TGA analizleri.....	82
Şekil 5.24. Krom katkılı ve katkısız Fe ₃ Si numunelerinin Curie sıcaklıkları.....	83

Şekil	Sayfa
Şekil 5.25. Krom katkılı ve katkısız demir silisyumun absorpsiyon kapasiteleri	84
Şekil 5.26. Bor katkılı demir silisyumun XRD analizleri	87
Şekil 5.27. Bor katkılı ve katkısız Fe ₃ Si numunelerinin TGA analizleri	86
Şekil 5.8. Bor katkılı ve katkısız Fe ₃ Si numunelerinin Curie sıcaklıkları ...	87
Şekil 5.29. Bor katkılı ve katkısız demir silisyumun absorpsiyon kapasiteleri	89

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 2.1. Salınımlı tip değirmenlere bir örnek olan çift tutuculu SPEX	5
Resim 2.2. Planeter değirmene bir örnek.....	5
Resim 2.3. Atritör tip değirmene bir örnek.....	6
Resim 2.4. Bilyalı değirmene bir örnek.....	7
Resim 4.1. İmal edilen reaktörlerin fotoğrafları.....	39
Resim 4.2. Plas-Labs Simlicity 888 marka atmosfer kontrollü hacim.....	46
Resim 4.3. Oniki tutuculu yüksek enerji çarpımlı karıştırıcı öğütücü.....	47
Resim 4.4. Absorpsiyon ölçüm düzeneği.....	47
Resim 5.1. İmal edilen 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün fotoğrafı	54
Resim 5.2. 700°C’de boyanın sıcaklık dayanımı.....	70

SİMGELER VE KISALTMALAR

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

Simge	Açıklama
2θ	XRD ışınlarının gönderilme açısı
a_x	x yönündeki ivme
a_y	y yönündeki ivme
a_z	z yönündeki ivme
B	Akı yoğunluğu
B_r	Artık mıknatıslık
H	Manyetik alan şiddeti
H_c	Koersiviti
M_s	Doygunluk manyetizasyonu
p	Doldurma oranı
T_c	Curie sıcaklığı
T_{ig}	Tutuşma sıcaklığı
T_m	Çarpışma sonucunda ulaşılan max. sıcaklık
t_{ig}	Tutuşma zamanı
v_x	x yönündeki hız
v_y	y yönündeki hız
v_z	z yönündeki hız
Kısaltmalar	Açıklama
BTO	Bilya toz oranı
EM	Elektromanyetik
RAM	Radar absorpsiyon malzemesi
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
TGA	Termogravimetrik analiz
VSM	Titreşimli manyetiklik ölçer
XRD	X-ışını kırınım difraktometresi

1. GİRİŞ

Gelişen teknoloji neticesinde; geleneksel malzemeler artık beklenen özellikleri karşılayamamaktadır. Bu ihtiyaçları karşılamak için alternatif malzeme üretilmesine yönelik çalışmalar hız kazanmıştır. Endüstriyel uygulamalarda malzemelerin dayanıklı, tok, hafif ve düşük maliyetle olması istenmektedir. Geleneksel malzemelerde, ısıtılma işlemi yapılarak malzemenin bazı dayanım değerleri artırılabilir. Ancak aşınma dayanımı, darbe dayanımı, kırılma tokluğu ve hafiflik gibi özellikler aynı anda sağlanamamaktadır. Bu özelliklerin sağlanabilmesi için; makroskobik boyutlarda kompozit malzeme üretimi, mikroskobik boyutlarda alaşımlama, katı faz reaksiyonları ve polimer sentezi gibi üretim yöntemleri tercih edilmektedir. Üretilen yeni malzemelerle; daha yüksek mukavemet, daha iyi rijitlik, daha yüksek korozyon ve aşınma direnci, hafiflik, yüksek yorulma ömrü, daha iyi manyetik özellikler ve ısıya dayanıklılık gibi nitelikler kazanılabilir. Özetle, bu üretim yöntemleri ile malzemelerin mekanik, kimyasal ve elektrik özelliklerinin iyileştirilmesi sağlanabilir. Tüm bu özelliklerin hepsinin aynı anda sağlanması mümkün olmayıp kullanım alanlarına göre ihtiyaç duyulan özelliği arttırılacak şekilde üretim gerçekleştirilir. Örneğin; üretilen malzemenin radar absorpsiyon kapasitesinin yüksek olması isteniyorsa üretim metodu öncelikle malzemenin manyetik özelliğini yükseltecek şekilde seçilmelidir. Sonra kullanılacağı yere göre yüksek sıcaklık dayanımı ya da korozyon direnci gibi özellikler isteniyorsa manyetik özelliği çok etkilememek şartıyla üretim metodunda ya da hammaddede değişikliklere gidilerek istenilen özellikte malzeme üretilmeye çalışılmalıdır.

Üstün özellikli ileri teknolojik malzeme üretiminde; geleneksel metotlarla üretilmeyen ve birbiri içerisinde karışmayan malzemelerin üretilmesi için boyut küçültme, katı faz reaksiyonları ve mekanik alaşımlama gibi üretim yöntemleri kullanılabilir. Boyut küçültme, katı faz reaksiyonları ve mekanik alaşımlama, dengeli ve dengesiz fazların her ikisinin de sentezini

yapabilen basit ve yararlı yöntemlerdir. Mekanokimyasal reaksiyonlar (katı faz reaksiyonları), katı hal fizikokimyanın bir alt dalı olarak kabul edilir ve mekanik enerji birikmesinin katı faz özelliklerindeki değişikliklere etkisi ile ilgilenir. Mekanokimyasal reaksiyonlarda üretilecek olan malzemeye bağlı olarak uygun makine türü seçildikten sonra bilya miktarı ayarlanır ve mekanik etkileşimler sonucunda reaksiyonun oluşması beklenir. Mekanokimyasal reaksiyon olarak isimlendirilmesi de buradan gelmektedir. Boyut küçültme, katı faz reaksiyonları ve mekanik alaşımlama işlemleri için değişik tip ve boyutlarda üretim yapılabilen değirmenler kullanılmaktadır. Bu değirmenler içerisinde enerji çarpımı en yüksek olan salınımlı tip değirmenlerdir. Ancak salınımlı tip değirmenin reaktör ve cihaz boyutu sınırlamalarından dolayı çok az miktarda malzeme üretilebilmektedir. Bu nedenle bu değirmenler, sadece laboratuvar ölçekli olarak kullanılmaktadır. Bu tezin ana amaçlarından biri olan büyük boyutlarda reaktör tasarımı, imalatı ve bu reaktörlerin kullanılabileceği yüksek enerji çarpımlı değirmen üretimi sayesinde ilk defa pilot ölçekli üretim yapabilecek salınımlı tipte bir değirmen gerçekleştirilmiş olacaktır. Ayrıca pilot ölçekli yüksek enerji çarpımlı salınımlı tip değirmen imalatının yapılması ile farklı ileri malzemelerin üretimi ülkemizde yapılabilecek duruma gelecek ve böylece dışa bağımlılığımız azaltılmış olacaktır. Örneğin; radar absorpsiyon malzemelerinin (RAM) üretilmesi radar teknolojilerinin gelişmesi sonucunda savunma sanayi için vazgeçilmez olmuştur. Diğer taraftan radar absorpsiyon kimyasalları serbest ticareti yapılmayan uluslar arası ilişkilerde dostluk temeline dayalı olarak temin edilebilen oldukça pahalı stratejik malzemelerdir. RAM ile kaplanmış araç ve gereçlerin radar tarafından tamamen görünmez olması mümkün olmasa da bunların tespitini güçleştirmekte ve yanıltmaktadır. Ancak günümüzde hala bu malzemelerin üretimi belli başlı birkaç ülkede yapıldığı için diğer ülkelere satışı konusunda sıkıntı yaşanmaktadır. Bu konuda sorun yaşayan ülkelere birisi de Türkiye'dir. Ülkemizde radar absorpsiyon malzemelerinin kullanımı maalesef çok sınırlı olup kontrolümüz altında bulunmamaktadır. Savunma sanayi için kritik olan bu malzemenin ülkemizde üretilebilmesi yukarıda bahsedilen nedenlerden dolayı önem arz etmektedir.

Dünyada, RAM değişik yöntemlerle üretilmekte ve değişik yerlerde kullanılmaktadır. Son yıllarda özellikle polimer bazlı RAM üretiminde gelişmeler yaşanmıştır. Ancak polimerlerin sıcaklık dayanımları düşük olması nedeniyle kullanım alanları sınırlı kalmaktadır. Yüksek sıcaklık dayanımı gereken yerlerde metal fazlı RAM kullanılmaktadır. Ancak metal fazlı RAM'ın üretimi çok zor olmakla birlikte, bazı durumlarda istenilen ısı dayanımı sağlanamamaktadır. Örneğin RAM malzemesi ile kaplanan yarasa uçaklarının egzoz bölgelerinde boyanın çatlaması ve dökülmesi nedeniyle problemler yaşanmıştır ve hava aracının motor kısmında değişikliğe gidilerek bu sorun çözülmeye çalışılmıştır.

Yapılan çalışmalarda RAM'ın uzun yıllardır birçok farklı malzemenin üretiminde kullanılan mekanokimyasal reaksiyon ile yapılabileceği gözlenmiştir. Metal fazlı RAM üretiminde mekanokimyasal yöntemin kullanılması ile metal faz içerisine katkı maddelerinin kolaylıkla eklenebileceği değerlendirilmiştir. Bu tezin diğer amacı olan katkılarla absorplayici malzemenin geliştirilmesi konusunda da RAM olarak kullanılan demir silisyum üretimi esnasında kobalt, bor, nikel ve krom gibi değişik katkı maddeleri eklenerek demir silisyumun özelliklerine etkileri araştırılmıştır. Eklenen katkılarla demir silisyumun absorpsiyon kapasitesi arttırılmış ayrıca malzemenin manyetik özelliğinin yüksek sıcaklık değerlerinde de korunması sağlanmıştır. Ayrıca katkı maddeleriyle korozyon direncinin artırılmasına ve sinterleşme sıcaklığının düşürülmesine çalışılmıştır.

2. BOYUT KÜÇÜLTME, KATI FAZ REAKSİYONLARI VE MEKANİK ALAŞIMLAMA

Boyut küçültme, katı faz reaksiyonları ve mekanik alaşımlama işlemleri, doğru oranda tozların karıştırılmasıyla başlayan ve değirmen içerisinde genellikle çelik bilyalar vasıtasıyla öğütülmesiyle devam eden bir prosestir. Bu karışım arzu edilen özelliklere ulaşana kadar öğütülmektedir. Literatürde katı faz reaksiyonlarına mekanokimyasal proses de denilmektedir. Boyut küçültme, katı faz reaksiyonları ve mekanik alaşımlama işlemlerinin önemli bileşenleri hammadde, değirmen ve işlem parametreleridir [Suryanarayana, 2001].

2.1. Değirmen Tipleri

Boyut küçültme, katı faz reaksiyonları ve mekanik alaşımlama işlemlerinde kullanılan değirmen tipleri; salınlı değirmenler, planeter değirmenler, atritör, bilyalı değirmenler ve yeni dizayn değirmenler olarak sınıflandırılabilir. Bu değirmenlerin kapasiteleri ve öğütme mekanizmaları farklıdır, ayrıca yeni nesil değirmenlerde ısıtma ve soğutma sistemleri gibi ilave elemanlara sahiptirler.

Salınlı değirmenler genel olarak laboratuvar araştırmaları için kullanılan, tek seferde 10-20 gram tozu yüksek enerji çarpımıyla öğütebilen değirmenlerdir. Üzerine içerisinde toz ve bilyaların bulunduğu tek veya iki reaktör bağlanan cihaz, öne-sola-arkaya-sağa olacak şekilde dakikada binlerce hareket yapar. Bu hareket dışarıdan bakıldığında 8 şeklinde bir harekete benzetilebilir. Reaktör içerisinde bulunan bilyanın ortalama hızı 5 m/s olması nedeniyle çarpma enerjileri yüksektir bu nedenle bu tip öğütücüler yüksek enerjili olarak isimlendirilmektedir. Resim 2.1.'de salınlı tip değirmenlerin bir örneği gösterilmiştir.



Resim 2.1. Salınımlı tip değirmenlere bir örnek olan çift tutuculu SPEX

Diğer bir değirmen tipi olan planeter değirmenler salınımlı tip değirmene göre daha az enerjiye sahip olmakla birlikte birkaç yüz gram öğütme yapabilen değirmen çeşididir. İsmi reaktörlerinin planet şeklindeki hareketinden almıştır. Reaktörler dönen taşıyıcı disk üzerine yerleştirilir ve kendi eksenleri etrafındaki dönme hareketi, özel bir mekanizma tarafından sağlanır. Kendi eksenleri etrafında dönen hazneler tarafından oluşan merkezkaç kuvveti ve dönen taşıyıcı disk tarafından oluşturulan ilave kuvvetle beraber, hazne içinde öğütülen malzeme ve öğütme bilyalarına etki ederler. Hazne ve destek diski zıt yönlerde döndüğü için merkezkaç kuvvetler sırası ile benzer ve zıt yönde etkilemektedir. Resim 2.2.'de planeter değirmene bir örnek gösterilmiştir.



Resim 2.2. Planeter değirmene bir örnek

Bu öğütme, bilyaların haznenin iç duvarlarından aşağıya doğru kaymasına neden olur. Sürtünme etkisi, öğütülen malzeme ve öğütme bilyalarının serbest kalıp hazne içerisinde, serbest dolaşması ve karşı duvara çarpmasıyla devam eder. Bu tür değirmendeki bilyaların doğrusal hızı, SPEX değirmenlerinkinden daha fazla olmasına rağmen, vuruş frekansı SPEX değirmenlerinde çok daha fazladır. Bu yüzden, SPEX değirmenlere göre daha düşük enerjili değirmenlerdir.

Atritörler içerisinde bir seri karıştırıcılar bulunan dikey bir silindirden oluşur. Biri diğerine dik yerleştirilen karıştırıcılar, kazan içerisindeki bilyalara enerji verir. Bilyaların kazan (tank, hazne) duvarıyla, birbirleriyle ve karıştırıcı mil arasındaki çarpışmalarıyla toz boyutunun küçülmesine neden olur. Güçlü bir motor karıştırıcıyı çevirir ve bu çevrilen karıştırıcı da sabit silindir içerisindeki çelik bilyaları ve tozları hareket ettirir. Atritörler, içerisinde bir seferde büyük miktarlarda (45 kg civarı) toz öğütebilen değirmenlerdir. Atritörler içerisi öğütücü bilyalarla dolu olan tankın içerisine öğütülecek malzeme eklenir ve tankın içerisindeki üzerinde karıştırıcı kollar bulunan shaftın dönmesi ile öğütme işlemi gerçekleştirilir. Atritörlerin enerji çarpanları salınımlı ve planetery değirmenlere göre çok daha azdır. Resim 2.3.'de atritör tip değirmene bir örnek gösterilmiştir.



Resim 2.3. Atritör tip değirmene bir örnek

Bilyalı değirmenlerde yatay düzlemde duran silindir şeklinde yapılmış bir yuvanın içinde bilyalar ya da küçük topar bulunur. Bu silindir yuva, porselen veya benzeri sert bir materyalden, içindeki bilyalar ise porselen, çakmaktaşı veya paslanmaz çelikten yapılmış olabilir. Silindir yuva bir motor vasıtası ile döndürüldüğünde, bilyalar yuvarlanarak tozlar üzerine düşmekte ve arada sıkışan tozlar ezilerek partikül çapları küçülmektedir. Resim 2.4.'de bilyalı değirmene örnek gösterilmektedir.



Resim 2.4. Bilyalı değirmene bir örnek

Piyasada belirlenmiş amaçlar için geliştirilmiş çubuklu kırıcı, titreşimli değirmenler, elektrikle ısıtarak 300°C' a kadar yüksek sıcaklıklarda ve sıvı azot püskürterek çok düşük sıcaklıklarda öğütme yapılabilen yeni dizayn değirmenler de kullanılmaktadır [Suryanarayana, 2001].

Yukarıda belirtilen değirmen tipleri enerji çarpanı bakımından yüksek enerjiden düşük enerjiye doğru sıralanacak olursa salınlı, planet, atritör ve bilyalı değirmen olarak sıralanabilir. Bu çarpma etkileri içerisinde en yüksek enerji çarpanına sahip salınlı tipli değirmen ile parçacık büyüklükleri kısa sürelerde nano boyutlarına inilebilirken diğer değirmen tiplerinde aynı sürelerde mikron boyutlarına kadar inilebilmektedir.

2.2. İşlem Parametreleri

Boyut küçültme, katı faz reaksiyonları ve mekanik alaşımlama işlemlerinde üretilen malzemelerde istenen özelliklerin sağlanması için bazı işlem parametrelerinin kontrol altında tutulması gerekir. Boyut küçültme, katı faz reaksiyonları ve mekanik alaşımlama işlemlerinde işlem parametreleri birbirleri ile bağımlı olarak değerlendirilmelidir. Boyut küçültme, katı faz reaksiyonları ve mekanik alaşımlama işlemlerinde işlem parametreleri aşağıda maddeler halinde verilmiştir [Suryanarayana, 2001].

- Öğütme Kabı
- Öğütme Hızı
- Öğütme Zamanı
- Öğütücü Malzemelerin Tipi
- Bilya-Toz Ağırlık Oranı (BTO) ve Kabin Doluluk Oranı
- Öğütme Atmosferi
- Öğütme Sıcaklığıdır

2.2.1. Öğütme kabı

Öğütme kabı olarak kullanılan parçanın malzeme seçimine, öğütücü bilyaların kabin iç çeperlerine çarparak aşındırması, ayrıca iç çeperlerden kopan parçalar tozun kimyasal kompozisyonunu değiştirmesi ve kirletici rol oynaması nedeniyle dikkat edilmesi gereken bir husustur. Eğer öğütme kabının yapımında kullanılan malzeme, öğütülen malzemedan farklı ise, kabin iç çeperlerinden kopan parçacıklar öğütülen malzemeyi kirletir. Öğütme kabı imalatında kullanılan malzemeler; sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş krom çeliği, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, tungsten karbür (WC)-kobalt (Co), WC kaplı çelik ve yatak çeliği gibi aşınma direnci yüksek malzemelerdir. Belirli amaçlar için bakır, titanyum, sinterlenmiş korondum, yitriya ile sabitlenmiş zirkonya, safir, akik taşı, sert porselen,

silisyum nitrür (Si_3N_4) ve bakır (Cu)-berilyum (Be) gibi malzemeler de öğütme kabı yapımında kullanılmaktadır [Suryanarayana, 2001].

Öğütme kabının yapımında kullanılan malzeme kadar kabın şekli ve özellikle kabın iç tasarımı da önemlidir. Hem düz kenarlı hem de yuvarlak kenarlı öğütme kapları kullanılmaktadır. Çizelge 2.1.'de değişik reaktör tipleri görülmektedir.

2.2.2. Öğütme hızı

Öğütme hızı öğütülen ya da alaşımlanan malzemenin istenen özelliklerde oluşması için cihazlara uygulanacak optimum hız olarak tanımlanabilir. Yüksek devirli çalışan değirmenlerde toza enerji girişi daha fazla olur. Bu yüzden değirmen dizaynında çalışabileceği maksimum devir sınırı göz önünde bulundurulur. Örneğin, geleneksel bilyalı değirmende dönme hızı artışı ile oluşan merkezkaç kuvveti o kadar artar ki belli bir hızın üzerinde, bilyalar kabın duvarına yapışarak çarpma kuvveti ile aşağı düşmeyecek hale gelir. Bu yüzden, maksimum hızda, maksimum çarpma enerjisini üretmek amacıyla bilyaların maksimum yükseklikten aşağı düşmesi için kritik hız değerinin biraz altında olmalıdır. Çok yüksek hızlarda kabın sıcaklığı daha yüksek bir değere ulaşabilir. Bu tozlarda homojenizasyon ve/veya alaşımlamayı sağlamak için avantajlı olabilir. Ancak, bazı durumlarda sıcaklık artışı, dönüşüm işlemini hızlandırır ve aşırı doymuş katı çözeltileri veya öğütme sırasında oluşan diğer kararlı fazlar bozulurken ortaya çıkan farklı yapılar tozları kirletebilir [Suryanarayana, 2001].

2.2.3. Öğütme süresi

Toz parçacıklarının öğütme ve alaşımlama işlemleri sırasında kararlı bir ürün elde etmek için gerekli en önemli işlem parametrelerinden birisi de öğütme süresidir. Öğütme süresi kullanılan değirmen tipine, öğütme yoğunluğuna, bilya-toz oranına (BTO) ve öğütme sıcaklığına bağlıdır. Boyut küçültme, katı

faz reaksiyonları ve mekanik alaşımlama işlemlerinde işlem parametrelerinin çeşitli kombinasyonlarına göre öğütme süresi değişir. Eğer öğütme süresi gereğinden daha uzun olursa kirlenme seviyesinin artması ve istenmeyen fazların oluşması gibi beklenmeyen sonuçlar ortaya çıkabilir. Bu yüzden tozun gerekli süre kadar öğütülmesi gerekmektedir [Suryanarayana, 2001].

2.2.4. Öğütücü malzemelerin tipi

Öğütücü malzeme olarak sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş krom çeliği, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, WC-Co ve yatak çeliği gibi malzemeler seçilir. Öğütme malzemesinin yoğunluğu, bilyaların toz üzerinde büyük çarpma kuvveti oluşturması için yeterince yüksek olmalıdır. Ancak, öğütme kabında olduğu gibi, öğütme malzemesi için de bazı özel malzemeler kullanılmaktadır. Bunlar; Cu, Ti, neobiyum (Nb), zirkonyum oksit (ZrO_2), akik taşı, yitriya ile kararlı hale getirilmiş zirkonya, silisyum nitrür (SiN_4) ve Cu-Be'dir. Öğütme kabı ve öğütme malzemelerinin aynı malzemeden yapılması birbirlerini daha az aşındırması nedeniyle tercih edilmektedir [Suryanarayana, 2001].

2.2.5. Bilya-toz ağırlık oranı ve kabın doluluk oranı

Bilya-toz oranı (BTO), öğütme işleminde önemli bir değişkendir. BTO, farklı çalışmalarda; 1:1 gibi küçük değerden 220:1 gibi büyük değerlere kadar değişik oranlarda değiştirilmiştir. Genellikle, salınlı değirmen gibi küçük kapasiteli değirmenlerde toz öğütülürken en yaygın kullanılan oran 10:1'dir. Fakat öğütme, atritör gibi büyük kapasiteli değirmende yapıldığında, 50:1 ve hatta 100:1'den daha yüksek BTO kullanılır [Suryanarayana, 2001].

BTO, tozda özel bir faz elde etmek için gerekli olan öğütme zamanını önemli ölçüde etkilemektedir. Daha yüksek BTO öğütme zamanını kısaltır. (Örneğin, bir SPEX değirmeninde öğütülen Ti-% 33 Al toz karışımında amorf fazın oluşumu, 10:1 BTO' de 7 saatte, 50:1 BTO'da 2 saatte elde edilirken 100:1

BTO'da 1 saatte elde edilebilmektedir). Yüksek BTO'da, bilyaların ağırlık oranındaki artıştan dolayı, birim zamandaki yüzde çarpışma sayısı artar ve sonuçta toz parçacıklarına daha fazla enerji transfer edilir. Böylece alaşımlama daha hızlı olur. Daha yüksek enerjiden dolayı, daha fazla ısı üretimi mümkündür ve bu da toz bileşimini değiştirebilir.

Bilyaların ve toz parçacıklarının öğütme kabında serbestçe hareket edebilmesi için yeterince boşluk olması gerekir. Bundan dolayı, kabın toz ve bilyalarla doluluk oranı önemlidir. Eğer bilyalar ve tozların miktarı çok küçükse, o zaman ürün miktarı da çok az olur. Diğer taraftan miktar büyükse, o zaman bilyaların hareketi için yeterince boşluk olmayacak, bu yüzden de çarpışma enerjisi azalacaktır. Bu nedenle kap aşırı doldurulmamalı, kabın öğütmenin sağlıklı yapılabilmesi için yaklaşık %50'si boş olmalıdır [Suryanarayana, 2001]

2.2.6. Öğütme atmosferi

Öğütme atmosferinin esas etkisi tozun kirlenmesi ile ilgilidir. Bu yüzden, tozlar ya argon (Ar) ya da helyum (He) gibi asal gaz ile dolu kaplarda öğütülür. Yüksek saflıkta Ar tozların oksitlenmesini ve/veya kirlenmesini engellemek için en yaygın kullanılan atmosfer ortamıdır. Oksitlenmenin, azot atmosferinde genellikle engellenebileceği veya minimize edilebileceği yapılan araştırmalar sonucunda ortaya çıkmıştır [Suryanarayana, 2001]. Çoğunlukla, tozların küçük öğütme kaplarına doldurulması ve kaptan boşaltılması atmosfer kontrollü hacim içerisinde gerçekleştirilir.

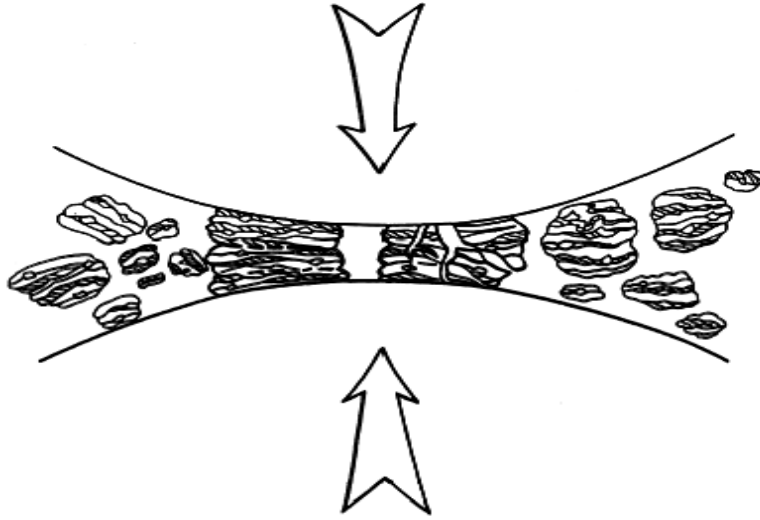
Özel amaçlar için farklı öğütme atmosferleri kullanılabilir. Nitrür bileşikleri üretmek için azot (N) ve amonyak (NH₃) atmosferi kullanılmıştır. Hidrür bileşikleri üretmek için H₂ atmosferi kullanılmıştır. Özellikle tozlar normal havada reaktif ise, öğütme kabının içerisinde normal havanın olması tozda oksitleri ve/veya nitrürleme oluşturur. Bu yüzden, öğütme sırasında inert bir atmosfer kullanılır.

2.2.7. Öğütme sıcaklığı

Difüzyon işlemi, son ürün fazı katı çözelti, intermetalik faz, nano yapı veya amorf faz olup olmadığına bakmaksızın, alaşım fazlarının oluşmasında gerekli olduğundan dolayı, öğütme sıcaklığı herhangi bir alaşım sisteminde önemli bir etkiye sahiptir. Öğütme sıcaklığı üzerine çok az araştırma yapılmıştır. Bu çalışmalar düşük sıcaklık için öğütme kabına ya sıvı azot damlatılarak ya da öğütme sıcaklığını artırmak için elektrikle ısıtarak yapılmıştır. Bu araştırmalar, mekanik alaşımlama miktarındaki değişmelere öğütme sıcaklığının etkisini incelemek veya farklı sıcaklıklarda ya amorf faz ya da nano kristal yapı biçimlerini belirlemek amacıyla yapılmıştır. Nano kristallerin oluşmasında, daha yüksek sıcaklıklarda öğütülen malzemeler için, malzemede etkili gerilim daha düşük ve toz boyutunun daha büyük olduğu kaydedilmiştir [Suryanarayana, 2001].

2.3. Boyut Küçültme, Katı Faz Reaksiyonları ve Mekanik Alaşımlama İşlemlerinin Mekanizması

Boyut küçültme, katı faz reaksiyonları ve mekanik alaşımlama işlemlerinde, tekrarlı deformasyon-kaynaklanma-kırılma mekanizması yoluyla homojen karışım elde etmek için malzeme transferini kapsayan toz karışımlarının birlikte öğütülmesi işlemidir [Fogagnolo, 2003]. İki çelik bilyanın çarpışması esnasında tozların bir kısmı bu bilyaların arasında kalır. Genellikle, toplam ağırlığın 0,2 miligramı her çarpışma esnasında bilyaların arasına hapsolür. Bilya-toz-bilya ve bilya-toz-kap duvarı çarpışmalarında ve parçacık kırılmalarında temiz yüzeyler ortaya çıkarmaktadır. Şekil 2.1.'de katı faz reaksiyonları sırasında bilya-toz-bilya çarpışması şematik olarak gösterilmiştir [Suryanarayana, 2001].



Şekil 2.1. Boyut küçültme, katı faz reaksiyonları ve mekanik alaşımlama işlemleri sırasında bilya-toz-bilya çarpışması [Suryanarayana, 2001]

2.4. Mekanokimyasal Reaksiyonlar ve Özellikleri

Çalışmamızın amaçlarından biri olan RAM üretimi ve katkılarla geliştirilmesi için Katı faz reaksiyonu yani mekanokimyasal reaksiyon ile metal fazlı RAM üretilmektedir. Mekanokimyasal prosesler; organik ve inorganik malzeme sentezlerinde, alaşımların, seramiklerin ve nanokompozitlerin üretiminde ve alaşımların aktivasyonunda kullanılır. Metalurji sistemlerinde bu proseslere mekanik alaşımlama da denilmektedir. Mekanokimyasal reaksiyonlar genellikle yüksek enerjili bilyalı öğütücülerde yürütülmektedir. Bunlar; salınlımlı tip öğütücüler, planeter öğütücüler ve attritörlerdir. Bu öğütücüler, birçok toz karışımının kimyasal reaksiyonunu sağlar ve geleneksel yöntemlerle üretilmeyen yarı kararlı ve nadir bulunan malzemelerin üretilmesinde de kullanılır. Yüksek aktivasyon enerjisi gereken bazı sistemlerde öğütme işleminin hemen başında reaksiyon gerçekleşmez. Ancak belli bir süre sonunda partikül boyutu küçülür, bileşikler karışır ve kimyasal olarak aktif yörelerin sayısı arttıkça reaksiyon oluşmaya başlar [Takacs, 2002; Takacs ve Sepelak, 2004].

Schaffer ve McCormick tozları tutuşma sıcaklığına göre karakterize etmektedir. Tutuşma sıcaklığı, T_{ig} , reaksiyonun ısınmayla birlikte başladığı sıcaklıktır. İki bilya çarpıştığında veya reaktörün duvarlarına çarptıklarında oluşan kinetik enerji arada kalan tozun sıcaklığının arttırılmasında kullanılır. Bu çarpışmalar sonucunda ulaşılabilen en yüksek sıcaklık ise T_m olarak adlandırılır. Eğer $T_{ig} < T_m$ ise, reaksiyon ilk çarpışma ile başlar. Genellikle $T_{ig} > T_m$ ise, reaksiyon hemen başlamaz; ancak öğütme işlemi sonucunda T_{ig} düşer. Bunu etkileyen faktörleri; partikül boyutunun küçültülmesi, kimyasal olarak aktif yörelerin oluşması, yeni oluşan ara yüzeylerin hızlı difüzyon yolları oluşturması vb. olarak sıralayabiliriz [Takacs, 2002].

Öğütücünün verimini etkileyen başlıca faktörler; öğütücü tipi, hızı veya frekansı, şekli, boyutu, öğütülen malzemenin çeşidi, sıcaklık ve basınçtır. Dolayısıyla, mekanokimyasal sürecin kinetiğini tahmin etmek zordur. Eğer bilyalar bağımsız hareket ediyorsa ve çarpma hızları sadece öğütücünün hareketine bağlıysa, belirli bir öğütücünün birim kütle başına absorplayebileceği enerji miktarı genellikle bilya toz oranı ile orantılıdır. Eğer tutuşma süresi bilya toz oranı ile orantılıysa da bilya-bilya etkileşimi ihmal edilebilir. Bu durumda öğütücünün verimini karakterize etmek için en uygun yol birim kütle başına absorpladığı enerjiyi kullanmaktır. Birim kütle başına absorpladığı enerji, tutuşma süresine karşı toz:bilya kütle oranının grafiğinin eğimi ile ters orantılıdır [Takacs ve Sepelak, 2004].

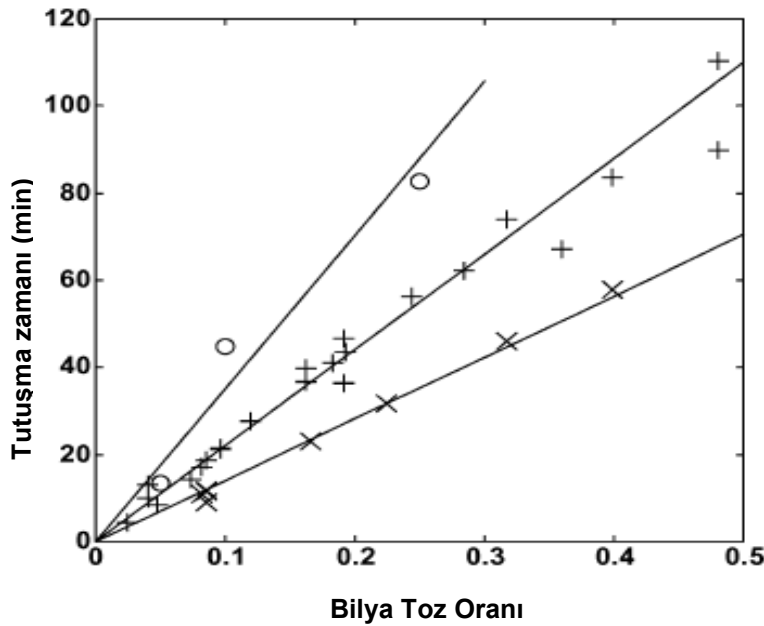
Temel öğütme işlemi reaktörün iç yüzeyi ile ve birbirine çarpan bilyalar arasında kalan toza uygulanır. Bunun yanı sıra öğütme işlemi çarpışan bilyaların basıncı ve kayma gerilimi sonucunda da olur. SPEX 8000 öğütücüsü için farklı birçok reaktör mevcuttur. Bu reaktörler genelde silindir biçiminde yapılmıştır. Silindir biçimli olan reaktörlerin üst ve alt köşe kısımlarında, bilya çapları küçük seçilse bile, öğütülen malzemenin bir kısmının bu kısımlarda biriktiği ve öğütülmeden kaldığı tespit edilmiştir. Bu bakımdan SPEX 8000 reaktörlerinden en kullanışlı olanı sertleştirilmiş çelikten üretilen köşeleri yuvarlatılmış olan reaktördür. Bu reaktörün avantajı;

öğütücü bilyalar reaktörün iç yüzeyindeki her noktaya çarpar, böylece işlenmemiş tozun kalacağı ölü hacim olmaz. Ancak bu reaktörün dezavantajı da; bilyalar reaktörün iç yüzeyine vurmak yerine kayma hareketi yapabilir, bu da öğütme şiddetini azaltır. Ayrıca bilyalar reaktörün iç yüzeyinde 8 şeklinde yuvarlanma hareketi yapabilirler; ama bunlar daha çok tek veya iki bilya kullanıldığında ya da toz miktarı çok az olduğunda gerçekleşir. Yuvarlatılmış köşeli reaktörlerin diğer bir dezavantajı da ağırlıklarının fazla olmasıdır (yaklaşık 0,8 kg). Köşeli reaktörler bunlara göre %30 daha hafiftir, ancak bunların köşelerinde biriken tozların işlenmeden kalma olasılığı yüksektir. Reaktörler ve bilyalar demir etkileşiminin istenmediği durumlarda alümina, tungsten karbür vb. malzemelerden de yapılabilir [Takacs, 2002]. Çizelge 2.1.'de SPEX 8000 Karıştırıcı Öğütücü ile kullanılabilecek reaktörlerin fotoğrafları ve özellikleri verilmiştir.

SPEX 8000'de reaksiyona başlamadan önce seçilmesi gereken en önemli parametreler; bilyaların sayısı, boyutu ve toplam toz kütlesidir. Birçok araştırmacı SPEX 8000 kullandığında bilyaların toz kütlesine oranını 10:1 olarak kullanmıştır. Bu oran öğütücü tiplerine göre farklılık gösterebilir örneğin düzlemsel atritör kullananlarda daha fazladır. Genellikle toz miktarı da birkaç gram olacak şekilde seçilmiştir. Bu koşullar birçok reaksiyon için iyi sonuçlar vermiştir [Takacs, 2002].

2004 yılında Takacs ve Spelak tarafından yapılan çalışmada, yuvarlak köşeli reaktör ve düz köşeli reaktörlü SPEX 8000 karıştırıcı/öğütücü ve Fritsch Pulverisette-6 döner öğütücülerin bağıl verimlerini ölçmek için Zn ve S toz karışımının mekanik olarak başlatılmış kendiliğinden yürüyen reaksiyonu (MSR) seçilmiştir. SPEX 8000 ile yuvarlak ve düz köşeli çelik reaktörler ile iki set deney yapılmıştır. Çelik bilyalar için on tane 6,35 mm, üç tane 12,7 mm, altı 9,5 mm ve oniki tane 6,35 mm bilyalardan oluşan çeşitli kombinasyonlar denenmiştir. Doldurma oranı $p = 0,024$, $p = 0,48$ arasında, tozun kütlesi ise 1 - 10 gr arasında değiştirilmiştir. Sonuçlar düz ve yuvarlak köşeli reaktörler için sırasıyla "x" ve "+" işaretleri ile Şekil 2.2.'de göstermiştir. Noktalar arasından

ve orijinden geçen düz çizgiler göz önüne alındığında yuvarlak köşeli reaktör için $t_{ig} = 220p$ (dak), düz köşeli reaktör için $t_{ig} = 140p$ (dak) olarak belirlenmiştir. P-6 dairesel öğütücü için yapılan deneylerde 150 cm^3 'lük paslanmaz çelik kap ve 5 mm'lik bilyalar kullanılmıştır. Deneylerde 10 g toz atmosferik koşullarda ve 550 rpm devir altında gerçekleştirilmiştir. Yuvarlaklara en yakın yerden ve orijinden geçen çizgiye bakıldığında en iyi tutuşma zamanı $t_{ig}=350p$ (dak) olarak ölçülmüştür. Özet olarak, tutuşma zamanı her bir ekipman için toz- bilya kütle oranı ile doğru orantılı olduğu tespit edilmiştir. SPEX 8000 karıştırıcı/öğütücü ile yapılan deneyler sonucu düz köşeli reaktörün yuvarlak köşeli reaktöre göre tutuşma zamanı 1,57 kat daha hızlı olduğu belirlenmiştir. Uygulanan koşullar altında Fritsch P-6 döner değirmenin 2,5 kat daha fazla tutuşma zamanına ihtiyaç duyduğu görülmüştür [Takacs ve Sepelak, 2004].



Şekil 2.2. Zn ve S reaksiyonu için tutuşma zamanının bilya toz oranına göre değişimi (SPEX 8000 karıştırıcı öğütücüden elde edilen sonuçlar düz ve yuvarlak köşeli reaktörler ve Fritsch P-6 öğütücü için sırasıyla "x", "+" ve "o" işaretleriyle gösterilmiştir.) [Takacs ve Sepelak, 2004]

SPEX 8000 Karıştırıcı Öğütücüye ait reaktörler incelendiğinde en büyük boyutlu reaktörün 6 cm çapında, 7,62 cm uzunluğunda ve en büyük reaktörün öğütme hacminin de 65 ml olduğu görülmektedir.

Çizelge 2.1. SPEX 8000 Karıştırıcı Öğütücüye ait reaktörler [8000M Mixer/Mill Operating Manual, 2003]

REAKTÖR ADI	FOTOĞRAFI	ÖZELLİKLERİ
Yuvarlak Köşeli Sertleştirilmiş Reaktör Seti		6 cm çapında, 7,62 cm boyunda ve 35 ml hacminde silindirik reaktör
Paslanmaz Çelik Reaktör Seti		5,7 cm çapında, 7,62 cm boyunda ve 65 ml hacminde silindirik reaktör
Zirkonyum Seramik Reaktör Seti		6,35 cm çapında, 6,8 cm boyunda ve 45 ml hacminde silindirik reaktör
Çelik Kaplamalı Tungsten Karbür Reaktör Seti		5,7 cm çapında, 6,35 cm boyunda ve 55 ml hacminde silindirik reaktör
Tungsten Karbür Reaktör Seti		5,7 cm çapında, 6,35 cm boyunda ve 55 ml hacminde silindirik reaktör
8001 Sertleştirilmiş Çelik Reaktör Seti		5,7 cm çapında, 7,2 cm boyunda ve 65 ml hacminde silindirik reaktör.

3. RADAR ABSORPSİYON MALZEMESİ VE KATKILARLA ABSORPLAYICI MALZEMENİN GELİŞTİRİLMESİ

3.1. Radar Absorpsiyon Malzemeleri

RAM; belli frekans aralıklarında, radarlardan ya da diğer cihazlardan yayılan elektromanyetik dalgaların bir kısmının absorplanması amacıyla kullanılan malzemelere denilir. Zaman içerisinde RAM farklı alanlarda kullanılmak üzere değişik üretim metotları ile farklı yapılarda üretilmiş ve geliştirilmiştir. Kullanım alanları; yüksek frekans (GHz) band aralığında mikrodalga radyasyonuna sahip sistemler, iletişim teknolojisinde ve veri işleme amaçlı olarak yaygın olarak kullanılan kablosuz iletişim sistemleri gibi cihazların yol açtığı elektronik kirliliği azaltma, elektronik cihazlarda elektromanyetik (EM) dalgaların yol açtığı bozulmaları önlemek ve askeri amaçlı kullanılan araçların radar kesit alanlarının azaltılması ve böylece savunma radarları tarafından algılanılmasını engellemek amaçlı uygulamalar olarak sıralanabilir.

Geçmişten günümüze kadar farklı yapılarda RAM üretilmiştir. Bunlar arasında boya içerisine katkılanan metal tozlar, polimer ya da kauçuk yapı içerisine katkılanan hayvan kılları, grafit-metal toz kompozitlerinden oluşan sistemler, manyetik metal katkılı spinel ferritler (Ni, Co, Mn) olarak sıralanabilir. Son yıllarda yapılan çalışmaların ağırlık olarak Spinel ferritlerden, NiCuZn/Co ferritlerle ilgili olduğu görülmektedir [Kagotania ve ark., 2005]. Yüksek frekanslarda (>10 MHz) manyetik katkı olarak Ni, Co, Mn metallerin geniş bantta elektromanyetik dalga soğurucu özelliğini arttırdığı için Spinel ferritin kullanılmaktadır. Metal katkılar NiZn ferrit yapıların elektriksel direncini ve manyetik doygunluğunu artırarak elektromanyetik özelliklerini düzenlemek için kullanılırlar. Ayrıca Ferrit-Polimer kompozit yapılar; ağırlık olarak hafif, düşük maliyetli ve uygulanabilirliklerinin kolay olmasından dolayı absorplayici malzeme olarak kullanılmaktadır [Peng ve ark., 2005]. Bunların dışında savunma sanayinde; savunma radarlarından kaçmak amacıyla en yaygın kullanılan RAM, metal fazlı absorplayicilerdir.

Örneğin F-117A Yarasa savaş uçağı ve B-2 Northrop bombardıman uçağında metal fazlı demir silisyum RAM olarak kullanılmaktadır.

RAM için karakteristik temel uygulanabilirlik gereksinimler öncelikli olarak; uygulanan frekans aralığı ve açı değerlerinde gelen dalgayı mümkün olabildiğince düşük oranda yansıtmalı yani yüksek absorpsiyon özelliğı göstermeli, kirlilik ve nem bulundurmamalı, hafif olmalı, hedeflenen frekansta ve uygun kalınlık değerlerinde yüksek manyetik doygunluğa, yüksek elektriksel dirence sahip olmalı, izin verilen kalınlık değerinde azami güç kaybını sağlamalı ve çevresel şartlara karşı dirençli bir yapıya sahip olmalıdır. RAM, yansıtıcı ya da yansıtıcı olmayan yönler içerisinde yansımayı azaltmak için tasarlanırlar. Bu nedenle absorpsiyon yüzeylerin yapı olarak genellikle dielektrik ve manyetik malzemeler içerirler. RAM üzerine gelen elektromanyetik dalgayı yansıtması minimum düzeyde ve geçirgenliğı de düşük seviyeler de olursa o zaman malzemenin elektromanyetik dalgayı absorpladığı söylenebilir.

Radarın hedefi tespit edebilme yeteneğı; radar kesit alanı cinsinden hesaplanır. Radar kesit alanı hedefin boyutuna, şekline, hangi malzemeden üretildiğıne bağılı olarak gönderilen ve yansıyan dalganın oranı olarak belirlenir.

Küçük boyuttaki malzemelerde Rayleigh saçılması oluşur. Büyük hedeflerde ise; optik saçılmanın yanı sıra geometrik kırınım teorisi de kullanılarak radar kesit alanı hesaplanır. Radar kesit alanını azaltmak için dört yöntem kullanılır; şekillendirme, aktif yükleme, pasif yükleme ve dağıtılmış yükleme. Geniş bant aralığında absorpsiyon olması için malzemeyi değışik şekil ve yapılarda birleştirmişlerdir. Bu yapılar; piramit şekli, çok katmanlı ve tek katmanlı kaplamalar olarak sıralanabilir [Saville, 2005].

3.2. Radar Absorpsiyon Malzemelerin (RAM) Tarihçesi

Elektromanyetik dalga absorplayıcı malzeme konusundaki ilk araştırmalar 1930'da başlamış ve araştırmalar sonucunda ilk patent 1936'da Hollanda'da alınmıştır. İlk RAM üretiminde hammadde olarak karbon siyahı ve titanyum oksit kullanılmıştır. Denizaltıların radarda tespit edilmemesi amacıyla II. Dünya Savaşı sırasında Almanlar tarafından çalışmalar yapılmıştır, bu dönemde karbonil demir tozu 0,3 inch kalınlığında kauçuk levhalar içerisine emdirilerek "Wesch malzeme" adı verilen RAM geliştirilmiştir. Aynı dönemde USA'da, MX-140 olarak bilinen, X-bandı rezonansı için 0,025 inch kalınlığında RAM üretilmiştir. Kauçuk matriks içerisine gömülen, alüminyum parçacıkları ve karbon siyahı ile yüksek dielektrik sabit sağlanmıştır. Böylece bu malzeme, elektromanyetik yansımada 15-20 dB absorplama sağlamıştır.

Savaş sonrası dönemde (1950-1960), mikrodalga absorplayıcı özellikleri dolayısıyla, karbon, demir oksit, toz haline getirilmiş demir ve grafit yoğun olarak araştırılmıştır. 1960-1970'de RAM yüzey kalınlıkları ferrit partiküller kullanılarak azaltılmıştır. 1980'den günümüze kadar ise karbon siyahı, karbonil demir, ferrit, nano çubuklar, teller ve kürelerden oluşan yapay dielektrik malzemeler ve iletken polimerler yoğun olarak çalışılmaktadır. Bu çalışmaların yanında metal fazlı RAM olarak demir oksit, toz demir, toz alüminyum ve bakır, çelik yün, krom nikel alaşımları ve metal teller de kullanılmaktadır [Saville, 2005].

Metal fazlı RAM olarak kullanılan demir, ferromanyetik bir malzeme olup, diğer RAM'a göre manyetik özelliklerinden dolayı daha ince kaplama kalınlığı ile istenilen absorpsiyon değerine ulaşmaktadır. Bu özelliği nedeniyle yüzey kaplamaları ve boya uygulamaları için uygun bir malzemedir [Vinoy ve Jha, 1995]. Metal fazlı RAM absorpsiyon özelliği içeriğindeki ferromanyetik malzemelerden gelmektedir.

3.3. Mıknatıslanma ve Histerisiz Eğrisi

Ferromanyetik malzemelerin en önemli özellikleri kolay mıknatıslanabilmeleridir. Mıknatıslanma olayı da Histerisiz eğrisi ile açıklanmaktadır.

Manyetik alandaki manyetik malzemedeki manyetik akı oluşumu mıknatıslanma olarak tarif edilir. Mıknatıslanma değeri manyetik geçirgenlik ile ölçülür. Manyetik malzemelerde önemli bir kavram o malzemenin manyetik geçirgenliğidir. Manyetik akı yoğunluğu ile manyetik alan şiddeti değişimlerinin oranı manyetik geçirgenlik olarak adlandırılır ve Eş. 3.1 ile ifade edilir.

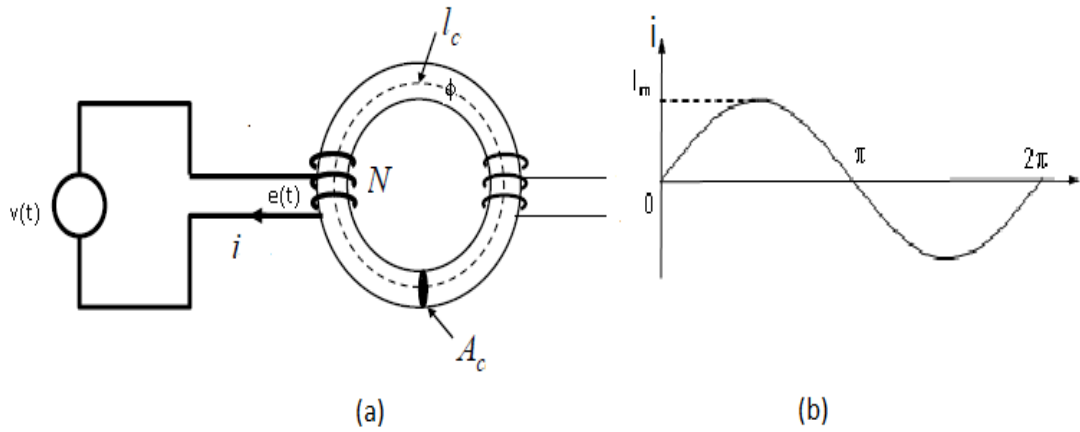
$$\mu = \frac{dB}{dH} \quad (3.1)$$

Burada B akı yoğunluğu (T), μ manyetik geçirgenlik (H/m), ve H ise manyetik alan şiddetidir (A/m). Boşluk için olan manyetik geçirgenlik μ_0 ($\mu_0 = 4 \pi 10^{-7}$ H/m) ile manyetik malzemenin bağıl manyetik geçirgenliği μ_r ifadesini çarparsak oluşan manyetik geçirgenlik Eş. 3.2 ile ifade edilir.

$$\mu = \mu_0 \cdot \mu_r \quad (3.2)$$

Şekil 4.1.a'da gösterilen N sarımlı toroit çekirdeğin başlangıçta kalıcı mıknatıslığının sıfır olduğunu düşünelim. Eğer i indüklemeye akımı (Şekil 3.1.b) sıfırdan itibaren I_m tepe değerine kadar arttırılacak olursak, manyetik alan şiddeti H de artacak ve H_m değerini alacaktır (Şekil 3.2.). Çünkü manyetik alan şiddeti akımla doğrusal artış gösterir. Fakat akı yoğunluğu B , bu artışa doğrusal cevap veremez ve Şekil 3.2.'de gösterilen OA yolunu izler. Eğer akım değeri I_m tepe değerinden sıfır değerine getirilirse manyetik alan şiddeti de sıfır değerine düşer fakat manyetik akı yoğunluğu AB yolunu izleyerek B_r değerinde kalır. B_r 'ye artık mıknatıslık denir. Bu sefer akım sıfırdan $-I_m$ değerine arttırıldığında manyetik alan şiddeti de $-H_m$ değerine çıkar ve akı

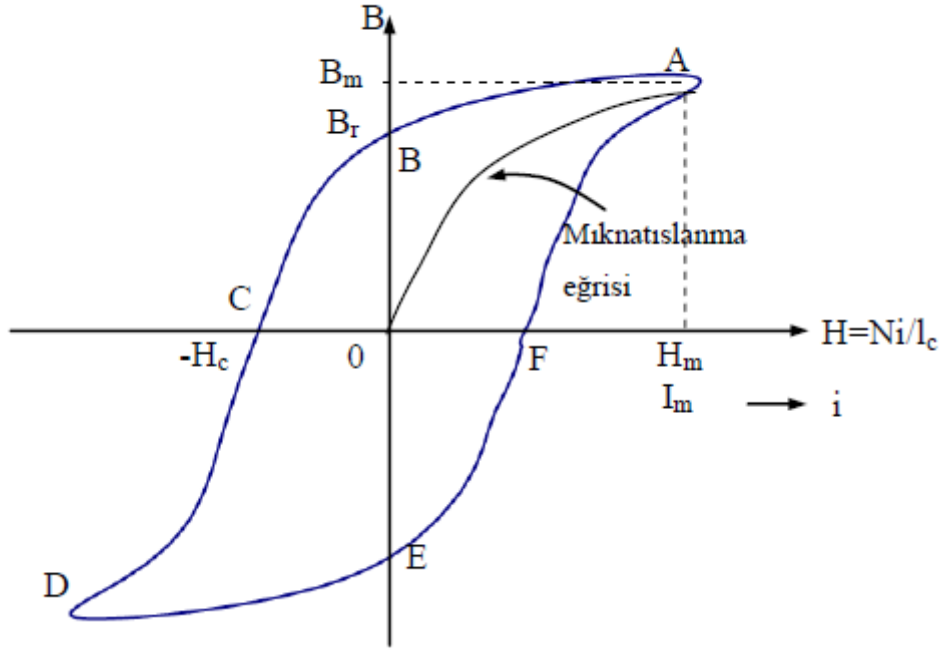
yoğunluğu BCE yolunu izleyerek $-B_m$ değerini alır. Manyetik akı yoğunluğunun sıfır olduğu H_c değerine koersivite (giderme) manyetik alanı denir. Manyetik alan, azaltıldığında akı yoğunluğu DEF yolunu izler. Artık akım ikinci periyoda başladığında akı yoğunluğu 0A yolunu izlemez, FA yolunu izler ve ilk periyotta kapalı eğri oluşmaz.



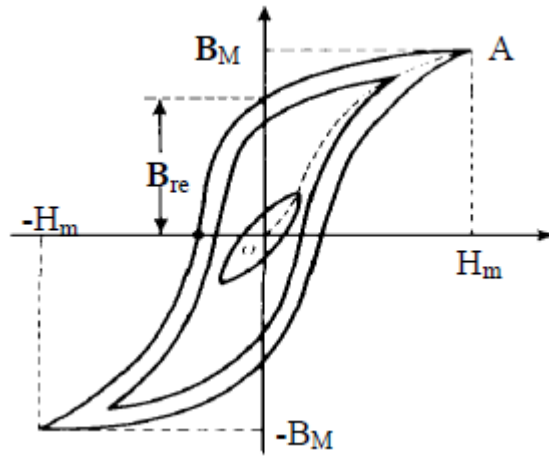
Şekil 3.1. Mıknatıslanma olayı, a) N sarımlı toroit çekirdek, b) İndükleme akımı [Demir, 2012]

Şekil 3.2.'deki eğri birkaç periyottan sonra oluşur. Meydana gelen bu kapalı eğriye histerisiz eğrisi denir. Şekil 3.2.'den anlaşılacağı gibi manyetik akı yoğunluğu $B(t)$, manyetik alan şiddeti $H(t)$ ' deki değişimin gerisinde kalır, aralarında doğrusal olmayan durum oluşur. Manyetik malzemelerde görülen bu olaya histerisiz denir.

Değişik birçok histerisiz eğrileri elde etmek için akımın genliğini yani manyetik alan şiddetini değiştirmelidir. Böylece Şekil 3.2.'deki gibi birçok histerisiz çevrimi oluşturulabilir. Bu eğrilerin uç noktalarının birleştirilmesiyle Şekil 3.2.'de ve Şekil 3.3.'de gösterilen 0A mıknatıslanma eğrisi elde edilir. Mıknatıslanmamış bir çekirdek mıknatıslanarak mıknatıslanma eğrisini takip edersek histerisiz eğrisine ulaşılır [Demir, 2012].



Şekil 3.2. Histerisiz ve mıknatıslanma eğrisi [Demir, 2012]



Şekil 3.3. Manyetik alan şiddetinin değişimiyle oluşan histerisiz eğrileri [Demir, 2012]

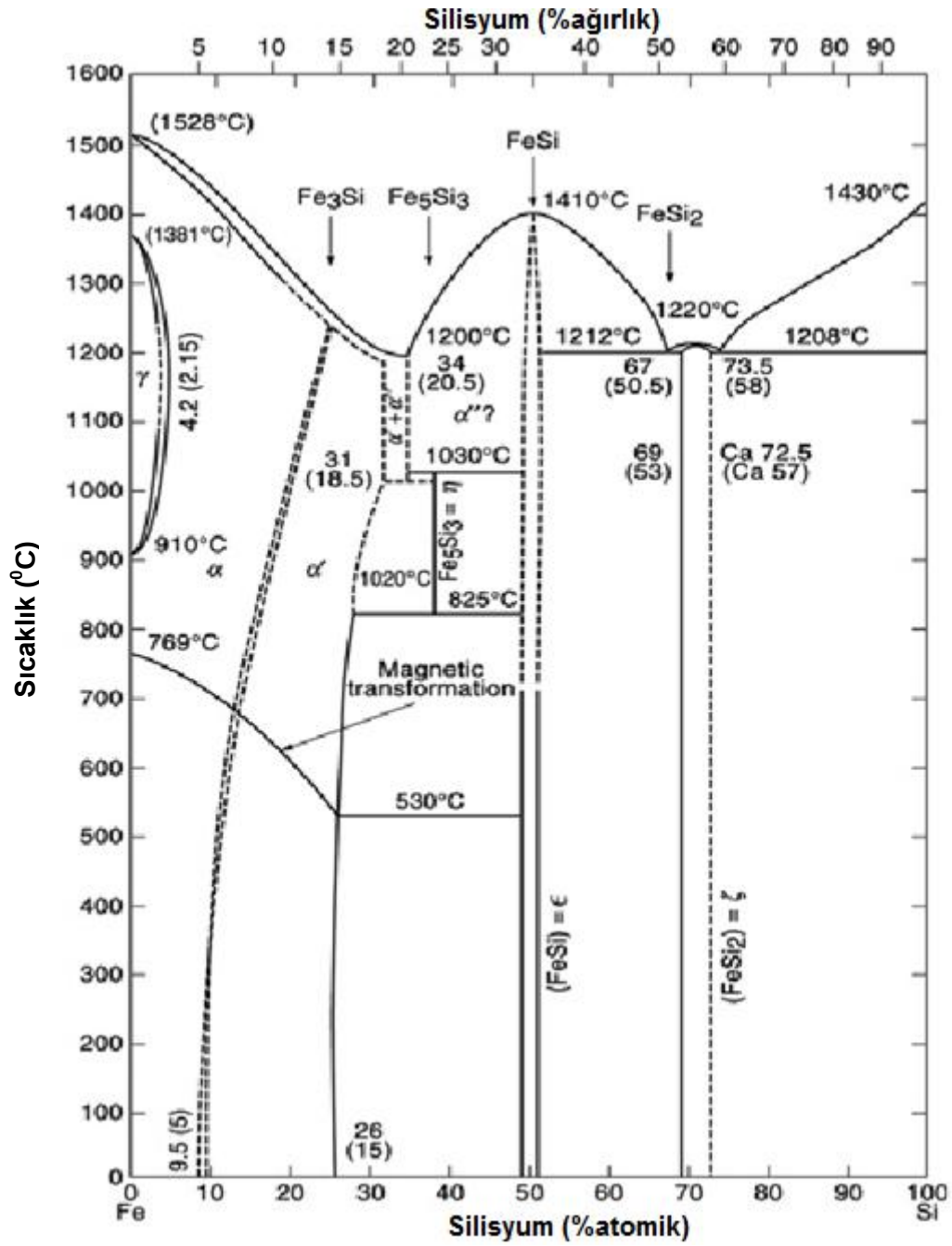
3.4. Demir Silisyum ve Katkılarla Özelliklerinin Geliştirilmesi

3.4.1. Demir Silisyum bileşikleri ve özellikleri

Fe_3Si , Fe_5Si_3 , Fe_2Si , FeSi ($\epsilon\text{-FeSi}$) ve FeSi_2 olmak üzere 5 adet demir silisyum bileşiği mevcuttur. Demir silisyum faz diyagramı Şekil 3.4.'de verilmiştir. Silisyumca zengin FeSi_2 bileşiği iki ayrı kristal yapıda bulunur; yüksek sıcaklıklarda tetragonal metalik faz ($\alpha\text{-FeSi}_2$) ve düşük sıcaklıklarda ortorombik yarı iletken faz ($\beta\text{-FeSi}_2$). $\alpha\text{-FeSi}_2$ fazı 950°C ve üzeri sıcaklıklarda kararlı olması ile bilinmektedir. $\beta\text{-FeSi}_2$ bileşiği yarı iletken olup dünya kabuğunda doğal formda %5-26 oranında bulunmaktadır. $\beta\text{-FeSi}_2$ bileşiği iyi bir yarı iletken malzeme olup yüksek optik absorpsiyon kapasitesine sahiptir. Bu bileşik silikon bazlı LED uygulamalarında da kullanılabilir. Ayrıca yüksek sıcaklıklarda fiziksel ve kimyasal kararlılığı iyidir. Demirce zengin Fe_3Si , Fe_2Si ve Fe_5Si_3 bileşikleri de oda sıcaklığında ferromanyetik yapıdadır. Nanoboyutlardaki Fe_3Si ve Fe_5Si_3 oda sıcaklığında ferromanyetik olması bu malzemelerin spintronikte de kullanılması için olanak sağlamaktır. Fe_5Si_3 825°C altındaki sıcaklıklarda yarı kararlı bileşik olup dış manyetik alan varlığında malzemenin elektrik direncini azaltabilmektedir. Stokiyometrik demir silisyum yani FeSi ; termodinamik açıdan en kararlı Fe-Si fazıdır ve hiç f elektronu olmayan bilinen ilk Kondo yalıtkanıdır [Kolel-Veetil ve Keller, 2010].

Demir silisyum bileşikleri yumuşak manyetik malzemeler olarak bilinir ve silisyumun demir içine girmesiyle koersivite azalır. Yumuşak manyetik malzemeler, düşük koersivite (H_c) ve yüksek manyetik geçirgenlik özellikleri ile karakterize edilirler [Ding ve ark., 2001]. Ayrıca Feng tarafından yapılan çalışmada RAM için yüksek geçirgenlik (μ_r) değeri istendiği belirtilmektedir. [Feng ve Qiu, 2012]. Bu ifadeler doğrultusunda Şekil 3.2. kullanılarak bir genelleme yapılırsa; ferromanyetik malzemeler için doygunluk manyetizasyonunun artması durumunda koersivitenin de artması beklenmektedir. Bununla birlikte manyetik geçirgenlik değeri; malzemenin

karakteristik özelliği olup manyetik akı yoğunluğu ile, manyetik alan şiddetinin (dolayısı ile koersivite) oranıdır (Eş. 3.1.). Bu hususlar doğrultusunda RAM olarak yüksek manyetik geçirgenlik değeri, düşük koersivite değeri ve yüksek doygunluk manyetizasyonuna sahip malzemelerin uygun olduğu söylenebilir.



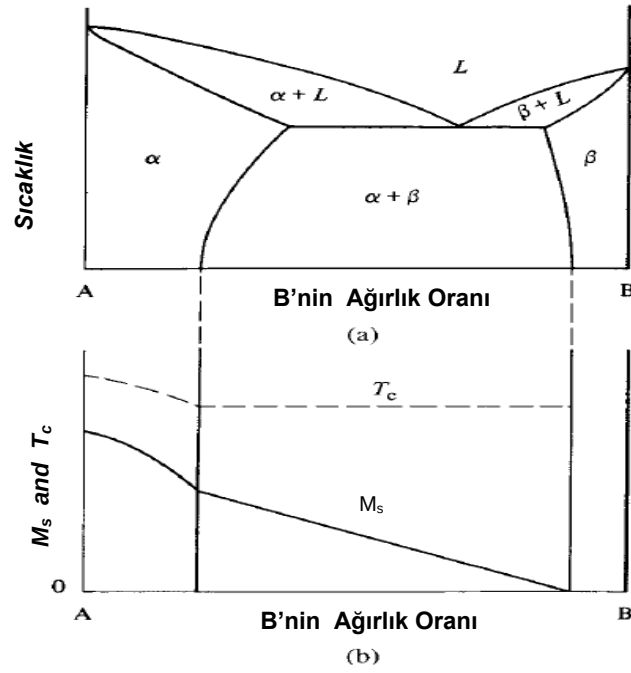
Şekil 3.4. Demir-silisyum faz diyagramı [Dosaj ve ark., 2001]

3.4.2. Demir Silisyuma eklenecek katkılar ve özellikleri

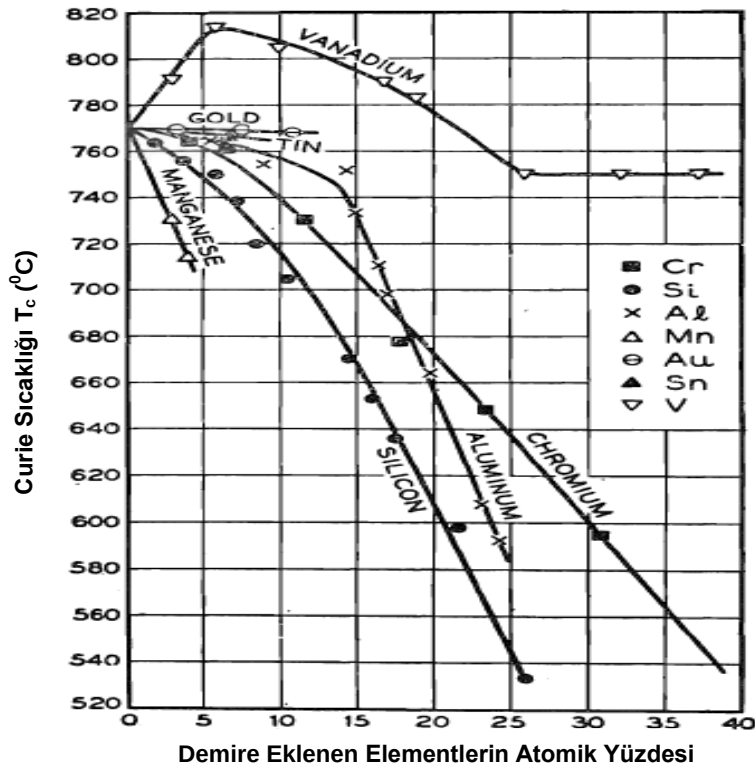
Demir silisyum içerisinde bulunan demir nedeniyle ferromanyetik bir malzemedir. Ferromanyetizma Fe, Co, ve Ni elementlerinin ikili ve üçlü alaşımları ya da bu elementlerin ferromanyetik olmayan elementlerle yaptıkları alaşımlarda bulunur. Bu nedenle alaşımların ferromanyetizması çok geniş bir konudur. İkili alaşımlar için;

- İki element arasındaki karşılıklı katı çözelti de, doygunluk manyetizasyonu (M_s) ve Curie sıcaklığının (T_c) kompozisyona bağlı olarak değişimleri öngörülemez.
- Bir alaşım iki faza sahip olması durumunda, kompozisyonun tamamındaki değişim sadece iki fazın bağıl miktarındaki değişimi kadardır, fakat her bir fazın kompozisyonu sabit kalır. Bu nedenle fazlardan biri ferromanyetik ise, alaşımın M_s , alaşıma eklenen elementin ağırlık yüzdesi ile orantılı olarak lineer olarak değişir ve T_c sabit kalır.

Yukarıda bahsi geçen durumlar Şekil 3.5.'de görülmektedir. A elementi ferromanyetik, bununla birlikte B elementince zengin β katı çözeltisi ise paramanyetik olarak kabul edilsin. α formundaki A katı çözeltisine B eklendiği durumda M_s ve T_c nin ikisinin birlikte azalması beklenir; ancak şekilde görüldüğü gibi M_s (veya T_c) eğrileri beklenildiği gibi değildir [Cullity ve Graham, 2009].



Şekil 3.5. (a) A ve B alaışımının teorik faz diyagramı, A elementi ferromanyetik, B elementi ise paramanyetikdir (b) M_s ve T_c değerlerinin kompozisyona bağlı olarak değişimi [Cullity ve Graham, 2009]



Şekil 3.6. Katkıların demir alaşımlarının Curie sıcaklığına etkisi [Gray, 1972]

Üretilecek RAM yüksek sıcaklıklarda kullanılması isteniyor ise bu katkıların belli oranların üzerinde eklenmemesi gerekmektedir. Eklenecek diğer katkılarla bu sıcaklığın biraz daha düşeceği öngörülmektedir. Demir silisyumun manyetik özelliklerinin çok düşmemesi ayrıca yüksek sıcaklıklarda da bu özelliklerini koruyabilmesi amacıyla öncelikle ferromanyetik malzemeler olan kobalt ve nikel elementlerinin yanında demir alaşımlarının vazgeçilmezi olan krom ve çok değişik özellikler sergileyen ve ülkemizde bol miktarda bulunan bor elementinin demir silisyuma katkı olarak eklenmesine karar verilmiştir.

Nikel Katkısı

Ni sembolü ile gösterilen, 4. Periyot 8B grubunda yer alan, atom numarası 28, bağıl atom kütlesi 58,6943, yoğunluğu $8,912 \text{ g/cm}^3$, ergime sıcaklığı 1455°C , kaynama sıcaklığı 2913°C olan nikel bir geçiş metalidir. Kristal yapısı kübik olup, gümüş renginde ve parlaktır [Maden Mühendisleri Odası, 2012].

Nikel aşınmaya karşı dayanıklı bir metaldir. 1000°C 'a kadar mekanik özelliklerini korur. Demir ve kobalt gibi oda sıcaklığında ferromanyetik özellik gösterir. Katıldığı alaşımların kimyasal etkilere karşı direncini artırma yönünde etkisi bulunmaktadır [Yalçın ve Gürü, 2006]. Nikel eklenmesi elektrik direncini arttırdığından eddy akım kayıplarını azaltmaktadır. Bunun yanı sıra nikel eklenmesi manyetik geçirgenliği ve doyumluk manyetizasyonunu da arttırmaktadır [Bahrami ve ark., 2006]. Dövülmeye ve şekillendirmeye uygun metalik özellikleri vardır ve bu sayede mekanokimyasal reaksiyonlarda kullanılabileceği literatürde yapılan çalışmalarda da görülmektedir.

Örneğin Hosseini ve Bahrami, tarafından yapılan çalışmada farklı kimyasal kompozisyonlarda Fe-Si-Ni nanokristal tozlarını mekanik alaşımlama yöntemiyle üreterek kimyasal kompozisyonun ve öğütme süresinin etkisini incelemişlerdir. Toz elementel Fe, Si, Ni (%99,9 saflıkta) kullanılmış olup

argon atmosferinde 700 rpm hızla Planetary öğütücüde işleme tabi tutulmuştur. Bilya toz oranı 10:1 seçilmiştir. Öncelikle farklı silisyum oranlarının etkisi ($\text{Fe}_{100-x}\text{Si}_x\text{Ni}_3$, $x = 10, 18, 25$) incelenmiştir. Silisyumun demir içinde difizyonu sonucunda bcc α -Fe yapısı bozulmuş ve $\text{Fe}_{100-x}\text{Si}_x\text{Ni}_3$ nano kristal yapısı oluşmuştur. Silisyum ve nikelin, demir kafesi içerisine gömülmesiyle mikro gerilmeler artmıştır. Nikelin etkisinin incelenmesi için $\text{Fe}_{100-x}\text{Si}_{10}\text{Ni}_x$ ($x=3, 5, 10$) kullanılmıştır. $x < 5$ için nikel demir kafesi içerisine girerek mikro gerilmeyi arttırdığı tespit edilmiştir. Ancak $x > 5$ değeri için nikelin demir kafes yapısı içerisine girmesinin zorlaştığı ve α -Fe XRD pik yüksekliği değişmediği gözlenmiştir. Bunun nedeni nikelin atomik çapının demir ve silisyumdan fazla olması ve iç gerilmenin çok artmış olmasıdır. En düşük H_c değeri $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{10}\text{Ni}_5$ (düşük Si, orta Ni) yapısı için elde edilmiştir. Yüksek Si ve Ni değerlerinde beklenin aksine H_c değerinin artmadığı belirlenmiştir. Kim ve arkadaşları; bunun yapı içindeki iç gerilmelerin öğütme ile artmasına bağlamıştır. Ayrıca yapılan çalışmada silisyumun, bileşiğin yapısının gevreklik ve sertliği artırırken nikelin ise topaklaşma oluşumunu arttırdığı gözlenmiştir [Hosseini ve Bahrami, 2005].

Bahrami ve arkadaşları ise $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{10}\text{Ni}_5$ yapısına farklı öğütme zamanlarının mikro yapı ve manyetik özelliklere etkisini araştırmışlardır. $\text{Fe}_{85}\text{Si}_{10}\text{Ni}_5$ (% atomik) oranlarda toz karışımı hazırlanarak argon atmosferinde çalışan Planetary değirmen (700 rpm) kullanılarak öğütülmüştür. Bilya toz oranı 10:1 olarak seçilmiştir. 35, 70 ve 100 saat öğütmenin ardından XRD, SEM ve 2,5 T alan uygulanarak titreşimli manyetiklik ölçer (VSM) ile ölçümleri yapılmıştır. Kristal boyutu Williamson-Hall yöntemiyle belirlenmiştir. Öğütme işlemi neticesinde 70 saate kadar kristal boyutu azalıp mikro gerilmenin (microstrain) arttığı, 70 saatten sonra tam tersi olduğu tespit edilmiştir. Yumuşak manyetik malzemeler düşük H_c (koersivite) yüksek M_s (manyetik doygunluk) değerleriyle karakterize edilir. Optimum manyetik özellikler (M_s ve H_c) 70 saat öğütmede elde edilmiştir. Ayrıca üretilen malzemenin 8-12 nm boyutunda olduğu ölçülmüştür [Bahrami ve ark., 2006].

Kobalt katkısı

Kobalt, Co, elektriksel konfigürasyonu 4.periyod, 9d grubunda yer alan metalik geçiş elementidir. Atom numarası 27, atom ağırlığı 58,93 ve yoğunluğu $8,90\text{g/cm}^3$ 'dür. Kobalt sert, parlak gümüş renginde ve kırılgan bir yapıya sahiptir. Davranış bakımından nikel ve demir ile benzerlik gösteren ferromanyetik bir metaldir. Hegzagonal yapıdaki kobalt, tüm sıcaklıklarda ferromanyetiktir; fakat kübik yapıdaki kobalt $1\ 121^\circ\text{C}$ 'de paramanyetik hale dönüşür. Manyetik geçirgenliği demirin yaklaşık olarak $2/3$ katıdır. Saf kobalt, oluşturduğu bileşiklerin alüminyum, karbon veya hidrojenle indirgenmesi sonucu elde edilir ve saf haldeyken bilinen en yüksek Curie sıcaklığına sahiptir ($1\ 121^\circ\text{C}$). Bu nedenle yüksek sıcaklıklarda manyetik özelliğe gereksinim duyulan malzemelerin yapısında kullanılır [Okudan, 2009]. Kobalt Curie sıcaklığının yüksek olması yani manyetik özelliklerini yüksek sıcaklıklara kadar koruyabilmesi nedeniyle literatürde değişik çalışmalarda kullanılmıştır.

Khajepour ve Sharafi tarafından yapılan çalışmada; $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ mekanik alaşımlama ile üretildikten sonra silisyum eklenerek Si etkisi ve öğütme zamanının etkisi incelenmiştir. $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ pleanetary öğütücüde 10 saat alaşımlandıktan sonra içine %6,5 ağı. silisyum eklenerek 1,4,8,10,20,35 ve 45 saat daha öğütme yapılmıştır. Bilya toz oranı 20:1 olarak belirlenmiştir. Yapılan çalışmada manyetik doygunluk değerleri; saf demir 188 emu/g, $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50}$ 225 emu/g, $\text{Fe}_{50}\text{Co}_{50} + \%6,5$ ağı. Si 188 emu/g olarak belirlenmiştir. Silisyum dimanyetik malzeme olduğu için doygunluk manyetikliğinde düşüş olmuştur; ancak ölçülen doygunluk manyetikliği diğer Fe-Si yapılarından daha yüksektir. Ayrıca minimum partikül boyutu silisyum eklendikten sonra 8 saat öğütme neticesinde elde edilmiştir [Khajepour ve Sharafi, 2011].

Wiggins ve arkadaşları tarafından yapılan diğer bir çalışmada diffüzyon metoduyla Fe_5Si_3 , Fe_2Si ve Fe_3Si üretmişlerdir. Bu çalışmalar sonucunda 1999 yılında aldıkları patentte de, karbonil yapısında bulunan kobaltın Curie

sıcaklığını arttırarak yüksek sıcaklık uygulamaları için uygun hale getirirken tozun absorpsiyon etkisini azalttığını belirtmişlerdir [Wiggins ve Drennan, 1999].

Liu ve akadařları tarafından %99,9 saflıkta Fe, Co, Ni, B ve ön alařımlanmıř Zr-Ni tozları planetary öđütücüde 18-27 saat işleme tabii tutularak amorf yapıda çok bileřenli $(Fe_{1-x-y}Co_yNi_x)_{70}Zr_{10}B_{20}$ ($x=0,1-0,4$, $y=0-0,1-0,3$) alařım sistemi elde edilmiřtir. Karıřtırılan kristal fazlı bařlangıç tozları 6 saatlik öđütme sonucunda tekli nanokristallize olmuř doygun α -Fe fazına dönüřmüřtür. Artan öđütme sürelerinde öđütülen tozlarda amorf yapı artarak daha az kristalli bir yapı oluřmuřtur. Kobalt içermeyen $(Fe_{1-x}Ni_x)_{70}Zr_{10}B_{20}$ ($x=0,1-0,2-0,4$) alařımı ve kobalt içeren $(Fe_{0,6}Co_{0,1}Ni_{0,3})_{70}Zr_{10}B_{20}$ alařımı 18 saat süre sonunda büyük ölçüde amorf yapıya dönüřmüřtür. Kobalt içermeyen $(Fe_{1-x}Ni_x)_{70}Zr_{10}B_{20}$ ($x=0,3$) alařımı zengin bor fazlı ve amorf yapıya 18 saat öđütme sonucunda ulařmıřtır. Ancak düřük Ni/Co oranına sahip olan kobalt içerikli $(Fe_{0,6}Co_{0,1}Ni_{0,3})_{70}Zr_{10}B_{20}$ ve $(Fe_{0,8}Co_{0,1}Ni_{0,1})_{70}Zr_{10}B_{20}$ alařımları 27 saatlik öđütme sonucunda bile amorf yapıya ulaşamadıkları tespit edilmiřtir. Öđütölerek amorf yapıya dönüřmüř tüm tozların camsı geçiř sıcaklıkları ve kristallenme sıcaklıkları sırasıyla 544–577 K ve 579–619K aralığında deđiřmiřtir [Liu ve ark., 2001].

Krom katkısı

Kimyasal simgesi Cr olan kromun, atom ağırlığı 51,996, özgül ağırlığı 7,2 g/cm³ (20°C), erime noktası 1 857°C, kaynama noktası 2 672°C'dır [Kıdıman, 2009]. Yüksek erime ve kaynama sıcaklıklarına sahip olan kromun demir alařımlarında sık sık karřımıza çıkmaktadır. Demir alařımına eklenen kromun alařımın aşınma direncini ve tokluğunu arttırdığı bilinmektedir. Bu nedenlerle demir alařımlarında sıkça kullanılmaktadır. Bununla birlikte krom katkılı demirlerle ilgili literatürde deđiřik çalıřmalar bulunmaktadır.

Örneğin Bensebaa ve arkadaşları; Fe, Si, ve Cr tozlarından (%99,9 saflıkta) başlayarak Frist Pulverisett planetary bilyalı öğütücü (300 rpm) kullanarak $\text{Fe}_{80}\text{Si}_{10}\text{Cr}_{10}$ üretimi yapmışlardır. Çalışmalarının amacı; $\text{Fe}_{80}\text{Si}_{10}\text{Cr}_{10}$ nanoyapısının manyetik ve yapısal özelliklerinin incelenmesidir. Bilya: toz oranını 17:1 olarak kullanılmıştır. Yapılan XRD analizinde; öğütme zamanı arttıkça demir kafes yapısının içinde Cr ve Si çözündüğü ve bcc faz pikinin azaldığı tespit edilmiştir. 15 saat sonunda 20 nm boyutlarında üretim sağlanmıştır. Ayrıca M_s değerinin öğütme süresiyle ters orantılı arttığı tespit edilmiştir (4 saatlik öğütme neticesinde 167,4 emu/g). Yapılan Mössbauer spektroskopisinde iki faz olduğu belirlenmiştir; bunlar ferromanyetik α -Fe(SiCr) ve paramanyetik Cr ve Si fazlarıdır [Bensebaa ve ark., 2009].

Turtelli ve arkadaşları ise, değişik krom katkı oranlarının Cr-Fe-Si alaşımlarında yapısal ve manyetik özelliklere etkisini incelemişlerdir. $\text{Fe}_{87,1-x}\text{Si}_{12,9}\text{Cr}_x$ ($0 \leq x \leq 3$) $\text{Fe}_{80-x}\text{Si}_{20}\text{Cr}_x$ ($0 \leq x \leq 20$) argon ortamında single-roller melt-spinning yöntemiyle hazırlanmıştır. 1 saat 850°C 'de tavlansmıştır. Dökme alaşımlarda, krom miktarı arttıkça H_c 'nin azaldığı tespit edilmiştir. Ayrıca tavlansmış alaşımlarda %10'dan az krom içeren bileşiklerde H_c 'de azalma olmuştur. Bunun yanı sıra; krom miktarı arttıkça Curie sıcaklığı ve M_s değerleri azalmış olup tavlama ile Curie sıcaklığı ve M_s arttırdığı gözlenmiştir. Ancak düşük krom miktarlarında $\text{Fe}_{87,1-x}\text{Si}_{12,9}\text{Cr}_x$ için tavlamanın manyetik özelliklere etkisi olmamıştır [Turtelli ve ark., 2006].

Kim ve arkadaşları, $\text{Fe}_{94}\text{Si}_5\text{Cr}_1$ bileşiğini farklı partikül şekillerinde üreterek özelliklerindeki değişimi incelemişlerdir. Ayrıca farklı kalınlıklardaki (0,7-1-1,3 ve 1,6 mm) $\text{Fe}_{94}\text{Si}_5\text{Cr}_1$ bileşiğinin absorpsiyon kapasitesini ölçmüşlerdir. $\text{Fe}_{94}\text{Si}_5\text{Cr}_1$ ve silikon rubber (matriks malzemesi) kullanılmıştır. $\text{Fe}_{94}\text{Si}_5\text{Cr}_1$ kauçuk oranı %5 (ağırlıkça) olarak kullanılmıştır. $\text{Fe}_{94}\text{Si}_5\text{Cr}_1$ bileşiği 30 saat öğütülerek küresel formdan flake formuna dönüştürülmüştür. Ortalama partikül boyutu öğütülen numunede 9,30 μm iken öğütülmeyen numunede 7,95 μm olarak ölçülmüştür. Burada öğütme sonrası boyutun artması küresel yapının flake yani daha uzun yapıya dönüştürülmesi nedeniyledir. Bunun

yanı sıra; gözenekliliğin öğütülmeyen numunede daha düşük olduğu gözlenmiştir. Ayrıca absorpsiyon kapasiteleri incelendiğinde partikül şekline ve kaplama kalınlığına göre absorpsiyon kapasitesinin değiştiği gözlenmiştir. Kaplama kalınlığı arttıkça ve toz öğütüldükçe, absorpsiyon kapasitesi artmıştır. 1,6 mm kalınlıktaki kaplama 1,85 GHz frekansta -8,7dB absorpsiyon elde edilmiştir [Kim ve ark., 2009].

Zou ve arkadaşları 2013 yılında yaptıkları çalışmada; $Fe_{87,5-x}Si_{13,5}Cr_x$ ($x=0,4,8,12$ atomik) bileşiklerini vakum indüksiyon eritme fırını kullanarak üretmişlerdir. XRD analizinde Krom %8'den küçük olunca; $Fe_{0,9}Si_{0,1}$ ve $CrFe_8Si$ fazları olduğu tespit edilmiştir. Ancak krom %8'i geçince; sadece Fe_3Si piki gözlenmiştir. Bu sonuçlarda $CrFe_8Si$ bileşiğinin oluşumunun demir eksikliği ya da silis fazlalığından olduğunu göstermektedir. Krom artarsa M_s 145 den 99 emu/g'a düştüğü belirlenmiştir. Bu düşüşün nedeni; ferromanyetik demir atomlarının antiferromanyetik krom atomlarıyla yer değiştirmesidir. H_c değeri de 984-576 A/m düşmüştür. Bu düşüşün nedeni de; öğütme esnasındaki safsızlıklar ve dirençlerin artmasıdır. Krom magnetocristaline anisotropy azaltır, bu da H_c 'yi düşürür. Ancak $x=8$ 'den $x=12$ 'ye çıktığında H_c azalırken M_s artar. Bunun nedeni de, kristal yapı amorf'a dönüşür ve bu da manyetik özellikleri kötüleştirir. Krom miktarı %4'den düşükse absorpsiyon bandı dar ve düşük frekanslara kayıyor. Ancak krom %8'i geçince amorf faz oluşuyor ve band genişliyor. Maksimum radar absorpsiyon kapasitesi de $x=8$ 'de 8,5 GHz'de -15,5 dB olarak ölçülmüştür. Ayrıca amorf fazın antioksidant korozyon özelliği vardır [Zou ve ark., 2013].

Bor Katkısı

Bor elementi periyodik sistemin üçüncü grubunda bulunur. Borun kimyasal simgesi (B), atom numarası 5, atom ağırlığı 10,81 ve elektron dağılımı $1s^2 2s^2 2p^1$ şeklindedir. Doğada kristalin ve amorf olmak üzere iki şekilde bulunur. Kristalin borun yoğunluğu $2,33 \text{ g/cm}^3$, amorf borun yoğunluğu ise $2,34 \text{ g/cm}^3$ 'tür. Erime noktası 2300°C ve kaynama noktası 2550°C olan

siyah renkte, metal ametal arası özelliklere sahiptir yani yüksek sıcaklıklarda elektriği bir metal gibi ileten, düşük sıcaklıklarda yalıtkan özellik gösteren bir yarı iletkenidir [Yılmaz, 2002]. Boratlar yüksek gerilim dayanımlı fiberglas malzemelerin üretiminde %6 - %30 oranında kullanılır. E – glas ya da tekstil fiberglası, elektriksel amaçlı işler için kullanılmaktadır. Yüksek dayanımlı güçlendirilmiş cam malzemelerin iletken olmayan ve düşük dielektrik özelliği olanları radarlara karşı görünmez kılar. Bu tür camlar gizlilikle ilgili teknolojilerin önemli girdileridir [Çınkı, 2000]. Bu özellikleri nedeniyle bor farklı alanlarda kullanılmakta olup günümüzde de üzerinde yoğun olarak çalışılan bir elementtir.

Marcatoma ve arkadaşları; $Fe_{75}Si_{15}B_{10}$ alaşımının SPEX 8000'de argon atmosferinde üretmişlerdir. %99,9 saflıkta demir, %99,999+ saflıkta Silisyum ve %99,99+ saflıkta Bor kullanılmıştır. Bilya toz oranı 8:1 olarak belirlenmiştir. Yapılan çalışmada nanokristal alaşım yapının kristal boyutunun 10 saatlik öğütme boyunca sürekli azaldığı ve 19 saat sonunda minumum değer olan 8 nm'de sabitlendiği tespit edilmiştir. Ayrıca öğütmenin başlarında silisyum ve borun homojen dağılmadığı gözlenmiştir. Ancak mekanik alaşımlama süresinin artmasıyla yapı içindeki silisyum ve bor miktarı gittikçe artarak homojen bir yapıya dönüşmüş ve tamamen amorf yapı elde edilmiştir [Marcatoma ve ark., 2001].

Okagaito ve arkadaşları 2010 yılındaki çalışmalarında; metal yüzeylerde kullanılabilecek yüksek korozyon ve erozyon direncine sahip termal sprey kaplama malzemesinin üretimi üzerine patent almışlardır. Çalışmada kullanılan malzemenin %10-35'i silisyum, %5'e kadar bor ve kalanı demir ve ayrılmaz safsızlıklar olarak belirlenmiştir. Silisyum miktarının %19,82 - 35 arasında olmasının uygun olacağı belirlenmiş; çünkü silisyum içeriğine bağlı olarak yapıda aşağıdaki değişikliklerin olduğu gözlenmiştir. Silisyum miktarı %10'dan az olduğunda; ferrit oluştuğu ve korozyon direncinin düştüğü belirlenmiştir. Silisyum miktarı %10 ve üzerinde ferrit oluşmadığı sadece Fe_3Si , $FeSi$, Fe_2Si , Fe_5Si_3 vb. kararlı yapılar oluştuğu tespit edilmiştir. Ayrıca

bu kararlı yapıların yanında düşük oksijen basıncında bile SiO_2 oluşmaktadır, bu kaplamanın hem korozyon direnci hem de erozyon direnci olarak iyi olduğunu da bildirmişlerdir. Ancak %35'den fazla silisyum içerdiğinde sıcaklık ile kolayca bozunabilen FeSi_2 oluştuğu, bu yapının da kolayca FeSi ve Si dönüştüğü ve Si 'nin oksitlenerek SiO_2 oluşturduğu gözlenmiştir. Bor eklenmesi kaplamanın yapışma özelliğini iyileştirmesinin yanı sıra erime noktasını da düşürdüğü yapılan çalışmada belirlenmiştir. Ancak, bor eklenmesi aynı zamanda kaplamada partiküllerin sertliğini de arttırdığı ve bunun da kaplama yapımını zorlaştırdığı da tespit edilmiştir. Dolayısıyla termal spreyci kaplama malzemesi olarak kullanılması için bor oranının %5'i geçmemesi gerektiği tespit edilmiştir [Okagaito ve ark., 2010].

Cherigui ve arkadaşları; Fe-6,5 at. Si ve Fe-6,5 at.Si-18,5 at.B tozlarının üretimi için planetary öğütücüde (Retch PM 400) 48 saat mekanik alaşımlama yapmışlardır. Daha sonra termal spreyci kaplama malzemesi haline getirilmiştir. Yapılan XRD analizinde; her iki numunede de sadece Fe_3Si piki gözlemlenmiştir. Ancak bor içeren numunede pikler daha geniş ve amorf fazda artış gözlenmiştir. Bu analiz neticesinde; bor eklenmesinin yapının amorflaşmasına neden olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca bor eklenmesi; artık mıknatıslanma değerinde de artışa neden olduğu yapılan histerisiz analizinde belirlenmiştir. Ayrıca bor eklendiği zaman kaplama ağırlığında da artış olduğu gözlemlenmiştir [Cherigui ve ark., 2005].

4. DENEYSEL ÇALIŞMA

4.1. Reaktör ve Yüksek Enerji Çarpımlı Cihaz Tasarımı ve İmalatı

4.1.1. Reaktör tasarımı ve imalatı

İmalatı yapılacak reaktörlerin tasarımı için bir önceki bölümde bahsi geçen değirmen tipi, öğütücü malzeme, öğütülecek malzeme ve öğütülecek malzemenin miktarı da önem taşımaktadır. Örneğin yapılması planlanan deneysel çalışmanın sonunda elde edilecek ürünün saha ölçümlerinde elektromanyetik dalgalara karşı göstereceği özelliklerin belirlenebilmesi için en az 45 g numuneye ihtiyaç duyulmaktadır. 45 g numune elde edebilmek SPEX 8000 cihazının reaktörlerinin kullanılması durumunda, aynı şartlar altında en az 3 deney (mekanokimyasal reaksiyon ve sinterleme) yapılması gerekmektedir. Bu nedenle çok parametrelili işlemlerde ortamın ve işlem değişkenlerinin aynı tutulmaması riskini ortadan kaldırmak için reaktör hacminin tek seferde 45 gram yada daha fazla malzemeyi öğütecek şekilde tasarlanması önem arz etmektedir. Yukarıda bahsedilen hususlar göz önüne alınarak tasarlanacak reaktörlerin;

- Öncelikle daha fazla hacme sahip olması,
- İçerisinde ölü hacim olmaması yani; içerisine konulan tozun reaktörün her noktasında bilyalarla temas etmesi ve belli noktalarda birikmemesi,
- İçerisine konulacak bilyaların reaktör içerisinde yuvarlanma hareketi yapmaması,
- Sertliğinin kullanılacak bilyaların sertliği ile yakın sertlikte olması,
- Bağlanacağı cihazı yormaması için hafif olması gerektiği tespit edilmiştir.

Yapılan bu tespitler neticesinde tasarlanacak reaktörlerin hali hazırda kullanılmakta olan SPEX 8000 cihazına uygun olarak yapılmasına ayrıca daha büyük hacme sahip reaktörler de tasarlanarak bu reaktörlere uygun makine tasarımına gidilmesine karar verilmiştir.

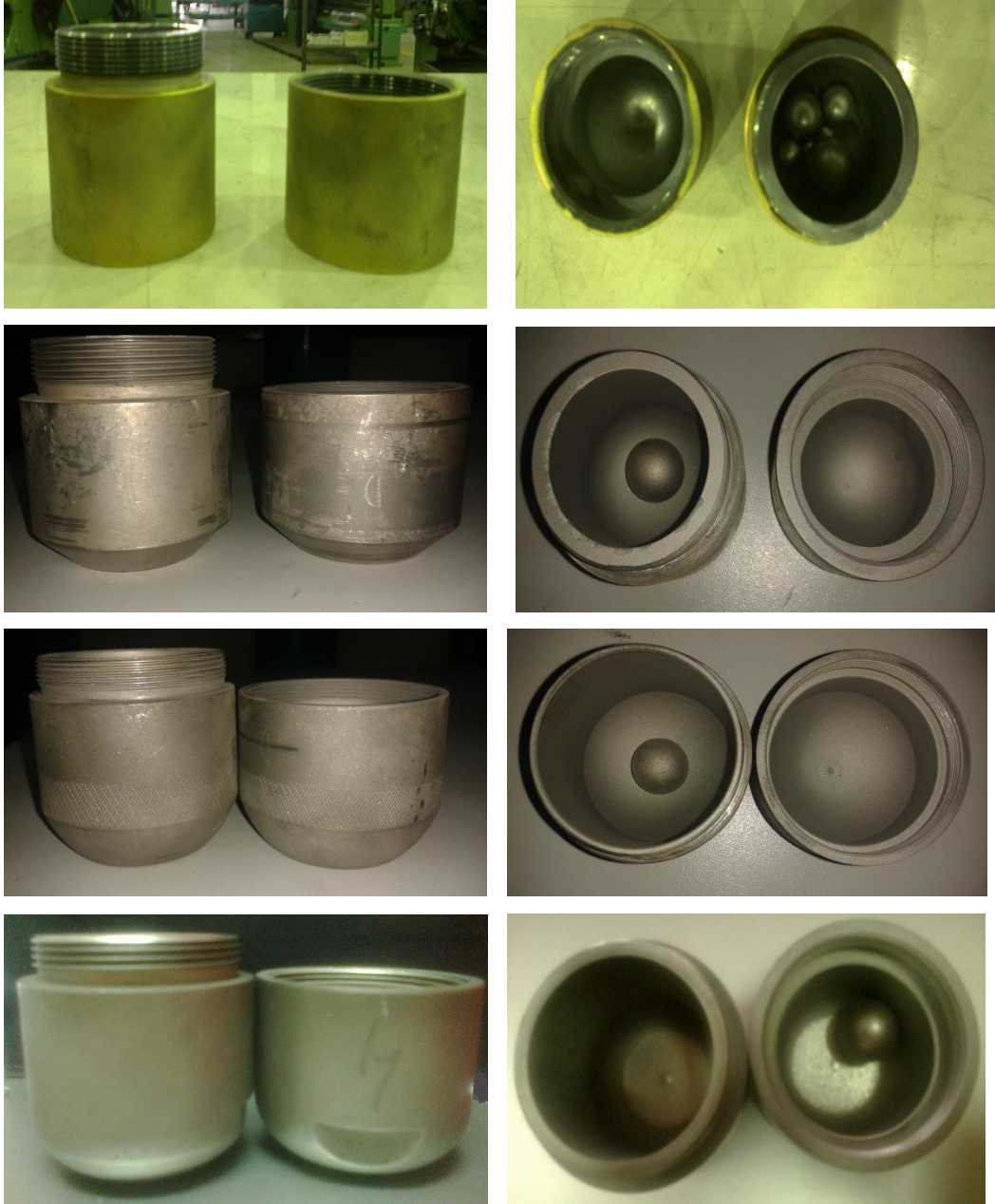
Hali hazırda kullanılmakta olan SPEX 8000 cihazının tutucusunun iç çapı 60 mm olması nedeniyle bu cihazda kullanılabilecek reaktörün dış çapı en fazla 60mm olabilir. Bunun dışında daha yüksek hacim için değiştirilebilecek diğer büyüklük ise reaktör boyudur. Boyutlar dışında reaktör tasarımını etkileyecek diğer bir husus ise, reaktörün iç yüzeylerine bilyaların çarpması nedeniyle oluşan çarpma enerjisine dayanabilecek sertliğe ve et kalınlığına sahip olması gereken malzeme seçimi yapmaktır. Çünkü seçilen malzeme yeterince sert olmaz ise, yaklaşık 62 Rockwell sertliğe sahip bilyalar reaktör yüzeyine çarptığında yüzeyden talaş kaldırarak öğütülen malzemenin kirlenmesine neden olabilir. Bu özellikler göz önüne alındığında yapılan tasarımda kullanılacak malzemenin et kalınlığını düşük tutabilmek ayrıca sertliğini ayarlayabilmek amacıyla çelik malzeme seçilmesine karar verilmiştir. İlk çalışmalarda; Ç1090 malzeme seçilmiş ancak yapılan ısıt işlemler neticesinde reaktörler 50 Rockwell sertliğe ulaşmıştır. Bilyaların sertliğinin 62 Rockwell olması nedeniyle kullanılacak malzeme değiştirilmiş ve 2379 çelikten yeni reaktörler imal edilerek ısıt işlemlerle 60-65 Rockwell sertliğe ulaştırılmıştır.

SPEX 8000'in reaktör tutucusunun iç çapı 60 mm olması nedeniyle kullanılabilecek maksimum reaktörün dış çapı 59 mm'dir. En şiddetli çarpmaların reaktör içerisindeki en uzak mesafeler olan taban ve tavana olacağından buraların et kalınlığının 7,5 mm olmasına karar verilmiştir, yan yüzeylerde de bu ölçüye uygun olarak 7,5 mm et kalınlığı olacak şekilde tasarlanmıştır. Yukarıdaki boyutsal kısıtlamalar neticesinde de iç çap 44 mm olarak belirlenmiştir. İstenilen hacim ölçüsüne ulaşabilmek için de reaktör boyunun 90 mm olarak belirlenmiştir. Reaktör içerisinde kayma hareketini önlemek amacıyla reaktör tam küresel olarak değil taban ve tavan kısımları

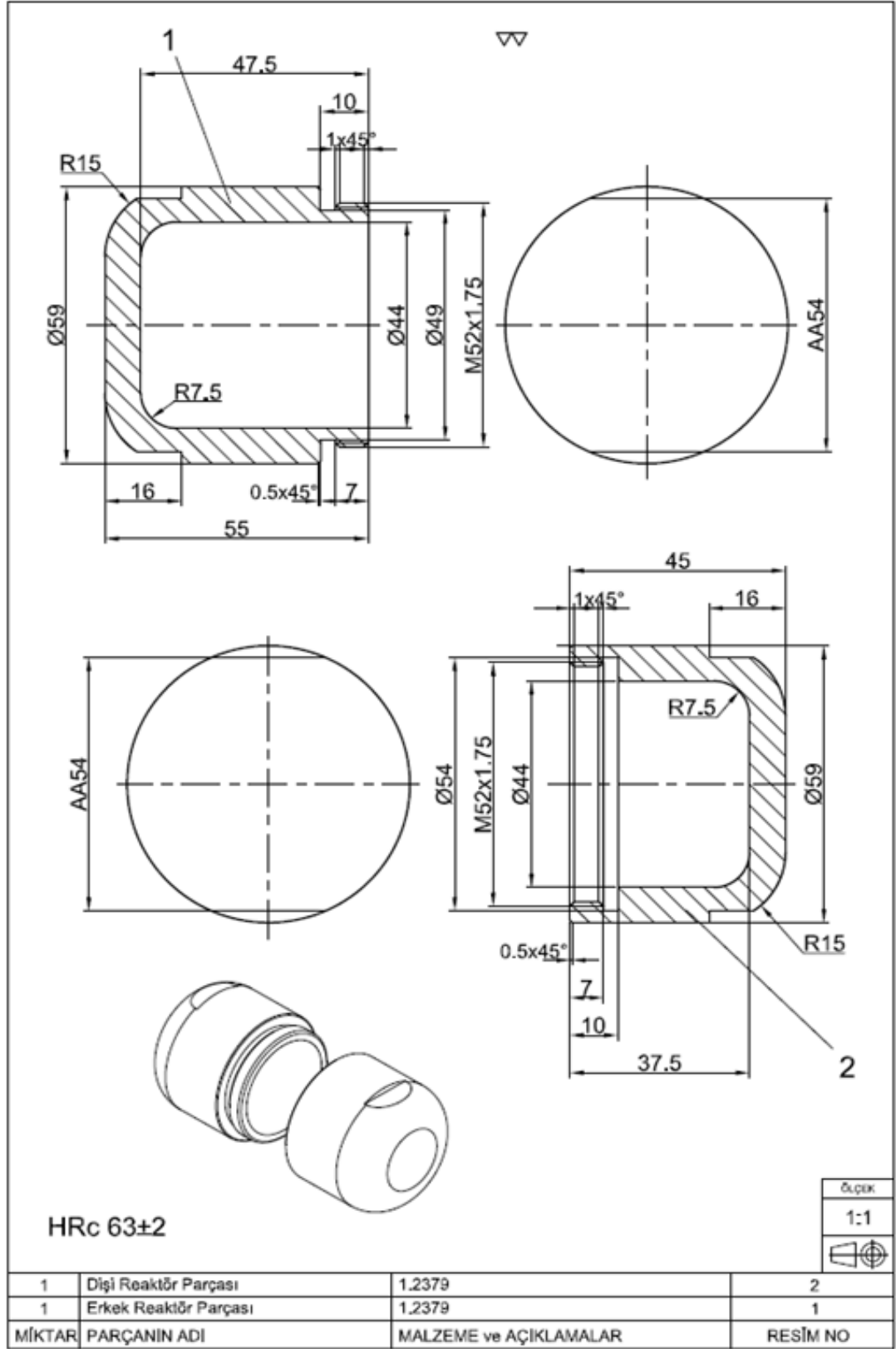
düz olarak tasarlanmış ve öğütülecek malzemelerin reaktör köşelerinde ölü hacim olmaması için taban ve tavanın yan yüzeyler ile birleştiği köşelere 7,5 mm'lik radüsler yapılmıştır. Tasarımın ağırlığını hafifletmek amacıyla reaktörlerin iç yüzeyine yapılan radüsler gibi tavan ve taban kısmının dış yüzeyine de 15 mm'lik radüsler yapılmıştır. Ayrıca çok uzun sürelerde çalışan reaktörlerin zaman zaman dişli kısımlarında sıkışmalar meydana geldiğinde reaktörü açmak çok zor olmaktadır. Bu nedenle reaktörün dış yüzeyine mengeneye sıkıştırmayı ve boru anahtarı ile tutmayı kolaylaştıracak şekilde anahtar ağızları açılmıştır.

Talaşlı imalatı tamamlanan reaktörler istenilen sertliğe ulaştırılabilmesi için ısıtma işlemine tabi tutulmuştur. Isıtma işlemi; reaktörler öncelikle içerisi vakumlanmış fırın içerisinde çekirdek sıcaklığı 400°C sıcaklığa ulaşana kadar ısıtılır ve 30 dakika beklenir, ikinci kademe ısıtma işlemi 650°C çekirdek sıcaklığına kadar ısıtılır ve 40 dakika beklenir, üçüncü kademe ısıtma 850°C ye kadar ısıtılır ve 40 dakika beklenir, son ısıtma kademesinde ise 1040°C kadar ısıtılır ve 30 dakika beklendikten sonra azot gazı ile hızlı bir şekilde 100°C ye kadar soğutulur ve fırından dışarı alınır. Fırın dışına alınan reaktörler sertlikleri ölçülerek gerilme giderme tavlama ve istenilen sertliğe kadar 550°C'de menevişleme tavlama işlemine tabi tutulurlar. Yapılan bu ısıtma işlemi sonrası imal edilen reaktörlerin sertliği 60-65 Rockwell seviyelerine ulaştırılmıştır.

Yukarıda belirtilen hususlar doğrultusunda değişik reaktör tasarımları yapılmıştır. Yapılan ilk tasarımdan sonra yapılan değişikliklerle son haline gelen reaktörlerin fotoğrafları Resim 4.1.'de gösterilmektedir. İmal edilen reaktörler demir silisyum üretiminde kullanılmış olup olumlu sonuçlar alınmıştır. Yapılan tasarımlar ve denemeler sonucunda son şeklini alan reaktörün teknik çizimi Şekil 4.1.'de sunulmaktadır. Pilot ölçekli üretimler için kullanılabilecek reaktörün tasarımında ise yapılan reaktör tasarımına uygun olarak çapta ve reaktör boyunda artışa gidilmiştir. Tasarlanan büyük reaktörün teknik resmi Şekil 4.2.'de görülmektedir.



Resim 4.1. İmal edilen reaktörlerin fotoğrafları



Şekil 4.1. Tasarlanan reaktörün teknik çizimi

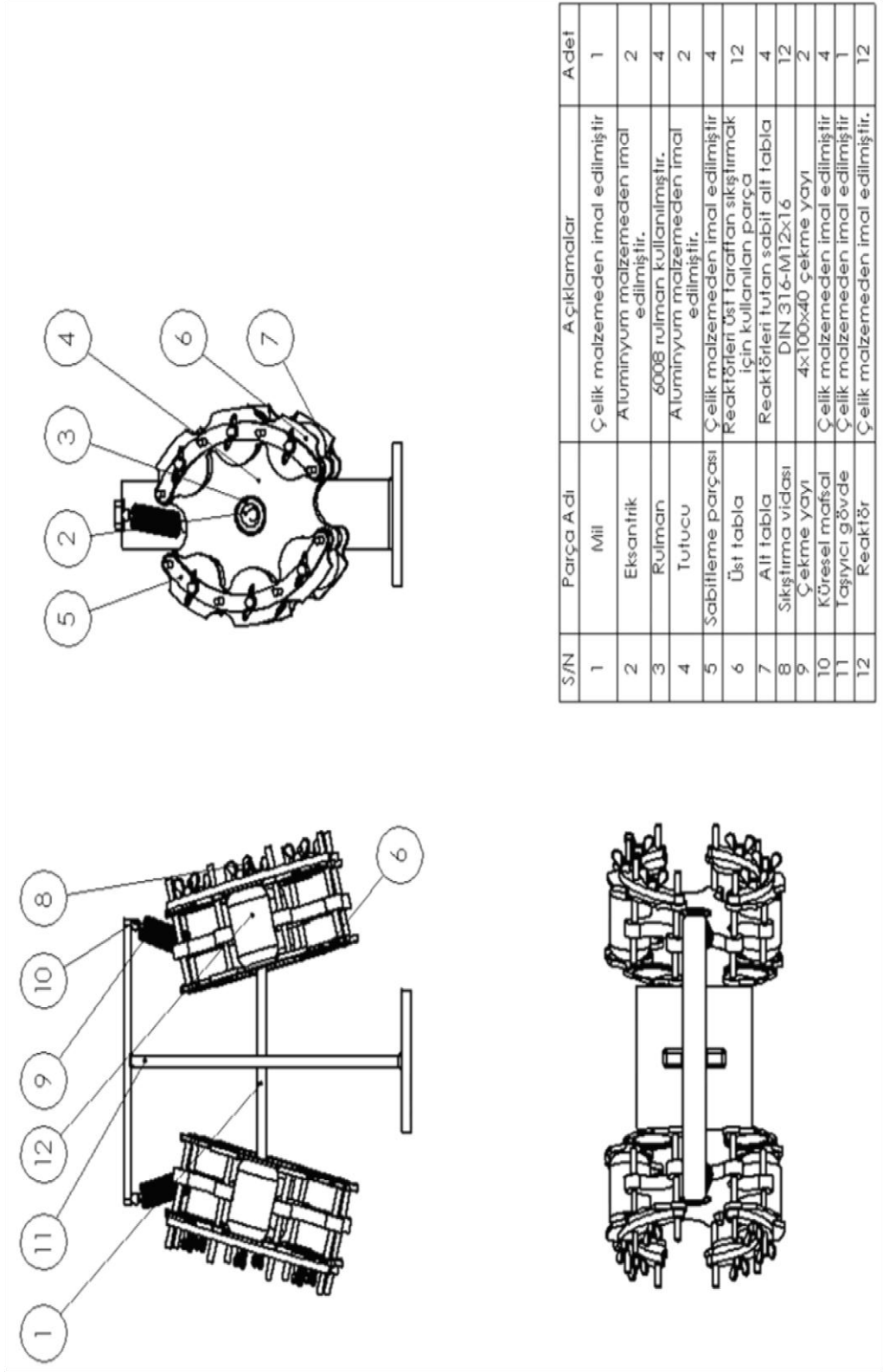
4.1.2. Yüksek enerji çarpımlı cihaz tasarımı ve imalatı

Büyük reaktör tasarlanmış ancak büyük reaktörün bağlanarak çalışabileceği salınımlı tipte bir cihaz bulunamamıştır. Bu nedenle büyük reaktörlerin bağlanarak kullanılabileceği bir cihaz tasarlanmasına karar verilmiştir.

Pilot ölçekli üretim için tek seferde yapılabilecek üretim miktarı olarak 1 kg seçilmiştir. Daha önce tasarımı yapılan büyük reaktör ile yoğunluğuna bağlı olarak yaklaşık 80-160 gramlık malzeme üretilebileceği değerlendirilmiş ve 10 tutuculu bir cihaz yapılması gerekmiştir. Ancak cihazın darbeli çalışması nedeniyle dengelenmemiş yüklerin cihazı yoracağı düşünülerek 12 tutuculu bir cihaz tasarlanmıştır.

Cihaz motorla tahrik edilen bir milin iki ucuna çalkalama hareketini sağlayan eksantrik parçalar üzerine monte edilen 6 reaktör bağlanacak şekilde tasarlanmış iki tutucu olacak şekilde dizayn edilmiştir. Tasarlanan cihaza bağımsız şekilde maksimum 90 mm çapında ve 200 mm boyutlarında 12 reaktör bağlanabilecektir. Bu sayede aynı anda farklı malzemeler içeren 12 ayrı deney de yapılabilecektir.

12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü imalatı için 6061 alüminyum levha ve 4140 çelik malzemeler, kullanılmış olup öğütücü imalatı için Şekil 4.3.'de montaj resminde listelenen parçalar imal edilmişlerdir. Montaj resminde belirtilen reaktör imalatları için 2379 çelik malzeme, yay için ise yüksek çalışma devirlerinde ve değişken yükler sonucu meydana gelecek yorulmaya dayanacak şekilde krom ve vanadyum alaşımlı 4 mm kalınlığındaki telden, iç çapı 40 mm, toplam boyu ise 100 mm olacak şekilde imal ettirilmiştir.



Şekil 4.3. 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün montaj resmi

4.2. Demir Silisyumun Katkılarla Geliştirilmesi

4.2.1. Kullanılan hammaddeler

Demir silisyum sentezinde ve katkılarla geliştirilmesinde kullanılan hammaddeler Çizelge 4.1.'de verilmiştir.

Çizelge 4.1. Kullanılan hammaddelerin özellikleri

Malzemenin Adı	Safılık Derecesi	Boyutu
Demir	%99	<10 μm
Silisyum	%99	325 mesh
Nikel	%99,99	<150 μm
Kobalt	%99,99	<150 μm
Bor	$\leq$ %95	<1 μm
Krom	%99,5	100 mesh

Reaktörler 2379 çelik malzemeden imal edilmiş olup ısıtma işlemi 60-65 rockwell sertliğe ulaştırılmıştır. Reaktör içerisinde öğütme işlemini gerçekleştiren bilyalar ise 58-65 rockwell sertliğe sahip olup 2 adet 6 mm, 1 adet 9 mm, 1 adet 15 mm ve 1 adet 25 mm çaplarında bilyalar kullanılmıştır. Bilyaların toplam ağırlığı 60,7 gramdır. Sinterleme işleminde kullanılan fırın reaktörler ise 4140 malzemeden imal edilmiştir.

4.2.2. Katkılı Demir Silisyum sentezi

Tasarımları ve imalatı tamamlanan reaktörler ve oniki tutuculu yüksek enerji çarpımlı karıştırıcı öğütücünün mekanokimyasal yöntemle radar absorpsiyon malzemesi üretiminde kullanılabilirliğinin araştırılması için Prof. Dr. Metin Gürü danışmanlığında yürütülen “Mekanokimyasal Yöntemle Demir Silisyum Bileşiğinin Üretilmesi ve Radar Absorpsiyon Malzemesi Olarak Kullanılabilirliği” konulu doktora çalışmasında kullanılmıştır. Bahsi geçen

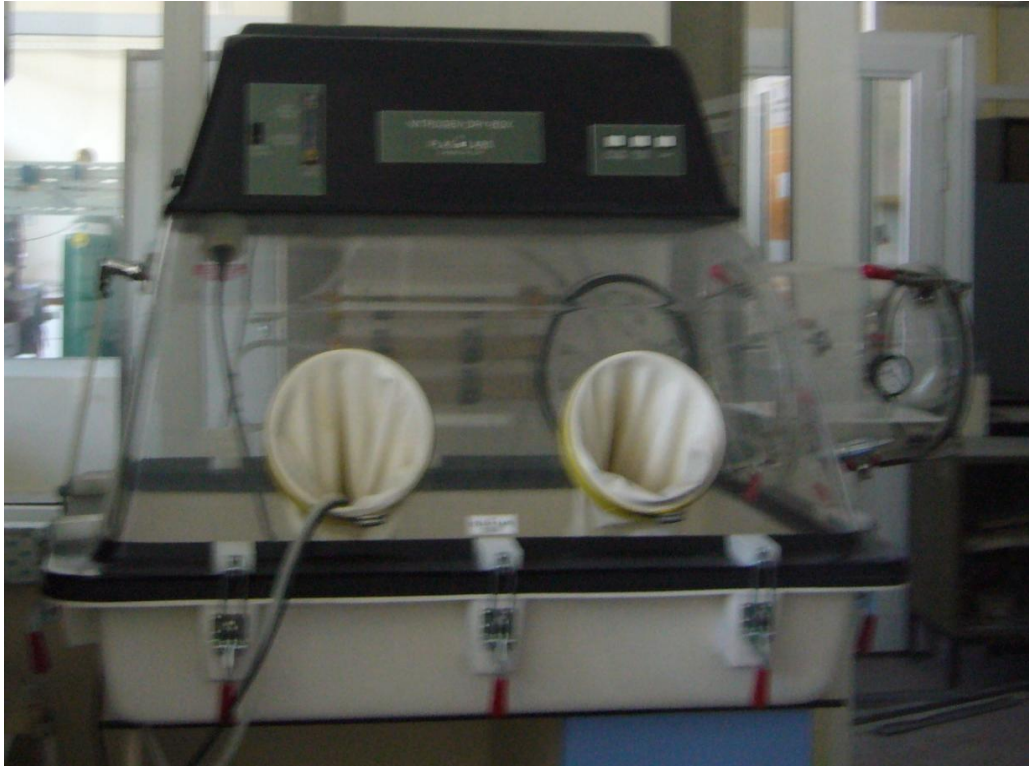
doktora tezinin amacı; demir silisyum üretimi için optimum koşulları tespit ederek ve bu malzemenin analizlerini yaparak RAM olarak kullanılabilirliğini incelemektir [Aktaş, 2013].

Bu tezin diğer bir amacı; katkı maddeleri ile radar absorpsiyon malzemesinin özelliklerinin geliştirilmesi için yukarıda bahsi geçen tezde üretimi yapılan demir silisyuma değişik katkı maddeleri (nikel, krom, kobalt ve bor) eklemek suretiyle bu katkıların RAM'a etkilerini incelemektir.

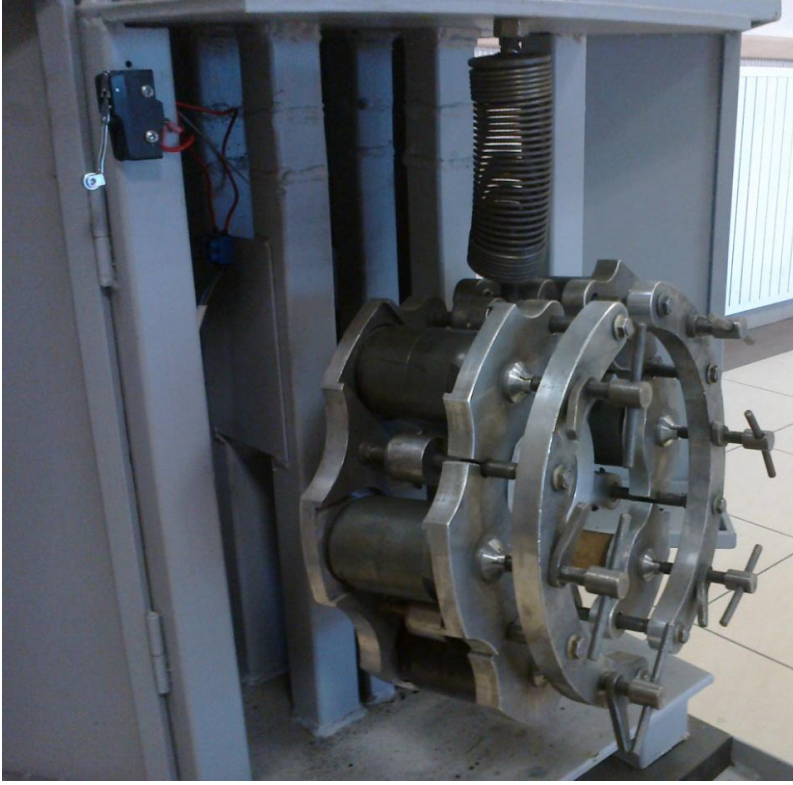
Katkılı demir silisyum sentezi ve analizlerinin yapılması için aşağıda anlatılan basamaklar takip edilmiştir.

- Atmosfer kontrollü hacim (Resim 4.2.) içerisinde yukarıda özellikleri verilen hammaddeler uygun miktarlarda tartılarak bilyalarla birlikte reaktör içerisine konulur.
- Atmosfer kontrollü hacim içerisinde kapatılan reaktörler oniki tutuculu yüksek enerji çarpımlı karıştırıcı öğütücüye (Resim 4.3.) bağlanarak 1000 dakika süreyle işleme tabi tutulmuştur.
- Mekanokimyasal reaksiyon sonrasında alınan reaktörler atmosfer kontrollü hacim içerisinde açılarak içerisindeki hammaddeler fırın reaktörlere aktarılmıştır.
- Fırına konan hammaddeler 1200°C sıcaklıkta 2 saat süre ile sinterleme işlemine tabi tutulmuştur.
- Sinterleme işlemi sonrasında fırın reaktörler açılıp içerisinde bulunan malzeme XRD, TGA ve absorpsiyon kapasitesi ölçümleri için ayrı kaplara konularak analizleri yapılmıştır.

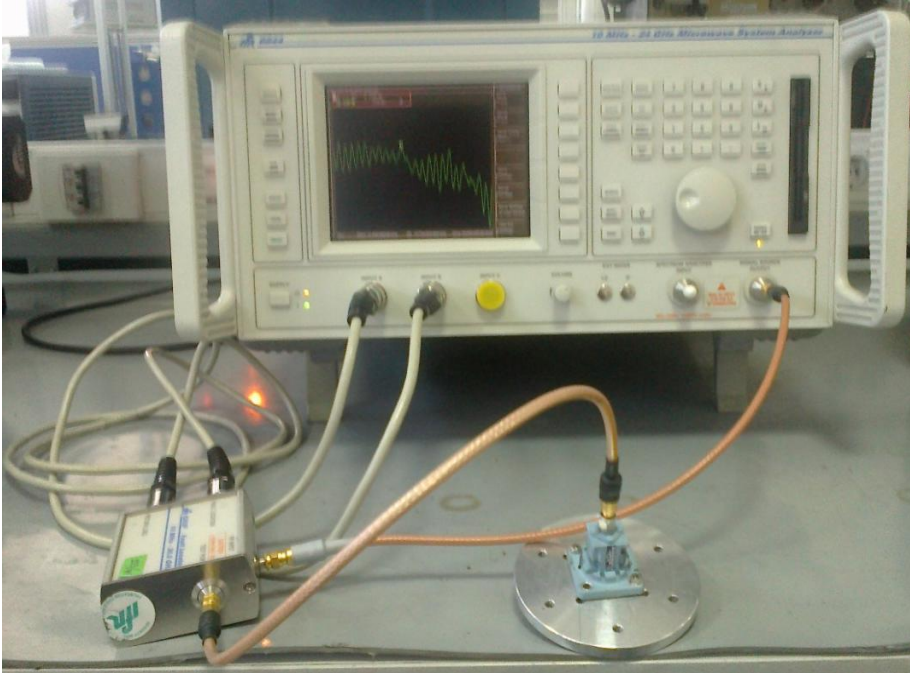
- Absorpsiyon kapasitesi tayini için ayrılan numune %30 bağlayıcı ile karıştırılarak boya kalıpları içerisine yerleştirilen 0,8x10x25 mm boyutlarındaki 2025 alüminyum plaka üzerine uygulanmış ve kuruması için beklenmiştir. Kuruma süresi 2 mm kalınlığındaki boya için yaklaşık 10 gün sürmektedir.
- Kuruyan RAM kalıplardan çıkarılarak mikrodalga analiz (mikrowave analyzer) cihazına bağlanan dalga kılavuzu (waveguide) içerisine yerleştirilerek radar absorpsiyon kapasitesi ölçülmüştür. Ölçüm düzeneği Resim 4.4.'te gösterilmiştir.



Resim 4.2. Plas-Labs Simlicity 888 marka atmosfer kontrollü hacim



Resim 4.3. Oniki tutuculu yüksek enerji çarpımlı karıştırıcı öğütücünün tutucusu ve reaktörler



Resim 4.4. Absorpsiyon ölçüm düzeneği

“Mekanokimyasal Yöntemle Demir Silisyum Bileşiğinin Üretilmesi ve Radar Absorpsiyon Malzemesi Olarak Kullanılabilirliği” konulu doktora çalışmasında; demir silisyum üretimi için yapılan deneysel çalışmalarla optimize edilen ağırlıkça karışım oranı %83 demir, %17 silisyumdur [Aktaş, 2013].

Şekil 3.6.’da görüldüğü gibi saf demir içerisine eklenen, vanadyum dışındaki diğer katkıların Curie sıcaklıklarının daha düşük olması nedeniyle alaşımın Curie sıcaklığını düşürmektedir. Bu nedenle demir silisyum içerisine eklenecek katkıların demir silisyuma katkı yapacağı özelliklerde göz önünde bulundurularak ağırlıkça %7’yi geçmemesinin uygun olacağı değerlendirilmiştir.

Hosseini ve Bahrami tarafından yapılan çalışma sonucunda, nikel katkısının %5 den az olması durumunda eklenen nikelin demir kafes yapısı içerisine girdiği %5 den fazla olması durumunda demir kafes yapısı içerisine girmediği tespit edilmiştir. Bu çalışma çerçevesinde, üretilecek RAM katkı olarak %3-7 aralığında nikel eklenmesine karar verilmiştir.

Wiggins ve Drennan tarafında yapılan çalışmada demir içerisinde karbonil yapısında bulunan kobaltın Curie sıcaklığını arttırarak yüksek sıcaklık uygulamaları için uygun hale getirirken tozun absorpsiyon etkisini azalttığını belirtmişlerdir. Bu çalışma neticesinde Demir silisyuma eklenecek kobalt miktarının ağırlıkça %2, %3 ve %5 oranında eklenmesine karar verilmiştir.

Turtelli ve arkadaşları tarafında yapılan çalışma sonucunda krom miktarı arttıkça Curie sıcaklığı ve M_s değerleri azalmış olup tavlama ile Curie sıcaklığı ve M_s arttırdığı gözlenmiştir Bu çalışma çerçevesinde bizim için kritik öneme sahip olan Curie sıcaklığının çok düşmemesi amacıyla eklenecek krom oranının üst sınırı ağırlıkça %7 olarak belirlenmiştir.

Okagaito ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada demir silisyuma bor eklenmesi kaplamanın yapışma özelliğini iyileştirmesinin yanı sıra erime noktasını da düşürdüğü belirlenmiştir. Ancak, bor eklenmesi aynı zamanda kaplamada partiküllerin sertliğini de arttırdığı ve bunun da kaplama yapımını zorlaştırdığı da tespit edilmiştir. Dolayısıyla termal sprey kaplama malzemesi olarak kullanılması için bor oranının %5'i geçmemesi gerektiği tespit edilmiştir. Bu nedenlerle yapılacak bor katkısının yapının amorflaşmaması ve Curie sıcaklığının çok düşmemesi için %5'i geçmemesi gerektiği değerlendirilmiştir.

Yapılan kaynak araştırmaları neticesinde, katkı maddeleri cinslerine göre aşağıdaki oranlarda eklenmiştir;

- Nikel : ağırlıkça %3, %5 ve %7
- Kobalt: ağırlıkça %2, %3 ve %5
- Krom: ağırlıkça %3 ve % 7
- Bor : ağırlıkça %1, %3 ve %5

Örneğin; %1 bor katkılı 15 gram ağırlığında numune hazırlamak için reaktör içerisine, 0,1500 gram bor, 2,5245 gram silisyum, 12,3255 gram demir ve 4:1 BTO'na uygun olarak yaklaşık 60 gram ağırlığında yukarıda belirtilen boyutlarda 5 tane çelik bilya birlikte konularak atmosfer kontrollü hacim içerisinde kapatılmıştır.

4.2.3. Katkılı Demir Silisyum sentezi için yapılan analizler

Sinterleme işlemi sonucunda elde edilen katkılı demir silisyum bileşikleri Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü'nde bulunan Rigaku D/Max – 2200 ULTIMAN+/PC marka XRD cihazı ile analiz edilmiştir. Üretilen malzemenin kimyasal bileşimi tespit edildikten sonra diğer analizlere geçilmiştir.

Üretilen katkılı demir silisyumun Curie sıcaklığı TQ500 marka TGA cihazı

kullanılarak belirlenmiştir. Curie sıcaklığı tespiti ASTM E: 1582-93 standardına göre yapılmıştır [ASTM, 2000]. Bu standart TGA cihazlarının sıcaklık kalibrasyon standardı olup Curie sıcaklığının tespitinde de kullanılabileceği belirtilmiştir. Yapılan analizde TGA cihazının alt kısmına yerleştirilen mıknatısın etkisiyle ferromanyetik olan numunenin ağırlığında artış görülmekte ve cihazın sıcaklığının Curie sıcaklığına ulaşması sonucunda mıknatısın etkisi nedeniyle görülen kütle artışı birden ortadan kalkmakta ve bunun sonucunda TGA grafiğinde ani bir kütle azalışı görülmektedir. Kütle azalışının görüldüğü bu nokta Curie sıcaklığı olarak tespit edilir.

Radar absorpsiyon malzemelerinin absorplama kapasitesinin tespit edilmesi amacıyla HP 6844 marka Mikrodalga Analiz (Microwave Analyzer) cihazı ve dalga kılavuzları (wave guide) kullanılmıştır. Kullanılan düzenek Resim 4.4.'de verilmiştir. Yapılan absorpsiyon ölçümünün frekans aralığı kullanılacak dalga kılavuzunun çalışma aralığına uygun olması için 12,4 – 18,0 GHz olarak seçilmiştir. Üretilen katkılı ve katkısız demir silisyum bileşikler toz halinde bulunduğu için absorpsiyon kapasitesini ölçebilmek için öncelikle boya haline getirilmesi gerekmektedir. Toz halinde bulunan bileşikler ağırlıkça %30 oranında silikon bağlayıcı ile karıştırılarak boya haline getirilmiştir. Boya kalınlığı da yaklaşık 2 mm'de sabit tutulmuştur. Yapılan boyalar 0,8x10x25 mm boyutlarında 2025 alüminyum levhalara uygulanarak kuruması beklenmiştir. Kuruyan boyalar dalga kılavuzuna bağlanabilecek şekilde tasarlanmış aparat üzerine yerleştirilerek radar absorpsiyon kapasiteleri ölçülmüştür. Absorpsiyon kapasitesi tespiti için sadece S11 parametresi ölçülmüştür. S11 parametresi, absorpsiyon kapasitesi ölçümlerinde gönderilen elektromanyetik dalga ile gelen elektromanyetik dalga arasındaki güç kaybını onluk logaritma tabanında oranı olarak ifade edilmektedir.

5. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu bölümde öncelikle tasarımı ve imalatları yapılan reaktör ve 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün çalıştırılmaları sonucu oluşan hız ve enerjilerin tespit edilebilmesi için ANSYS programı ile yapılan analizlerin sonuçları sunulacaktır. Daha sonrada deneysel çalışma kısmında anlatılan işlemler sonucunda üretilen katkılı demir silisyumların özelliklerinin tespiti amacıyla yapılan analizler ve sonuçları üzerine tartışmalar yapılacaktır.

5.1. Reaktör ve Yüksek Enerji Çarpımlı Cihaz İmalatı ile İlgili Bulgular ve Tartışma

5.1.1. Reaktör tasarımı ve imalatı ile ilgili bulgular ve tartışma

Reaktör tasarımı ve imalatı kısmında anlatılan hususlar değerlendirildiğinde tasarlanacak reaktörün istenilen hacim özelliklerini sağlayabilmesi için Çizelge 5.1.'de boyutları verilen reaktörler imal edilmiştir. İmal edilen reaktörlerin içerisinde ölü hacim olmaması için taban ve tavan kısımlarının gövdeye birleştiği bölgelere radüsler yapılmıştır.

Mekanokimyasal işlem sırasında küçük reaktöründe kullanılabilecek bilyaların çaplarının küçük olacağı değerlendirilerek reaktör içerisinde ölü hacim olmaması için yapılan radüs boyutu 7,5 mm olarak seçilmiş olup reaktörün ağırlığını azaltabilmek amacıyla iç kısma yapılan radüslerin benzeri reaktörün dış kısmına da yapılmıştır. Dış kısma yapılan radüslerin çapı reaktörün et kalınlığının 7,5 mm olması nedeniyle 15 mm olarak seçilmiştir.

Pilot ölçekli üretimler için kullanılabilecek reaktörün tasarımında ise yapılan reaktör tasarımına uygun olarak çapta ve reaktör boyunda artışa gidilmiştir. Reaktörün büyük olması nedeniyle kullanılacak bilyalarında daha büyük olacağı değerlendirilerek taban ve tavan kısmına yapılacak radüsler arttırılmıştır.

İmalatı yapılan reaktörlerin sertlikleri mekanokimyasal işlem sırasında işleme tabi tutulan tozun kirlenmemesi amacıyla kullanılan bilyaların sertliğine (58-65 rockwell) yakın olarak 60-65 rockwell sertliğinde üretilmiştir.

Çizelge 5.1. Küçük ve büyük reaktörlerin boyutları

	Küçük Reaktör	Büyük Reaktör
İç Çap (mm)	44	75
Dış Çap (mm)	59	90
İç Boy (mm)	75	105
Dış Boy (mm)	90	120
Hacim (mm ³)	110960	431170

SPEX 8000 ile kullanılan içi küresel reaktörün iç hacmi ANSYS programının içerisinde bulunan Design Modeler programı kullanılarak 52 690 mm³ olarak hesaplanmıştır. Aynı şekilde tasarlanan küçük ve büyük reaktörlerin hacimleri de bulunarak Çizelge 5.1.'e eklenmiştir. Çizelgeden de görüldüğü gibi büyük reaktörün hacmi küçük reaktörün hacminin yaklaşık 4, SPEX 8000 ile kullanılan içi küresel reaktör hacminin ise yaklaşık 8 katıdır. Dolayısıyla SPEX 8000 ile kullanılan içi küresel reaktör ile 10-20 gramlık bir üretim yapılabileceği düşünülürse büyük reaktör ile yaklaşık 160 grama kadar (üretilcek malzeme yoğunluğuna göre değişim gösterebilir) üretim yapılabileceği değerlendirilmektedir.

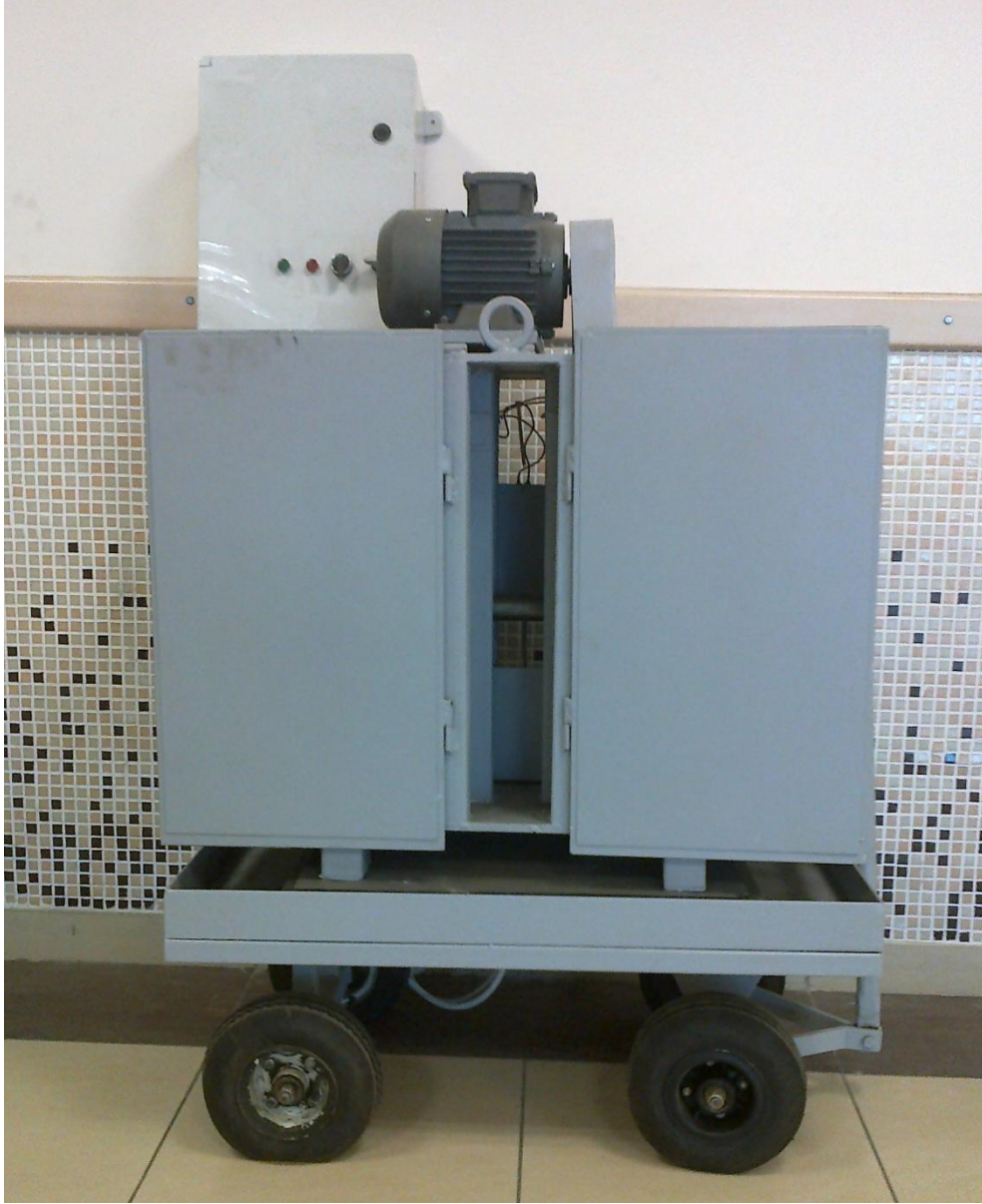
5.1.2. Yüksek enerji çarpımlı cihaz tasarımı ve imalatı ile ilgili bulgular ve tartışma

İmalatı tamamlanan 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün çevresel hızı ve hareket genliği, SPEX 8000 karıştırıcı öğütücüye göre daha fazladır. Dolayısıyla ortaya çıkan kinetik enerjide daha yüksek olacaktır. İmal edilen 12 tutuculu karıştırıcı öğütücü ile SPEX 8000'e ait özellikler Çizelge 5.2.'de karşılaştırılmıştır.

Çizelge 5.2. İmal edilen 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücüye ve SPEX 8000'e ait özellikler [8000M Mixer/Mill Operating Manual, 2003].

Özellik	SPEX 8000	12 tutuculu öğütücü
Boyutları	48 cm x 36 cm x 46 cm	53 cm x 103 cm x 55cm
Motor	1/3 HP, 1245 @50 Hz	1 HP, 1450 @50 Hz
Çalkalama Hareketi	5,9 cm ileri ve geri, 2,5 cm yanlara	10 cm ileri ve geri, 5 cm yanlara
İleri Geri Tam Devirde Dakikadaki Çalkalama Hızı	1245 (230 V / 50 Hz)	660-1450 devir/dakika (kayış kasnak tertibatı ile)

İmalatı tamamlanan 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücüye deneysel çalışmalar ve özel üretimlerde kullanılabileceği değerlendirilmiş ve özel kontrol ünitesi yapılarak 15 dakika aralıklarla 24 saat süresince öğütücünün istenilen sürede çalışıp durması sağlanmıştır. Ayrıca, CE standartlarına da uygun olması için öğütücüye kapakları açıldığında sistemin durmasını sağlayan bir güvenlik sistemi de eklenmiştir. Ek bir emniyet tedbiri olarak da tutucuları sabitleyen yayda meydana gelen bir kırılmada sistemin kendine zarar vermesini önleyen ve motoru durduran bir fonksiyonda eklenmiştir. 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü imalatı tamamlandıktan sonra cihazın reaktörler bağlanmadan boş ağırlığı 53 kg'dır. Ağırlığının fazla olması nedeniyle cihazın altına taşınmasını kolaylaştıracak şekilde bir taşıma arabası dizayn edilmiş ve imalatı yapılmıştır. 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü yaptığı hareket nedeniyle benzer tipteki cihazlar gibi sarsıntılı çalışan bir cihazdır. İmal edilen taşıma arabası taşımayı kolaylaştırdığı gibi cihazda oluşan sarsıntıyı da soğurmaktadır. 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün son hali Resim 5.1.' de görüldüğü gibidir.



Resim 5.1. İmal edilen 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün fotoğrafı

12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü parçaları ve reaktörlerin imalatları hammaddeden başlayarak yapılmıştır. Cihazın ve reaktörlerin imalatı için gerekli hammadde miktarları, gerekli parçaların isim, miktarları ve maliyetleri Çizelge 5.3.'de sunulmuştur.

Çizelge 5.3. 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü parçaları ve reaktörlerin imalatları için gerekli malzemeler ve maliyetleri

Parçanın İsmi	İmalat için gerekli parça adedi	Üretim için kullanılacak olan hammadde miktarı (kg)	Birim fiyatı	Toplam fiyat (TL)
Ø59 mm Reaktör	12	27	20	540
Ø90 mm Reaktör	12	75	20	1 500
Ø25 mm Mil	1	4	15	60
Tutucu	2	30	25	750
Üst ve alt tablalar	4	6	25	150
Sabitleme parçası	4	4	15	60
Küresel mafsal	2	1	15	15
Taşıyıcı gövde	1	50	15	750
Eksantrik	2	0,5	25	12,5
Sıkıştırma Vidası	12	2	15	30
6008 Rulman	4	--	15	60
Çekme yayı	2	--	25	50
Motor	1	--	500	500
Kayış kasnak seti	1	--	200	200
Emniyet kontrolörü	2	--	100	200
Elektrik kontrol Ünitesi	1	--	1 000	1 000
Taşıyıcı araba	1	--	2 000	2 000
Malzeme Genel Toplam				7 877,5

Çizelge 5.3.'de listesi verilen hammadde ve malzemeler kullanılmış ve 20 000 TL işçilik bedeli ödenerek 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü ve reaktörleri ürettirilmiştir. Reaktörlerin 60-65 Rockwell sertliğe getirilebilmesi için yapılan ısıtma işlemi içinde (40 kg malzeme için) 800 TL ücret ödenmiştir. 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün parçaları ve Çizelge 5.3.'de bahsi geçen 24 adet reaktörün toplam maliyeti 28 667,5 TL'dir. Seri üretime geçildiği zaman bu maliyetin daha da uygun fiyatlara mal olacağı değerlendirilmektedir.

Ayrıca 12 tutuculu yüksek enerji çarpanlı öğütücünün maliyetini karşılaştırabilmek için piyasada salınımlı tipte satılan cihazlardan olan ve sadece 2 tutucusu bulunan SPEX-8000 D'nin fiyatı 37 750 TL olup cihazla beraber verilen ekipmanlarıyla 88 470 TL'dir. Fiyatlardan da görüldüğü üzere 12 tutuculu yüksek enerji çarpanlı öğütücü 2 tutuculu benzer özelliklere sahip cihazdan bile daha ucuza imal edilmiştir.

5.1.3. ANSYS programı ile yapılan analiz çalışmaları

İmalatı tamamlanan 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün benzer şekilde çalışan cihazlarla enerji çarpımının karşılaştırılması amacıyla sonlu elemanlar metodu ile analiz edilmesine karar verilmiştir. 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü ile karşılaştırılacak cihaz olarak da piyasada ve akademik çalışmalarda kullanılmakta olan SPEX 8000 karıştırıcı öğütücü seçilmiştir. Söz konusu analiz çalışması ANSYS programı üzerinden yapılmış olup bundan sonra SPEX 8000 tekli, 12 Tutuculu Yüksek Enerji Çarpımlı Öğütücü ise onikili olarak isimlendirilecektir.

Tekli için yapılan analiz çalışmaları

Tekli sistemin analiz çalışmaları için literatür incelendiğinde herhangi sonlu elemanlar yöntemi ile yapılan bir çalışma bulunamamış olup bu nedenle yapılan nümerik çalışmalardan elde edilen değerler kullanılmıştır.

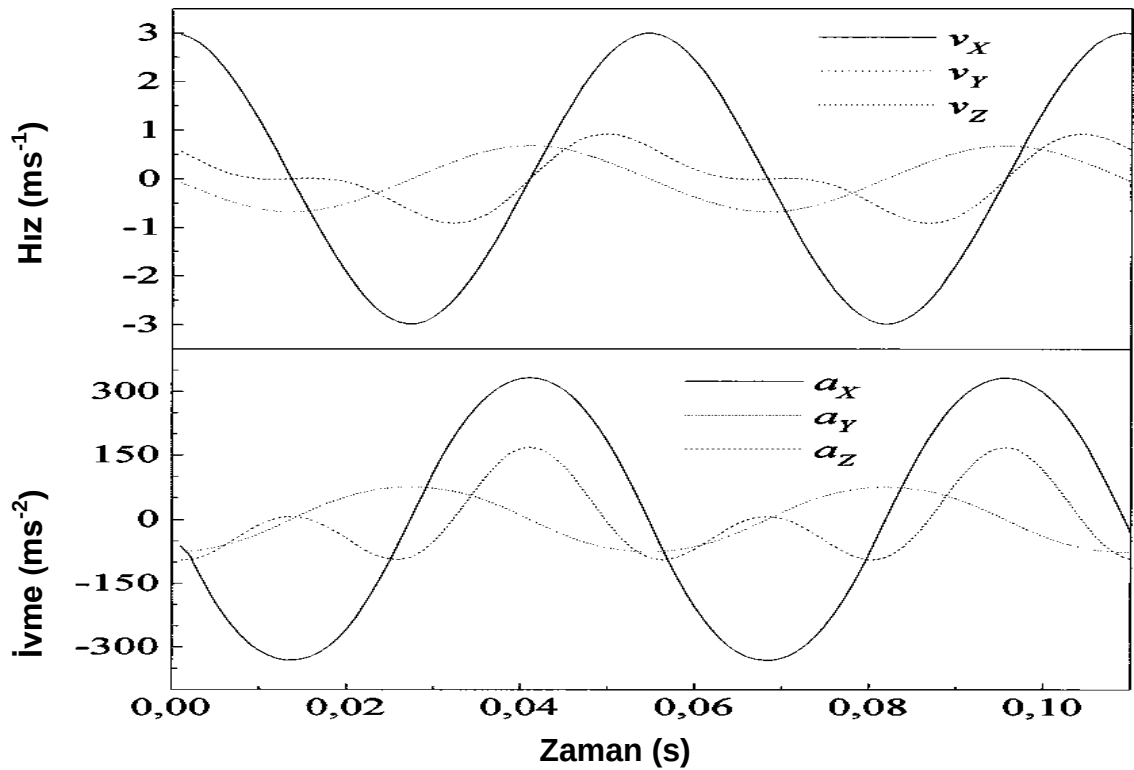
Caravati ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada, lineer olmayan dinamik tekniği kullanılarak yapılan nümerik modelleme sonucunda içerisinde bilya bulunmayan boş reaktörün hız ve ivme grafiklerini 115 rads^{-1} devirlik dönü için Şekil 5.1.'de görüldüğü gibi x ekseninde maksimum 3 ms^{-1} civarında bulmuştur [Caravati ve ark., 1999].

Concasa ve arkadaşları tarafından yapılan diğer bir çalışmada ise, tekli

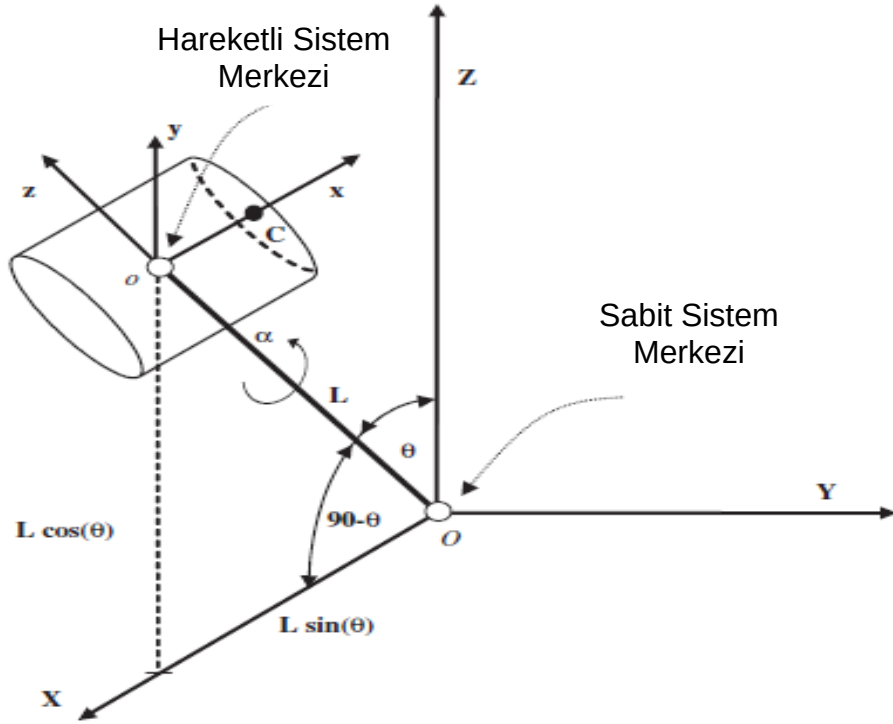
sisteme bağılı reaktör içindeki öğütücü bilyaların hareketini simüle etmek için matematiksel bir model geliştirilmiş ve bu matematiksel modeli Çizelge 5.4.'de verilen değerleri girmek suretiyle çözümünü yapmışlardır. Tek bilyanın hareketi yani duvar-bilya çarpışmasını içeren bir model oluşturmuşlardır. Bilya ve reaktör duvarı arasında ne zaman çarpışma olacağını belirleyebilmek için proses boyunca bilyanın ve reaktör içindeki her noktanın pozisyonu, hızı ve ivmesinin bilinmesi gerekmektedir. Bu nedenle önce 3 boyutlu reaktör hareketini mekanizma parçalarına göre simüle etmişlerdir. Şekil 5.2.'de gösterildiği gibi iki kartezyen koordinat sistemi seçilmiştir. Reaktörün her noktasındaki hareket sabit sisteme göre simüle edilmiştir. Sabit sistem (inertial system) X,Y,Z ile gösterilmiş olup orijin (O) noktası mekanik şaft kolunun dayanak noktası ile çakıştırılmıştır. Diğer hareket sistemi (Non-inertia system) x,y,z ile gösterilmiş olup orijin (o) silindirik reaktörün tam merkezine yerleştirilmiştir. Reaktörün her noktasının yörüngesi (sabit sisteme göre) hareketli sisteme bağılı olan kolun senkronize harmonik hareketlerine göre simüle edilmiştir. Öncelikle reaktör hareketinin simülasyonu için, reaktör duvarı ile bilyanın çarpışmalarının değerlendirmesi için matematiksel bir algoritma kabul edilmiştir. Bu algoritmaya göre reaktör hareketi simüle edilmiş ve bilya-reaktör duvarı arasındaki çarpışma incelenmiştir. [Concasa ve ark., 2006].

Çizelge 5.4. Concasa ve arkadaşları tarafından yapılan numerik analize girilen değerler [Concasa ve ark., 2006]

Reaktör iç yarıçapı	1,9 cm
Reaktör iç uzunluğu	5,8 cm
Reaktör mil uzaklığı	10 cm
Bilya yarıçapı	6,3 mm
Bilya sayısı	1 adet
Bilya ağırlığı	8,114 g
Mil devri	90–130 arası rad s^{-1}
Bilya yoğunluğu	7700 kgm^{-3}
Young's modülü	$20,6 \times 10^{10} \text{ Pa}$
Poisson's oranı	0,29



Şekil 5.1. Yapılan nümerik çalışmadan elde edilen, boş reaktörün üç eksenindeki hız (Üstte) ve ivme (Altta) grafikleri [Caravati ve ark., 1999]



Şekil 5.2. SPEX 8000'nin Mekanizma parçalarının similasyonu

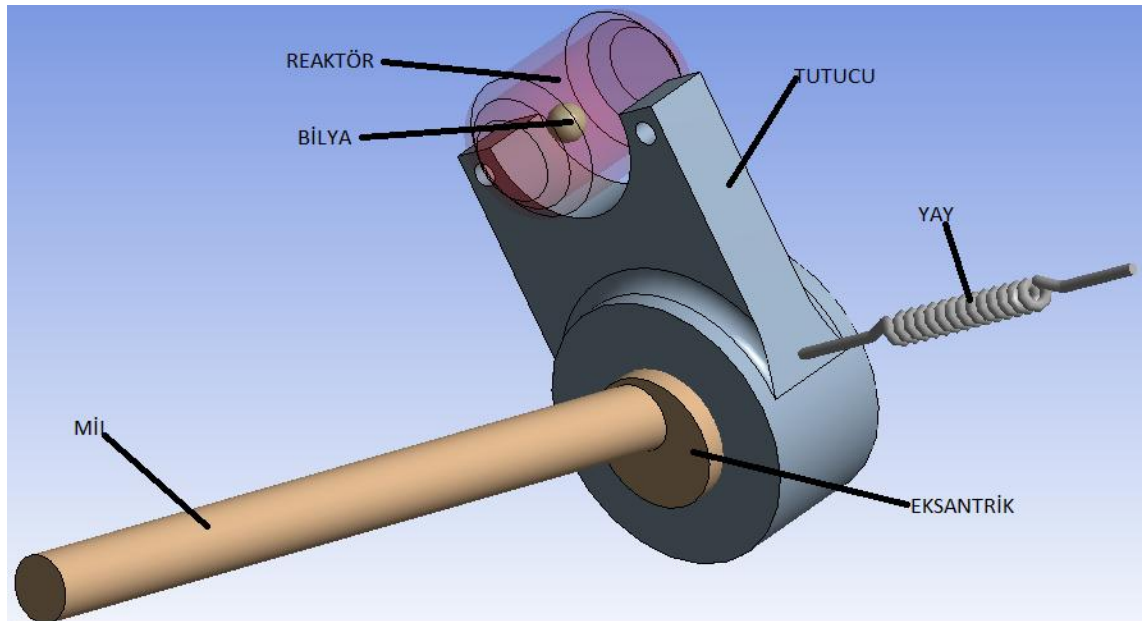
Yapılan çözüm sonucu minimum çarpma hızı $0,09 \text{ ms}^{-1}$, maksimum çarpma hızı $7,61 \text{ ms}^{-1}$ ve ortalama çarpma hızı da $4,168 \text{ ms}^{-1}$ olarak bulunmuştur. Ancak bu çalışmada malzemelerin çarpma sırasında meydana gelen enerjiyi soğurma yani damping faktörleri göz önüne alınmamıştır.

ANSYS programı ile Concasa ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmaya benzer şekilde modellenmiş ve yukarıda gösterilen değerler girilerek modelleme tamamlanmıştır. Model için kurulan geometri Şekil 5.3.'de görüldüğü gibidir. Modelleme esnasında iterasyonların çok uzun sürmesi nedeniyle 0,1 saniyelik analizler yapılmış ve 115 rad s^{-1} lik bir dönü uygulanarak sonuca ulaşılmıştır.

Yapılan analizler sonucunda minimum hız değeri $0,005 \text{ ms}^{-1}$, maksimum hız değeri $50,094 \text{ ms}^{-1}$ ve ortalama hız değeri ise $27,832 \text{ ms}^{-1}$ olarak bulunmuştur. Hız verileri arasındaki farkın nedeni; makalede bahsi geçen

yapıda bilya ile reaktör arasında meydana gelen çarpışmalar esnasında kaybolan enerjiyi gösteren damping faktörü, yani çarpışmalar sırasındaki enerji soğurumunun göz ardı edilmesi olarak değerlendirilmiştir. Ayrıca makalede herhangi bir sürtünme katsayısından bahsedilmemiştir.

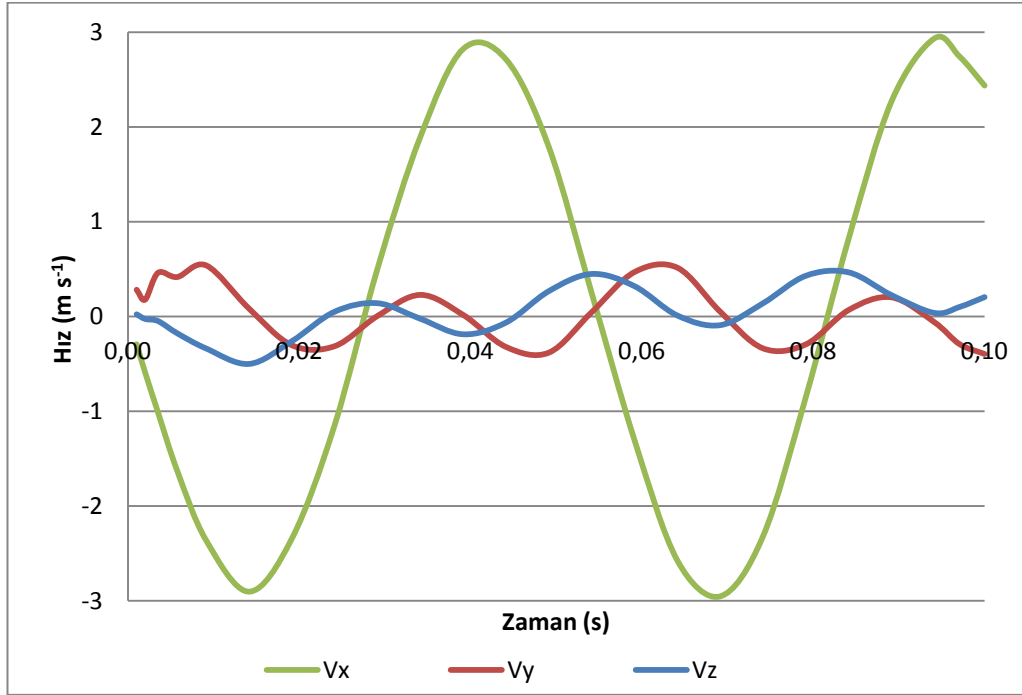
ANSYS programı ile yapılan çalışmada çeliklere uygun olarak belirlenen 0,002 [Bachmann ve ark., 1995] damping faktörü ve 0,01 sürtünme katsayısı girilerek analizler tekrar yapılmıştır. Yapılan analizler sonucunda minimum hız değeri $0,001 \text{ ms}^{-1}$, maksimum hız değeri $7,279 \text{ ms}^{-1}$ ve ortalama hız değeri ise $4,096 \text{ ms}^{-1}$ olarak bulunmuş olup Concasa ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmaya yakın değerlere ulaşılmıştır.



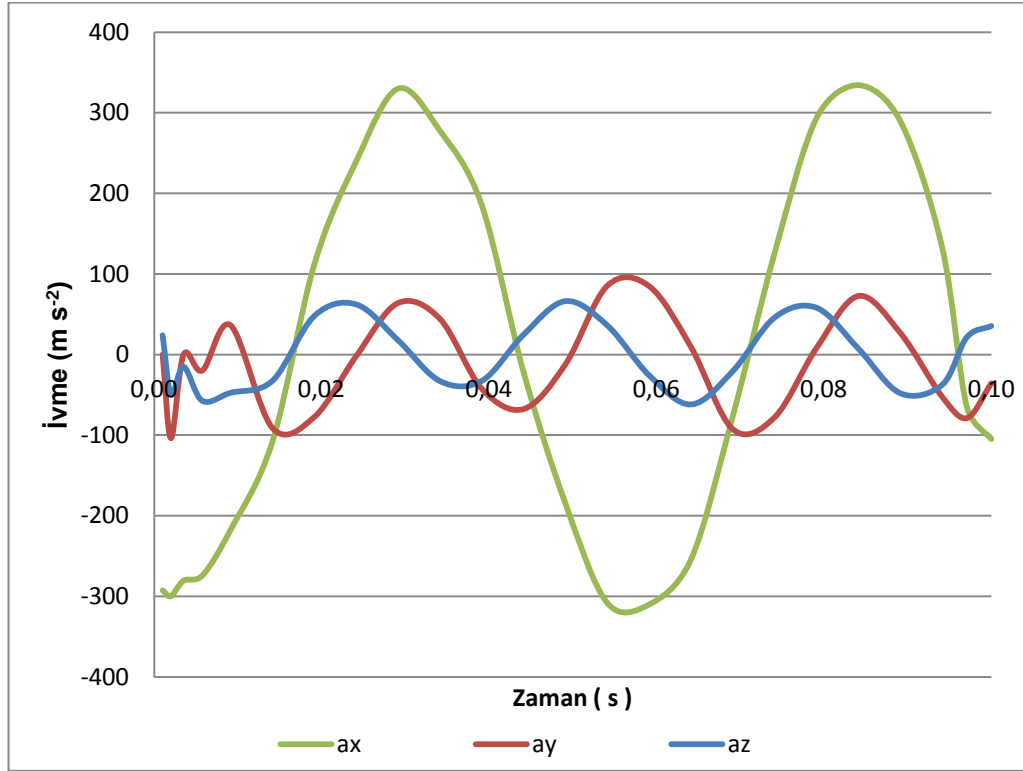
Şekil 5.3. Tekli sistemin ANSYS analizi için kurulan model

Aynı modelle Caravati ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmaya benzer olarak içerisinde bilya olmayan boş reaktörlerin hızları 90, 110, 115 ve 130 rad s^{-1} devirleri için analiz edilmiştir. Caravati ve arkadaşlarının 115 rad s^{-1} için yaptığı çalışmaya benzer olarak Şekil 5.3.'de verilen modelin miline 115 rad s^{-1} lik bir dönü verilerek yapılan analizler sonucu elde edilen hız grafiği Şekil 5.4.'de, ivme grafiği ise Şekil 5.5.'de görülmektedir.

Şekil 5.4.'deki hız ve Şekil 5.5.'deki ivme verileri incelendiğinde Şekil 5.1.'de Caravati ve arkadaşları tarafından yapılan çalışma sonucu elde edilen grafiklerdeki sonuçlarla hemen hemen aynı değerlere sahip sonuçlar elde edilmiştir.

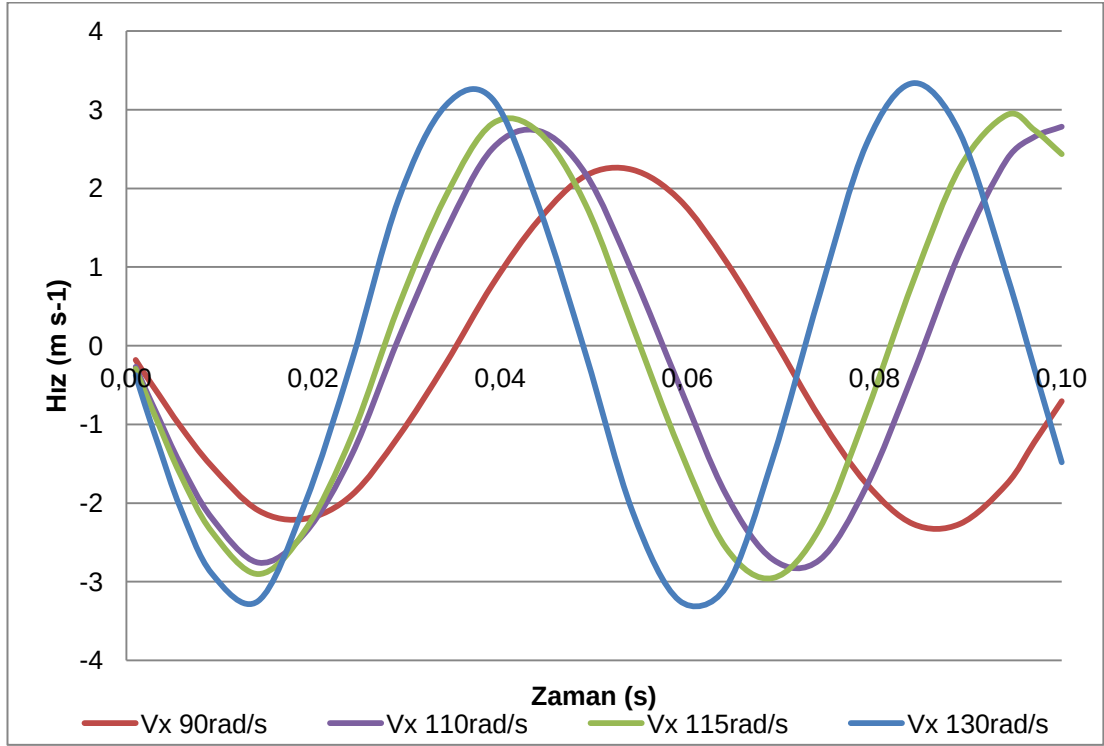


Şekil 5.4. 115 rad s⁻¹ devirle çalışan teclinin boş reaktör hızının x, y ve z bileşenleri

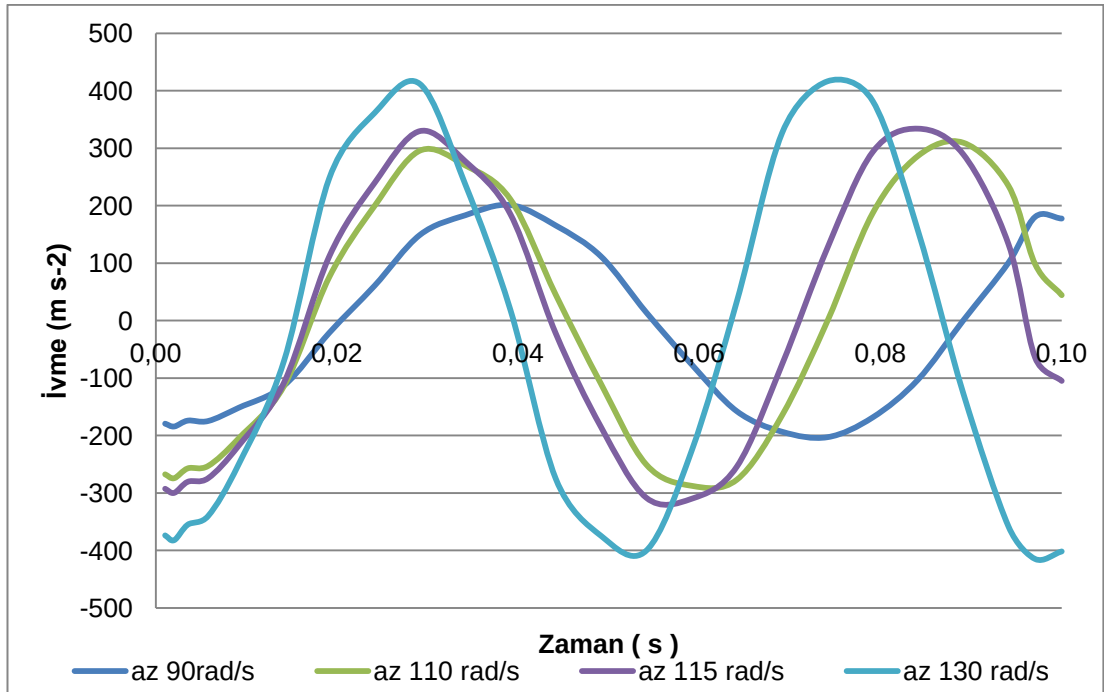


Şekil 5.5. 115 rad s⁻¹ devirle çalışan teklinin boş reaktör ivmesinin x, y ve z bileşenleri

Grafiklerde görüldüğü üzere hızın dolayısıyla ivmenin en yüksek olduğu eksen x eksenidir. Teklinin çalışma devirleri Çizelge 5.3.'de görüldüğü gibi 90-130 rad s⁻¹ arasında olduğu bildirilmiştir [Concasa ve ark., 2006]. Bu nedenle bu devirlerdeki boş reaktör hızlarını nasıl değiştiğini belirlemek için 90, 110 ve 130 rad s⁻¹ devirleri içinde analizler yapılmıştır. Yapılan analizler neticesinde elde edilen x yönündeki hız grafiği Şekil 5.6.'da, x yönündeki ivme grafiği ise Şekil 5.7.'de sunulmuştur. Şekillerde görüldüğü üzere devir arttıkça boş reaktörlerin hız ve ivme değerlerinin arttığı ayrıca cihazın çalışma frekansının da sıklaştığı görülmekte olup bu beklenen bir sonuçtur.



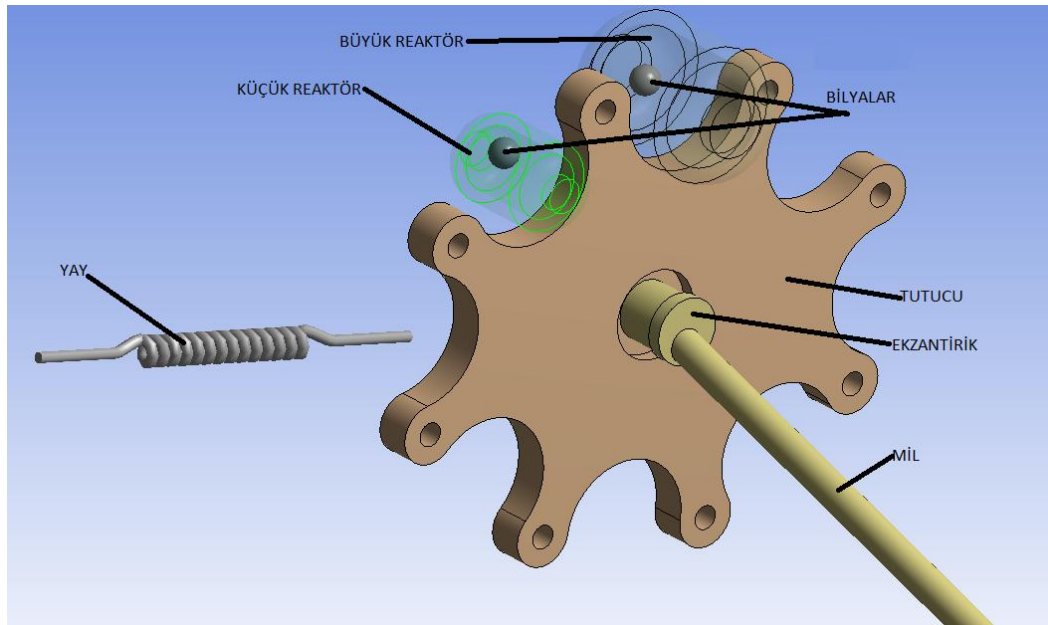
Şekil 5.6. Tekli sistemin 90, 110, 115 ve 130 rad s^{-1} devirlerle çalışması sırasında sisteme bağlı bulunan boş reaktörün x yönündeki hızının değişimi



Şekil 5.7. Tekli sistemin 90, 110, 115 ve 130 rad s^{-1} devirlerle çalışması sırasında sisteme bağlı bulunan boş reaktörün x yönündeki ivmesinin değişimi

Onikili için yapılan analiz çalışmaları

Tekli için yapılan analizlerin doğru değerlere yakınsadığı görülmüş olup bu model ile aynı parametrelerle onikili sisteminde modelinin kurulabileceği değerlendirilmiş ve Şekil 5.8.'de görülmekte olan analiz modeli oluşturulmuştur. Şekilde sistemin simetrik çalışması nedeniyle tek tarafındaki altı tutuculu kısım modellenmiştir. Kurulan analiz modelinde mile herhangi bir dönü verildiğinde tutucu ve tutucuya sabitlenen reaktörler yayın esnemesine bağlı olarak üç eksenli bir hareket yapmaktadırlar.



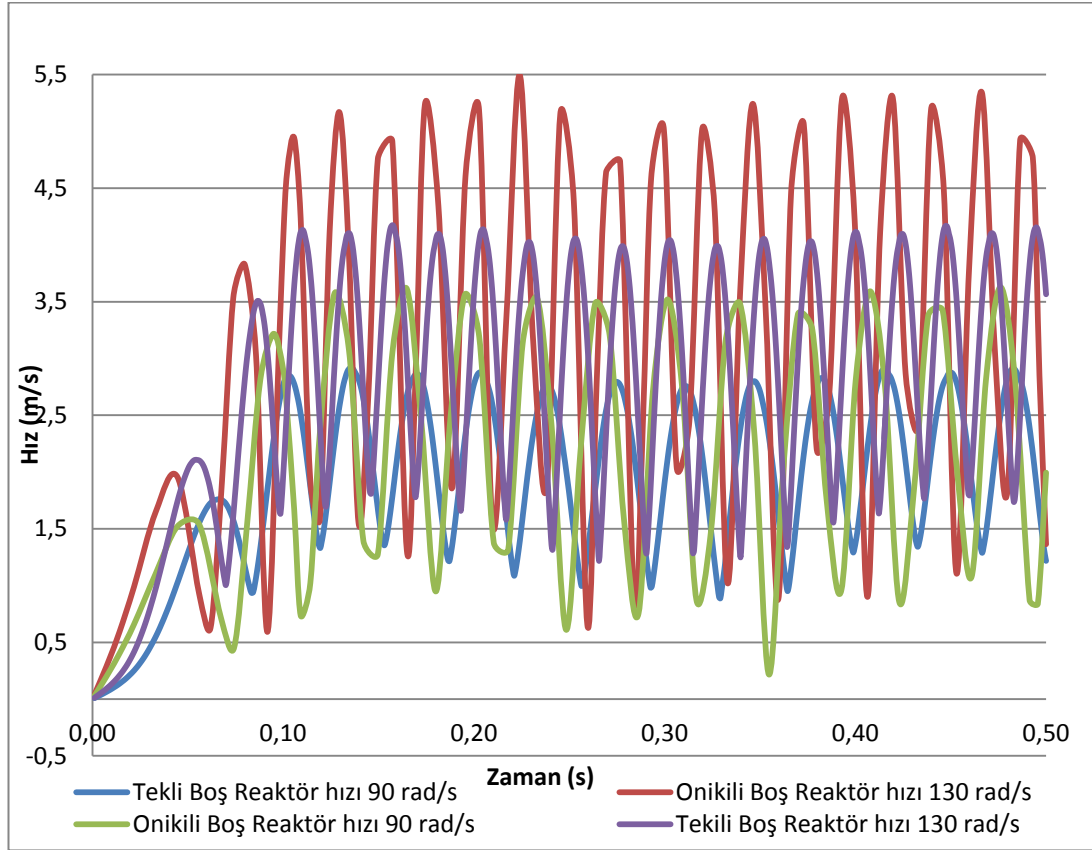
Şekil 5.8. Onikili sistemin analizi için kurulan model

Tekli ve onikili sistemin karşılaştırılması

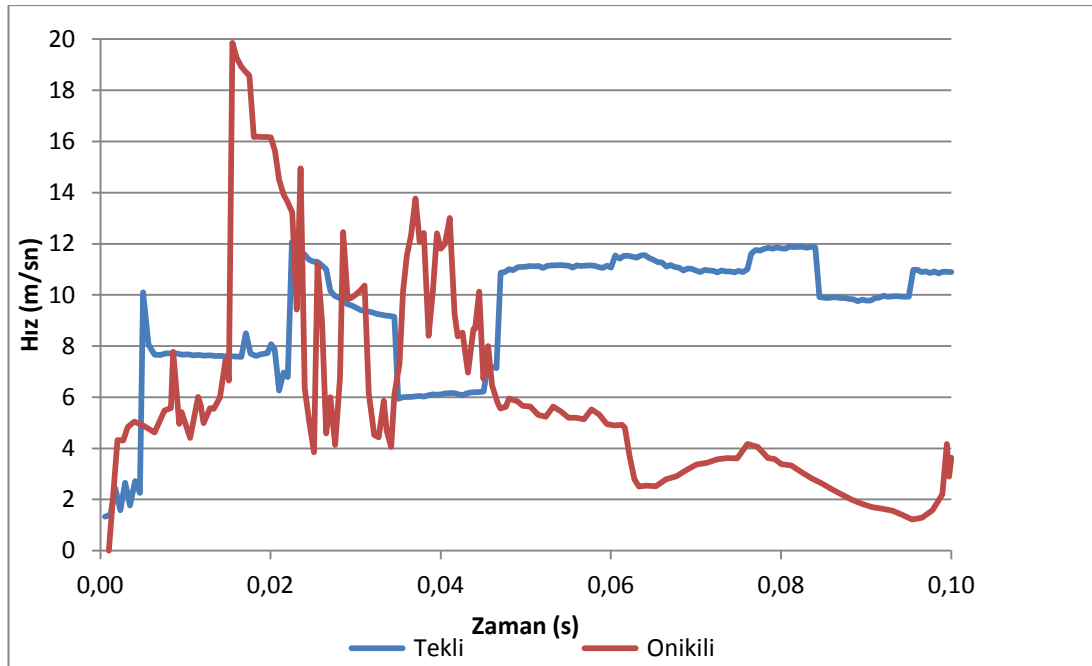
Tekli için yapılan çalışmalarda sistemin çalışmasında en önemli faktörün devir sayısı olduğu belirlenmiştir. Çalışmamızın esasını oluşturan tekli ve onikili sistemler arasındaki enerji farklılıklarının belirlenmesi için kurulan modellerde tekli ve onikili sistemlerin çalışma devirleri aynı tutularak analizler yapılmıştır. Bu analizlerde öncelikle yukarıda belirttiğimiz model değerleri esas alınarak içerisinde bilya bulunmayan reaktörlerin hızları belirlenmiş

ve Şekil 5.9.'da sunulmuştur. Modeldeki tek farklılık 0,5 saniyelik bir analiz yapılmasıdır. Şekil 5.9.'da görüldüğü üzere analizler 90 rads^{-1} ve 130 rads^{-1} devir hızlarında tekli ve onikili sistemler için yapılmıştır. Boş reaktör hızlarını göz önüne aldığımızda onikili sistem 90 rad s^{-1} 'lik hızla dönerken reaktörün ulaştığı hız, tekli sistemin 130 rad s^{-1} hızla dönerken reaktörünün ulaştığı hızdan sadece $0,5 \text{ m s}^{-1}$ düşük olmakla birlikte, onikili sistem 130 rad s^{-1} 'lik hızda yaklaşık $5,5 \text{ ms}^{-1}$ 'lik reaktör hızına ulaşmaktadır.

Boş reaktör hızları arasındaki fark görüldükten sonra içerisinde 5 mm çapında tek bilya bulunan reaktör tekli ve onikili sisteme entegre edilerek başta kurulan model değerlerinde tekrar analiz edilmiştir. Bu modelde de 95 rad s^{-1} bir hız verilerek analiz yapılmıştır. Bu uygulama sonucu alınan hız değerleri Şekil 5.10.'da verilmiştir. Şekil 5.10'da görüldüğü gibi onikili sistemin bilya hızı yaklaşık 20 ms^{-1} ye ulaşırken tekli sistemin bilya hızı 12 ms^{-1} civarında kalmaktadır. Buradan onikili sistemin çarpma hızının, dolayısıyla çarpma enerjisinin tekli sisteme göre daha fazla olduğu görülmektedir. Kinetik enerji, hızın karesiyle orantılı olduğu için, onikili sistemdeki bilyanın kinetik enerjisi, tekli sistemdeki bilyanın kinetik enerjisinden 2,78 katı fazladır.



Şekil 5.9. Tekli ve onikili sistemlere bağlı bulunan içi boş reaktörün zamana bağlı hız değerleri

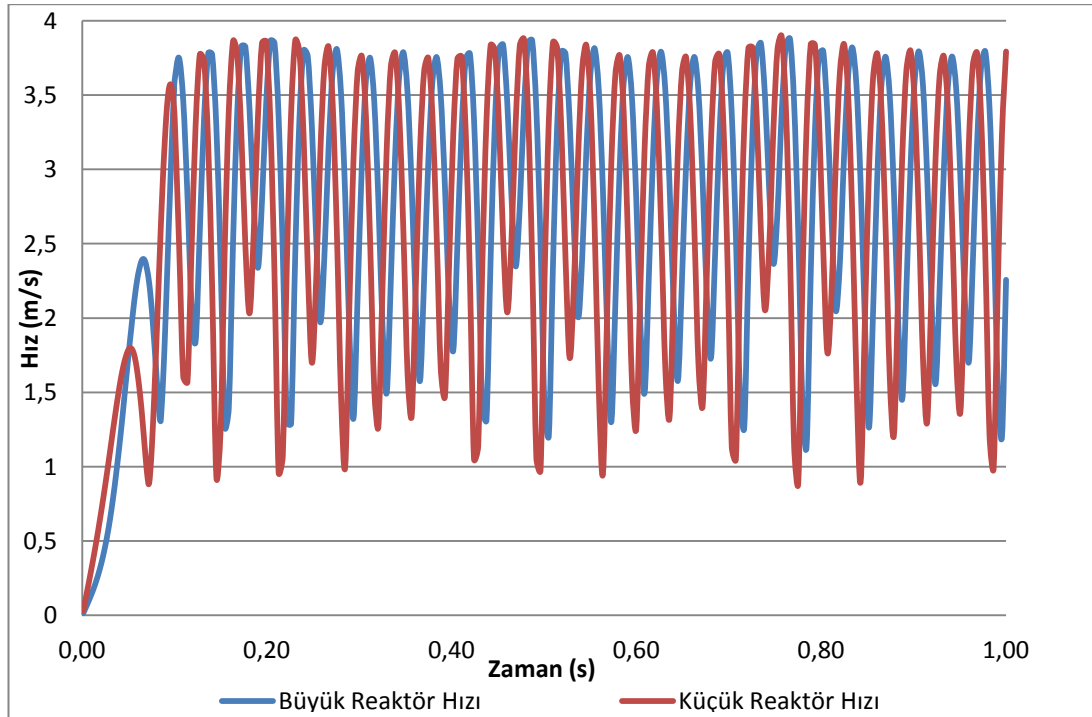


Şekil 5.10. Tekli ve onikili sistemlere bağlı bulunan reaktör içerisindeki bilyaların zamana bağlı hız değerleri

Onikili sisteme bağlanan büyük ve küçük reaktörlerin hız analizleri

Bu bölümde bir önceki analiz çalışmasında onikili için kurulan ANSYS modeli üzerine tasarımları yapılan küçük ve büyük hacimli reaktörler monte edilerek hız analizleri yapılmıştır. Analizde Şekil 5.8.'de görüldüğü gibi onikili sistem üzerine montajı yapılan küçük ve büyük reaktörlerin ölçüleri ve hacimleri Çizelge 5.1.'de görüldüğü gibidir.

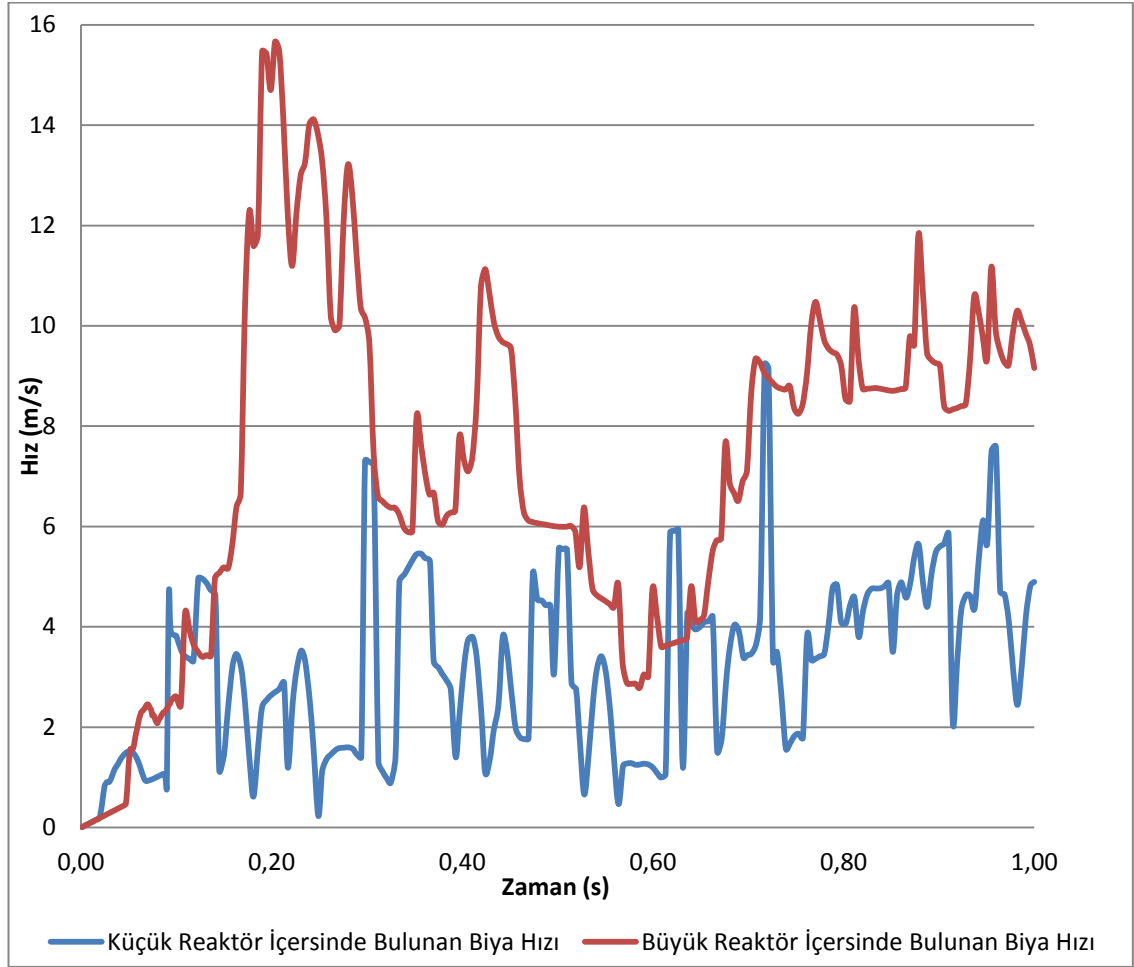
Yapılan çalışmada onikili sisteme 1 saniye süresince 90 rad s^{-1} 'lik bir dönü uygulanmış ve reaktör tepelerinin orta noktalarının hız verileri alınmıştır. Alınan verilerden elde edilen grafik Şekil 5.11.'de görüldüğü gibidir. Şekil 5.11.'de görüldüğü gibi sisteme bağlanan reaktörlerin hızları tamamen birbirine eşittir. Ancak reaktörlerin hızlarının eşit olmasına rağmen içerisinde bulunan bilyaların hızlarının farklı olduğu değerlendirilmiş olup, bu nedenle farklı boyutlardaki reaktörler içerisinde bulunan bilyaların hızlarının tespiti için analizler yapılmıştır.



Şekil 5.11. Onikili sisteme bağlı bulunan büyük ve küçük reaktörlerin zamana bağlı hız değerleri

Onikili sisteme bağlanan büyük ve küçük reaktörlerin içerisinde bulunan bilyaların hız analizleri

12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücüde sisteme yüklenen malzemenin öğütülmesi ya da alaşımlama işlemi tamamen bilyalar tarafından yapılmaktadır. Bu nedenle reaktör içerisinde esas işi yapan bilyaların üzerine toplanan enerjinin analizi önem arz etmektedir. Bilya hızlarının tespiti amacıyla yapılan analizlerde sisteme 90 rad s^{-1} hızında bir dönü uygulanmış ve bilya hızları analiz edilmiştir. Bilya üzerine toplanan enerji, bilyanın kütlesi (m) ve hızının (v) karesinin çarpımının yarısına eşit olan kinetik enerjidir. Dolayısıyla reaktör içerisine konulan bilyanın kütlesi bilinmekte olup bilyanın hızı tamamen belirsiz ve rastgele meydana gelmektedir. Daha önce yapılan analizler de bilyanın tekli ve onikili sistemlerin içerisinde ulaştıkları hızlar tespit edilmişti. Bu çalışmada ise onikili sisteme bağlanan ve Çizelge 5.1.'de boyutları verilen reaktörlerin içerisinde bulunan bilyaların hız değerleri elde edilmeye çalışılmış ve aynı boyuttaki bilyanın farklı boyuttaki reaktörler içerisinde ulaştığı hızlar tespit edilmiştir. Yapılan analizler sonucu elde edilen hız değerleri Şekil 5.12.'de sunulmuştur.



Şekil 5.12. Onikili sisteme bağlı bulunan küçük ve büyük reaktörlerin içerisinde bulunan bilyaların zamana bağlı hız değerleri

Şekil 5.12.'de görüldüğü gibi büyük reaktör içerisinde bulunan bilyanın hızı maksimum $15,47 \text{ ms}^{-1}$ 'lik hızlara ulaşırken küçük reaktör içerisinde bulunan bilya maksimum $9,14 \text{ ms}^{-1}$ 'lik hıza ulaşabilmiştir. Bu veriler üzerinden iki bilyanın kinetik enerjileri arasında 2,9 kat fark bulunmaktadır. Dolayısıyla aynı hızla hareket eden farklı boyutlardaki iki reaktör içerisinde bulunan bilyaların öğütme enerjilerinden kaynaklanan bu fark, daha yüksek enerji ihtiyacı olan öğütme ve alaşımlama işlemlerinin yapılabilmesini ya da normalde yapılabilen işlemlerin süresini kısaltma imkanı sağlayacaktır.

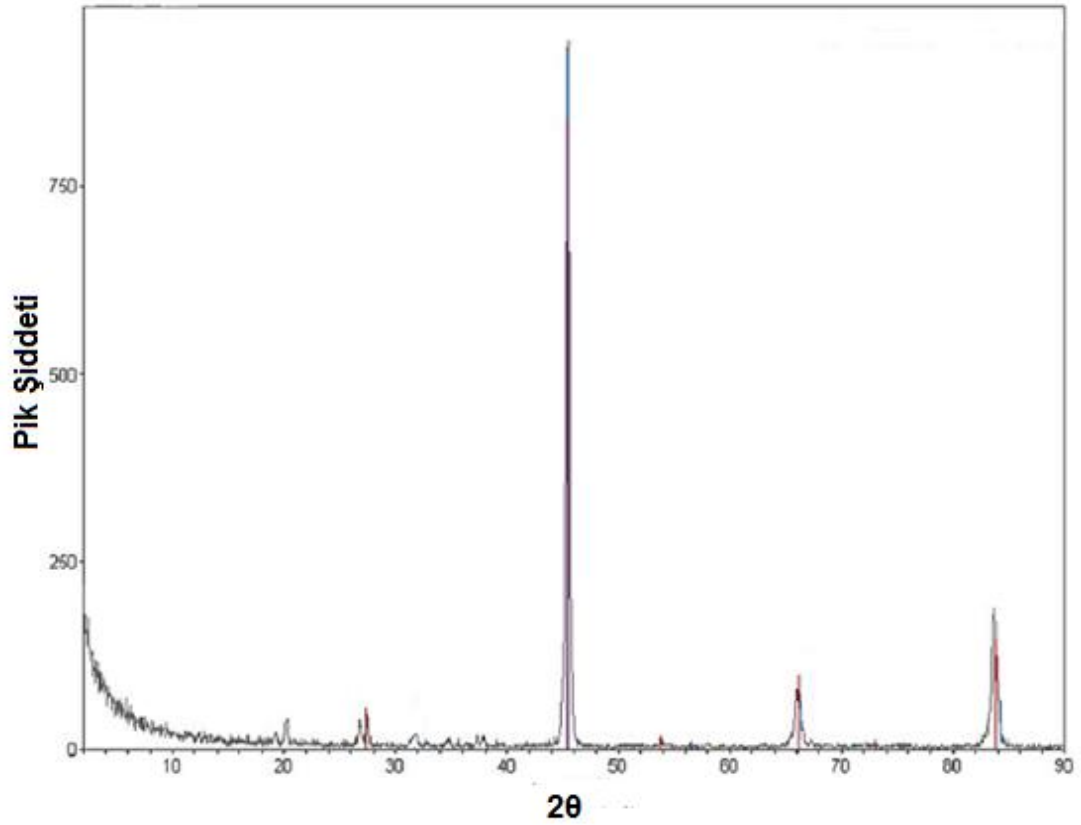
5.2. Katkı ve Katkısız Demir Silisyum Üretimi ile Üretilen Bileşiklerin Özellikleri

Öncelikle katkı maddelerinin etkilerini değerlendirebilmek için “Mekanokimyasal Yöntemle Demir Silisyum Bileşiğinin Üretilmesi ve Radar Absorpsiyon Malzemesi Olarak Kullanılabilirliği” konulu doktora çalışmasında; optimize edilen ağırlıkça karışım oranı %83 demir ve %17 silisyum kullanılarak saf demir silisyum üretilmiştir [Aktaş, 2013]. Üretilen demir silisyumu karakterize etmek amacıyla XRD analizi yapılmış ve Şekil 5.13.’de verilmiştir. XRD cihazında kullanılan MDI Jade 7 tarama programında Fe_3Si bileşiği için 45,187, 65,703 ve 83,219 derecelerde üç ana pik bulunmaktadır. Şekil 5.13.’den de görüldüğü gibi oluşan pikler istenilen bileşik olan Fe_3Si üretildiğini göstermektedir. Katkı maddelerinin etkisini gözlemleyebilmek için analizlerde üretilen Fe_3Si katkısız demir silisyum olarak adlandırılmış ve karşılaştırma amacıyla kullanılmıştır.

Ayrıca, üretilen demir silisyum esaslı boyanın (silikon esaslı bağlayıcı kullanılmıştır) sıcaklık dayanımı test edilmiş ve elde edilen sonuçlar Resim 5.2.’de verilmiştir. Elde edilen sonuca göre; 700°C sıcaklığa kadar silikon bağlayıcı ile yapılan kaplamada herhangi bir bozulma olmamış ancak bu sıcaklıktan sonra gözle kaplamada ufak çatlaklar oluşmaya başlamıştır. Kaplamada kullanılan pigmentin ferromanyetik özelliği 572°C’den sonra bozulduğu için silikon esaslı boya ile kullanılabileceği değerlendirilmiştir.



Resim 5.2. 700°C'de boyanın sıcaklık dayanımı



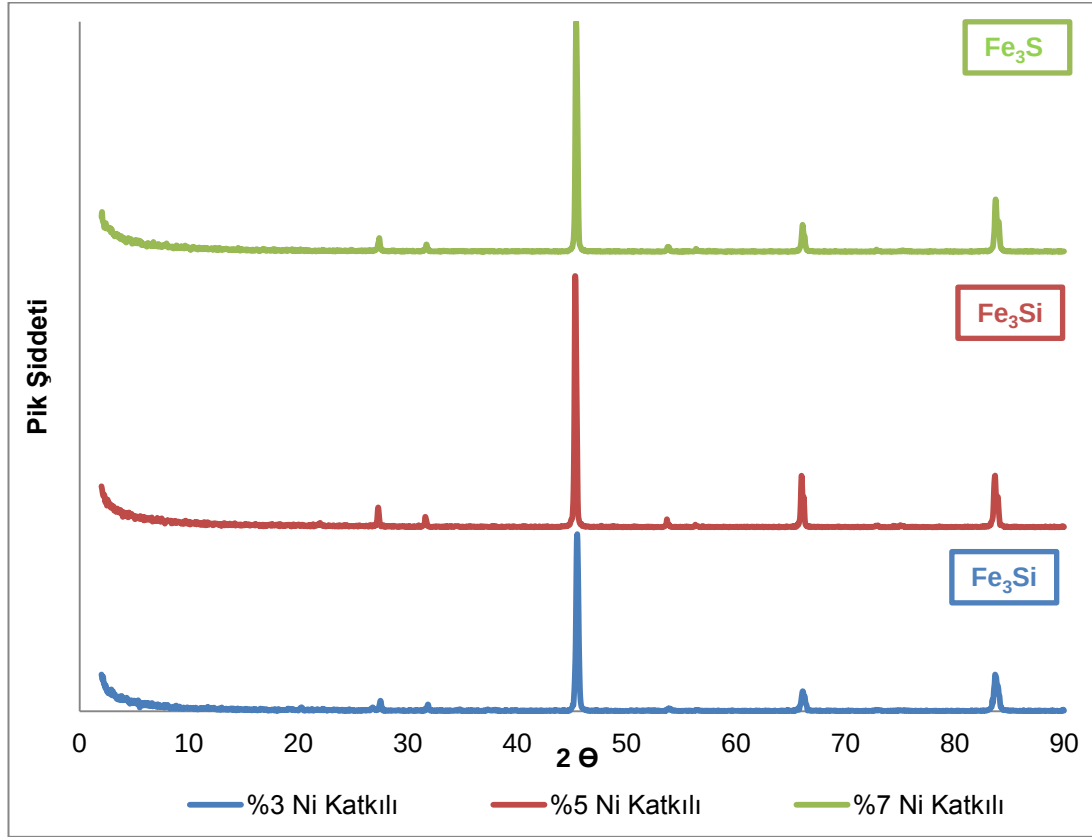
Şekil 5.13. Katkısız demir silisyumun XRD grafiği

5.2.1. Demir Silisyuma yapılan nikel katkısının etkileri

Üretilen farklı oranlarda Nikel içeren demir silisyum karakterizasyonu için XRD analizi yapılmıştır. Yapılan XRD analizlerinin sonuçları Şekil 5.14.'de

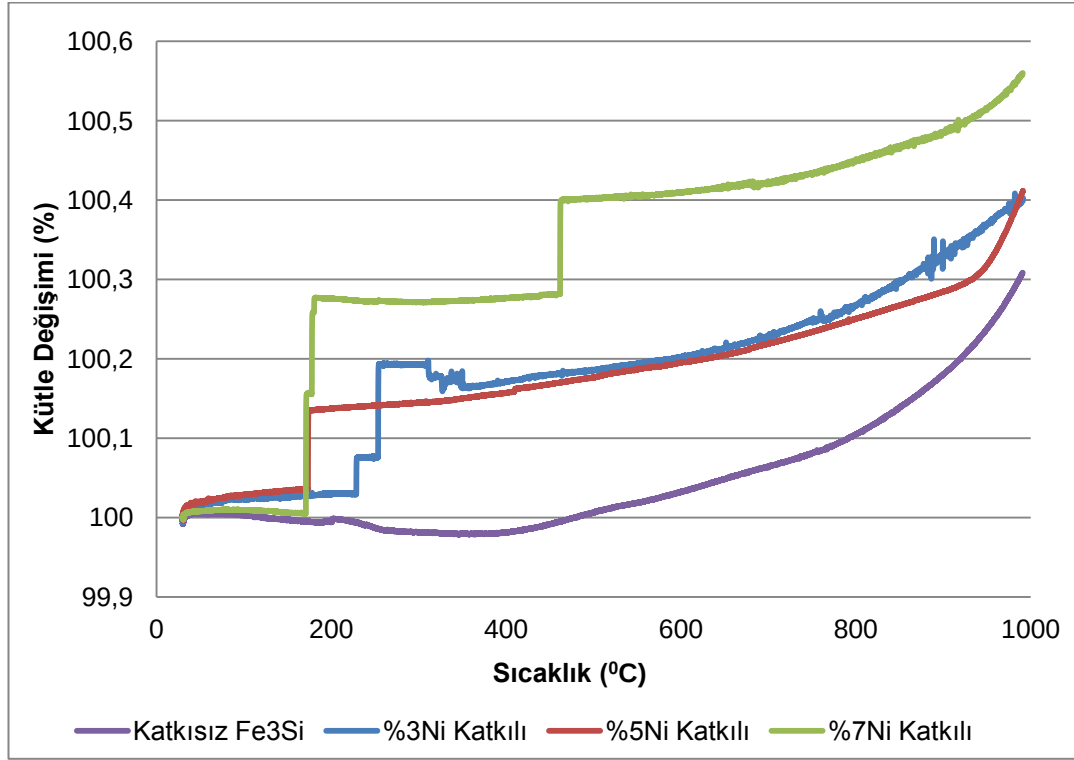
sunulmuştur. Farklı oranlarda nikel katkısı yapılmasına rağmen üretimlerin hepsinde de sadece Fe_3Si piki tespit edilebilmiştir. Ancak %5 ve %7 Nikel eklendiği zaman 2 θ değerlerinden 65 ve 83 derecelerde bulunan piklerde çatallanma olmaya başlamış olup bu piklere uygun olan farklı bir bileşik yapılan katalog taramasında bulunamamıştır. Bu hususla ilgili olarak Hosseini ve Bahrami, tarafından yapılan çalışmada $x < 5$ için nikel demir kafesi içerisine girerek mikro gerilmeyi arttırdığı tespit edilmiş ayrıca $x > 5$ değeri için nikelin demir kafes yapısı içerisine girmesinin zorlaştığı ve $\alpha\text{-Fe}$ XRD pik yüksekliği değişmediği gözlenmiştir. Bunun nedeni olarakta nikelin atomik çapının demir ve silisyumdan fazla olması ve iç gerilmenin çok artmış olması olarak ifade edilmiştir [Hosseini ve Bahrami, 2005]. Hosseini ve Bahrami, tarafından yapılan çalışma da, üretilen nikel katkılı demir silisyumun XRD analizleri sonucunda piklerde ortaya çıkan çatallanmaların nedenlerini açıklamaktadır.

Yapılan deneyler neticesinde üretilen nikel katkılı demir silisyumun TGA analizleri iki şekilde yapılmıştır. İlk analizde nikel katkılı ve katkısız Fe_3Si numuneleri krozeye konmuş ve 1000°C sıcaklığa kadar ısıtılmıştır. Bu ısıtma sonucu elde edilen grafik Şekil 5.15.'de sunulmuştur. Şekilden görüldüğü üzere 1000°C sıcaklığa kadar üretilen malzemelerin tamamında kütle artışı görülmektedir; ancak kütle artışının çok az miktarda (max. %0,6) olması nedeniyle ihmal edilebileceği ve 1000°C sıcaklığa kadar yapının kararlılığını koruduğu değerlendirilmiştir.

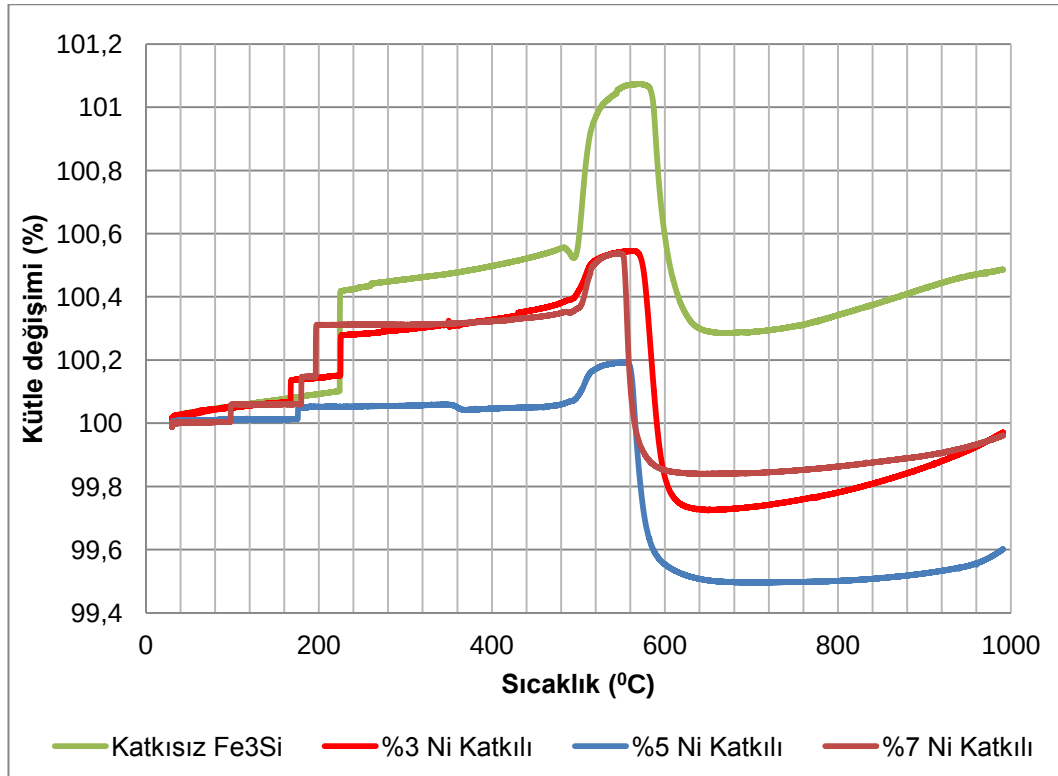


Şekil 5.14. Nikel katkılı demir silisyumun XRD analizleri

Yapılan diğer bir TGA analizi ASTM Designation E:1582-93 [ASTM, 2000] standardına göre yapılmıştır. ASTM standardına göre yapılan analiz sonucunda elde edilen grafik Şekil 5.16.'da sunulmuştur. Şekil 5.16.'da görüldüğü üzere katkısız Fe₃Si kütle kaybına 572°C sıcaklıkta başlamış olup 650°C sıcaklığa kadar bu azalma devam etmektedir. Dolayısıyla üretilen Fe₃Si'nin Curie sıcaklığı kütle kaybının başladığı sıcaklık olan 572°C olarak alınmıştır. Literatürden bu sıcaklığın 570°C olduğu bilinmektedir ve elde ettiğimiz sonuçla örtüşmektedir [Harada ve ark., 2011]. Yapılan analizlerin tamamı aynı cihazda yapıldığı için standart sapmanında aynı ölçüde olduğu değerlendirilmiştir. Bu kapsamda incelediğimizde %3 nikel katkılı numunenin Curie sıcaklığı 565°C, %5 nikel katkılı numunenin Curie sıcaklığı 559°C ve son olarak %7 Nikel katkılı numunenin Curie sıcaklığı 552°C olarak belirlenmiştir. Şekil 5.16'dan da görüldüğü gibi nikel katkı miktarı arttıkça Curie sıcaklığının düştüğü tespit edilmiştir.

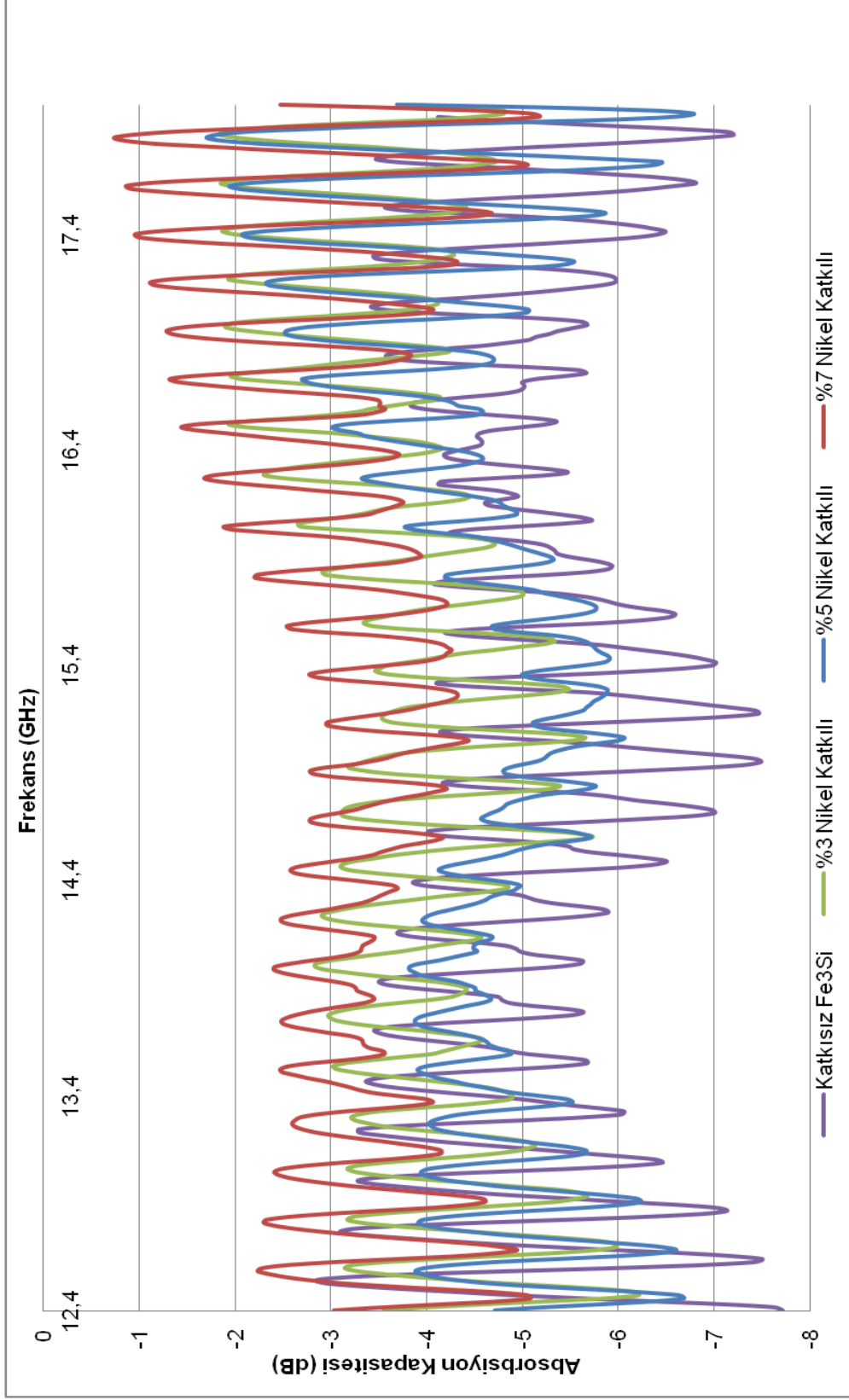


Şekil 5.15. Nikel katkılı ve katkısız Fe₃Si numunelerinin TGA analizleri



Şekil 5.16. Nikel katkılı ve katkısız Fe₃Si numunelerinin Curie sıcaklıkları

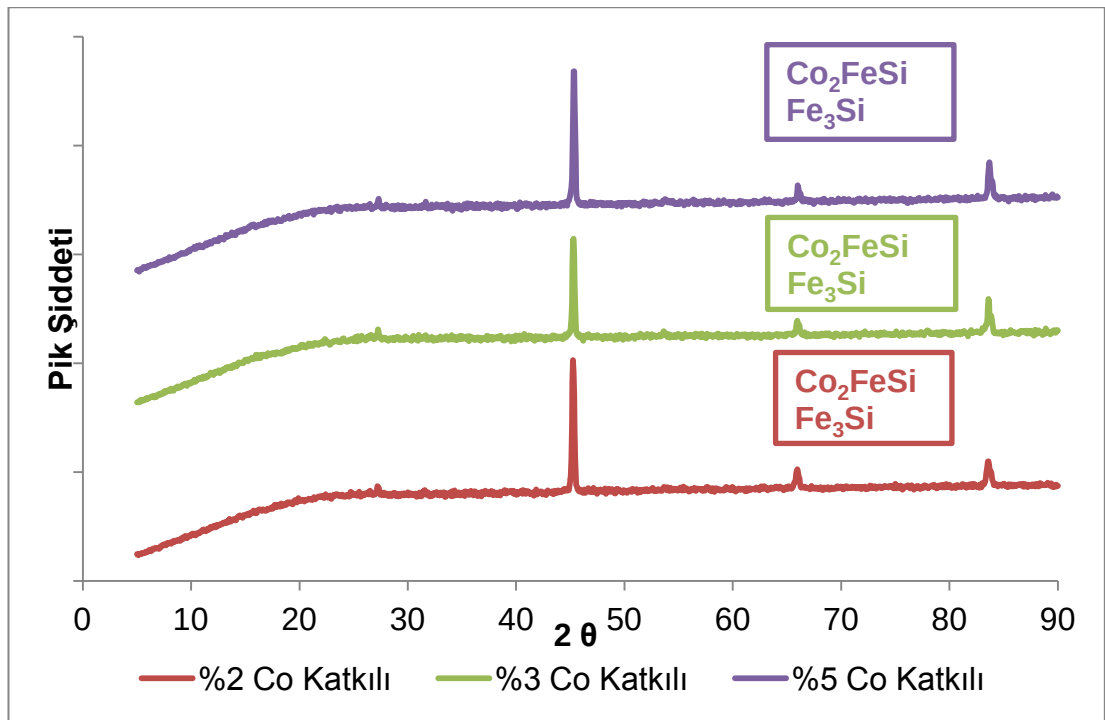
Nikel katkılı ve katkısız demir silisyumun radarda tespitinin bir ölçütü olan absorpsiyon kapasiteleri de mikrodalga analizör ile incelenmiştir (Şekil 5.17.). Şekil 5.17.'de görüldüğü üzere %5 ve %3 nikel katkılı numunelerin absorpsiyon kapasitesi %7 nikel katkılı numuneye göre daha yüksektir. Hosseini ve Bahrami'nin çalışmalarında bahsettiği gibi % 5'den daha yüksek nikel katkısında nikelin tamamı demir silisyum yapısının içerisine difüzlenemediği ve artık nikelin kaldığı değerlendirilmiştir. Nikelin ferromanyetik özelliğinin demirden düşük olması nedeniyle de absorpsiyon miktarını düşürdüğü kıymetlendirilmiştir. %5 ve %3 nikel katkılı numuneler de ise nikel demir silisyum yapısı içerisine gömülmüş ve yakın absorpsiyon değerlerine ulaşılmıştır. Ayrıca nikel katkılı numuneler ile demir silisyum bileşiği karşılaştırıldığında demir silisyumun absorpsiyon kapasitesinin daha iyi olduğu görülmüştür. Nikel katkılı demir silisyumun absorpsiyon kapasitesinin düşük olması ile ilgili olarak Hosseini ve Bahrami, tarafından yapılan çalışmada En düşük H_c değeri düşük Si, orta Ni yapısı için elde edildiği belirtilmiş olup yüksek Si ve Ni değerlerinde beklenin aksine H_c değerinin artmadığı belirlenmiştir [Hosseini ve Bahrami, 2005]. Absorpsiyon kapasitesinin katkısız demir silisyumdan düşük olması nedeniyle ferromanyetik bir bileşik olan Nikelin; katkı maddesi olarak kullanılmasının RAM açısından olumlu bir etkisinin olmadığı değerlendirilmiştir.



Sekil 5.17. Nikel katkılı ve katkısız demir silisyumun absorpsiyon kapasiteleri

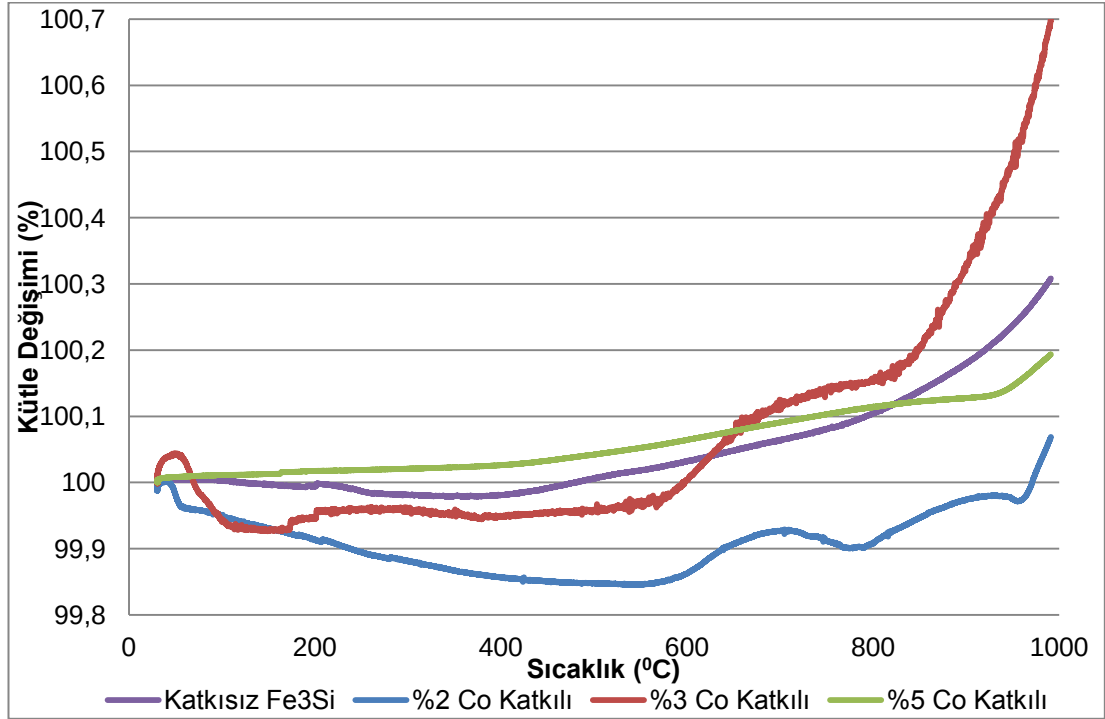
5.2.2. Demir Silisyuma yapılan kobalt katkısının etkileri

Yapılan deneyler neticesinde üretilen kobalt katkılı demir silisyum içinde nikel katkısında yapıldığı gibi TGA, XRD ve absorpsiyon kapasitesi analizleri yapılmıştır. Karakterizasyon için öncelikle XRD analizi yapılmıştır (Şekil 5.18.). XRD analizinde tüm numunelerde sadece Co_2FeSi ve Fe_3Si pikleri gözlenmiştir.

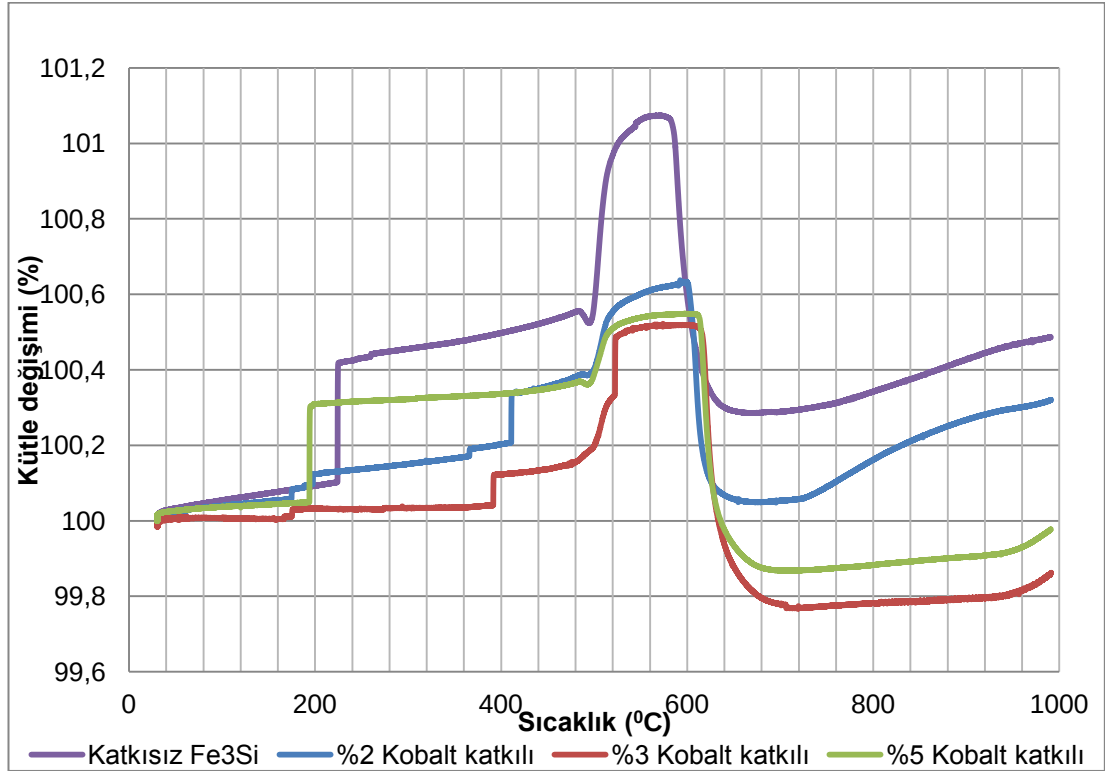


Şekil 5.18. Kobalt katkılı demir silisyumun XRD analizleri

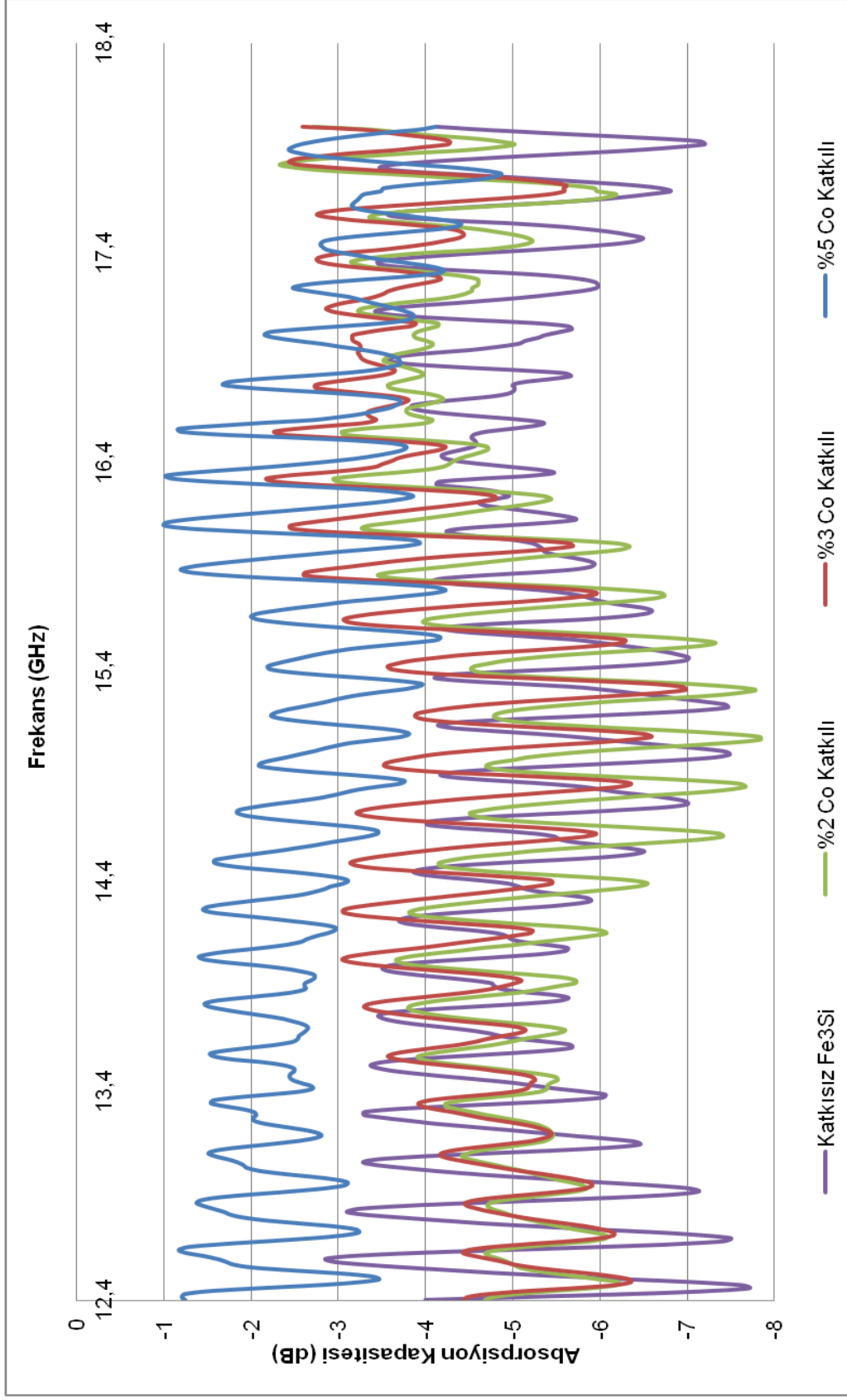
Yapılan TGA analizinde; tüm katkı malzemeleri için ihmal edilecek kadar küçük miktarda (max. %0,7) kütle artışı görülmüş olup üretilen malzemenin 1000°C sıcaklığa kadar kararlılığını koruduğu görülmüştür (Şekil 5.19.). Curie sıcaklığının tayini için yapılan analiz neticesinde de; %2 kobalt katkılı numunenin Curie sıcaklığı 599°C , %3 kobalt katkılı numunenin Curie sıcaklığı 601°C ve %5 katkılı numunenin Curie sıcaklığı 610°C olarak belirlenmiştir (Şekil 5.20.).



Şekil 5.19. Kobalt katkılı ve katkısız Fe₃Si numunelerinin TGA analizleri



Şekil 5.20. Kobalt katkılı ve katkısız Fe₃Si numunelerinin Curie sıcaklıkları



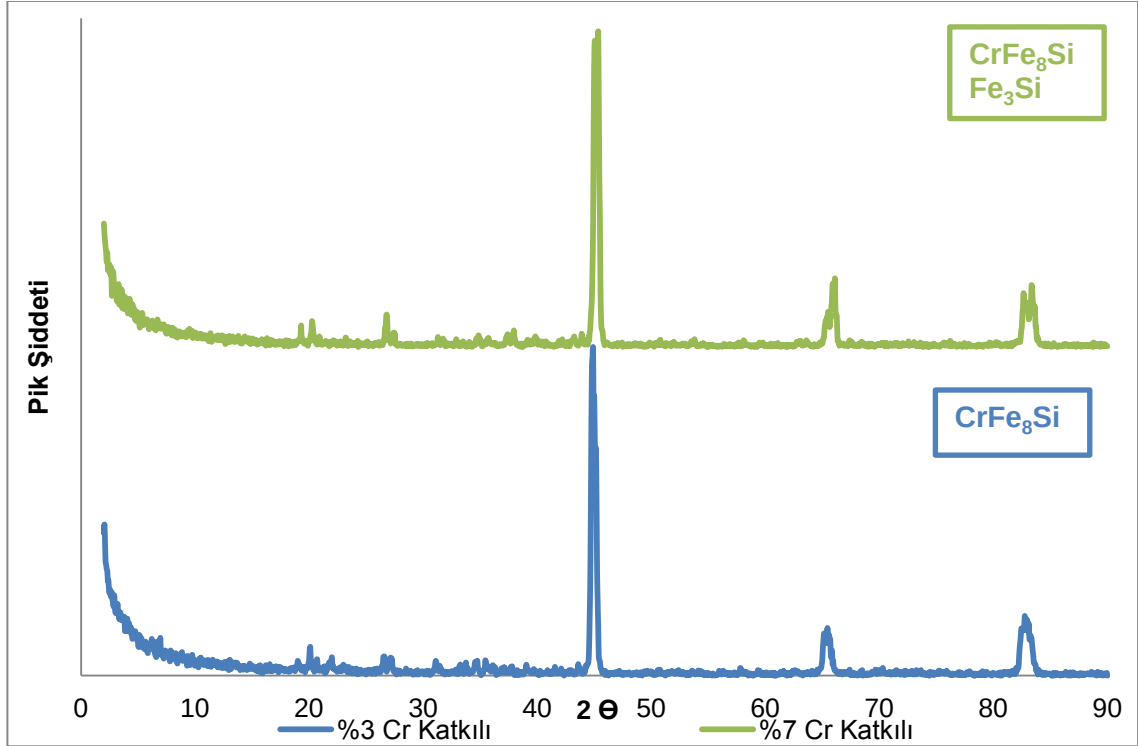
Şekil 5.21. Kobalt katkılı ve katkısız demir silisyumun absorpsiyon kapasiteleri

Şekil 5.21.'de ise %2, %3, %5 kobalt katkılı ve saf Fe_3Si pigmentleriyle yapılmış boyaların radar absorpsiyon kapasiteleri görülmektedir. Şekil 5.21.'de görüldüğü üzere kobalt katkısının artması ile absorpsiyon miktarının azaldığı görülmektedir. Kobaltın manyetik geçirgenliğinin demirin yaklaşık olarak 2/3 katı olduğu bilinmektedir [Okudan, 2009]. Bu manyetik geçirgenlik farkı nedeniyle sisteme kobalt eklenmesi ile manyetik geçirgenlik oranı da eklenen kobalt miktarıyla orantılı olarak düşmektedir dolayısı ile absorpsiyon miktarı da bu orana uygun olarak azalma göstermektedir. Ayrıca Feng tarafından yapılan çalışmada RAM için yüksek geçirgenlik (μ) değeri istendiği belirtilmektedir [Feng ve Qiu, 2012]. Wiggins ve arkadaşları tarafından 1999 yılında aldıkları patentte de, karbonil yapısında bulunan kobaltın Curie sıcaklığını arttırarak yüksek sıcaklık uygulamaları için uygun hale getirirken tozun absorpsiyon etkisini azalttığını belirtmiştir [Wiggins ve Drennan,1999].

5.2.3. Demir Silisyuma yapılan krom katkısının etkileri

Demir silisyuma ağırlıkça %3 ve %7 oranlarında krom katkı maddesi eklenerek elde edilen malzemenin karakterizasyonu için XRD analizi yapılmıştır. XRD cihazında kullanılan MDI Jade 7 tarama programında Fe_3Si bileşiği için 45,187, 65,703 ve 83,219 derecelerde, CrFe_8Si bileşiği için ise 44,878, 65,340 ve 82,77 derecelerde ana pikleri bulunmaktadır. Elde edilen Krom katkılı bileşiklerin XRD grafiği Şekil 5.22.'de sunulmuştur. Şekil 5.22.'de görüldüğü üzere %3 krom katkılı üretim sonucunda CrFe_8Si , %7 krom katkılı üretim sonucunda ise CrFe_8Si ve Fe_3Si fazlarının olduğu tespit edilmiştir. Zou ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada da vakum indüksiyon eritme fırını kullanarak; $\text{Fe}_{87,5-x}\text{Si}_{13,5}\text{Cr}_x$ ($x=0,4,8,12$ atomik) oranlarında değişik bileşikler üretmişlerdir. Yaptıkları bu çalışmalar sonucunda XRD analizinde Krom %8'den küçük olunca; $\text{Fe}_{0,9}\text{Si}_{0,1}$ ve CrFe_8Si fazları olduğu tespit edilmiştir. Ancak krom %8'i geçince; sadece Fe_3Si piki gözlemlenmiştir. Bu sonuçlarda CrFe_8Si bileşiğinin oluşumunun

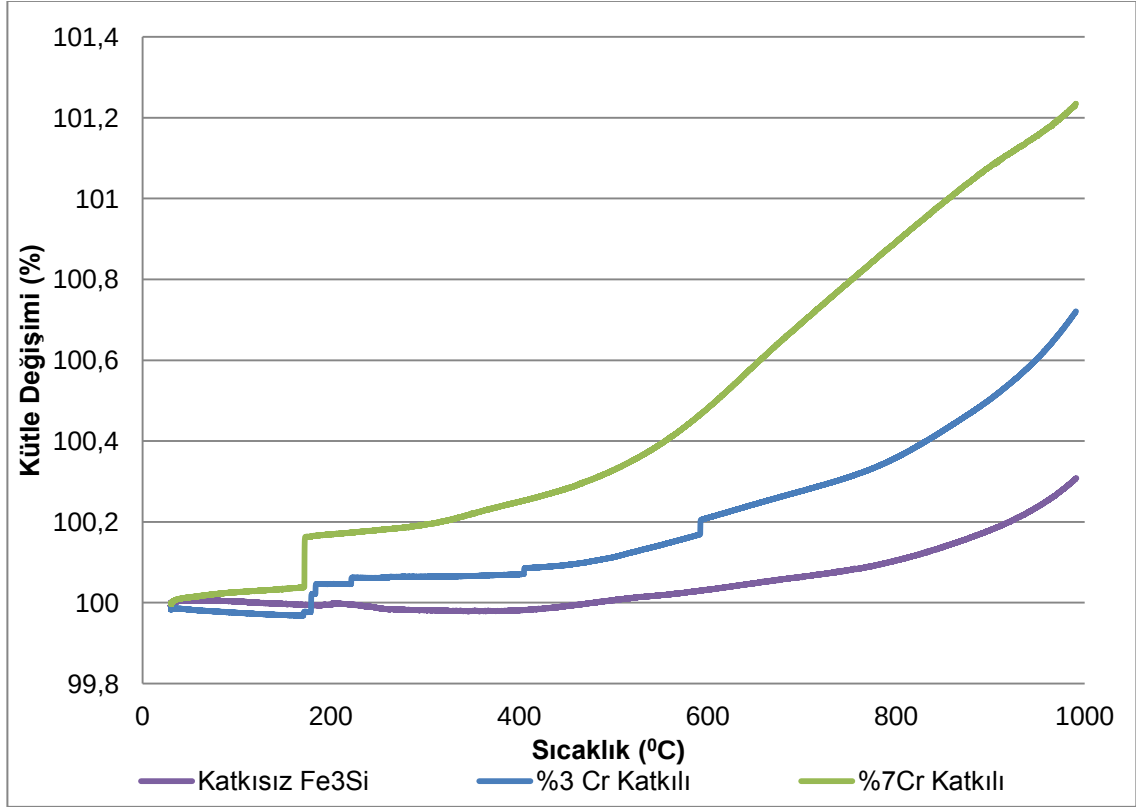
demir eksikliği ya da silis fazlalığından olduğunu değerlendirmişlerdir [Zou ve ark., 2013]. Krom katkılı demir silisyum üretimi için kullandığımız malzeme oranları sonucunda elde edilen bileşikler ile Zou ve arkadaşları tarafından elde edilen bileşiklerin uyum içerisinde olduğu görülmektedir. Böylece farklı metotlarla üretilen bileşiklerin 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü kullanılarak mekanokimyasal reaksiyon ve sinterleme işlemi sonucunda üretilebileceği tespit edilmiştir.



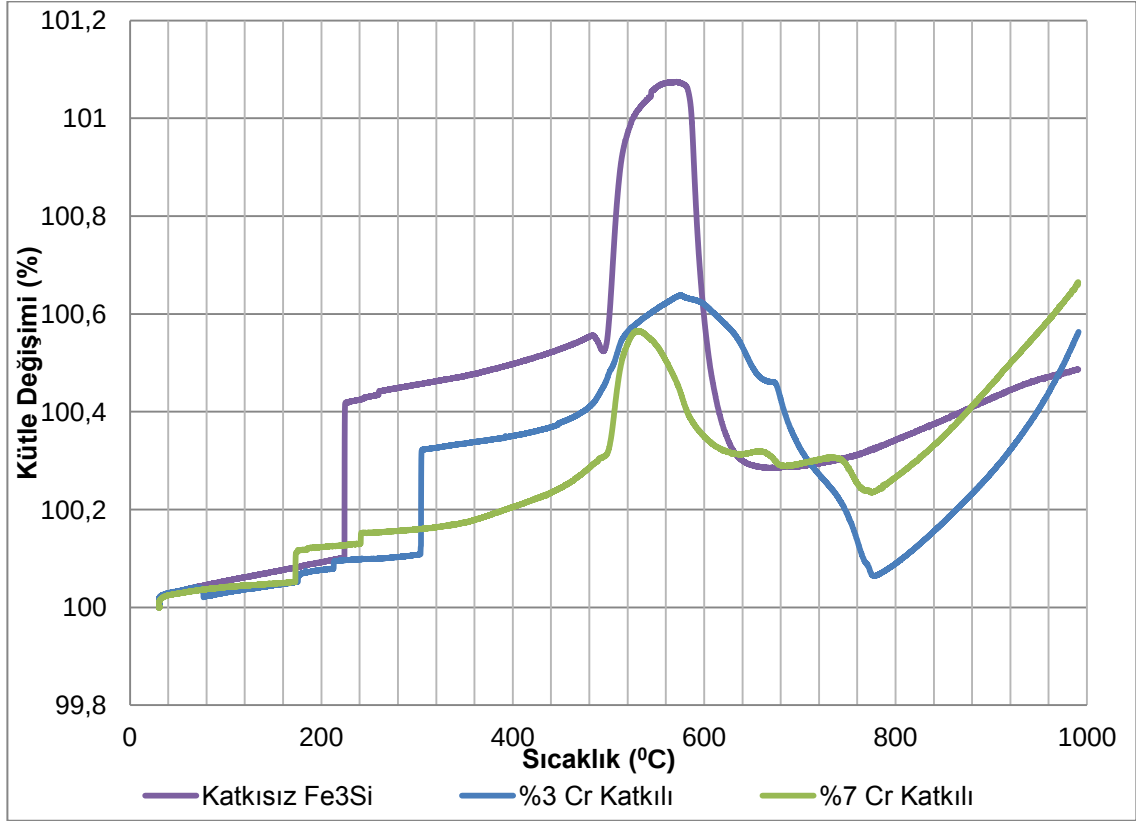
Şekil 5.22. Krom katkılı demir silisyumun XRD analizleri

Yapılan TGA analizinde %3 ve %7 katkı oranlarındaki malzemeler için kütle artışı ihmal edilecek kadar küçük miktarda (max. %1,2) olduğu görülmüş olup üretilen malzemenin Şekil 5.23.'de görüldüğü gibi 1000°C sıcaklığa kadar kararlılığını koruduğu tespit edilmiştir.

Krom katkılı demir silisyumun Curie sıcaklığının tespiti için ASTM standardına göre yapılan analiz sonucunda elde edilen grafik Şekil 5.24.'de sunulmuştur. Katkisız Fe_3Si in Curie sıcaklığı 572°C olarak daha önce tespit edilmiştir. Aynı standart kapsamda yapılan deneyler sonucunda katkı miktarı artıkça Curie sıcaklığının düştüğü görülmekte olup %3 krom katkılı numunenin Curie sıcaklığı 566°C ve %7 krom katkılı numunenin Curie sıcaklığı ise 520°C olarak tespit edilmiştir.

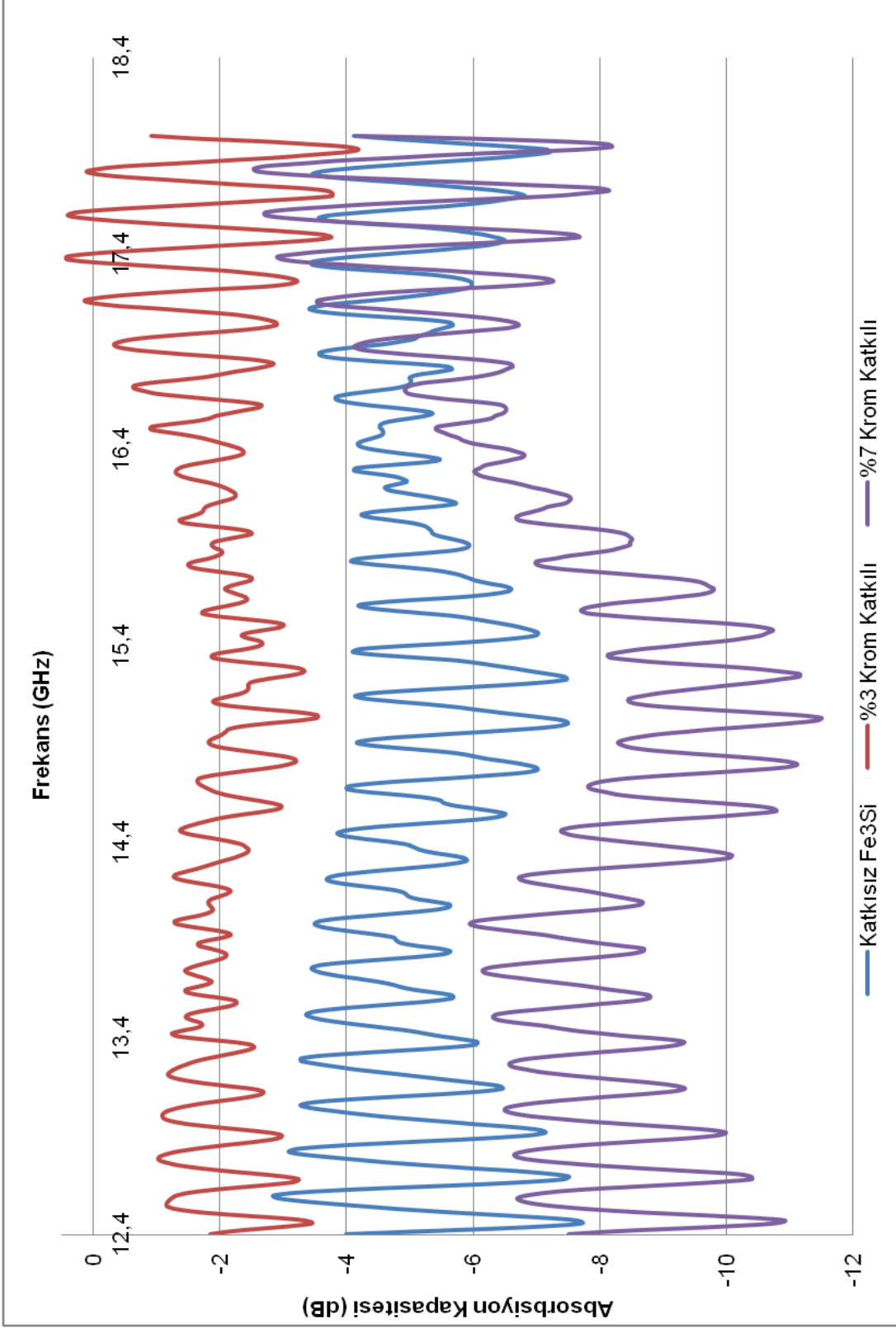


Şekil 5.23. Krom katkılı ve katkisız Fe_3Si numunelerinin TGA analizleri



Şekil 5.24. Krom katkılı ve katkısız Fe₃Si numunelerinin Curie sıcaklıkları

Krom katkılı ve katkısız demir silisyumun radarda tespitinin bir ölçütü olan absorpsiyon kapasiteleri de mikrodalga analizör ile incelenmesi sonucunda elde edilen absorpsiyon kapasitesi grafikleri Şekil 5.25.'de verilmiştir. Şekil 5.25.'de verilen grafikte %7 Krom katkılı demir silisyumun absorpsiyon kapasitesinin katkısız Fe₃Si bileşiğinden daha iyi olduğu tespit edilmiştir. Absorpsiyon kapasitesindeki artışın %7 krom katkılı bileşiğinde hem Fe₃Si hem de CrFe₃Si (Bkz. Şekil 5.22. XRD analizi) fazlarının bulunmasından kaynaklandığı değerlendirilmiştir. Çünkü Zou ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada da en yüksek absorpsiyon değerine %8 krom içeren numune 8,5 GHz frekansında ulaşmışlardır. Ayrıca aynı çalışmada %4 ve %12 krom içeren numunelerin absorpsiyon kapasitelerinin %8 krom içeren numuneden daha düşük olduğu vurgulanmıştır [Zou ve ark., 2013].



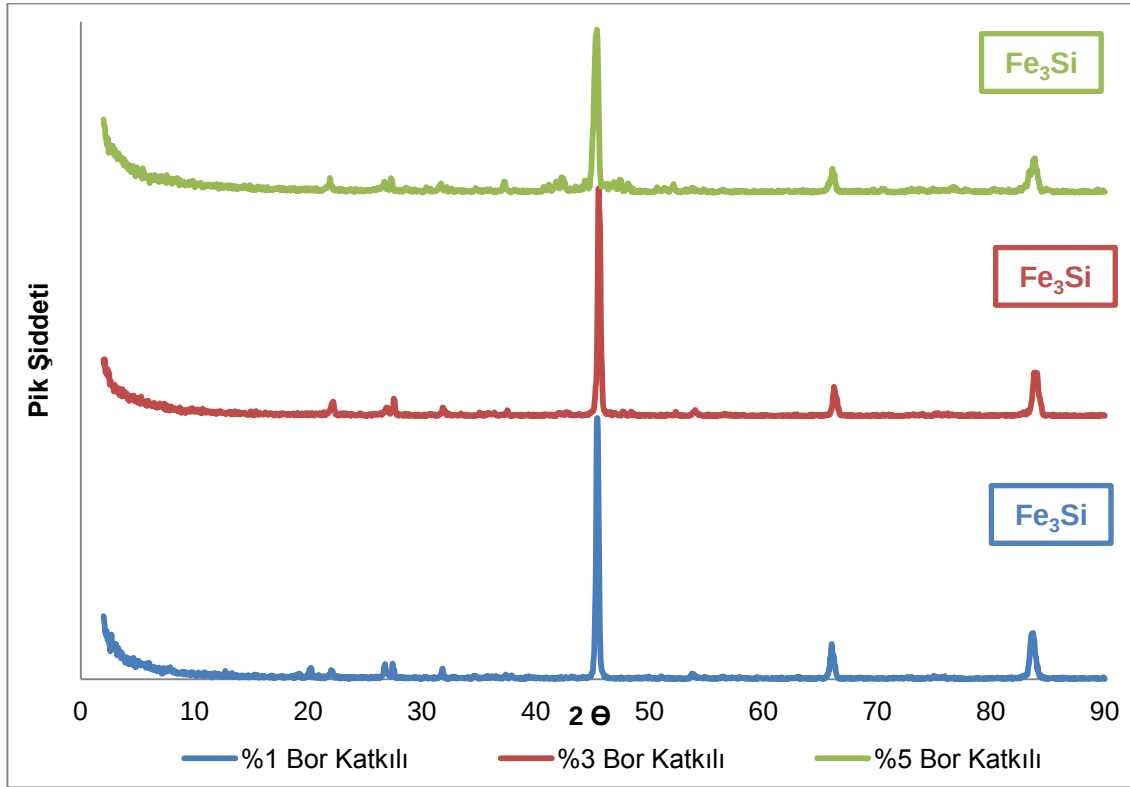
Şekil 5.25. Krom katkılı ve katkısız demir silisyumun absorpsiyon kapasiteleri

5.2.4. Demir Silisyuma yapılan bor katkısının etkileri

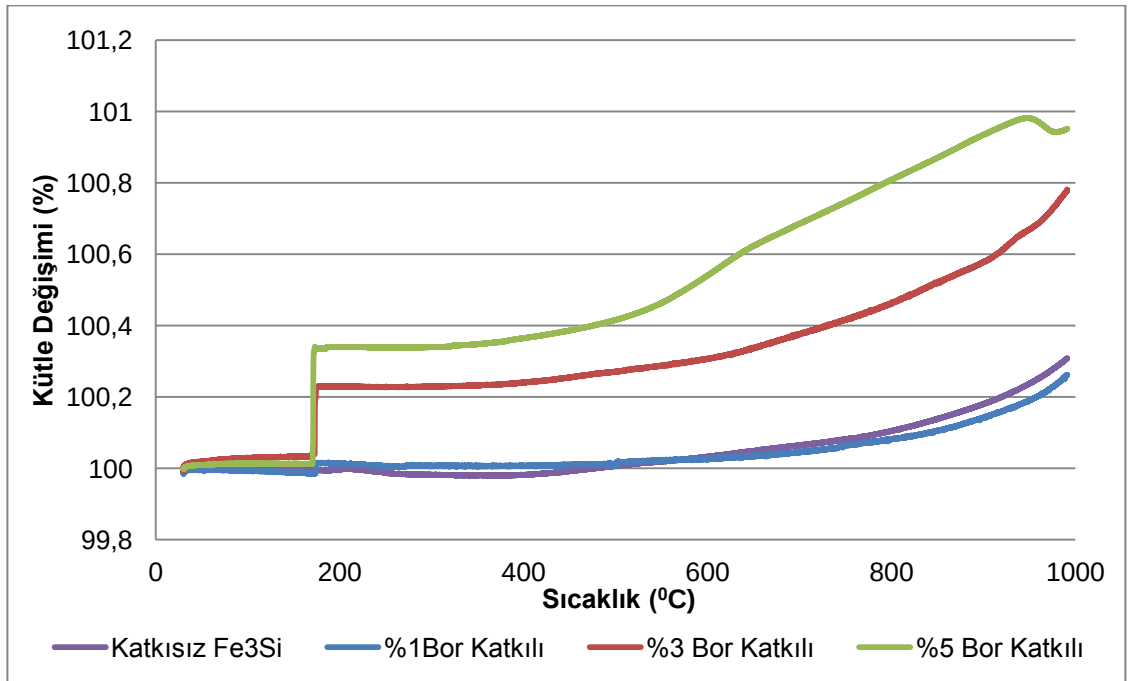
Üretilen bor katkılı demir silisyumların öncelikle XRD analizleri yapılmış olup Şekil 5.26.'da gösterilmiştir. Yapılan XRD analizinde; tüm bor katkılı demir silisyumlarda nikel katkılı demir silisyumda olduğu gibi sadece Fe_3Si piki tespit edilebilmiştir. Bunun nedeni olarak da eklenen borun demir silisyum yapısı içerisine difüzenmesi olarak değerlendirilmiştir. Ancak Şekil 5.26.'dan da görüldüğü gibi eklenen bor oranı arttıkça Fe_3Si piklerinde çatallanma başlamıştır. Özellikle %5 bor katkılı demir silisyumda Fe_3Si piki hariç birçok küçük pik mevcut olup bu piklerin hangi bileşiğe ait olduğu yapılan katalog taraması sonucunda belirlenememiştir.

Cherigui ve arkadaşları tarafından yapılan çalışma sonucu elde edilen bileşiklerin XRD analizinde; sadece Fe_3Si piki gözlemlenmiştir. Ancak bor içeren numunede pikler daha geniş ve amorf fazda artış gözlenmiştir. Bu analiz neticesinde; bor eklenmesinin yapının amorflaşmasına neden olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca bor eklenmesi; artık mıknatıslanma değerinde de artışa neden olduğu yapılan histerisiz analizinde belirlenmiştir [Cherigui ve ark., 2005]. Cherigui ve arkadaşları tarafından elde edilen XRD piklerindeki genişleme bor katkılı demir silisyumun XRD piklerindeki çatallanmaya benzer şekildedir.

Yapılan deneyler neticesinde üretilen bor katkılı demir silisyum içinde diğer katkılarda olduğu gibi TGA ve absorpsiyon kapasitesi analizleri yapılmıştır. Yapılan TGA analizi sonucunda elde edilen grafik Şekil 5.27.'de sunulmakta olup 1000°C sıcaklığa kadar üretilen malzemede ihmal edilebilecek kadar küçük ($\text{max} < \%1$) kütle artışı olmuş ve herhangi bir bozunma olmadığı tespit edilmiştir.

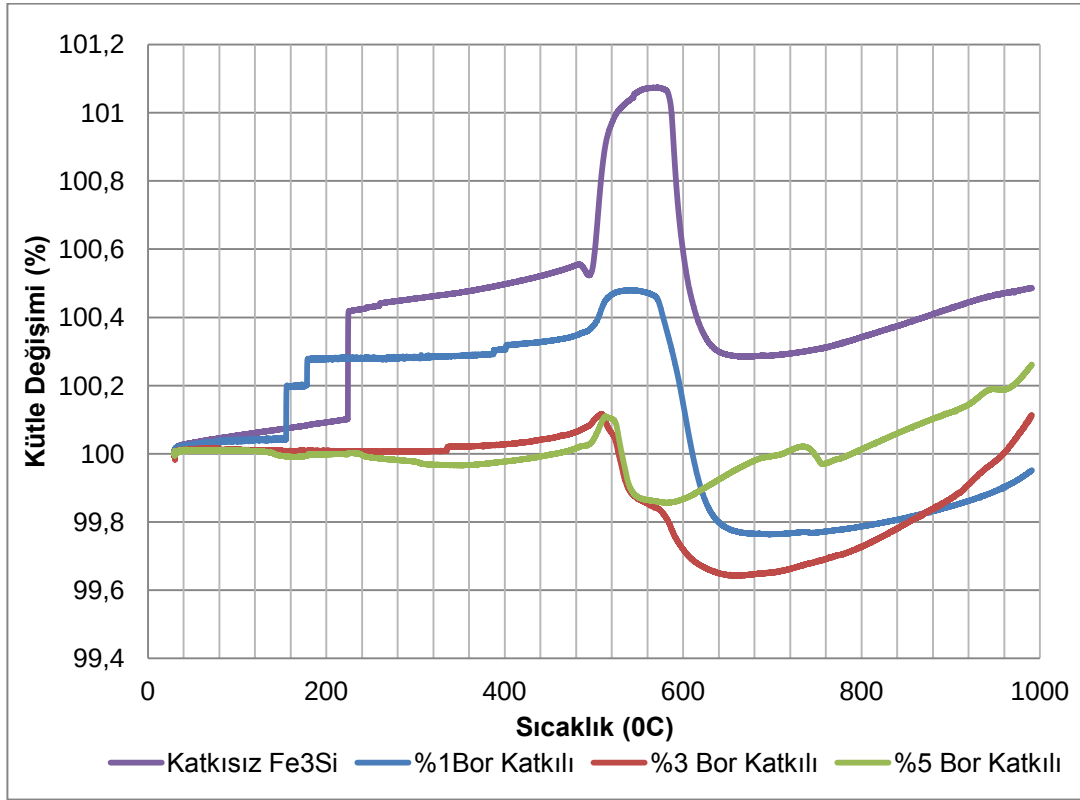


Şekil 5.26. Bor katkılı demir silisyumun XRD analizleri



Şekil 5.27. Bor katkılı ve katkısız Fe₃Si numunelerinin TGA analizleri

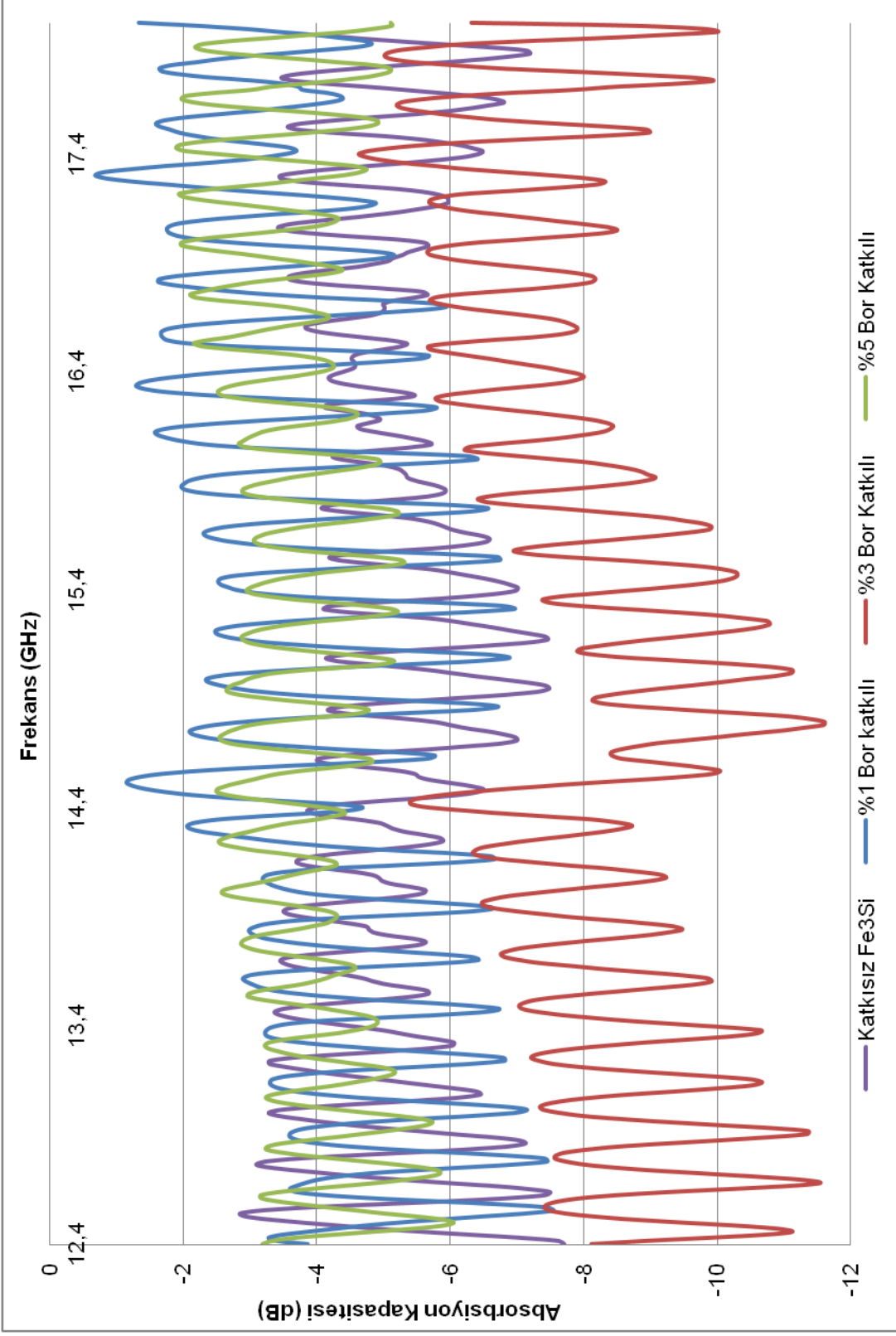
Bor katkılı demir silisyumun Curie sıcaklığını tespit edebilmek amacıyla yapılan analizlerin sonucu Şekil 5.28.'de sunulmuştur. Yapılan analizler neticesinde %1 bor katkılı demir silisyumun Curie sıcaklığı 559°C, %3 bor katkılı demir silisyumun Curie sıcaklığı 508°C ve %5 bor katkılı demir silisyumun Curie sıcaklığı 510°C olarak tespit edilmiştir.



Şekil 5.28. Bor katkılı ve katkısız Fe₃Si numunelerinin Curie sıcaklıkları

Bor katkılı ve katkısız demir silisyumun radar absorpsiyon kapasiteleri mikrodalga analizör ile ölçülmesi sonucunda elde edilen absorpsiyon kapasitesi grafikleri Şekil 5.29.'da sunulmuştur. Şekil 5.29'da görüldüğü üzere %1 Bor katkılı ve katkısız Fe₃Si bileşiklerinin absorpsiyon kapasiteleri birbirlerine yakın olmakla birlikte % 5 Bor katkılı demir silisyumun absorpsiyon kapasitesi daha düşüktür. Ancak %3 Bor katkılı demir silisyum bileşiğinin absorpsiyon

kapasitesinin -10 dB mertebelerinde olduđu tespit edilmiştir. %3 Bor katkı numunenin absorpsiyon miktarının artmasının nedeni; %3 oranında eklenen borun demir silisyum yapısı içerisinde tam olarak çözündüğü, %5 oranında eklenen katkıda ise borun tamamının yapı içerisine girmediği ve hiçbir ferromanyetik özelliği olmayan fazla borun absorpsiyon kapasitesini düşürdüğü değerlendirilmiştir.



Şekil 5.29. Bor katkılı ve katkısız demir silisyumun absorpsiyon kapasiteleri

6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ VE ÖNERİLER

6.1. Sonuçların Değerlendirilmesi

Yapılan çalışmalar sonucu elde edilen sonuçlar aşağıda belirtilmiştir.

- Üretilen 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü sayesinde aynı bilya ve reaktörün kullanılması şartlarıyla SPEX 8000 öğütücünün 2,78 katı enerjiye sahip, 12 farklı malzemeyi aynı anda öğütebilen ya da malzeme yoğunluğuna bağlı olarak tek seferde 1 kg malzeme öğütebilen pilot ölçekli yerli bir öğütücü icat edilmiş ve patent başvurusu yapılmıştır.
- Üretilen 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü için yapılan 90 mm çapındaki reaktörler sayesinde hali hazırda kullanılan reaktörlere göre daha fazla hacme ve aynı devir sayısında 12,6 mm çapındaki bilya ile 2,9 kat fazla enerjiye ulaşılabilen reaktörler imal edilmiştir.
- Piyasada bulunan cihazlara göre enerji çarpanı, tek seferde denemesi yapılacak numune sayısı yada üretim miktarı gibi üstün özellikleri bulunan 12 tutuculu yüksek enerji çarpanlı öğütücü ve reaktörlerinin toplam maliyeti 28 667,5 TL'dir. Piyasada salınımlı tipte satılan cihazlardan olan ve sadece 2 tutucusu bulunan SPEX-8000 D'nin fiyatı 37 750 TL olup cihazla beraber verilen ekipmanlarıyla 88 470 TL'dir. Fiyatlardan da görüldüğü üzere piyasadaki cihazlara göre üstün özellikleri bulunan 12 tutuculu yüksek enerji çarpanlı öğütücü 2 tutuculu benzer özelliklere sahip cihazdan bile daha ucuza imal edilmiştir.
- Nikel katkılı demir silisyum üretilmiş olup en yüksek absorpsiyon değeri %5 nikel katkı oranında 12,4-18 GHz aralığında -6 dB

mertebedesindedir. Ayrıca %5 nikel katkılı demir silisyumun Curie sıcaklığının (559°C) katkısız demir silisyuma (572°C) göre daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Hem absorpsiyon kapasitesi hem de Curie sıcaklığı katkısız demir silisyumdan daha düşük olduğu için nikel katkılı demir silisyumun RAM olarak kullanılmamasına karar verilmiştir.

- Kobalt katkılı demir silisyum üretilmiştir. % 2 kobalt katkılı demir silisyumun absorpsiyon kapasitesi 13,6-16 GHz frekans aralığında katkısız demir silisyuma göre daha yüksek olmasına rağmen 12,4-13,6 GHz ile 16-18 GHz aralıklarında ise daha düşüktür. Ayrıca daha yüksek kobalt katkı oranlarında ise; absorpsiyon değerlerinin daha azaldığı tespit edilmiştir. yapılan Curie sıcaklığı tespit çalışmaları neticesinde %2 kobalt katkılı demir silisyumun Curie sıcaklığı 599°C olarak bulunmuştur. Bu nedenle 572°C ile 599°C sıcaklıkları arasında %2 kobalt katkılı demir silisyumun RAM olarak kullanılabileceği değerlendirilmektedir.
- Krom katkılı demir silisyumun üretimi yapılmış olup %7 krom katkılı demir silisyumun 12,4-18 GHz aralığında – 10 dB mertebesinde (en yüksek absorpsiyon değeri 15 GHz frekansta -11,5 dB'dir). Ayrıca %7 krom katkılı demir silisyumun Curie sıcaklığının (520°C) katkısız demir silisyuma (572°C) göre daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Absorpsiyon kapasitesine olumlu yönde katkı sağladığı için %7 Krom katkılı demir silisyumun 520°C sıcaklığa kadar olan uygulama alanlarında RAM olarak kullanılmasına karar verilmiştir.
- Bor katkılı demir silisyum üretimi yapılmış olup %3 bor katkılı demir silisyumun 12,4-18 GHz aralığında -10 dB mertebesinde (maksimum absorpsiyon değeri 14,78 GHz frekansta -11,6 dB'dir) olup katkısız demir silisyumdan daha yüksek absorpsiyon kapasitesine sahip olduğu

belirlenmiştir. Ancak; %3 bor katkılı demir silisyumun Curie sıcaklığının (508°C) katkısız demir silisyuma (572°C) göre daha düşük olduğu belirlenmiştir. Ayrıca bor katkısının boyanın kuruma süresini hızlandırması nedeniyle, hızlı boya uygulaması gerektiren yerlerde ve 508°C sıcaklığa kadar olan uygulama alanlarında %3 bor katkılı demir silisyumun RAM olarak kullanılmasına karar verilmiştir.

- Üretimleri yapılan Katkılı ve katkısız demir silisyum bileşiklerinden 1 kg pigment üretimi için gerekli hammadde fiyatları Çizelge 6.1.'de sunulmuştur. Pigmentlerin üretimi için ülkemiz şartlarında 17 saat çalışan 12 tutuculu yüksek enerji çarpanlı öğütücünün ve 2 saat çalışan fırının tükettikleri enerji ücreti yaklaşık 15 TL'dir. Bu giderlerin yanı sıra üretim için gerekli olan atmosfer kontrollü hacim, 12 tutuculu yüksek enerji çarpanlı öğütücü ve 1200°C sıcaklığa çıkabilecek bir fırın yatırımı yapılarak istenilen miktarda RAM ülkemizde üretilebilecektir

Yapılan çalışmalar sayesinde pilot ölçekli üretim yapabilecek kapasiteye sahip yüksek enerji çarpımlı öğütücü imal edilmiş olup bu öğütücünün enerji çarpanının yüksek olması nedeniyle literatürde mekanokimyasal yöntemle yapılamayan katı faz reaksiyonları yapılabilecek ve çok farklı bileşiklerin üretiminde kullanılabilecektir. İmalatı yapılan 12 tutuculu yüksek enerji çarpanlı öğütücünün patentinin alınmasını müteakip satışı yapılabilecektir. Yapılan cihazın pilot ölçekli olması ayrıca RAM üretiminde kullanılabilirliğinin kanıtlanması sayesinde ülkemizde üretimi yapılamayan RAM ülkemizde istenilen miktarda üretilebilecek ve istenilen yerlerde kullanılabilecektir. Ayrıca RAM olarak kullanılabilecek metal fazlı değişik bileşikler oluşturulmuş olup bu bileşiklerin absorpsiyon kapasiteleri ve Curie sıcaklıkları tespit edilmiştir. Özellikleri tespit edilmiş olan bu bileşikler savunma sanayinde ve diğer alanlarda RAM olarak kullanılabilecektir. Ayrıca üretilen bu bileşiklerin diğer

özelliklerinin de tespit edilerek performansının artırılabilceği değerlendirilmektedir.

Çizelge 6.1. 1 kg katkılı ve katkısız demir silisyum pigmenti üretimi için gerekli hammadde miktar ve fiyatları

Pigment ismi	1 kg pigment üretimi için gerekli hammadde miktarları (gr)			Kullanılan hammaddelerin birim fiyatları (TL/g)			1 kg pigment maliyeti (TL/Kg)
	Demir	Silisyum	Katkı (Kobalt, Krom, Bor)	Demir	Silisyum	Katkı (Kobalt, Krom, Bor)	
Katkısız Demir Silisyum	830	170	-	0,1802	2,3505	-	549,14
%2 Kobalt Katkılı Demir Silisyum	813,4	166,6	20	0,1802	2,3505	3,7215	612,59
%7 Krom Katkılı Demir Silisyum	771,9	158,1	70	0,1802	2,3505	6,8032	986,92
%3 Bor Katkılı Demir Silisyum	805,1	164,9	30	0,1802	2,3505	9,8826	829,14

6.2. Öneriler

Elde edilen bu sonuçlar çerçevesinde yapılan öneriler aşağıda sıralanmıştır;

- Üretilen 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün ve reaktörlerin daha büyük boyutlarda üretilmesi yönünde tasarım ve analiz çalışmalarının yapılması,
- Üretilen RAM çeşitlerinin hava araçlarında kullanılabilmesi amacıyla radar kesit alanı hesaplamalarının yapılarak bu radar kesit alanlarının üretimleri yapılan RAM çeşitleri ile kaplanarak gerçek absorpsiyon

kapasitelerinin ve performanslarının deęerlendirilmesi,

- RAM çeřitlerinin üretiminde kullanılan hammaddelerin saflaştırılması ile ilgili çalışmaların yapılması,
- Üretilen RAM çeřitlerinin çevre şartlarına dayanım testlerinin yapılarak ürünlerin performanslarının tespit edilmesi,
- RAM olarak kullanılması önerilen bor, krom ve kobalt katkılarının optimum karışım oranının belirlenmesi için, tezde belirlenen aralıkların orta deęer olarak alınması suretiyle deneysel tasarım yöntemi kullanılması önerilmektedir.

KAYNAKLAR

1. Aktaş, G., “Mekanokimyasal Yöntemle Demir Silisyum Bileşiğinin Üretilmesi ve Radar Absorpsiyon Malzemesi Olarak Kullanılabilirliği”, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara (2013).
2. ASTM Standard E1582-93, "Standard Practice for Calibration of Temperature Scale for Thermogravimetry", 2000 Annual Book of ASTM Standards, Vol. 14.01., **American Society for Testing and Materials**, West Conshohocken, PA, (2000).
3. Bachmann, H., Ammann, W.J., Deischl, F., Floegl, I., Hirsch, H.G., Klein, G.K., Göran, J.L., Mahrenholtz, O., Natke, H.G., Nussbaumer, H., Pretlove, A.J., Rainer, J.H., Saemann, E.U. and Steinbeisser, L., “Vibration Problems in Structures Practical Guidelines”, **Birkhauser Verlag Basel**, Berlin, 157 (1995).
4. Bensebaa, Z., Bouzabata, B., Otmani, A., Djekoun, A., Kihal, A. and Greneche, J.M., “Magnetic and Structural Characterizations of Fe₈₀Cr₁₀Si₁₀ Alloy Obtained by Mechanical Alloying”, **Physics Procedia**, 2: 649–654 (2009).
5. Caravati, C., Delogu, F., Cocco, G. and Rustici, M., “Hyperchaotic Qualities of the Ball Motion in a Ball Milling Device”, **American Institute of Physics**, 9(1): 219-227 (1999).
6. Cherigui, M., Fenineche, N.E. and Coddet C., “Structural Study of Iron-Based Microstructured and Nanostructured Powders Sprayed by HVOF Thermal Spraying”, **Surface & Coatings Technology**, 192:19–26 (2005).
7. 8000M Mixer/Mill Operating Manual, **Spex SamplePrep**, USA (2003).
8. Concasa, A., Laia, N., Pisua, M. and Cao, G., "Modelling of Comminution Processes in Spex Mixer/Mill", **Chemical Engineering Science**, 61: 3746 – 3760 (2006).
9. Cullity, B.D. and Graham, C.D., “Introduction to Magnetic Materials Second Edition”, **IEEE Press**, USA, 141 (2009).
10. Çinkı, M.M., “Ulusal Maden Varlığımız ve Bor Gerçeği”, **Ankara Ticaret Odası**, 60: 7-17 (2000).

11. Demir, A., "SST Yöntemi ile Nüve Malzemelerin Manyetik Kayıplarının Ölçülmesi", Yüksek Lisans Tezi, **Bülent Ecevit Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Zonguldak, 2, 12-14 (2012).
12. Ding, J., Li, Y., Chen, L.F., Deng, C.R., Shi, Y., Chow, Y.S. and Gang, T.B., "Microstructure and Soft Magnetic Properties of Nanocrystalline Fe–Si Powders", **Journal of Alloys and Compounds**, 314: 262–267 (2001).
13. Dosaj, V., Kroupa, M. and Bittar, R., "Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology Volume 22", **John Wiley and Sons Inc.**, USA, 501 (2001).
14. Feng, Y. and Qiu, T., "Enhancement of Electromagnetic and Microwave Absorbing Properties of Gas Atomized Fe-50wt%Ni Alloy by Shape Modification", **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 324: 2528–2533 (2012).
15. Fogagnolo, J.B., Velasco, F., Robert, M.H. and Torralba, J.M., "Effect of Mechanical Alloying on the Morphology, Microstructure and Properties of Aluminium Matrix Composite Powders", **Materials Science and Engineering:A**, 342: 131-143 (2003).
16. Gray, D.E., "American Institute of Physics Handbook Third Edition", **The Colonial Press Inc.**, USA, 5-158 (1972).
17. Harada, K., Makabe, K.S., Akinaga, H. and Suemasu, T., "Room Temperature Magnetoresistance in Fe₃Si/CaF₂/Fe₃Si MTJ Epitaxially Grown on Si(111)", **2nd Int. Symp. on Advanced Magnetic Materials and Applications Journal of Physics: Conference Series**, 266 (2011).
18. Hosseini, H.R.M. and Bahrami, A., "Preparation of Nanocrystalline Fe–Si–Ni Soft Magnetic Powders by Mechanical Alloying", **Materials Science and Engineering:B**, 123: 74–79 (2005).
19. Kagotania, T., Kobayashia, R., Sugimotoa, S., Inomataa, K., Okayamab, K. and Akedoc, J., "Magnetic Properties and Microwave Characteristics of Ni–Zn–Cu Ferrite Film Fabricated by Aerosol Deposition Method", **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 290–291: 1442–1445 (2005).
20. Khajepour, M. and Sharafi S., "Structural and Magnetic Properties of Nanostructured Fe₅₀(Co₅₀)–6.5 wt% Si Powder Prepared by High Energy Ball Milling", **Journal of Alloys and Compounds**, 509: 7729–7737 (2011).

21. Kıdım, F.B., “Düşük Tenörlü Krom Cevherlerinin Zenginleştirilmesinin Araştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, **Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Adana, 5 (2009).
22. Kim, M.S., Min, E.H. and Koh, J.G., “Comparison of The Effects of Particle Shape on Thin FeSiCr Electromagnetic Wave Absorber”, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 321: 581–585 (2009).
23. Kim, Y.D., Chung, J.Y., Kim, J. and Jeon, H., “Formation of Nanocrystalline Fe-Co Powders by Mechanical Alloying”, **Material Science and Engineering:A**, 291: 17–21 (2000).
24. Kolel-Veetil M.K. and Keller, T.M., “Organometallic Routes into the Nanorealm of Binary Fe-Si Phases”, **Materials**, 3: 1049-1088 (2010).
25. Liu, Y.J., Chang, I.T.H. and Bowen, P., “Amorphization and Microstructural Evolution in Multicomponent (FeCoNi)₇₀Zr₁₀B₂₀ Alloy System by Mechanical Alloying”, **Materials Science and Engineering A**, 304–306: 389–393 (2001).
26. Marcatoma, J.Q., Rodríguez, V.A.P. and Baggio-Saitovitch, E.M., “FeSiB Amorphous Alloy Prepared by Mechano-Synthesis”, **Hyperfine Interactions**, 134: 207–212 (2001).
27. Okagaito, T., Fukuda, Y. and Kojima, Y., “Coating Material for Metallic Base Material Surface”, **United States Patent**, Patent No:US 2010/0227180 A1 (2010).
28. Okudan, M.D., “Kobalt ve Molibden İçeren Kullanılmış Hidrodesülfürizasyon (HDS) Katalizör Atıklarına Asidik ve Alkali Liç Uygulaması”, Yüksek Lisans Tezi, **Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Isparta, 5-6 (2009).
29. Peng, C., Hwang, C., Wan, J., Tsai, J. and Chen, S., “Microwave-Absorbing Characteristics for the Composites of Thermal-Plastic Polyurethane (TPU)-bonded NiZn-ferrites Prepared by Combustion Synthesis Method”, **Materials Science and Engineering:B**, 117: 27–36, (2005).
30. Saville, P., “Review of Radar Absorbing Materials”, **Defence R&D Canada Technical Memorandum DRDC Atlantic TM 2005- 003**, Kanada, 2-5 (2005).

31. Suryanarayana, C., "Mechanical Alloying and Milling", ***Progress in Materials Science***, 46: 1-184 (2001).
32. Takacs, L., "Self-sustaining Reactions Induced by Ball Milling", ***Progress in Materials Science***, 47: 355-414 (2002).
33. Takacs, L. and Sepelak, V., "Quantitative Comparison of the Efficiency of Mechanochemical Reactors", ***Journal of Materials Science***, 39: 5487–5489 (2004).
34. TMMOB Maden Mühendisleri Odası, "Nikel Raporu", ***TMMOB Maden Mühendisleri Odası***, Ankara, 9 (2012).
35. Turtelli, R.S, Krenicky, T., Penton-Madrigal, A., Škorvánek, I., Sassik, H., Estevez-Rams, E., Schönhart, M. and Barbatti, C.F., "Magnetic and Structural Characterization of As-cast and Annealed Melt-Spun $\text{Fe}_{80-x}\text{Si}_{20}\text{Cr}_x$ ", ***Journal of Magnetism and Magnetic Materials***, 304: 687–689 (2006).
36. Vinoy, K.J. and Jha, R.M., "Trends in Radar Absorbing Materials Technology", ***Sadhana-Academy Proceedings in Engineering Science***, 20(5): 815-850, (1995).
37. Wiggins, E.W. and Drennan, D.N., "Corrosion Resistant RAM Powder", ***United States Patent***, Patent No: 5,866,273 (1999).
38. Yalçın, H. ve Gürü, M., "Malzeme Bilgisi", ***Palme Yayıncılık***, Ankara, 146 (2002).
39. Yılmaz, A., "Her Derde Deva Hazineimiz Bor", ***Bilim ve Teknik Dergisi***, 414: 39-48 (2002).
40. Zou, B.F., Zhou, T.D. and Hu, J., "Effect of Amorphous Evolution on Structure and Absorption Properties of FeSiCr Alloy Powders", ***Journal of Magnetism and Magnetic Materials***, 335: 17–20 (2013).

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : AKTAŞ, Ali Rıza
 Uyruğu : T.C.
 Doğum tarihi ve yeri : 03.07.1980 Ankara
 Medeni hali : Evli
 Telefon : 0 (542) 377 86 42
 e-mail : aktas.ar@gmail.com

Eğitim Durumu

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Yüksek lisans	Niğde Üniversitesi /Makine Müh.A.D.	2005
Lisans	Niğde Üniversitesi/ Makine Müh.Böl.	2002
Lise	Şentepe Süper Lisesi	1998

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2004-2012	K.K.K. 5'inci Ana Bakım Merkezi K.İği	İmalat Bölüm Amiri
2012-	MSB Kırıkkale Klt.Göv.Ekip Md.lüğü	Klt.Göv.Ekip Müdürü

Yabancı Dil

İngilizce

Yüksek Lisans Tezi

Aktaş, A.R., "Metal Matriksli Kompozit Malzemelerde Parçacık Dağılımının Deneysel İncelenmesi" **Niğde Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Niğde, 2005.

Proje Deneyimi

Proje Adı	Kurum	Tarih	Görev	Proje Türü
Mekonokimyasal Yöntemle Radar Absorplayıcı Madde Sentezlenmesi için Reaktör Tasarımı ve Katkılarla Absorplayıcı Malzemenin Geliştirilmesi	Gazi Üniversitesi	21.06.2012-devam ediyor	Araştırmacı/ Uzman	BAP
Katı Faz Reaksiyonu ile Pilot Ölçekli Yüksek Enerji Çarpımlı Reaktör İmalatı ve Susuz Çinkoborat, Metal Bor Hidrür ve Metal Borür gibi Bileşiklerinin Sentezinin Gerçekleştirilmesi (ETİ.TGD.2012/1)	Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü	01.04.2011-01.09.2013	Araştırmacı/ Uzman	Ulusal

Sunulan Bildiriler

Gürü, M., Aktaş, G. ve Aktaş, A.R., “Demir Esaslı Radar Absorpsiyon Malzeme Üretimi”, **III.İleri Teknolojiler Çalıştayı (İTC 2012)**, İstanbul (2012). (Sözlü Sunum)