

**MEKANOKİMYASAL YÖNTEMLE
DEMİR SİLİSYUM BİLEŞİĞİNİN ÜRETİLMESİ VE
RADAR ABSORPSİYON MALZEMESİ
OLARAK KULLANILABİLİRLİĞİ**

Gölsün AKTAŞ

**DOKTORA TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

ARALIK 2013

ANKARA

Gölsün AKTAŞ tarafından hazırlanan “MEKANOKİMYASAL YÖNTEMLERİ
DEMİR SİLİSYUM BİLEŞİĞİNİN ÜRETİLMESİ VE RADAR
ABSORPSİYON MALZEMESİ OLARAK KULLANILABİLİRLİĞİ” 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.

Gölsün AKTAŞ

**MEKANOKİMYASAL YÖNTEMLE DEMİR SİLİSYUM BİLEŞİĞİNİN
ÜRETİLMESİ VE RADAR ABSORPSİYON MALZEMESİ OLARAK
KULLANILABİLİRLİĞİ**

(Doktora Tezi)

Gülsün AKTAŞ

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

Aralık 2013

ÖZET

Radar absorpsiyon malzemeleri (RAM); radar tarafından gönderilen elektromanyetik dalganın bir kısmını soğurarak malzemenin radarda tespitini güçleştiren malzemelerdir. Ülkemizde maalesef RAM üretimi yapılamadığı için yurt dışından ithal edilmesi gerekmektedir. RAM vb. stratejik öneme sahip ürünleri ülkemizde üretirsek hem kendi silahlı kuvvetlerimizde istediğimiz yerde ve zamanda kullanabilmesi hem de diğer ülkelere bu malzemelerin satışının yapılabilmesi mümkün olacaktır. RAM olarak kullanılabileceği değerlendirilen demir silisyumun üretilmesine bu yüzden karar verilmiştir.

Bu doktora çalışmasında da; yüksek enerji çarpımlı öğütücü ile yapılan mekanokimyasal teknik kullanılarak demir silisyumun üretilmesi, üretilen malzemenin uygun bağlayıcı ile karıştırılarak yüksek sıcaklığa dayanıklı hale getirilmesi ve radar absorpsiyon malzemesi olarak kullanılabilirliğinin araştırılması amaçlanmıştır.

Demir silisyum (Fe_3Si) üretim koşullarının optimize edilmesi için parametrik çalışma yapılmıştır. Parametrik çalışmada en önemli

parametre olan silisyum miktarı ilk önce optimize edilmiş ve %17 olarak belirlenmiştir. Daha sonra sırasıyla en uygun çalkalama süresi, sinterleşme sıcaklığı ve süresinin belirlenmesi için deneysel çalışma yapılmıştır. Yapılan çalışmalar sonucunda çalkalama süresi 1000 dakika, sinterleme sıcaklığı 1200⁰C ve sinterleme süresi de 2 saat olarak optimize edilmiştir. Fe₃Si üretilmesiyle RAM için en önemli kısım olan manyetik ışınları soğurma özelliğine sahip pigment üretimi sağlanmıştır. Üretilen pigmentin boya haline getirilebilmesinde yüksek sıcaklık dayanımı da amaçlandığı için silikon esaslı bağlayıcının kullanılmasına karar verilmiştir. Hazırlanan boya hem 18-40 GHz aralığında yaklaşık -16 dB absorpsiyon yaptığı hem de 570⁰C'a kadar özelliklerini koruduğu için yüksek sıcaklığa dayanıklı RAM olarak kullanılabileceği değerlendirilmiştir.

Bilim Kodu : 912.1.094

Anahtar Kelimeler : RAM, demir silisyum, Mekanokimyasal yöntem

Sayfa Adedi : 97

Tez Yöneticisi : Prof.Dr. Metin GÜRÜ

**PRODUCTION OF IRON SILICIDE BY MECHANOCHEMICAL METHOD
AND
USABILITY AS RADAR ABSORPTION MATERIAL
(Ph.D. Thesis)**

Gölsün AKTAŞ

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

ABSTRACT

Radar absorption material (RAM); absorbs a portion of electromagnetic waves transmitted by radar and make it difficult to be detected by radar. Unfortunately, in our country (Turkey), RAM cannot be produced and have to be imported from other countries. If RAM etc. other strategic materials will be produced in our country, we want to be able to use in Turkish Armed Forces with no limitation for place or time and can sale RAM to other countries. Therefore, the production of strategic materials such as RAM, is very important for our country. Because of these reasons, synthesis of iron silicon, which can be used as RAM, was decided.

The aims of this thesis are; to produce iron silicide by mechanochemical method by using high energy mill, to mix by proper binder to produce high temperature resistant RAM and research to availability as RAM.

Parametric study was performed to optimize production conditions of Iron silicon (Fe_3Si). In parametric study, silicon percent is the most important parameter so firstly it was optimized and was found as %17.

After that, milling time, annealing temperature and annealing time was optimized respectively. Optimum milling time, annealing temperature and annealing time was identified as 1000 minute, 1200⁰C and 2 hours respectively. The most important portion of RAM is pigment, which absorbs the magnetic waves, was completed by production of Fe₃Si. Usage of silicon based resin was decided to produce high temperature resistant paint from produced pigment. Produced paint absorbs -16 dB at 18-40 frequency bands as well as resistant to 570⁰C, so it was evaluated as high temperature resistant RAM.

Science Code : 912.1.094

Keywords : RAM, Iron silicide, Mechanochemical reaction

Page Number : 97

Supervisor : Prof.Dr. Metin GÜRÜ

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca değerli katkılarıyla beni yönlendiren ve her zaman destek olan hocam Prof. Dr. Metin GÜRÜ'ye teşekkür ederim. Analiz çalışmalarımda yardımlarından dolayı Eti Maden İşletmeleri çalışanlarına; SANAEM'den Dr.Erhan AKSU'ya ve Ankara Üniversitesi'nden Duygu GÖKTAİDİ'ye teşekkürü bir borç bilirim.

Doktora boyunca her zaman yanımda olan tüm zorlukları beraber aştığımız eşim Ali Rıza AKTAŞ ile en değerli varlıklarım Arda AKTAŞ'a ve Berk AKTAŞ'a anlayışlarından ötürü minnettarım. Hayatımın her alanında maddi manevi desteğini esirgemeyen çok sevdiğim annem Birşen SELİMOĞLU'na ve babam Ebubekir SELİMOĞLU'na, hem bilgisi hem desteğiyle her zaman yanımda olan ablam Gül İpek NAKAŞ'a ve abim Fatih NAKAŞ'a teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca, doktora çalışmam boyunca elinden gelen her türlü yardımı yapan annem Döne AKTAŞ'a ve babam Ensar AKTAŞ'a teşekkür ederim.

Son olarak, TÜBİTAK BİDEB'e Yurt İçi Doktora Bursu ile, Gazi Üniversitesi BAP birimine 06/2011-52 nolu proje ve Eti Maden İşletmeleri'ne ETİ. TGD. 2012/1 nolu proje ile sağladıkları maddi imkanlar için teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR	viii
İÇİNDEKİLER	ix
ÇİZELGELERİN LİSTESİ	xii
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	xiii
RESİMLERİN LİSTESİ	xv
SİMGELER VE KISALTMALAR	xvi
1. GİRİŞ	1
2. RADAR ABSORPSİYON MALZEMELERİ	3
2.1. Malzemenin Manyetik Özellikleri	3
2.2. Histerezis Çevrimi	4
2.3. Radar Nedir?	6
2.4. Radar Cihazına Yakalanmama Teknikleri	8
2.4.1. Radar saçılma yüzeyi	10
2.4.2. Radar saçılma yüzeyi azaltma yöntemleri	13
2.5. Radar Absorpsiyon Malzemeleri	17
2.5.1. Radar absorpsiyon malzemelerinin tarihçesi	19
2.5.2. Demir silisyum hakkında genel bilgi	20
2.6. Radar Absorpsiyon Ölçüm Teknikleri	23
2.7. Mekanokimyasal Yöntem	25

Sayfa

2.7.1. SPEX karıştırıcı öğütücü.....	26
2.7.2. Çok tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü.....	28
2.7.3. Mekanokimyasal reaksiyonu etkileyen işlem parametreleri ..	30
2.7.4. Mekanokimyasal reaksiyonun aşamaları.....	35
2.7.5. Mekanik alaşımlamanın avantajları.....	39
3. KAYNAK ARAŞTIRMASI.....	40
4. DENEYSEL ÇALIŞMA.....	47
4.1. Kullanılan Hammaddeler.....	47
4.2. Demir Silisyum Sentez Düzeneği	47
4.3. Yapılan Analizler	49
4.4. Demir Silisyum (Fe_3Si) Sentezi ve Literatürün Değerlendirilmesi.....	52
4.5. Demir Silisyumun Boya Haline Getirilmesinde Optimum Koşulların Belirlenmesi	53
5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	55
5.1. Kullanılan Hammaddelerin XRD Analizi	55
5.2. En Uygun Silisyum Miktarının Belirlenmesi.....	56
5.3. En Uygun Çalkalama Süresinin Belirlenmesi.....	60
5.3.1. Öğütücüde yapılan çalkalama işleminin etkisinin incelenmesi.....	60
5.3.2. Kristal yapıdaki Fe_3Si 'nin parametrik olarak incelenmesi.....	62
5.3.3. Amorf yapıdaki Fe_3Si 'nin parametrik olarak incelenmesi.....	63
5.4. Sinterleme Sıcaklığının Fe_3Si Üretimine Etkisinin Parametrik Olarak İncelenmesi.....	68
5.5. Sinterleme Süresinin Fe_3Si Üretimine Etkisinin Parametrik Olarak İncelenmesi.....	71

Sayfa

5.6. Demir Silisyumun Boya Haline Getirilmesinde En Uygun Parametrelerin Belirlenmesi.....	74
5.6.1. En uygun bağlayıcı türünün belirlenmesi.....	74
5.6.2. En uygun boya kalınlığının belirlenmesi.....	81
6. MALİYET ANALİZİ.....	84
7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	86
KAYNAKÇA.....	91
ÖZGEÇMİŞ.....	96

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. Diamanyetik, paramanyetik ve ferromanyetik malzemelerin karşılaştırması	4
Çizelge 2.2. Frekans aralıklarına göre radarların kullanım alanları	8
Çizelge 2.3. Bazı yaygın hedefler için RSY değerleri	11
Çizelge 6.1. Hammadde Maliyeti	84

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Histerezis çevrimi.....	6
Şekil 2.2. Bir savaş uçağının temel geometrik şekillerle gösterimi.....	13
Şekil 2.3. Elektromanyetik dalgalar ile RAM etkileşimi.....	18
Şekil 2.4. Demir-Silisyum denge faz diyagramı.....	22
Şekil 2.5. Boşluk uzay yöntemi düzeneği	25
Şekil 2.6. SPEX 8000 Karıştırıcı/Öğütücünün çizimi	27
Şekil 2.7. Mekanokimyasal reaksiyonu etkileyen başlıca parametreler.....	30
Şekil 2.8. Mekanik alaşımlama için kullanılan bazı değirmen türleri.....	31
Şekil 2.9. Öğütme süresiyle partikül boyutu arasındaki değişim.....	36
Şekil 2.10. Sünek-sünek malzemelerin mekanik alaşımlama aşamaları.....	37
Şekil 2.11. Sünek-gevrek malzemelerin mekanik alaşımlama aşamaları.....	38
Şekil 5.1. Hammadde olarak kullanılan demirin XRD analizi.....	55
Şekil 5.2. Hammadde olarak kullanılan silisyumun XRD analizi.....	56
Şekil 5.3. Değişen silisyum oranlarına göre XRD analizleri.....	58
Şekil 5.4. Farklı silisyum yüzdelerindeki malzemelerin absorpsiyon kapasitesi.....	61
Şekil 5.5. Doğrudan sinterlenen malzemenin XRD analizi.....	62
Şekil 5.6. Farklı çalkalama sürelerinde XRD analizi	65
Şekil 5.7. Farklı çalkalama sürelerine (sinterleme işleminden sonra) göre absorpsiyon kapasiteleri.....	66
Şekil 5.8. Amorf yapıdaki Fe_3Si 'nin absorpsiyon kapasitesine çalkalama süresinin etkisi	67

Şekil	Sayfa
Şekil 5.9. Farklı sinterleme sıcaklıklarına göre XRD sonuçları.....	69
Şekil 5.10. Fe_3Si 'nin absorpsiyon kapasitesine sinterleme sıcaklığının etkisi.....	70
Şekil 5.11. Farklı sinterleme sürelerine göre XRD analizi.....	72
Şekil 5.12. Fe_3Si 'nin absorpsiyon kapasitesine sinterleme süresinin etkisi.....	73
Şekil 5.13. Fe_3Si partikül boyutu analizi.....	74
Şekil 5.14. Demir silisyumun XRD analizi.....	75
Şekil 5.15. Fe_3Si 'un absorpsiyon kapasitesine bağlayıcı türünün etkisi	77
Şekil 5.16. Boşluk uzay yöntemiyle farklı bağlayıcıların absorpsiyon kapasiteleri.....	78
Şekil 5.17. Demir silisyumun Curie sıcaklığı.....	79
Şekil 5.18. Kalınlığın absorpsiyon kapasitesine etkisi.....	83

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 2.1. F-117 A hayalet uçağı.....	9
Resim 2.2. B2 Bombardıman uçağı.....	9
Resim 2.3. Dalga Kılavuzu Metodu.....	23
Resim 2.4. Çok tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün fotoğrafı.....	29
Resim 2.5. Kullanılan reaktörlerin fotoğrafı.....	29
Resim 4.1. Çok tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün fotoğrafı.....	50
Resim 4.2. Dalga kılavuzu ile absorpsiyon kapasitesi ölçüm düzeneği.....	51
Resim 4.3. Boşluk uzay yöntemiyle absorpsiyon kapasitesi ölçümü.....	51
Resim 5.1. 250 ⁰ C’de boyaların sıcaklık dayanımı.....	80
Resim 5.2. 350 ⁰ C’de boyaların sıcaklık dayanımı.....	80
Resim 5.3. 500 ⁰ C’de boyaların sıcaklık dayanımı.....	80
Resim 5.4. 700 ⁰ C’de boyaların sıcaklık dayanımı.....	81
Resim 5.5. -24 ⁰ C’de boyaların sıcaklık dayanımı.....	81

SİMGELER VE KISALTMALAR

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

Simge	Açıklama
2θ	XRD ışınlarının gönderilme açısı
σ	Radar saçılma yüzeyi
λ	Dalga boyu
B	Akı yoğunluğu
B_a	Artık mıknatıslanma
H	Uygulanan alan şiddeti
H_g veya H_c	Giderici kuvvet, koersivite
T_c	Curie sıcaklığı

Kısaltmalar	Açıklama
CTP	Cam takviyeli plastik
DTA	Diferansiyel termal analiz
EKT	Elektronik karşı tedbirler
RAM	Radar absorpsiyon malzemesi
TGA	Termogravimetrik analiz
XRD	X-ışını kırınım difraktometresi

1. GİRİŞ

İleri Teknolojilerde özellikle savunma sanayinde diğer ülkelerin kullandığı cihazlara rakip olabilecek ve daha önemlisi onların cihazlarını devre dışı bırakabilecek teknolojilerin geliştirilmesi her geçen gün daha da önem kazanmaktadır. Savunma sanayinde kullanılan en önemli teknolojilerden birisinin de radar teknolojileri olduğu düşünülürse radara yakalanmayan malzemelerin üretimi tüm dünya ülkeleri için önem taşımaktadır.

RAM (Radar Absorpsiyon Malzemesi) kullanılarak malzemenin radarda tamamen görünmez yapılması mümkün değildir. Radarda RAM ile kaplanmayan bir platform büyüklüğüne göre belli mesafelerde tespit edilebilir. Ancak bu platform RAM ile kaplandığı zaman RAM'in absorplama kapasitesine, platformun şekline vb. faktörlere bağlı olarak bu platform radarda çok küçük görülebilir ve tespit mesafesi kısılabılır. Örneğin, bir hava aracı RAM ile kaplandığında radar tarafından kuş sürüsü gibi anlaşılabilecektir. Bu özellik sayesinde radar sistemine yakalanmadan ya da müdahale şansı vermeden askeri araçların istenilen hedefe en güvenli şekilde ulaşması sağlanacaktır.

RAM'in en önemli kullanım alanı; hayalet uçaklar olarak da adlandırılan Amerika'nın F-117 yarasa kanatlı uçakları ile B-2 bombardıman uçaklarıdır. Radar absorpsiyon malzemeleri, savunma sanayinde kara-hava-deniz araçlarında kullanılabileceği gibi diğer savunma teçhizatlarında da uygulanabilecektir. Savunma sanayinin dışında diğer elektromanyetik cihazlarda da örneğin; radarların diğer cihazların yaydığı dalgalardan etkilenmemesi için de RAM ile kaplandığı bilinmektedir.

Ülkemizde maalesef RAM henüz çok sınırlı sayıda ve kontrollü olarak kullanılmaktadır. Zaten radar absorpsiyon malzemelerinin üretimi ülkemizde henüz yapılamadığı için yurt dışından ithal edilmesi gerekmektedir. Kullanımının kısıtlı olmasının en önemli nedeni; üretici ülkeler, RAM gibi

stratejik öneme sahip malzemelerin satışında alıcı ülkelere hem kota uygulamakta hem de kullanım yerlerine sınırlama getirmektedir. Ülkemizde RAM üretirsek hem kendi silahlı kuvvetlerimizde istediğimiz yerde ve zamanda kullanabilmesi hem de diğer ülkelere bu malzemelerin satışının yapılabilmesi mümkün olacaktır. Uluslararası politikalar çerçevesinde deneme amaçlı olsa bile RAM satışı yapılamamaktadır. Bu nedenle RAM vb. stratejik öneme sahip ürünleri ülkemizde üretmek büyük önem taşımaktadır.

Amerika menşeli F-117 yarasa uçaklarda kullanılan radar absorpsiyon malzemeleri yüksek sıcaklıklara dayanmadığı için egzozlarından çıkan gazlar soğutulduktan sonra atmosfere bırakılmaktadır. Hava araçlarında yüksek sıcaklığa dayanıklı malzemelerin kullanımıyla ek soğutma ünitesine gerek kalmayacaktır. Ayrıca benzer şekilde yüksek sıcaklığa maruz kalan malzemelerde de (örneğin; obüs ve tank namlusunda) kullanım olanağı sağlanacaktır.

Bu doktora çalışmasında; yüksek enerji çarpımlı öğütücü ile yapılan mekanokimyasal teknik kullanılarak demir silisyumun üretilmesi, üretilen malzemenin uygun bağlayıcı ile karıştırılarak yüksek sıcaklığa dayanıklı radar absorpsiyon malzemesi olarak kullanılabilirliğinin araştırılması amaçlanmıştır.

Bu amaç doğrultusunda; demir silisyum bileşiklerinden RAM olarak kullanmaya en uygun bileşik olan Fe_3Si kaynak araştırması sonucunda tespit edilmiştir. Literatürde difüzyon yöntemi vb. değişik yöntemlerle RAM üretimi gerçekleştirilmiştir. Ancak, mekanokimyasal yöntemle yüksek enerji çarpımlı öğütücüde Fe_3Si üretmek amacıyla en uygun koşulların belirlenmesi için parametrik çalışma ilk defa bu doktora çalışmasında gerçekleştirilmiştir. RAM boya haline getirmek ve istenilen yüzeylerde kullanabilmek için pigmentin yanı sıra kullanılacak bağlayıcı türü ve boya kalınlığı da önemlidir. Bu nedenle bu özelliklerin iyileştirilmesi için de optimizasyon yapılmıştır.

2. RADAR ABSORPSİYON MALZEMELERİ

Bu bölümde öncelikle malzemelerin manyetik özelliklerinden ve elektromanyetik dalgalardan bahsedilecektir. Ayrıca radarlar ve çalışma prensipleri hakkında kısaca bilgi verildikten sonra radara yakalanmama teknikleri tartışılacaktır. Bölümün sonunda da radar absorpsiyon malzemelerinin özellikleri, tarihçesi ve tezde sentezi yapılan demir silisyum hakkında bilgi verilecektir.

2.1. Malzemenin Manyetik Özellikleri

Maddeler, manyetik alandaki mıknatıslanmalarına göre *paramanyetik*, *ferromanyetik* ve *diamanyetik* olmak üzere üç sınıfa ayrılır.

Demir, kobalt, nikel, godyum ve dispozyum oldukça manyetik maddelerdir ve bunlara ferromanyetik madde denir. Ferromanyetizmanın en önemli özelliği sıcaklığa bağlı olmasıdır. Her ferromanyetik malzeme Curie sıcaklığı (T_c) denilen karakteristik bir sıcaklığa sahiptir. Curie sıcaklığının altında manyetik momentler paralel dizildiklerinden madde ferromanyettir. Curie sıcaklığının üstünde ise dipoller gelişigüzel yönelmekte ve madde paramanyetik olmaktadır. Demir ($T_c = 770^\circ\text{C}$), nikel ($T_c = 354^\circ\text{C}$) ve kobalt ($T_c = 1115^\circ\text{C}$) oda sıcaklığında ferromanyettir; ancak godyum ($T_c = 19^\circ\text{C}$) ve dispozyum ($T_c = -185^\circ\text{C}$) oda sıcaklığının altında ferromanyetik özellik gösterirler. Ferromanyetik maddeler sürekli mıknatısların yapımında kullanılırlar. Bunlar zayıf bir manyetik alan içinde bile birbirlerine paralel olarak yönelmeye çalışan atomik manyetik dipollere sahiptirler. Bu manyetik dipoller bir kere paralel hale getirildikten sonra dış alan ortamdaki kaldırılabilir madde mıknatıslanmış olarak kalır. Bu sürekli yönelme komşu manyetik momentler arasındaki kuvvetli etkileşimden kaynaklanır [Pollack ve Stump, 2004].

Bu tür maddeler bir manyetik alan içinde alan yönünde ve çok şiddetli olarak mıknatıslanırlar. Ferromanyetik maddeler bir mıknatısça kuvvetli olarak çekilirler ve çubuk şeklindeyseler asıldıklarında, çubuğun uzun eksenini alan doğrultusuna paralel oluncaya kadar bir moment etkisinde kalırlar. Ferromanyetizma atom ve iyonların kendine özgü bir özelliği değil, komşu atom ve iyonların yapısal kurgu içinde etkileşim biçimlerinden kaynaklanır [Pollack ve Stump, 2004].

Çizelge 2.1. Diamanyetik, paramanyetik ve ferromanyetik malzemelerin karşılaştırması [Neelekanta, 1995]

ÖZELLİKLER	DİAMANYETİK	PARAMANYETİK	FERROMANYETİK
Bağıl Manyetik Geçirgenlik	<1	>1	>>>1
Manyetik spin sıralaması	Ters yönde	Spinler çok uzakta	Aynı yönde
Örnekler	Cu, He	Na, Al	Fe, Co, Ni

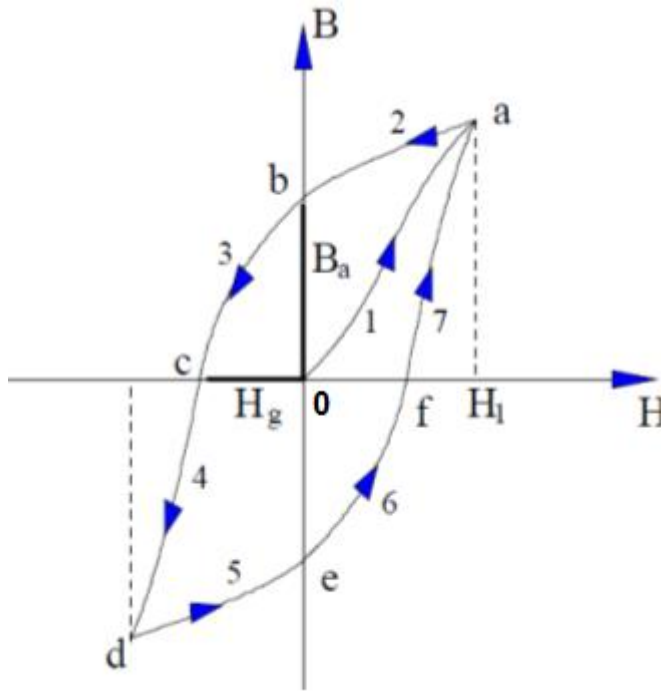
2.2. Histerezis Çevrimi

Ferromanyetik bir malzeme önceden mıknatıslanmamış ve manyetik şiddeti (mıknatıslanma) sıfır değerinden itibaren devamlı olarak arttırılırsa $B = f(H)$ mıknatıslanma eğrisi (histerezis çevrimi) elde edilir (Şekil 2.1.). Rowland halkası içindeki ve mıknatıslanmamış bir ferromanyetik malzemenin sargılarındaki mıknatıslayıcı akım sıfırdan başlayarak H manyetik şiddetinin değeri H_1 'e kadar arttırılırsa $B=f(H)$ değişimi 1 yolunu takip eder ve Oa eğrisi elde edilir. Manyetik şiddet H_1 'den tekrar sıfıra düşürülürse değişim 2 yolunu takip ederek ab eğrisini çizer. Burada $H = 0$ olmasına karşılık manyetik alanın değeri B_a 'dır [Pollack ve Stump, 2004].

Buna göre malzemedeki manyetik alan değerinin, yalnızca manyetik şiddete değil, malzemenin geçmişine de bağlıdır. Malzeme sanki manyetik bir hafızaya sahiptir ve mıknatıslayıcı akım kesildikten sonra bile b noktasına kadar mıknatıslanmış olduğunu hatırlar. Bu noktada malzeme daimi mıknatıs haline gelmiştir. Malzemenin bu davranışı, $B=f(H)$ değişiminde azalan H değerlerine ait kısmının artan H değerlerine ait kısmı ile çakışmaması ile meydana çıkar ve buna histerezis denir [Pollack ve Stump, 2004].

Trafo, jeneratör ve elektrik motorları gibi, bunların çoğu demir malzemeden yapılmış parçaları, yönü devamlı olarak değişen manyetik alan içine konulmuştur. Bunlarda H değeri sıfırdan başlayarak bir yöndeki maksimum değere çıkmakta sonra sıfıra inmekte, oradan zıt yönlü fakat bir öncekiyle aynı değerli bir maksimuma artmakta tekrar sıfıra inmekte ve bu çevrimi tekrarlayıp durmaktadır (Şekil 2.1.). Şekil 2.1.'de gösterilen bu kapalı eğriye *histerezis çevrimi* denir [Pollack ve Stump, 2004].

Şekil 2.1.'deki O_b veya O_e manyetik alan değerleri, manyetik şiddetin ($H = 0$) sıfıra indirildiği zamanki değerleridir. Bu değerlere malzemenin *artık mıknatıslanması* (B_a) denir. O_c ve O_f manyetik şiddet değerleri ise, malzemenin zıt yönde doymaya vardıktan sonra manyetik alan değerinin sıfıra indirilmesi için gerekli zıt manyetik şiddettir. Bunlara *giderici kuvvet* (H_g veya H_c) denilmektedir.



Şekil 2.1. Histerezis çevrimi [Pollack ve Stump, 2004].

2.3. Radar Nedir?

Doğada yarası gibi bazı canlıların eko ilkesi ile çevrelerindeki engellerin yön ve uzaklıklarını saptayabildikleri bilinmektedir. Yarasalar karanlıkta hiçbir yere çarpmadan uçarlar. Bunun nedeni araştırıldığında, bu hayvanların insan kulağının duyamayacağı frekanslarda sinyalleri yaydıkları ve bunların çevrelerindeki engellerden yansıyor gelen ekolarını değerlendirerek engellerin yerlerini saptadıkları anlaşılmıştır. Radarlar da temel olarak eko ilkesine göre çalışırlar. Çok yüksek frekanslarda sinyaller yayarlar ve bunların hedeflerden yansıyor geri gelenlerini toplayıp değerlendirerek hedeflerin yön, yükseklik, boyut ve uzaklıkları hakkında bilgi edinilmesinde yardımcı olurlar.

Radar kelimesi; tespit etme ve menzil tayin etme anlamına gelen “Radio Detection And Ranging” kelimelerinin kısaltılmasıyla elde edilmekte olup, yasal sözcük olarak 1940 yılının Kasım ayında Amerikan Deniz Kuvvetleri tarafından kabul edilmiştir. Radar, Fransa’da “DEM-Detection

e'lectromagne'tique", Almanya'da "Funkmess geräte" olarak bilinir. Uluslararası kullanılan adı ise RADAR'dır [Kulaç ve Yazgan, 1987].

Radar, mikrodalga enerji kaynaklarının ilk uygulamaya konulduğu alandır. İlk sistemler, döner bir antenden mikrodalga enerji darbeleri yayınlayarak işliyordu. Sinyalin bir bölümü, hava taşıtı gibi bir hedeften yansıtılıyor bu aradaki zaman gecikmesi ölçülerek verici ile hedef arasındaki uzaklık hesaplanıyordu. Antenin gösterdiği doğrultu, hedefin yönü hakkında bilgi edinilmesini sağlıyordu. Bu ilk modelden sonra radarlar hem darbeli hem de sürekli dalga modelleri olmak üzere geliştirilmiştir. Geri dönen sinyalden, mesafe, hız, ivme, açısal yön (dikey ve yatay), hedef boyutları ve kimlik belirlenebilmektedir [Şeker ve Çerezci, 1994].

Polis radarları araç radar hız kontrolünde, sivil radarlar ise hava tahminlerinde, haritalama işlerinde, hava trafik kontrollerinde, denizcilikte kullanılmaktadır. Askeri radarlar ise; hava ve deniz navigasyonunda, düşman misillemelerinin tespiti ve izlemesinde, uçak iniş sistemlerinde kullanılmaktadır. Araştırma amaçlı radarlar da; astronomi, uzaklık ölçümleri, coğrafik haritalama ve resimleme işlemlerinde kullanılmaktadır [Bagad, 2008].

Frekans aralıklarına göre kullanım alanları Çizelge 2.2.'de verilmiştir. Frekans seçimi radarın fonksiyonelliği ile de ilgilidir. Örneğin; bir bombardıman uçağının gözlem radarı küçük ve hafif olmalı fakat aynı zamanda hedeften saçılımı çözebilmesi için de dar anten demetine sahip olmalıdır. Bu ise yüksek frekans demektir. Diğer taraftan bir yer gözlem radarı geniş bir tarama alanı için büyük güçler gerektirir. Bu durumda büyük ve geniş malzemeler anlamına gelmektedir [Çiber, 2001].

Çizelge 2.2. Frekans aralıklarına göre radarların kullanım alanları [Knott ve ark., 2004]

Frekans Bandı	Tanımı	Kullanım Alanı
3-30 KHz	Çok Düşük Frekans (Very Low Frequency, VLF)	Navigasyon, Ses Dalgaları
30-300 KHz	Düşük Frekans (Low Frequency, VF)	Radyo dalgaları ile gözetleme ve yön bulmada
300-3000 KHz	Orta Frekans (Medium Frequency, MF)	AM radyo ve yön bulmada
3-30 MHz	Yüksek Frekans (High Frequency)	Telefon, Faks ve Kısa dalga radyo
30-300 MHz	Çok Yüksek Frekans (Very High Frequency, VHF)	FM Radyo, TV, Mobil telefonlar, Hava trafik kontrolünde
300-3000 MHz	Ultrayüksek Frekans (Ultrahigh Frequency, UF)	TV, Uydu iletişimi, Kablosuz data aktarımı, Mikrodalga fırın
3-30 GHz	Süper yüksek Frekans (Superhigh Frequency, SF)	Uçak radarları ve uydu iletişimi
30-300 GHz	Aşırı Yüksek Frekans (Extreme High Frequency, EHF)	Radarlarda ve uzay araştırmalarında

2.4. Radar Cihazına Yakalanmama Teknikleri

Radara yakalanmayan uçaklar “Hayalet uçak” olarak bilinmektedir. En yaygın kullanılan hayalet uçaklar; Amerika Birleşik Devletleri’nin ürettiği Lockheed F-117 A (Resim 2.1.) ve Northrop B2’dir (Resim 2.2.). F-117 A’nın ilk olarak 1981 yılında uçtuğu bilinmektedir. Bunların dışında F-22 ve F-35 olmak üzere ABD tarafından üretilen iki hayalet uçak daha kullanılmaktadır. Ayrıca 2013 yılında ABD’de insansız hayalet uçak olarak da bilinen X-47B’nin de ilk uçuşu

gerçekleştirilmiştir. ABD dışında Rusya, Çin ve Hindistan'da hayalet uçak üretimi üzerine çalışma yapmaktadır. Türkiye'de de SSM tarafından yürütülen bor katkılı kompozit malzeme kullanılarak yapılması planlanan hayalet uçak projesi mevcuttur.



Resim 2.1. F-117 A hayalet uçağı



Resim 2.2. B2 Bombardıman uçağı

İngiliz Havacılık (British Aerospace) olarak da bilinen BAE Sistemleri, diğer frekans bantlarını bloke etmeden sadece Wi-Fi sinyallerinin olduğu mikrodalga frekans bandını absorbe edebilen duvar kağıdı üretmişlerdir. Günümüzde en çok bilgi hırsızlığının kablosuz internet ağlarından kolayca yapıldığı düşünülürse bu çok önemli bir buluştur [Anderson ve ark., 2006].

2.4.1. Radar saçılma yüzeyi

Radar vericisinden gönderilen işaret, hedef tarafından yansıtılarak tekrar radar alıcısına eriştiğinde işarettaki zayıflamalar radar uzaklık denkleminde göz önüne alınır ve hedefin yansımaları tek bir fonksiyonla tanımlanır. Bu fonksiyona yansıtan hedefin Radar Kesit Alanı (RCS) ya da Radar Saçılma Yüzeyi (RSY) denir [Jenn, 2005].

RSY hedefin görünür kısmını tarif eder; hedef tarafından ne kadar güç akısının tutulmuş olduğunu ve ne kadarının radar alıcısına yansımış olduğunu ölçer. Hedeflerin RSY değerleri kullanılan frekansa, hedef geometrisi ve hedefin elektriksel özelliklerine bağlıdır [Jenn, 2005].

Radar saçılma yüzeyi birimi sıklıkla desibel [dB] metre kare [m²] olarak kullanılır, yani [dBm²];

$$\sigma \text{ [dBm}^2\text{]} = 10 \text{ Log } (\sigma \text{ [m}^2\text{]})$$

Çizelge 2.3.'de çeşitli hedefler için radar saçılma değerleri örnek olarak verilmiştir. Büyük yolcu uçakları için tipik radar saçılma yüzeyi değeri 20 dBm² (100 m²), kuşlar için ise sadece -30 dBm² (0,001 m²)'dir. Modern radarlar kuş sürülerini ve hatta böcek topluluklarını dahi algılayabilmektedirler. Radar bilgisayarları tüm algılamaları inceler ve hedefleri hızlarına ve yörüngelerine göre ayıklayabilir. Kısacası, küçük RSY sahip hedefler de algılanabilir ve mühendislik açısından RSY hesaplaması zor bir konudur.

Bazı uzun menzilli balistik füze savunma radarları 300 MHz bölgesinde (VHF) çalışırken çoğu 1 GHz' den büyük frekanslarda (L bandı ve üstü) çalışırlar. Düşük frekanslardaki cihazlar yüksek frekanslardakilere göre fiziksel olarak daha büyüktürler ve bu yüzden düşük frekans sistemleri büyük hacim kaplarlar. Aynı şekilde, yüksek frekanslardaki gibi anten demet genişliği ve kazancını sağlayabilmek için düşük frekanslarda daha büyük antenler kullanmak gereklidir. Düşük frekanslar daha fazla güç tutma kapasitesindedirler. Çünkü uygulanan gerilim herhangi bir problem olmadan yüksek tutulabilmektedir [Çiber, 2001].

Çizelge 2.3. Bazı yaygın hedefler için RSY değerleri [Çiber, 2001]

HEDEF	RSY (m ²)	RSY (dBm ²)
Kuş	0,001	-30
Cruise Füzesi	0,01	-20
İnsan Küçük Bot Küçük Uçak	1	0
Büyük Füze Savaş-Bombardıman Uçağı	10	10
Yoldaki Trafik Büyük Uçak	100	20
Tanker Büyük Yolcu Gemisi	1000	30

Bir hedefin saçılma karakteristiği büyük ölçüde gelen dalganın frekansına bağlıdır. Belli bir hedefte üç farklı frekans bölgesi vardır. Bunlar,

1. *Yüksek Frekans*
2. *Rezonans*
3. *Alçak Frekans*

bölgeleridir. Bu belirtmelerin alçak ve yüksek frekansların fiziksel büyüklüklerinden daha ziyade gelen dalga boyundan ve hedefin büyüklüğüne göre belirleniyor olması biraz yanıltıcıdır.

1. *Yüksek Frekans Bölgesi (Optik bölge)*: Hedef boyu $\gg \lambda$, RSY kabaca hedefin alanıyla aynı büyüklüktedir. Bu bölge *Optik Bölge* olarak anılır; çünkü RSY optik değere yaklaşır. Bu bölgede hedefe parça parça bakılır. Örneğin, büyük bir geminin sadece ön tarafına bakılır.

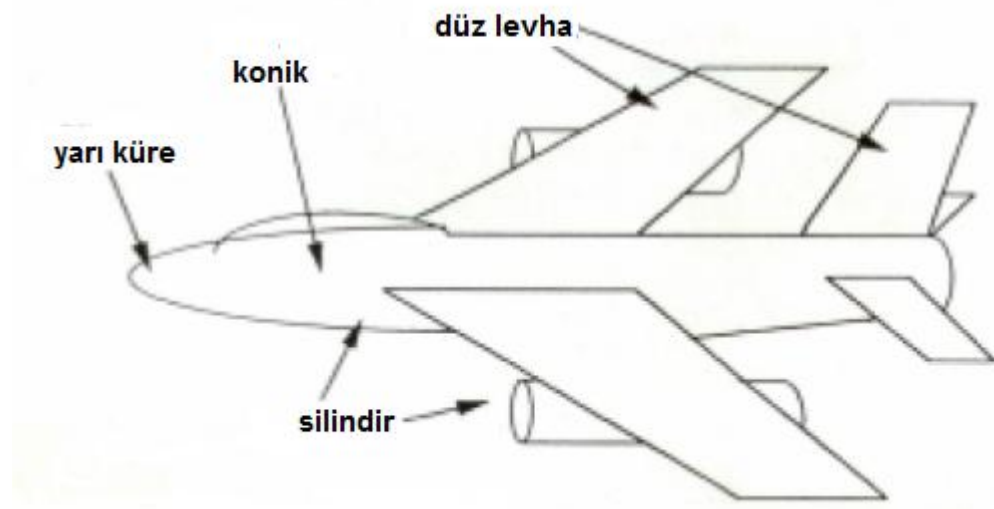
2. *Rezonans Bölgesi*: Hedef boyu $\sim \lambda$, dalga boyundaki değişikliklere bağlı olarak RSY geniş bir alanda değer alır. Bu değer optik değerden büyük ya da küçük olabilir. Bu bölge *Rezonans Bölgesi* ya da Mie bölgesi adını alır. Bu bölgede radar dalga boyu ile hedef yaklaşık olarak aynıdır.

3. *Alçak Frekans Bölgesi (Rayleigh bölgesi)*: Hedef boyu $\ll \lambda$, $RSY \sim \lambda^{-4}$. Bu bölge atmosferdeki parçacıklar tarafından ışığın dağılımının λ^{-4} 'e göre değiştiğini bulan Lord Rayleigh'in adıyla *Rayleigh Bölgesi* olarak anılır. Bu bölgede hedef, noktasal hedef olarak davranır.

Algılanmak istenilen hedeflerin saçılma karakteristikleri, bir radarın çalışma frekansının seçimindeki etkenlerden sadece bir tanesidir. Diğerleri ise; boyut kısıtlamaları, anten kazancı ve demet genişliği, verici gücü, çevre gürültüsü, doppler kayması ve atmosferik zayıflatmalardır [Çiber, 2001].

RSY hesaplamalarında öncelikle, levha, küre, silindir ve tel gibi temel şekiller ele alınır. Kompleks yapılarda ise, hedef olabildiğince bu temel şekillerden oluşan alt bölgelere ayrılır. Bu sayede, bütününde karmaşık bir yapıya sahip olan uçak, tank vs. gibi gerçek hedeflerin RSY tahmini daha gerçekçi bir şekilde yapılabilir. Şekil 2.2.'de bir savaş uçağı temel geometrik şekillerle gösterilmiştir. Elbette, temel şekillerden oluşan bu alt bölgeler tek tek ele alındığında RSY hesaplaması kolay olmaktadır. Fakat bu alt bölgelerden olan saçılmaların birbirleriyle olan etkileşimleri, ardışık

yansımalar ve hedeflerin geometrilerinden kaynaklanan hesaplama zorlukları gibi nedenler farklı hedefler için farklı frekans bölgelerinde farklı hesaplama yöntemlerini kullanmayı gerektirmektedir. RSY hesaplamalarında; saçılma mekanizmaları (yansıma, kırınım, yüzey dalgaları, kılavuz dalgalar) göz önüne alınmaktadır [Çiber, 2001].



Şekil 2.2. Bir savaş uçağının temel geometrik şekillerle gösterimi [Jenn, 2005]

2.4.2. Radar saçılma yüzeyi azaltma yöntemleri

RSY azaltma teknikleri genel olarak dört bölümde toplanmaktadır. Bunlar;

1. Yüzey şekillendirme
2. Malzeme seçimi ve kaplamalar
3. Pasif sönümleyiciler
4. Aktif sönümleyiciler

Bu yöntemlerden her birinin uygulanışı diğer alanlarda performans açısından taviz vermeyi gerektirmektedir. Örneğin, bir uçak gövdesi tasarlanırken aerodinamik optimizasyondan dolayı kısıtlamalar vardır ve azaltma teknikleri istenilen gibi kullanılamaz. Yüzey şekillendirme teknikleri RSY azaltılması

açısından istenilen bir durumdur; ancak bu durumun uçağın manevra ve kontrol karakteristiğini azaltacağı da bir gerçektir [Jenn, 2005].

Azaltma teknikleri dar bir kapsamda ve sınırlı bir şekilde uygulanabilmektedir. Bu yüzden teknikler uygulanırken ne amaca hizmet edeceği ve muhtemel zararlar göz önünde bulundurulmalıdır. Yöntemler RSY'ni tamamen yok edemez. Ancak belirli bir seviyenin altında tutmaya yararlar. Bir savaş aracı için RSY azaltılmasındaki ana amaç, aracı düşman radarlarına karşı mümkün olduğunca görünmez yapmaktır. Azaltma tekniklerinin aracın tasarımında uygulanması ile aşağıda belirtilen avantajlar sağlanabilir [Çiber, 2001].

- Radarda tespit edilmeyi önlenebilir veya geciktirilebilir,
- Düşmanın doğru hedef tanımlaması ve sınıflandırması yapmasını engellenebilir veya geciktirilebilir,
- Düşman güdümlü mermilerin hedefe kilitlenmesini önlenebilir veya hedefe kilitlenme mesafesi düşürülebilir,
- Elektronik Karşı Tedbirler – EKT (Electronic Counter Measure – EMC) uygulamalarının etkinliği artırılabilir ve koruyucu mesafe uzatılabilir.

Yüzey şekillendirme

Yüzeylerin şekillendirilmesi azaltma teknikleri içinde ilk uygulanması gereken yöntemdir. Şekillendirmeden kastedilen, dağınık enerjinin radara ulaşmasını engelleyecek biçimde uzağa saptırılmasını sağlayacak yüzeyleri oluşturmaktır. Bu durum konvansiyonel olmayan uçak ve gemi biçimlerinin ortaya çıkmasına neden olmaktadır. Genellikle büyük yüzeyleri mümkün olduğunca düz ve pürüzsüz tutmak iyi bir yöntemdir. Yüzeyin artması maksimum RSY'ni artırır ve ani olarak düşmesini sağlar.

Lockheed F-117A uçağı yüzey şekillendirme teknikleri ağırlıklı olarak uygulanmış iyi bir tasarımıdır. Kenarlar birbirine paralel tutulmuş, böylelikle kenar etkilerinin büyük kısmı bakış açısına göre dağıtılabilmektedir. Northrop B-

2 uçağında da özellikle kanatlarda bazı yüzey şekillendirme teknikleri kullanılmıştır. Radarda görünmez yapılan araçlar aerodinamik açıdan kararlı değildirler; fakat bunlar yüksek performans ve kararlılıklarını bilgisayar kontrolü sayesinde kazanmaktadırlar [Johnson, 2000; Çiber, 2001].

Malzeme seçimi ve kaplamalar

Kullanılacak malzeme RSY'ni büyük ölçüde etkiler. Daha geniş frekans aralığında absorpsiyon yapması beklenirse; daha kalın, daha ağır ve daha pahalı bir RAM gerektirir. Ayrıca kullanılacak RAM'ın uygulama alanındaki fiziksel koşullara da uygun olması beklenmektedir. Aşağıda bazı özel durumlar için kullanılan RAM'lar hakkında bilgi verilmiştir [Çiber, 2001].

1. Elastomer (kauçuk bazlı) emiciler geniş bantlı köpük tipi emicilere nazaran daha iyi çevresel direnç gösterirler. Bu tür malzemeler bu yüzden 30 yılı aşkındır özellikle savaş gemilerinde kullanılmaktadır.
2. Özel çevresel şartlar için özel bir tip elastomer bulmak mümkündür. Neoprene, özellikle suya karşı olan yüksek direnci sayesinde deniz uygulamalarında çok yaygındır.
3. Geniş bantlı absorpsiyon için dual katmanlı elastomerler uygundur.
4. Geniş bantlı köpük emici malzemeler harici çevre şartlarına uygulanabilirler. Ancak malzemeyi koruyucu özel önlemler alınmalıdır. Harici uygulamalarda, açık hücreli köpüklerin yüzeyleri sağlam bir yapı oluşturabilmek için düşük kayıplı plastik ile doldurulmalıdır. Geniş bantlı emicilerde esnek bir RAM panel oluşturabilmek için, su geçirmez fiber plastik malzeme ile kaplama yapılabilir.
5. Genellikle kullanılabilen sıcaklık aralığı -15°C ile 120°C arasındadır.

Pasif sönümleyiciler

Pasif sönümlenme tabiri ile asli hedefteki yansımayı iptal etmek için ikinci bir dağıtıcı kullanarak RSY azaltılması kastedilmektedir. Sağıcı elemanın bulunduğu hedefe yüklü gövde (loaded body) ve bunun tersi çıplak hedefe ise yüklü olmayan gövde (unloaded body) denir. Bu nedenle, bu yöntem empedans yükleme yöntemi olarak da anılmaktadır. Diğer sönümlenme tekniklerinde olduğu gibi, bu teknik de sadece dar bir frekans bandında etkilidir ve genellikle küçük bir uzay sektöründe sınırlıdır. Büyük sönümleyici elemanlar kullanıldığında azaltılmak istenen RSY değeri göreceli olarak küçük kalacaktır. Bu yüzden, pasif sönümlenme, yüzey şekillendirme ve yutucular ile birlikte tamamlayıcı bir teknik olarak kullanılmalıdır [Çiber, 2001].

Herhangi bir polarizasyondaki gelen bir dalganın sönümlenmesinde iki dik elemana ihtiyaç vardır. Bu elemanlar slot ve dipol veya her ikisinin kombinasyonları olabilir. Terminaller birleştirilir ve iletişim hatları besleme bölgesinden yansıtılan alana uygun fazı sağlayacak şekilde ayarlanır. RSY'nin istenilen yönde azaltılabilmesi için yeterli kazancı sağlayabilecek sayıda eleman seçilir. Böylelikle, bu sistem tarafından tekrar yayılan alan çıplak hedefin RSY'ni iptal eder [Jenn, 1995; Çiber, 2001].

Aktif sönümleyiciler

Aktif sönümlenme, pasif sönümlenmenin dinamik tehdit senaryolarına adapte olabilecek şekilde genişletilmiş halidir. Buradaki aktif sönümlenme, hedefe gelen bir işareti alıp değişikliğe uğratarak yeniden yayma tekniğidir. Üzerinde durulan iki durum mevcuttur [Jenn, 1995; Çiber, 2001];

- *Tamamen aktif:* Sönümlenme devresi radar işaretini alır, kuvvetlendirir ve hedefin statik RSY'inden farklı bir fazda olacak şekilde yeniden yayar. Yayılan işaretin genliği, fazı, frekansı ve polarizasyonu hedefe gelen işaretin değişen parametrelerini telafi edecek şekilde ayarlanabilir.

- *Kısmen aktif:* Sönümleyici devre tarafından gelen radar işareti enerjisinde bir artırım sağlanmaz; fakat devredeki ayarlanabilir cihazlar sayesinde yeniden yayılan işaret ile hedefe gelen işaret parametrelerindeki sınırlı değişiklikler telafi edilebilir.

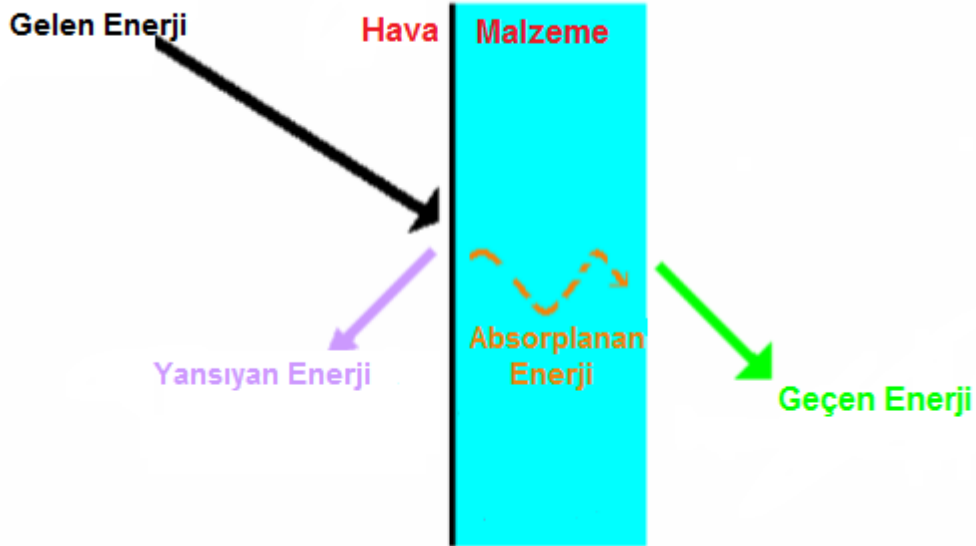
Bu sistemde, gelen işaretin açısı, frekansı, gelen güç yoğunluğu ve polarizasyonunu kapsayacak bir verici ve antene ihtiyaç duyulur. Gelen işaretin yönünün yanı sıra hedefin kendi RSY ile ilgili bilgilere de ihtiyaç vardır. Kısmen aktif bir sistem donanım yönünden çok karmaşık bir yapıya sahip olmasa da ayarlanabilir cihazlar kullanıldığında, çapraz kesim hatları, denetleme birimleri ve uygun veritabanına sahip bir bilgisayar sistemine de ihtiyaç duyulur [Jenn, 1995; Çiber, 2001].

2.5. Radar Absorpsiyon Malzemeleri

Radar absorpsiyon malzemeleri, literatürde mikrodalga emici malzeme ve radar soğurucu malzeme olarak da geçmektedir. Radar absorpsiyon malzemeleri, elektromanyetik (EM) radyasyonun absorplanmasının istendiği her yerde kullanılabilen çok geniş bir kullanım alanına sahiptir. Örneğin, radar absorpsiyon malzemeleri kabloların kaplanması, antenlerde veya sesten korunması istenilen diğer aletlerde kullanılmaktadır. Bunların yanı sıra en yaygın kullanım alanlarından biri; uçak vb. araçlar radar tarafından daha zor tespit edilebilmesi için bu malzemeler ile kaplanmaktadır.

Anten şekil iyileştirilmesi için mikrodalga emicilerin kullanılması yaygın bir uygulamadır. Antene yakın mesafedeki iletken nesneler antenin boşluk yayılım karakteristiğini değiştirebilirler. Bunun önemli sonucu olarak, daha geniş ana demet ve yan kulakçıklarda artış meydana gelir. Bu durum sistemin ayırma yapma özelliğini azaltırken, yan kulakçıklardan kaynaklanan parazitleri de arttıracaktır. Bu iletken alanlar üzerine RAM uygulanması ile antenin verimli bir yayılım yapması sağlanırken antenin boşluk karakteristiği de korunmuş olur [Çiber, 2001]. RAM ile kaplanmış bir malzemenin

elektromanyetik dalgaları ile etkileşimi Şekil 2.3.'de verilmektedir [Gürkan, 2008].



Şekil 2.3. Elektromanyetik dalgalar ile RAM etkileşimi [Gürkan, 2008]

Radar absorpsiyon malzemelerinin absorpsiyon özelliği içeriğindeki ferromanyetik malzemelerden gelmektedir. Demir bazlı radar absorpsiyon malzemelerinin uygulamalarında kullanılan başlıca iki ferromanyetik malzeme vardır; karbonil demir ve demir silisyum. Her iki malzemede düzgün küresel toz formunda olup uygun elastomerlerle birleştirilerek uygulanabilmektedir. Ayrıca her iki malzemenin de yoğunluğu ve enerji absorplama kapasiteleri benzerdir. Ancak demir silisyum daha yüksek korozyon direncine ve ısı kararlılığına sahiptir. Karbonil demir daha kolay oksitlenir, oksitlendiğinde de hem manyetik özelliğini kaybeder hem de kaplamanın rengini bozar, bu nedenle daha az tercih edilmektedir [Paris, 2005].

Radar absorpsiyon malzemesi olarak karbon, metal ve metal parçacıkları, polipirol-polimer kompozitler ve polianilin kullanılmaktadır [Saville ve ark., 2005].

2.5.1. Radar absorpsiyon malzemelerinin tarihçesi

Radar absorpsiyon malzemelerinin gelişimi 1930'lu yıllarda radarın bulunmasından hemen sonra başlamıştır. Bu alandaki ilk patent 1946 yılında Hollanda'da alınmış olarak gözükmektedir. Bu malzemede karbon siyahı ve Titanyum dioksit kullanılarak hazırlanmıştır. İkinci Dünya Savaşı'nda Almanya denizaltılar için "Wesch" malzemesini geliştirmiştir. Bu malzeme 0,3 in. (7,6 mm) kalınlıkta kauçuk üzerine demir karbonil yüklenerek üretilmiştir ve 3 GHz frekansta etkilidir. Almanlar ayrıca Jaumann Absorblayıcıları üretmişlerdir. Bu absorplayiciler; çok katmanlı olup sert plastikten ve levhalarda oluşmaktadır. Bu malzeme de; 3 in. (76,2 mm) kalınlığında olup rezistansı önden arkaya doğru gittikçe üstel olarak azalmaktadır. Ayrıca 2- 15 GHz aralığında -20 dB yansımayı azaltmaktadır. Aynı dönemde Amerika'da Halpern MIT Radyasyon Laboratuvarı'nda "HARP" adıyla bilinen Halpern Anti Radyasyon Boyasını üretmişlerdir. Bu malzemede 15-20 dB yansımada azalma sağlamıştır [Saville ve ark., 2005].

1950'li yıllarda radara absorpsiyon malzemelerinin ticari üretimi "Spongex" adı verilen karbon kaplanmış hayvan kılı temeliyle Sponge Product Company tarafından yapılmıştır. Bu malzeme 2 inç kalınlıkta olup 2,4 – 10 GHz aralığında -20 dB'lik azalma sağlamıştır. Daha düşük frekanslarda absorpsiyonu sağlamak için 4 ve 8 inç (sırasıyla 101,6 mm ve 203,2 mm) kalınlıkta da üretimi yapılmıştır [Saville ve ark., 2005].

60'lı ve 70'li yıllarda ferritin kullanılmaya başlanmasıyla absorpsiyon malzemelerinin kalınlıklarında belirgin bir azalma olmuştur. Piramit şeklinde absorpsiyon malzemelerinin kullanılmasıyla yansız odalarda -60 dB'lik azalma elde edilmiştir [Saville ve ark., 2005].

1980'li yıllarda absorpsiyon dizayn prosesi optimizasyon teknikleri kullanılarak iyileştirilmiştir. Malzemedan yansıyan ışının ölçülmesi için bilgisayar vb. kullanılmaya başlanmıştır. Malzeme olarak da karbon siyahı,

grafit, demir karbonil ve ferritin kullanılmaya devam edilmiştir. İletken polimerler de potansiyel radar absorpsiyon malzemesi olarak kabul edilmeye başlanmıştır [Saville ve ark., 2005].

1990'lı yıllardan günümüze kadar Jaumann yapılarının genetik algoritma optimizasyonu dahil olmak üzere optimizasyonu üzerine çalışılmaktadır [Saville ve ark., 2005].

2.5.2. Demir silisyum hakkında genel bilgi

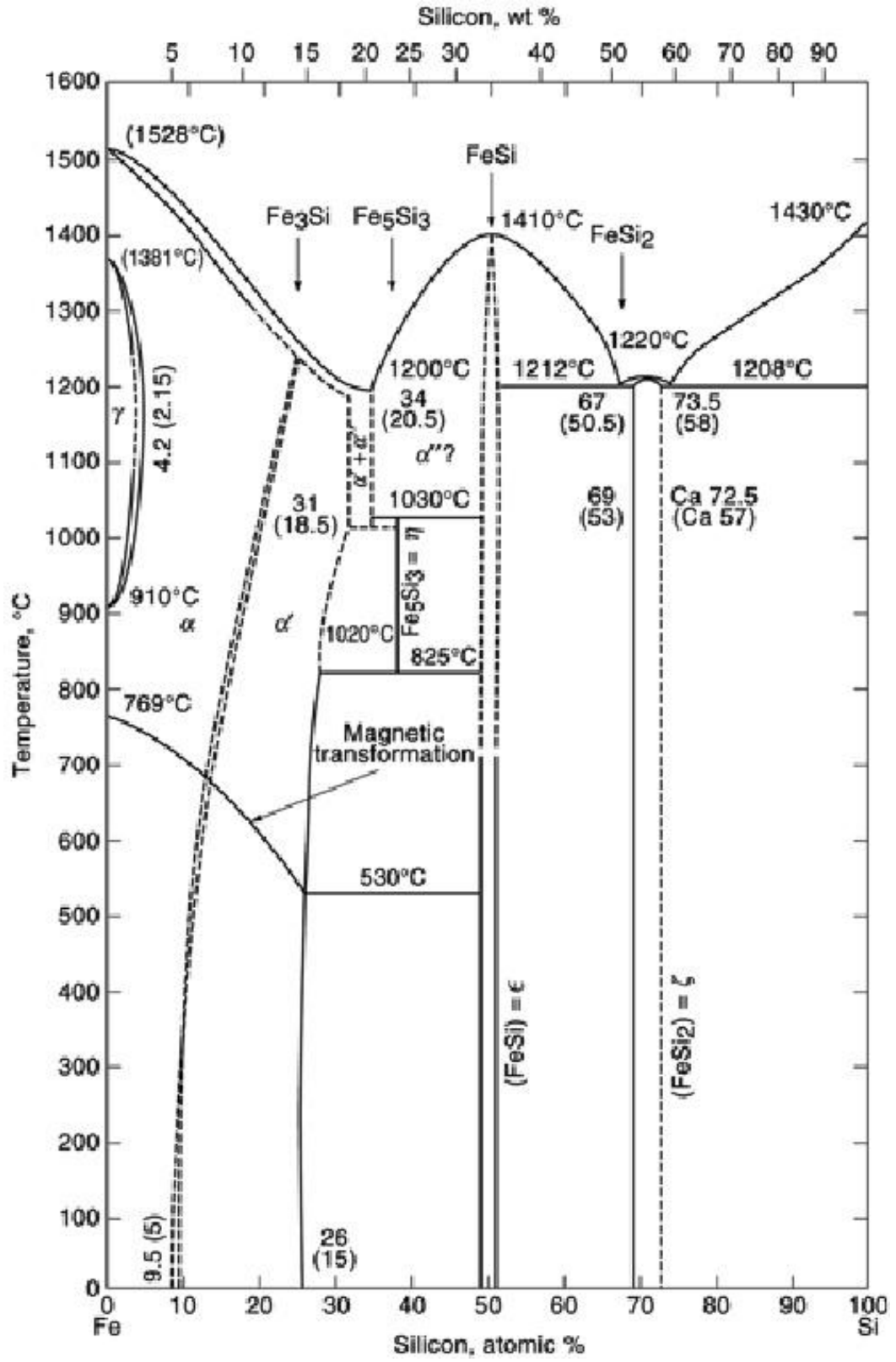
Geniş kullanım alanına sahip, çevre dostu, sağlam ve hammadde sıkıntısı olmayan demir silisyum geleceğin önemli malzemeleri arasındadır. Demir silisyumun faz diyagramına göre beş tane bilinen bileşiği mevcuttur. Bunlar; Fe_3Si , Fe_5Si_3 , FeSi , FeSi_2 ve Fe_2Si 'dir. Faz diyagramına göre oda sıcaklığında $\epsilon\text{-FeSi}$, $\beta\text{-FeSi}_2$ ve Fe_3Si kararlı halde bulunurken Fe_5Si_3 , $\alpha\text{-FeSi}_2$ ve Fe_2Si yarı-kararlı halde bulunmaktadır [Dahal ve Chikan, 2010]. Demir – Silisyum denge faz diyagramı Şekil 2.4.'de gösterilmiştir.

Yumuşak manyetik malzemeler, düşük koersivite (H_c) ve yüksek manyetik geçirgenliği özellikleri ile karakterize edilirler. Demir silisyum bileşikleri yumuşak manyetik malzemeler olarak bilinir ve silisyumun demir içine girmesiyle koersivite azalır [Ding ve ark., 2001]. Demir silisyum bileşikleri üretim yöntemine göre mikrokristal, nanokristal ve amorf formda bulunur. Bileşiğin nanokristal yapıda olması malzemenin manyetik özelliklerini de iyileştirmektedir.

Demir silisyum yapısına göre metalik, yarı-iletken veya yalıtkan özellik göstermektedir. Ferromanyetik özellik göstermesi için demir bakımından zengin olması (Fe_3Si ve Fe_5Si_3) gerekmektedir. FeSi 'nin iletkenliği sıcaklığın fonksiyonu olarak artar ve Kondo yalıtkanı olarak kullanılmaktadır. $\beta\text{-FeSi}_2$, dar bant aralığı (0,85 eV) yarı iletkeni ve potansiyel fotovoltaiik malzemesidir. $\alpha\text{-FeSi}_2$ ise ametaldir ve silikon bazlı güneş pilleri için ara yüzey olarak

kullanılmaktadır. Fe_3Si , manyetik tünellerde ferromanyetik elektrot olarak kullanımı geleneksel malzemelere göre birçok avantaj sağlamaktadır. Fe_3Si yüksek Curie sıcaklığına sahip olup oksitlenmeye karşı dirençli oluşu tercih edilmesini sağlamaktadır. Fe_3Si , DO_3 kristal yapısına sahiptir [Dahal ve Chikan, 2010].

Jeolojik açıdan da demir silisyum bileşikleri önem arz etmektedir; çünkü Dünya'nın en dış katmanı olan yer kabuğunda bulunmaktadır. Bu katmandaki bileşikler olan $\beta\text{-FeSi}_2$ ve $\epsilon\text{-FeSi}$ üzerine de çalışmaları mevcuttur [Santamaría-Pérez ve ark., 2004].

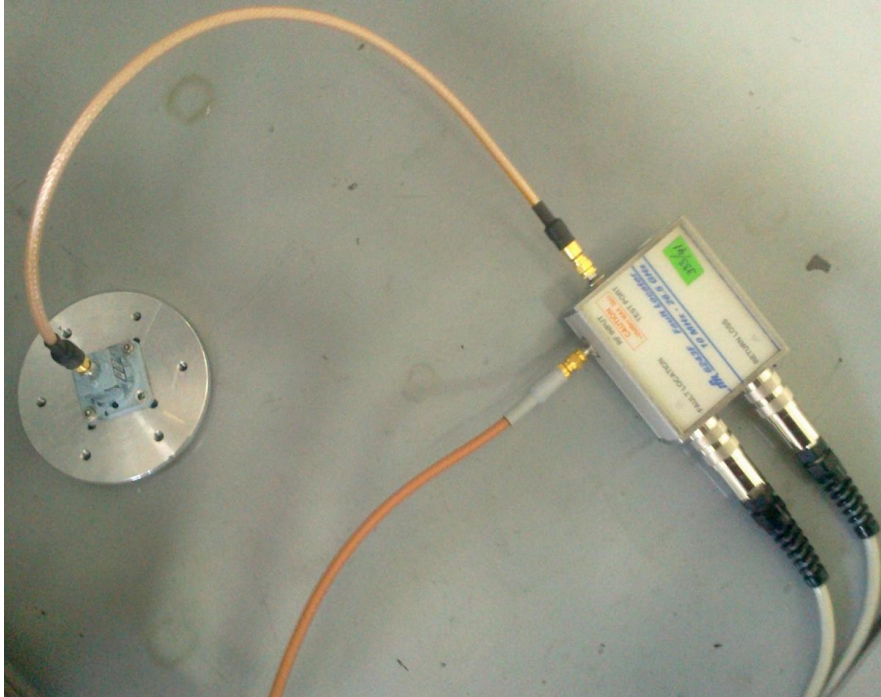


Şekil 2.4. Demir-Silisyum denge faz diyagramı [Dosaj ve ark., 2001]

2.6. Radar Absorpsiyon Ölçüm Teknikleri

Radar absorpsiyon kapasitesi birçok yöntemle tayin edilebilir. Ancak bu yöntemlerden S-parametrelerinin ölçümünde kullanılan dalga kılavuzu (waveguide) metodu ve boşluk uzay (free-space) metodu daha çok kullanılmaktadır.

Dalga kılavuzu metodu, network analizör (network analyzer) tarafından ölçülen yansıyan ve absorplanan saçılma parametrelerini kullanarak karmaşık bağıl geçirgenlik ve dielektrik sabitinin hesaplanmasına dayanmaktadır [Baginski, 2005]. Dalga kılavuzu metodu düzeneği Resim 2.3.'de verilmektedir.

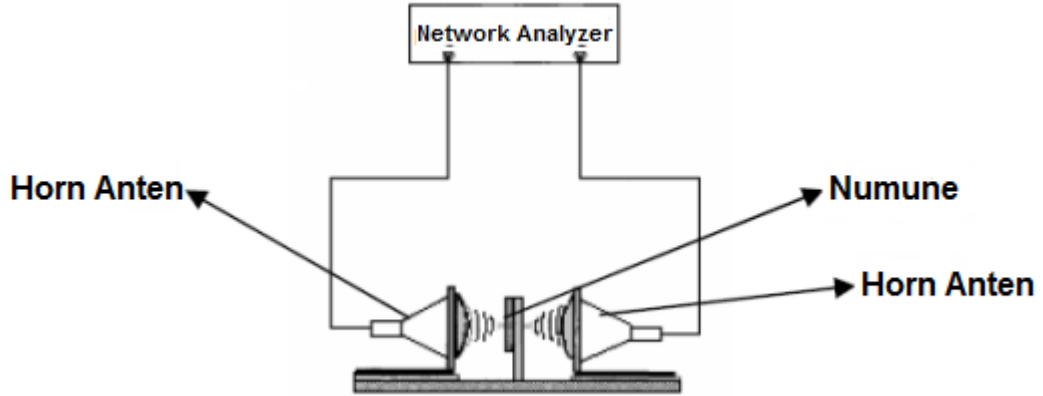


Resim 2.3. Dalga kılavuzu metodu

Her dalga kılavuzunun çalıştığı belirli bir frekans aralığı mevcuttur. Bu aralığın dışındaki frekanslarda hiçbir elektromanyetik dalga yayılması olmamaktadır. Ancak, çalışma frekansı dalga kılavuzunun frekansından yüksek olursa diğer düzlemsel dalgalar dalga kılavuzunun duvarları ile çakışabilir. Bu durum dalga kılavuzlarının birden fazla işletme modunda kullanılabileceğini kanıtlamaktadır. Yayılma modu, dikdörtgen dalga kılavuzlarının elektrik yüksekliği ve genişliği ile korunabilir. Yüksek düzey yayılma modlarına engel olmak için doğru boyutlardaki dalga kılavuzunun seçilmesi çok önemlidir [Gürkan, 2008].

Dalga kılavuzları elektrik ya da manyetik alanın yayılım yönünde olmasına göre iki grupta incelenebilir. Enine elektrik (transverse electric, TE) dalgalar ya da enine manyetik (transverse magnetic, TM) olarak isimlendirilir. Enine elektrik dalgalarında; dalga kılavuzu boyunca elektrik alan bileşeni sıfırdır. Benzer şekilde, enine manyetik dalgalarda da dalga kılavuzu boyunca manyetik alan bileşeni sıfırdır [Özsoy, 1998].

Dalga kılavuzları dışında kullanılan diğer bir absorpsiyon ölçüm yöntemi de boşluk uzay yöntemidir. Boşluk uzay yönteminin ölçüm düzeneği Şekil 2.5.'de verilmektedir. Ölçüm düzeneğinde büyük bir masa üzerine bir çift horn anten kullanılır. Ölçülecek malzeme, iki antenin arasına yerleştirilir. Dalga kılavuzunda olduğu gibi, yansıyan dalgalar network analizör tarafından ölçülür [Ghodgaonkar ve ark., 1989].



Şekil 2.5. Boşluk uzay yöntemi düzeneği [Gürkan, 2008]

Dalga kılavuzu yönteminin, boşluk uzay yöntemine göre bazı avantajları mevcuttur. Öncelikle, dalga kılavuzunda numune ölçülen dalga boyundan daha küçük olabilir. Dolayısıyla, boşluk uzay yönteminde özellikle düşük frekanslarda (<40 GHz) çok büyük boyutlarda numuneler gerekmektedir [Pitman, 1991]. Ayrıca dalga kılavuzu yönteminde, dalga kılavuzu duvarları kapalı olduğundan diğer kaynaklardan gelebilecek yansımalar önlenmiş olur. Ancak boşluk uzay yönteminde, iki anten arasında tekrarlayan yansımalarla kaynaklı yanlış ölçümler olabilir, örneğin numunenin köşelerinden ve yüzeyinden [Ghodgaonkar ve ark., 1989]. Dalga kılavuzu kullanarak ölçüm yapmanın dezavantajları da vardır. Örneğin, eğer malzeme homojen değilse küçük boyutlardaki malzemelerde tüm numuneyi göstermeyebilir.

2.7. Mekanokimyasal Yöntem

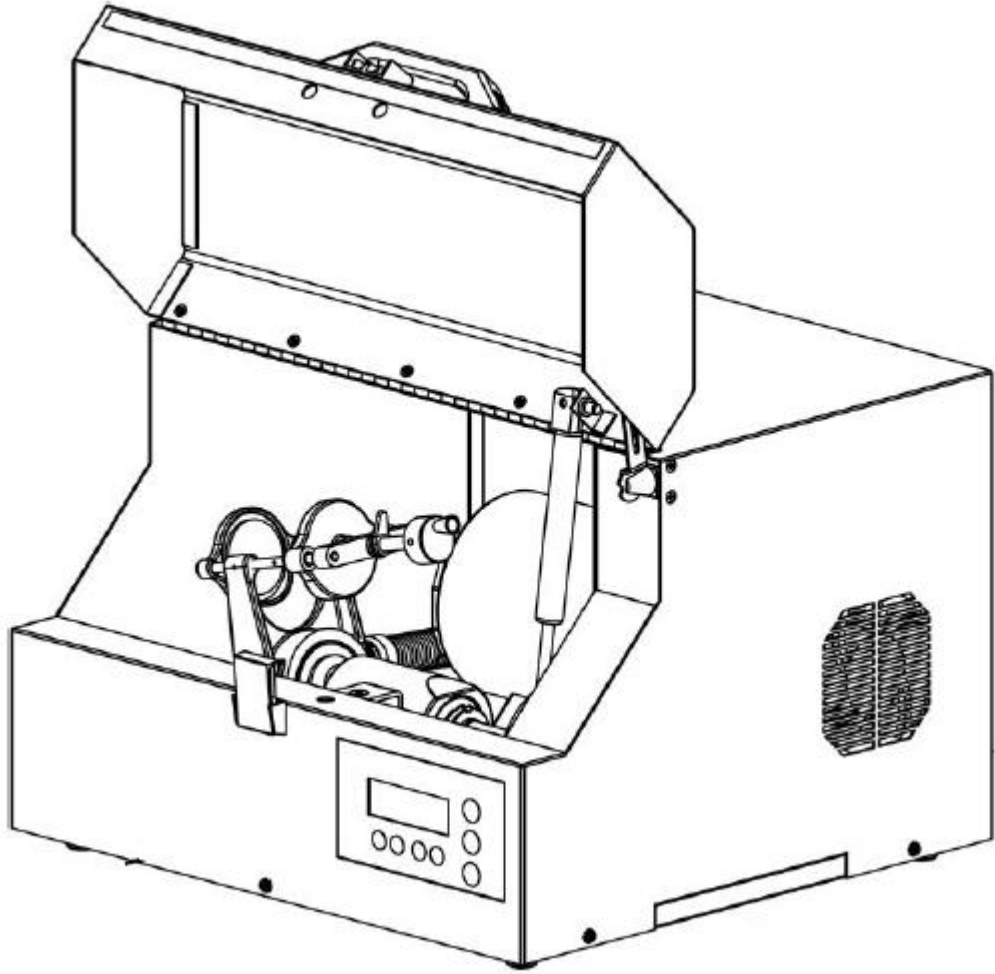
Mekanik alaşımlama, tozların yüksek enerjili bilyalı değirmende sürekli tekrarlanan kaynaklanma, kırılma ve yeniden kaynaklanma adımlarının bütününden oluşan bir katı hal toz işleme tekniğidir [Suryanarayana, 2001]. Bu işlemde mekanik alaşımlamanın yanı sıra bir kimyasal reaksiyonda gerçekleşiyorsa mekanokimyasal reaksiyon da denilmektedir.

John Benjamin ve arkadaşları, Uluslararası Nikel Şirketi'nin (International Nickel Company, INCO) Paul D. Merica Araştırma Laboratuvarı'nda 1966 yılında mekanokimyasal reaksiyon işlemini geliştirmişlerdir. Bu teknik, gaz türbinlerin uygulamalarında kullanılacak nikel bazlı süper alaşım üretimi için yapılan uzun araştırmalar sonucunda bulunmuştur. Günümüzde ise; mekanokimyasal işlemler birçok farklı malzemenin üretiminde kullanılmaktadır [Suryanarayana, 2001].

John Benjamin, bu işlemi “karıştırma/öğütme” olarak isimlendirmişti; ancak INCO'nun patent vekili olan Evan C. McQueen ilk patentte mekanik alaşımlama terimini kullanmıştır ve bu isim günümüze kadar gelmiştir.

2.7.1. SPEX karıştırıcı öğütücü

Salınlı öğütücüler sınıfına giren SPEX öğütücüler, genellikle laboratuvar çalışmalarında kullanılır; çünkü bir seferde 10-20 gram toz öğütebilmektedir. Bu öğütücülerde, reaktör dakikada öne geriye yaklaşık 1080 salınım yapmaktadır (60 Hz'de çalıştığında). Bu öğütücüler, tek reaktör tutuculu ve iki reaktör tutuculu olarak dizayn edilerek SPEX firması tarafından Amerika'da üretilmektedir. Dışarıdan bakıldığında 8 şeklinde hareket yapar; çünkü öne arkaya salınımının yanı sıra sağa ve sola doğru da hareketi vardır. Reaktörün her çalkalama hareketinde bilya ile numune çarpışır, böylece hem karıştırma hem de öğütme işlemi yapılmış olur. Öne arkaya salınım genliği 5 cm olup 1200 rpm hızında çalıştığından dolayı bilya hızları yüksektir (yaklaşık 5 m/s) ve dolayısıyla bilya çarpışma enerjileri de yüksektir. Bu nedenle de bu öğütücüler yüksek enerji çarpanlı öğütücü sınıfına da dahil edilirler [8000 Mixer/Mill Operating Manual, 2003]. SPEX 8000'e ait çizim Şekil 2.6.'da verilmiştir.



Şekil 2.6. SPEX 8000 Karıştırıcı/Öğütücünün çizimi [8000 Mixer/Mill Operating Manual, 2003]

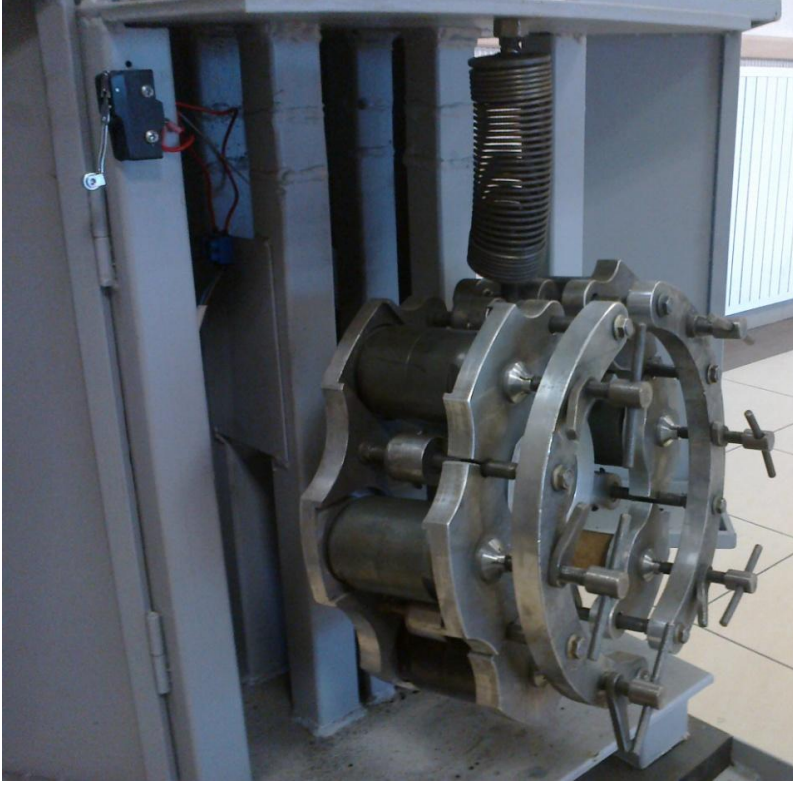
SPEX 8000 serisi öğütücüler ilaç sektörü, boya sektörü, süper iletken malzeme üretimi vb. birçok alanda kullanıldığı için farklı alanlara yönelik farklı malzemelerden üretilmiş reaktörleri de mevcuttur. SPEX 8000 ile kullanılan reaktörlerin imalatında kullanılan malzemelerinden bazıları; sertleştirilmiş çelik, alümina, tungsten karbür, zirkonyum, paslanmaz çelik, silisyum nitrürdür.

2.7.2. Çok tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü

Doktora çalışmasında; RAM olarak kullanılacak demir silisyumun mekanokimyasal yöntemle üretilmesine karar verilmiştir. Mekanokimyasal yöntemle üretiminde yüksek enerji çarpımlı öğütücülerden SPEX 8000'in kullanılabileceği değerlendirilmiştir. SPEX 8000 reaksiyonun gerçekleşmesi için uygun bir öğütücü olup kapasitesi çok az (10-15 gram) olduğu için daha yüksek kapasiteli bir öğütücüde yapılmasının uygun olacağı değerlendirilmiştir. Bunun üzerine Prof.Dr. Metin GÜRÜ tarafından yürütücülüğü yapılan Ali Rıza AKTAŞ'ın doktora tezi olan "Mekanokimyasal Yöntemle Radar Absorplayıcı Madde Sentezlenmesi İçin Reaktör Tasarımı ve Katkılarla Absorplayıcı Malzemenin Geliştirilmesi" kapsamında üretilmiş olan çok tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün kullanılmasına karar verilmiştir [Aktaş, 2013]. Söz konusu öğütücünün 12 adet reaktör tutucusu mevcut olup hem 1 seferde ayrı koşullardaki reaktörler kullanılabilirken istenilirse de aynı özelliklerdeki reaktörler bağlanarak üretim kapasitesi arttırılabilmektedir.

12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü imalatı için 6061 alüminyum levha ve 4140 çelik malzemeler, reaktör imalatları için ise 2379 çelik malzeme kullanılmaktadır. Reaktör tasarımları ve malzeme seçimi de demir silisyum üretimine uygun olacak şekilde tasarlanmıştır [Aktaş, 2013].

12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün çevresel hızı ve hareket genliği, SPEX 8000 karıştırıcı öğütücüye göre daha fazladır. Bu nedenle, kullanılan öğütücünün kinetik enerjisi SPEX 8000'e göre daha yüksektir. Dolayısıyla, bu öğütücü SPEX 8000'e göre daha düşük sürelerde benzer mekanokimyasal etkiyi sağlamaktadır. 12 tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün fotoğrafı Resim 2.4.'de kullanılan reaktörlerin fotoğrafı ise Resim 2.5.'de verilmiştir.



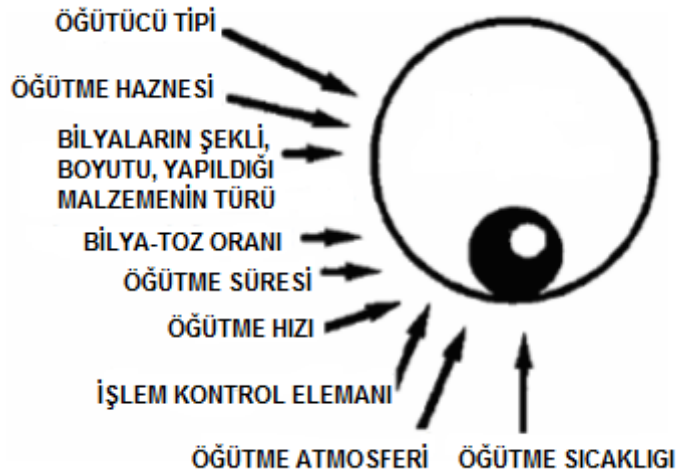
Resim 2.4. Çok tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün fotoğrafı [Aktaş, 2013]



Resim 2.5. Kullanılan reaktörlerin fotoğrafı [Aktaş, 2013]

2.7.3. Mekanokimyasal reaksiyonu etkileyen işlem parametreleri

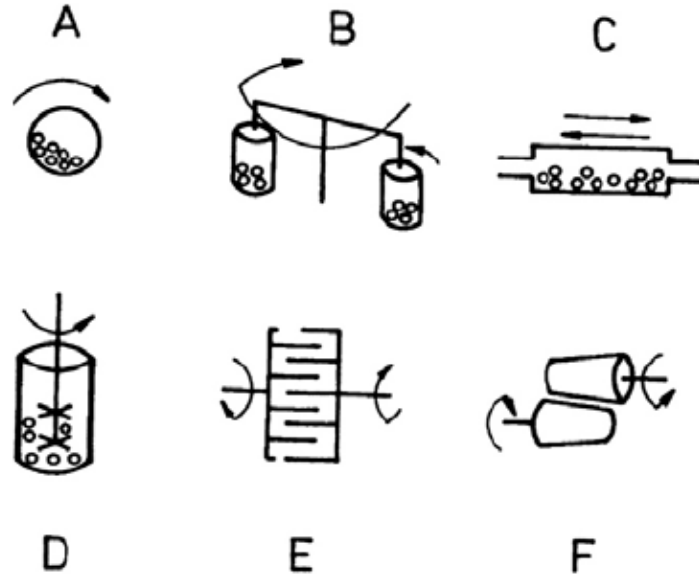
Mekanokimyasal reaksiyon ile istenilen özelliklerde malzeme üretebilmek için birçok parametrenin en uygun şekilde seçilmesi gerekmektedir. Bu parametrelerden en önemlileri Şekil 2.7.'de verilmiştir.



Şekil 2.7. Mekanokimyasal reaksiyonu etkileyen başlıca parametreler
[Campbell ve Kaczmarek, 1996; Uçar, 2010]

Öğütücü tipi

Mekanokimyasal reaksiyonun gerçekleşebileceği birçok öğütücü tipi mevcuttur. Bu öğütücülerden üretilmek istenen malzeme özelliklerine ve miktarına göre uygun öğütücü seçilmelidir. Örneğin; planetary öğütücüler ve atritörler daha yüksek kapasitelerdeki malzemelerin üretiminde kullanılırken SPEX tipindeki öğütücüler laboratuvar ölçekli kullanılmaktadır. Bu değirmenlerin kapasitesi, soğutma veya ısıtma üniteleri, verimleri arasında farklılık vardır; ancak en büyük fark enerji çarpanlarıdır. Kullanılan bazı değirmenlere ait örnekler Şekil 2.8.'de verilmiştir.



Şekil 2.8. Mekanik alaşımlama için kullanılan bazı değirmen türleri; A: Bilyalı değirmen, B: Planetary değirmen, C: Titreşimli değirmen, D: Karıştırımlı bilyalı değirmen, E: Mil değirmeni, F: Haddeli değirmen (Boldyrev, 1986; Uçar, 2010)

Öğütme haznesi

Öğütme haznesi de öğütülecek malzemeye göre seçilmesi gerekmektedir. Öğütülecek malzeme ve kullanılacak bilyalarla uyumlu öğütücü hazne seçilmemesi durumunda haznenin aşınması sonucu üretilen malzemede kirlilik oluşabilir. Öğütme haznesi için mekanokimyasal reaksiyonda gerçekleştiğinden dolayı reaktör de denilebilmektedir.

Bilyaların şekli, boyutu ve yapıldığı malzemenin türü

Sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş krom çeliği, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik bilya yapımında tercih edilen başlıca malzemelerdir. Bilyaların yoğunluğu, tozun üzerinde yeterli çarpışma enerjisini sağlayacak kadar büyük olmalıdır. Ayrıca mümkün olduğunca, bilyalar ile reaktörlerin öğütülecek malzeme ile aynı malzemeden yapılmış olması istenilir. Böylece

öğütme esnasında reaktörlerde ve bilyalarda daha az aşınma olur ve tozun kirlenmesi önlenir [Suryanarayana, 2001].

Ayrıca, bilyaların boyutu da yapıldığı malzeme kadar önem arz etmektedir. Büyük boyutlardaki bilyaların kullanılmasıyla, bilya ağırlığı artar ve toza aktarılan enerji miktarı da artar. Ancak, tozun partikül boyutu kullanılan bilya boyutuna göre değişim gösterdiği yapılan araştırmalar sonucunda gözlenmiştir. Ayrıca yapılan diğer araştırmalar, sadece büyük bilyalar kullanılarak öğütme yapıldığında amorf fazın oluşmadığı, sadece kararlı kristal fazın oluştuğu tespit edilmiştir. Tüm bunların yanı sıra, öğütme esnasında tek tip bilya kullanılabileceği gibi farklı boyutlarda da bilyalar reaktör içerisine yerleştirilebilir [Aztmon, 1990].

Bilya-Toz oranı

Mekanokimyasal reaksiyonlarda önemli diğer bir parametre de bilya-toz oranıdır. Farklı araştırmacılar tarafından 1:1 gibi düşük bir orandan 220:1 gibi çok yüksek bir orana kadar bir çok farklı değerde kullanılmaktadır. SPEX Karıştırıcı/Öğütücü gibi laboratuvar ölçekli öğütücüler için bu oran genellikle 10:1 olarak kullanılır. Ancak büyük kapasiteli öğütücülerde, planetary öğütücülerde ya da atritörlerde, 50:1 hatta 100:1 oranlarında seçilebilir. Bilya-toz oranı, öğütme süresini doğrudan etkileyen en önemli faktördür. Bilya-toz oranı arttıkça öğütme süresi azalır. Bilya-toz oranı arttıkça, birim zamandaki çarpışma sayısı ve dolayısıyla da toza aktarılan enerji artar ve alaşımlama işlemi hızlanır. Ayrıca bilya-toz oranı, oluşacak bileşiği etkilemektedir. Örneğin; düşük oranlarda yarı kararlı faz oluşurken yüksek oranlarda kararlı denge fazları oluşmaktadır [Suryanarayana ve ark.,1999].

Öğütme süresi

Öğütme süresi mekanokimyasal reaksiyonlar için en önemli parametrelerdendir. Seçilen sürenin toz partikülleri arasındaki kırılma ve kaynama işlemlerinin kararlı hale gelmesi için yeterli olmalıdır. Öğütme için gereken süre, kullanılan öğütücü türüne, öğütme hızına, toz-bilya oranına ve öğütme sıcaklığına göre değişir. Öğütme süresinin gerekenden fazla seçilmesi, istenmeyen fazların oluşmasına veya kirlilik oluşmasına neden olur. Bu nedenle, öğütme zamanı ne kısa ne de uzun olmamalıdır [Suryanarayana,1995]. Dolayısıyla her reaksiyon için kendi koşullarında öğütme süresinin optimize edilmesi gerekmektedir.

Öğütme hızı

Öğütücü ne kadar hızlı hareket ederse, reaktör içerisindeki toza aktarılan mekanik enerji de o kadar fazla olur. Ancak; öğütücünün tasarımına bağlı olarak her öğütücünün çıkabileceği maksimum bir hız limiti vardır. Örneğin; geleneksel bilyalı öğütücülerde öğütücünün dönüş hızını arttırmak içindeki bilyalarında hızını arttırır. Ancak kritik hızın üzerine çıkılırsa; bilyalar reaktör tabanında bulunan toza çarpmadan iç duvarlara çarpıp geri dönerler. Bu nedenle, maksimum çarpışma enerjisini arttırmak için maksimum hızın kritik hızı aşmaması gerekmektedir. Öğütme hızını belirleyen diğer bir kriter de reaktörün ulaşacağı sıcaklıktır. Öğütme hızının artmasıyla reaktör sıcaklığı da artar. Bu sıcaklık artışı, homojenleşme veya tozların alaşımlamasında avantaj sağlayabilir. Ancak, yarı kararlı fazların oluşması ya da doymuş katıların bozunması gibi bazı istenmeyen durumlara da neden olabilir. Ayrıca, yüksek dönü hızları nanokristal oluşumunda kristal boyutunu arttırır [Kaloshkin ve ark., 1997]. Dolayısıyla, öğütme hızı da istenilen özelliklerde malzeme üretimi için önem arz etmektedir.

İşlem kontrol elemanı

Bazı öğütme işlemlerinde partiküllerin kırılmasında ve kaynamasında dengesizlik olur, partiküller arasında sadece kaynama işlemleri olur ki bu istenmeyen bir durumdur. Buna engel olmak için; reaktöre öğütülecek tozun yanı sıra işlem kontrol elemanı adı verilen maddeler eklenir. İşlem kontrol elemanları katı, sıvı veya gaz olabilir. Genellikle yüzey aktif madde gibi davranacak organik maddelerden seçilirler. Kullanılan başlıca işlem kontrol elemanları; metanol, etanol, sitrik asit ve hekzandır. İşlem kontrol elemanları, tozun yüzeyine adsorblanarak topaklaşma oluşumunu engeller. İşlem kontrol elemanları, toplam toz ağırlığının %1-5 civarında kullanılırlar [Suryanarayana, 2001].

Öğütme atmosferi

Mekanokimyasal reaksiyonda öğütme atmosferinin başlıca etkisi tozun kirlenmemesi olması içindir. Bu nedenle, tozlar vakumlanmış ya da inert gazlarla doldurulmuş reaktörler öğütmede kullanılır. İnert gaz olarak argon, helyum ya da azot kullanılabilir. Yapılan çalışmalarda azotun metallerin öğütülmesi sırasında nitrit oluşumuna neden olarak, tozu kirlettiği tespit edildiği için artık azot pek tercih edilmemektedir. Yüksek saflıktaki argon gazı en çok tercih edilen gazdır; çünkü hem oksitlenmeyi hem de tozun kirlenmesini engeller [Suryanarayana, 2001].

Genellikle, tozların reaktör içerisine koyulması ve boşaltılması kontrollü atmosfer ortamında (glove-box) gerçekleştirilir. Kontrollü atmosfer ortamı genellikle argon gazı ile doldurulur. Ayrıca bazı araştırmacılar, öğütme işlemini de kontrollü atmosfer ortamında gerçekleştirirler [Suryanarayana,2001]. Öğütme atmosferi üretilen tozun içeriğini doğrudan etkilediği için çok önemlidir.

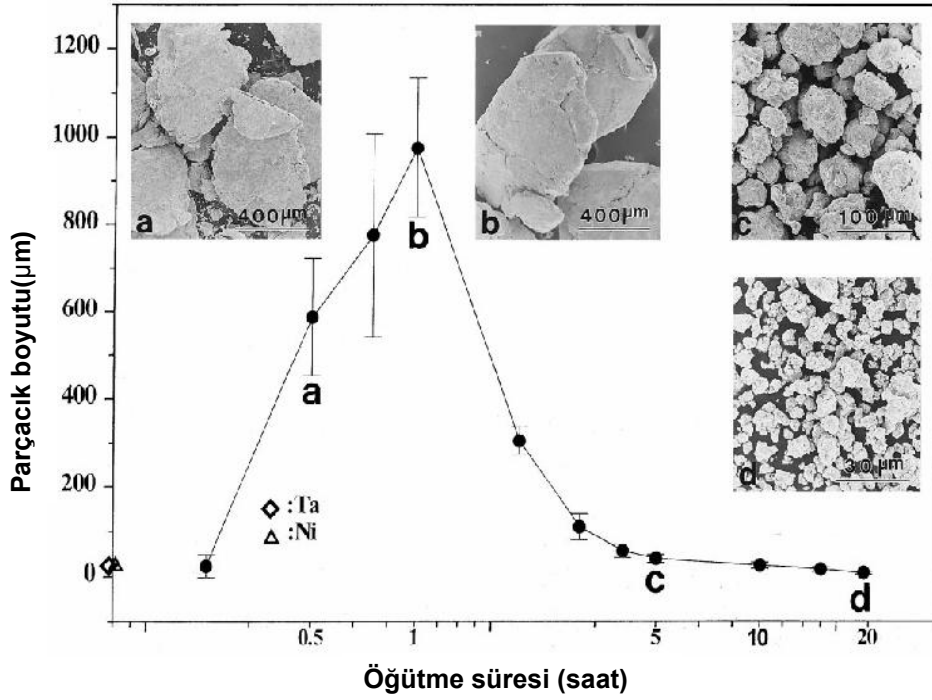
Öğütme sıcaklığı

Öğütme sıcaklığı da mekanokimyasal reaksiyonlarda öğütülen tozun yapısını doğrudan etkileyen diğer bir parametredir. Üretilen malzemenin katı çözültisi, intermetalik, amorf ya da nanoyapıda olmasını etkiler. Öğütme sıcaklığının etkisini görebilmek için yapılan bazı çalışmalar da; reaktör ısıtmış ya da sıcaklığın düşürülmesi için öğütme ortamına sıvı azot damlatılmıştır. Bu çalışmalar, sıcaklıkla katı çözünürlüğü arasındaki ilişkiyi bulmada ya da farklı sıcaklıkların amorf ya da nanokristal yapının oluşuma etkisini incelemek için yapılmıştır [Suryanarayana, 2001].

2.7.4. Mekanokimyasal reaksiyonun aşamaları

Yüksek enerjili öğütme toz partikülleri deformasyon-kaynaklama-kırılma ve yeniden kaynaklanma işlemlerinin tekrarlanmasıyla olur. İki bilya çarpıştığı zaman, bir miktar toz arasında sıkışır. Genel olarak, yaklaşık 1000 partikül, toplam ağırlığın 0,2 mg'ı her çarpışma esnasında bilyaların arasına sıkışır.

Çarpışma kuvveti, toz partiküllerin deformasyonuna neden olarak kırılma olmasını sağlar. Yeni yüzeylerin oluşması, partiküllerin kaynamasını ve partikül boyutunun artmasını sağlar. Öğütme işleminin başlangıç aşamasında, tozlar yumuşak (sünek-sünek veya sünek-gevrek malzemeler kullanılıyorsa) olduğu için birbirleriyle kaynaklanma ve büyük tanecik oluşturma eğilimindedirler. Toz tanecik boyutları başlangıç tozların yaklaşık üç katına kadar büyür. İşlem devam ettikçe tozlarda deformasyon sertleşmesi nedeniyle kırılmalar olmaktadır. Topaklaşma kuvvetlerinin azalmasıyla partikül boyutu azalmaya başlar. Bu aşamada, bilya darbeleri etkisinden dolayı kırılma eğilimi soğuk kaynaktan daha yüksek olur. Tozların incelmesine rağmen parçacıkların boyutu aynı kalarak tabakalar arası boşluklar azalmakta ve parçacık tabakaları ise artmaktadır [Suryanarayana, 2001]. Bu durum Şekil 2.9.'da gösterilmiştir.



Şekil 2.9. Öğütme süresiyle partikül boyutu arasındaki değişim [Dörtbölük, 2006]

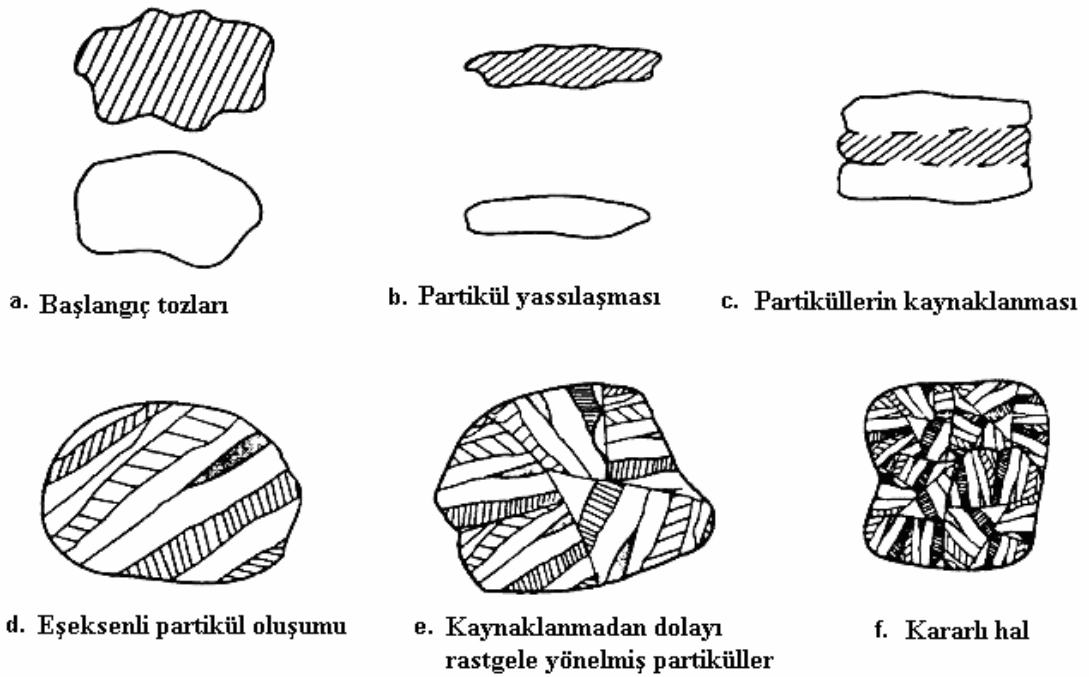
Mekanik alaşımlama mekanizmasını üç ana başlıkta inceleyebiliriz; a) sünek-sünek malzemeler b) sünek-gevrek malzemeler c) gevrek-gevrek malzemeler.

Sünek-sünek malzemeler

Mekanik alaşımlama için en uygun malzeme kombinasyonudur. Benjamin yaptığı çalışma sonucunda, alaşımlama olabilmesi için sünek malzemenin en az %15 olması gerektiğini tespit etmiştir. Doğru alaşımlama için tekrarlayan soğuk kaynama ve kırılma işlemlerinin olması gerekmektedir. Ancak, soğuk kaynama sadece partikül sünekse olabilmektedir [Suryanarayana, 2001].

İlk olarak deformasyon altındaki parçacıkların yapısı yassılaşmaya doğru değişir. Bu aşamada, ufak bir toz miktarı bilyaların yüzeyine yapışır. Bu kaplamanın avantajı; tozu bilyalardan gelebilecek kirlenmeden korur. Ancak, bu kalınlık minimum da tutulmalıdır aksi halde ürün heterojenleşir. Sonraki

aşamada kaynaklanma işlemiyle ince tabakalı parçacık oluşumu sağlanır. Bu aşamada partikül boyutunda artış olur. Bu aşamada yönlenmiş ara yüzey sınırları gözlenmektedir. Daha sonra kaynak ve kırılma mekanizması dengeye ulaşır ve ara yüzey sınırlarında ya da kaynaklanma yönünde rast gele yönlenmiş parçacıklar oluşur. Son aşama kararlı hal işlemi olarak adlandırılmaktadır. Bu aşamada mikroyapısal incelik devam eder ama parçacık boyutu aynı kalır. Şekil 2.10.'da sünek-sünek malzemelerin mekanik alaşımlama aşamaları verilmiştir [Dörtbölük, 2006].

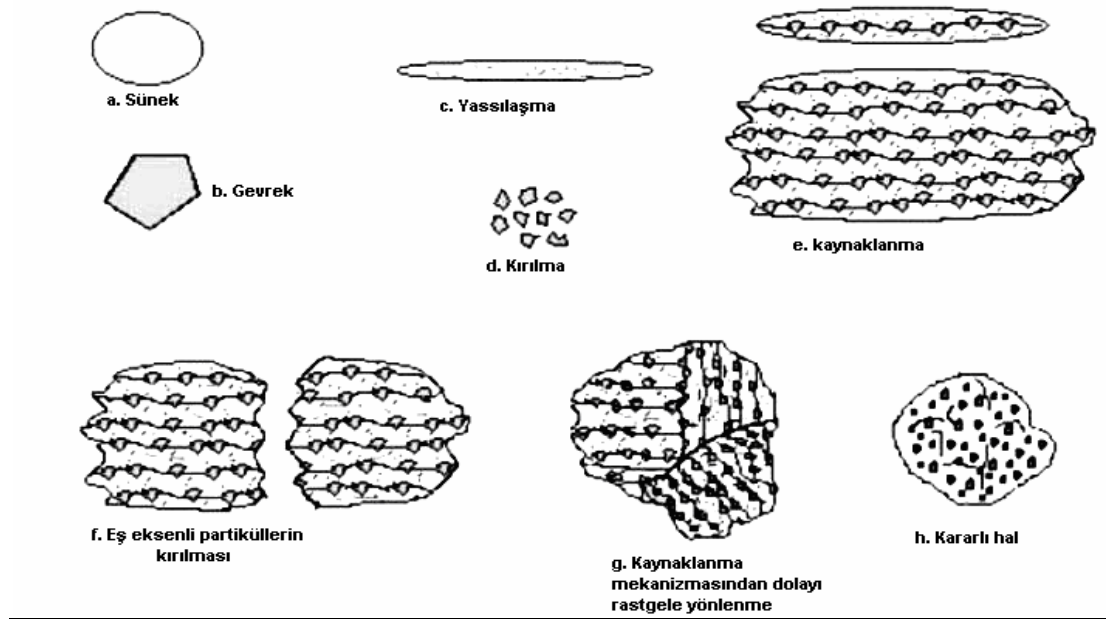


Şekil 2.10. Sünek-sünek malzemelerin mekanik alaşımlama aşamaları [Fogagnolo ve ark., 2002; Dörtbölük, 2006]

Sünek-gevrek malzemeler

Öğütmenin ilk aşamasında gevrek parçacıklar kırılmaya, sünek parçacıklar ise deformasyona maruz kalırlar. Daha sonra, sünek parçacıklar kaynaklanmaya başladığında gevrek parçacıklar bilyaların çarpışması sebebiyle iki veya daha çok sünek parçacığın arasında kalır. Sonuç olarak, kırılmış takviye parçacıklar kaynaklanmış metal parçacıkları arayüzey

sınırları içersine yerleşmiş olacaktır ve gerçek kompozit meydana gelecektir. Soğuk kaynaklanma, mekanik alaşımlama işleminde etkili bir mekanizmadır ve parçacıkların morfolojisi laminal parçacıkların kümeleşmesiyle değişir. Deformasyon, kaynaklanma ve katı dağılım sertleşen malzemede kırılma işlemini arttırır. Kaynaklanma ve kırılma mekanizmaları dengeye ulaştıktan sonra arayüzey sınırlarında rastgele yönelmiş kompozit parçacık oluşumunu arttırır. Kararlı hal aşamasında aşırı incelmeden dolayı mikroyapı optik mikroskop yoluyla arayüzey sınırlarında tam olarak görülememektedir. Şekil 2.11.'de sünek-gevrek malzemelerin mekanik alaşım basamakları gösterilmiştir.



Şekil 2.11. Sünek-gevrek malzemelerin mekanik alaşımlama aşamaları [Fogagnolo ve ark., 2002; Dörtbölük, 2006]

Gevrek-gevrek malzemeler

İki veya daha fazla gevrek bileşenlerden oluşan bir sistemde mekanik alaşımlama işlemi başarılı olmamaktadır. Çünkü sünek bileşenin eksikliği soğuk kaynaklanma olayını engeller ve alaşımlama gerçekleşmez. Ancak, silisyum (Si)-germanyum (Ge) ve mangan (Mn)-bizmut (Bi) gibi gevrek-gevrek bileşen sistemlerinde alaşımlama olduğu ve gevrek intermetalik

kariřımlarının öęütölmesiyle de amorf fazlar üretildięi yapılan çalıřmalarda belirlenmiřtir [Lee ve ark., 1987].

Gevrek bileřenler öęütme sırasında kırılır ve parçacık boyutu sürekli küçölür. Ancak çok küçük toz parçacıkları sünek davranıř gösterir ve bundan dolayı boyutta küçölme olmamaktadır. Bu durum ise ufalanma sınırı olarak isimlendirilmektedir [Harris, 1967].

2.7.5. Mekanik alařımlamanın avantajları

Mekanik alařımlamanın üretim ve ticari anlamda çeřitli avantajlar sunmaktadır. Bu avantajları ařaęıdaki gibi sıralanabilir [Uçar, 2001].

- Mekaniksel öęütme metoduyla, dięer tekniklerle üretilmesi zor veya olanaksız olan alařımlar üretilebilmektedir.
- Oldukça farklı erime sıcaklıklarına sahip elementler ile intermetalik fazlar oluřturulabilmektedir.
- Nanokristal malzemelerin üretiminde elverişli bir tekniktir.
- İstenilen reaksiyonları oluřturması ve hızlandırmasında kullanılabilir.
- Malzemelerin ve alařımların üretim maliyetlerini azaltarak doğrudan üretimini saęlar.
- Performans/birim fiyat dikkate alındığında ucuz malzeme üretimini mümkün kılmaktadır.

3. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Manning ve arkadaşları 1978 yılında, ısıya dayanıklı radar absorpsiyon malzemeleri üzerine patent almışlardır. Bu çalışmada, maksimum 0,5 in. kalınlıktaki seramik tabaka maksimum 0,8 in. kalınlıktaki 3 tabakalı poliimit radar absorpsiyon malzemesine bağlanmıştır. %63 ağırlıkça SiO_2 ve ZrO_2 karışımının tozu, %33 ağırlıkça %30 sodyum silikat solüsyonu ve %4 Kaowool fiber içeren seramik bağlayıcı kullanılmıştır. Böylece 3 – 10 GHz aralığında 10 dB absorpsiyon elde etmişlerdir. Ayrıca bu malzemenin 3000°F'da (1649°C) 80 saniye veya 900°F'da (482°C) 10 dakika bozunmadan dayandığı tespit etmişlerdir [Manning ve Passiuk, 1978].

Wiggins ve Drennan 1999 yılında, korozyona dayanıklı radar absorpsiyon malzemeleri üzerine yaptıkları çalışma ile patent almışlardır. Bu çalışmada; radar absorpsiyon malzemesi olarak difüzyon yöntemiyle demir silisyum sentezlemişlerdir. Demir silisyum üretimi için Curie sıcaklığı göz önünde tutularak karbonil demir tozları ile toz halindeki silisyumu ağırlıkça %76-83 oranında karıştırılmışlardır ve katalizör olarak da ağırlıkça %0,1-%1,5 NaF tuzu kullanmışlardır. Daha sonra karışımı sinterleme işlemi için inert atmosfer koşullarında 1350-1600°F'a (732-871°C) ısıtmışlardır. Sinterleme işleminde ortamdaki oksijeni uzaklaştırmak için kolay bulunduğu ve ucuz olduğu için azot gazını tercih etmişlerdir. Sinterleme işlemi sonucunda malzemeyi istenilen partikül büyüklüğü olan 200 meshin altına indirmiş ve reaksiyona girmemiş malzemelerin uzaklaştırılması için atmosfer koşullarında 1200°F'a (649°C) ısıtmışlardır. Bu işlemde sonra toz uygun bağlayıcı ile karıştırılarak RAM kaplaması elde edilmiştir. Yapılan analizler neticesinde; çevre koşullarından etkilenmemesi için en az %16 silisyum içermesi gerektiği tespit edilmiştir. Ayrıca sinterleme işlemi sonucunda yapılan analizlerde eğer başlangıçtaki demir oranı %76 civarında ise oluşan ürünün Fe_5Si_3 , oran %80 civarında ise Fe_2Si ağırlıklı olduğunu belirlemişlerdir. Sonuç olarak; elde ettikleri kaplamanın, çevre koşullarından ve 500°C sıcaklığa kadar

etkilenmeden elektromanyetik özelliklerini koruyabildiğini belirlemişlerdir [Wiggins ve Drennan, 1999].

Simon ve arkadaşları ise 1999 yılında, silisyum içeren demir tozları üzerine yaptıkları çalışma ile patent almışlardır. Bu çalışmada, silisyum içeren demir tozlarının üretimini FeC_5O_5 ile SiH_4 'ün gaz fazı termal bozunma reaksiyonu ile yapmışlardır. Reaksiyon $250 - 350^\circ\text{C}$ sıcaklıkta ve $1 - 2$ bar basınç altında yürütülmüştür. Reaktör olarak 1 metre uzunluğunda ve 20 cm iç çapında V2A çeliğinden tüp kullanılmıştır. Sıvı haldeki FeC_5O_5 elektrikli ısıtıcı ile buharlaştırılıp $\text{SiH}_4, \text{H}_2, \text{CO}, \text{NH}_3$ ile birlikte tüp reaktörün üzerinden verilmiştir. Oluşan demir silisyumu gazdan ayırmak için çöktürme ünitesi, kalan demir silisyumu tutmak içinde kartuş filtreler kullanılmıştır. Çalışmada sıcaklık, basınç, malzeme akış hızları değiştirilerek malzeme boyutundaki değişim incelemiştir. Yapılan çalışma sonucunda; gaz fazı termal bozunma reaksiyonu ile elde edilen toz ürünün çok düşük safsızlıklar içerdiği tespit edilmiştir. Bunun yanı sıra, bu yöntemle ortalama partikül çapı $0,005-10 \mu\text{m}$ olan küresel partiküller üretmenin mümkün olduğu gözlenmiştir [Simon ve ark., 1999].

Golubkova ve arkadaşları 2000 yılında, elementel demir ve silisyumdan başlayarak mekanokimyasal yöntemle amorf yapıdaki demir silisyum üretimi ve bunların X-ray analizleri üzerine çalışmışlardır. Çalışmada başlangıç silisyum oranı olarak %70 seçilmiştir. Mekanik alaşımlama için *APF tipi düzlemsel aktivatör* kullanılmıştır. Mekanik alaşımlama için önemli parametrelerin çalkalama süresi ve şiddeti olduğu belirlenmiştir. Çalkalama şiddeti; bilyaların kinetik enerjisi hesaplanarak bulunmuştur. Bu nedenle bilyaların çapı ve ağırlıkları önemli olup bilyaların kütlesinin karışıma oranı da 8:1 olarak belirlenmiştir. Sinterleme işlemi ise; vakumlu kuartz rezistanslı ısıtıcı ile $300 - 800^\circ\text{C}$ arasında yapılmıştır. X-ray analizinin yanı sıra elementel analiz ve faz özelliklerinin belirlenmesi için differential dissolution (DD) analizi yapılmıştır. Yapılan DD analizi sonucunda çözünen silisyum miktarının maksimum %17'yi geçmediği belirlenmiştir. Zaten denge durum

diyagramına göre de 1250°C'de silisyumun demir içindeki çözünürlüğü de %18'dir. Çalışma sonucunda iki aşamalı mekanokimyasal yöntemle FeSi₂ üretimiyle sinterleme sıcaklığının 600 – 700°C azaldığı tespit edilmiştir [Golubkova ve ark., 2010].

2007 yılında Ohtsu ve arkadaşları; MnSi ve FeSi bileşiklerinin oksitlenmesini incelemek için X-ray fotoelektron spektroskopisini kullanmışlardır. FeSi ve MnSi'in temizlenmiş yüzeyleri yüksek vakum altında çatlatılmış ve yüksek saflıktaki oksijenle 1,3 Pa'a kadar muamele edilmiştir. Yapılan analize göre; FeSi yüzeyindeki demir 1,3 Pa oksijen basıncında oksitlenirken, silisyum $1,3 \times 10^{-6}$ Pa'da oksitlendiği gözlenmiştir. Bu sonuca göre; silisyum demire göre çok daha önce oksitlenmektedir [Ohtsu ve ark., 2008].

Kalita ve arkadaşları 2008 yılında yaptıkları çalışmada, mekanik alaşımlama ile üretilen nano yapıdaki Fe₇₅Si₂₅'in yapısal ve manyetik özelliklerini incelemişlerdir. Yüksek saflıktaki (%99,9) elementel demir ve silisyum tozları Fe₇₅Si₂₅ bileşiğini oluşturacak ağırlıkça oranlarda hazırlanarak 7 mm çapındaki bilyalarla beraber öğütücüye koyulmuştur. Bilya:toz oranı 10:1 olarak belirlenmiştir. Öğütme esnasında oksidasyonu azaltmak için yüksek saflıkta argon gazı kullanılmıştır. Planetary öğütücü (Insmart, Hindistan) 300 rpm'de çalışmaktadır. Öğütücüden belirli zaman aralıklarında numune alınarak manyetik ve yapısal özellikleri incelenmiştir. 80 saate kadar öğütme işlemine devam edilmiştir. 5 saat sonunda silisyum piklerinin kaybolduğu gözlenmiştir. Bu da silisyumun bcc-Fe yapısı içine girdiğini göstermektedir. Ayrıca öğütme zamanında artış oldukça bcc-Fe pikinin genişliğinde artış gözlenmiştir. Pik genişliğinin artmasının sebebi; saf alaşım tozunun oluşması olarak belirtilmiştir. Ayrıca kristal boyutu 40 saate kadar azalmış olup buradan sonra sabitlenmiştir [Kalita ve ark., 2008].

Stevulova ve arkadaşları 1999 yılında, planetary öğütücüde farklı öğütme sürelerinin Fe-Si yapısına etkilerini incelemişlerdir. 3:1 (atomik) oranında karıştırdıkları Fe-Si toz karışımını planetary bilyalı değirmende (AGO-2, URF

Teknoloji, Macaristan) öğütmüşlerdir. Alaşımlama işlemi 3 aşamadan oluşmaktadır. Birinci aşamada silisyum kristal yapıdan amorf yapıya geçmiştir. İkinci kısımda düzensiz bcc-Fe kafes oluşumundaki yapısal değişimler gözlenmiştir, bu da katı faz reaksiyonun başladığını göstermektedir. Üçüncü kısımda ise Fe_3Si oluşumu gerçekleşmiştir. XRD analizinin pikine bakıldığında öğütmenin 25'inci dakikasında silisyumun amorf yapıya geçtiği, silisyum pikinin kaybolduğu ve alaşımlamanın başladığı görülmüştür. Alınan numunelerin 10-80 dakikaları arasındaki XRD pikleri karşılaştırıldığında %88 dönüşüm ile Fe_3Si kristal katı çözeltisinin olduğu görülmüştür [Stevulova ve ark., 1999].

Vélez ve arkadaşları 2011 yılında, $\text{Fe}_{65}\text{Si}_{35}$ (atomik) bileşiği mekanik alaşımlama yöntemiyle üreterek öğütme zamanı ile yapısal değişim arasındaki etkiyi karakterize etmek için çalışmışlardır. Çalışmada XRD ve Mössbauer spektroskopisi kullanılmıştır. Yüksek saflıkta ($\geq\%99,9$) demir ve silisyum tozları planetary öğütücüde (Fritsch-Pulverisette 5) 15, 30, 50, 75 ve 100 saat işleme tabi tutulmuştur. XRD sonuçlarına göre; iki farklı yapı oluşmuştur. Birinci yapı ferromanyetik bcc Fe-Si yapısı, ikinci yapı paramanyetik SC Fe-Si yapısı olup öğütme zamanının artmasıyla azalmıştır. İlk 75 saatte silisyumun bcc-Fe matris yapısı içine difüz ettiği ve manyetik alanı etkilediği tespit edilmiştir. 75 saatten sonra alaşım üretilmiş olup sadece yapının düzensizliğini arttırıp manyetik alanı arttırmaktadır [Velez ve ark., 2001].

Zuo ve Srithanan 2005 yılında yaptıkları çalışmada $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{25}$ nanokristal yapısının partikül boyutunun değişimini incelemişlerdir. Toz elementel demir (%99,9 saflıkta) ve silisyum (%99,95 saflıkta) atomik oranlarda karıştırılmıştır. Toz: bilya oranı 1:5 olarak kullanılmıştır. Öğütme işlemi Fristsch PM/5 planetary öğütücüde 100 saat süreyle yapılmıştır. Öğütülen toz tüp fırında vakum altında 573-853 K sıcaklık aralığında 4 saate kadar farklı sürelerde sinterlenmiştir. Öğütme neticesinde partikül boyutu 14,5 nm olarak ölçülmüştür. Düşük sıcaklıklarda sinterlendiğinde (573-703 K) kristal yapı

hala düzensiz olup partikül boyutunda önemli değişiklikler gözlenmemiştir. Yüksek sıcaklıklarda sinterlendiğinde (773-853 K) düzenli DO_3 yapısı oluşmuş olup hızlı boyut büyümesi (70 nm) olmuştur [Zuo ve Srithasan, 2004].

Yoo ve arkadaşlarının 2004 yılında yaptıkları çalışmada; Fe-Si ve Fe-C bileşiklerinin yapı ve manyetik özelliklerinin öğütme zamanıyla değişimi incelemiştir. $\text{Fe}_{80}\text{Si}_{20}$ ve $\text{Fe}_{80}\text{C}_{20}$ atomik oranlarına uygun olarak Fe, C ve Si tozları (-80 mesh boyutunda ve %99,9 saflıkta) karıştırılarak mekanik alaşımlama için SPEX 8000'de 24 saate kadar öğütülmüşlerdir. Toz bilya oranı 1:6 olarak seçilmiştir. XRD sonuçlarına göre; 1 saat öğütme neticesinde silisyum pikleri kaybolmuş ve demir pikleri genişlemiştir. Bunun nedeni silisyumun amorflaşması ve demir içine difüzlenmeye başlamasıdır. 6 saat sonunda; demir pikleri kaybolmuş ve düzenli bcc yapısı oluşmuştur. 12 saat sonunda; pik şiddetlerinde ve piklerde herhangi bir değişim olmadığı gözlenmiştir. Hem FeSi hem de FeC yapısında benzer XRD sonuçları elde edilmiştir. Her iki alaşım için de manyetizasyonun öğütme ile azaldığı tespit edilmiştir [Yoo ve ark., 2003].

Ding ve arkadaşlarının 2001 yılında yaptıkları çalışmada; yüksek saflıktaki demir ve silisyum $\text{Fe}_{100-x}\text{Si}_x$ bileşiği $x = 0, 5, 15, 25, 40$ olacak şekilde hazırlanmıştır. 20 g başlangıç toz miktarı reaktörlere konularak Planetary öğütücüde (Fritch 5 planetary mill) 300 rpm'de 40 saat boyunca işleme tabi tutulmuştur. Daha sonra toz vakum altında 200-700°C sıcaklıkta 20 dakika sinterlenmiştir. Manyetik geçirgenliğin ölçülmesi için hacimce %30 Fe-Si tozu %70 KE-1800 silisyum reçine olacak şekilde hazırlanmıştır. Manyetik geçirgenlik ölçümü dalga kılavuzu kullanılarak yapılmıştır. 6 GHz'de üretilen bileşiklerden en yüksek manyetik geçirgenlik 1,29 ile $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{25}$ 'e aittir. Saf Fe ait manyetik geçirgenlik değeri de 1,31 olarak bulunmuştur. Bu bileşiğin en uygun sinterleme sıcaklığı da 450°C olarak tespit edilmiştir [Ding ve ark., 2001].

Oda ve Suzuki 2010 yılında yaptıkları çalışmada; toz halinde demir silisyum üretimi üzerine patent almışlardır. Bu çalışmada önce yüksek saflıktaki demir oksit hidrojen yardımıyla demir tozuna dönüştürülmüştür. Demir oksitin hidrojen ile indirgeme işleminde istenilen boyutta demir tozu eldesi için sıcaklığın 500°C altında olması tercih edilir; ancak 400°C'nin altında olduğunda da indirgeme işlemi çok uzun olacağından bu aralıkta çalışılmasının uygun olacağı değerlendirilmiştir. Daha sonra üretilen demir ve silisyum tozları 1:1 oranında oksijensiz ortamda 1350°C'de sentezlenerek FeSi oluşturulmuştur. Sonra demir silisyum oranını 1:2 yapmak için tekrar silisyum eklenir bilyalı değirmende pulvarize edilir ve oksijensiz ortamda 1050°C'e ısıtılarak FeSi₂ elde edilmiştir. Elde edilen tozun XRD analizinde FeSi₂ piki gözlenmemiştir. Tekrar 1050°C'de sıcak pres metoduyla 2 saat sinterlenmiştir [Oda ve Suzuki, 2010].

Göksu Gürer 2010 yılında ODTÜ'de hazırladığı yüksek lisans tezinde; cam takviyeli plastik (CTP) kompozit malzeme uygulamalarında takviye malzemesi olarak kullanılan cam elyaf dokumalar üzerine iletken ince film kaplanmış ve bu sayede elektromanyetik dalga soğurma özelliği cam dokumalara kazandırılmıştır. 18 - 27 GHz frekans aralığındaki elektromanyetik dalga soğurma potansiyeli boşluk uzayı yöntemiyle tayin edilmiştir. Tek katmanlı ve çok katmanlı örneklerin karakterizasyonu üzerine yapılan incelemeler sonucunda çok katmanlı CTP kompozitlerin tasarımında uyulacak bir takım prensipler açıklanmıştır. Çalışma kapsamında ayrıca bilgisayar destekli hesaplamalar aracılığıyla, çoklu katman özelliklerinin öngörülmesine çalışılmıştır. Tek katman özelliklerinden yola çıkılarak elde edilen çoklu katman özellikleri, boşluk uzay yönteminden elde edilen ölçümleri ile karşılaştırılmış ve uyumlu sonuçlar elde edilmiştir. Çalışmada geniş bant aralığında etkin, %85 seviyesinde elektromanyetik soğurma elde edilmiştir [Gürer, 2001].

Nurdan Gürkan 2008 yılında ODTÜ'de hazırladığı yüksek lisans çalışmasında; titanyum ve/veya kobalt ile katkılandırılmış M-tipi baryum

hegzaferrit tozları, $\text{BaFe}_{(12-(4/3)x)}\text{Ti}_x\text{O}_{19}$, $\text{BaFe}_{12-x}\text{Co}_x\text{O}_{19}$, $\text{BaFe}_{12-2x}\text{Ti}_x\text{Co}_x\text{O}_{19}$ ($x=0$ 'dan $x=1,5$ 'e kadar $0,5$ 'lik aralıklarla değiştirilmiştir) stokiyometrik formülasyonlarına göre oksit karışımı metodu ile sentezlenmiştir. Bu tozlar, her bir kompozisyon 1250°C 'de 1'den 16 saate kadar değişen pişirme süreleriyle sinterlenerek küçük seramik karoların üretiminde kullanılmıştır. XRD analizleri, magnetoplumbit kristal yapısının bütün seramiklerde oluştuğunu göstermiştir. Üretim parametrelerindeki değişim seramik karoların iç yapısındaki farklılıklara ve değişik dielektrik ve manyetik özelliklere neden olmuştur. Seramiklerin elektromanyetik dalgalarla etkileşimi dalga kılavuzu yöntemi kullanılarak 8-18 GHz aralığında karakterize edilmiştir. Sonuçlar katkılандırılmamış baryum hegzaferrit ve düşük titanyum ile katkılандırılmış seramiklerin iyi mikrodalga soğurma özellikleri sergilediğini göstermiştir [Gürkan, 2008].

4. DENEYSEL ÇALIŞMA

4.1. Kullanılan Hammaddeler

Demir silisyum sentezi için yapılan parametrik çalışmalarda Merck marka $\leq 99\%$ saflıkta ve ortalama partikül boyutu $10\ \mu\text{m}$ ($\leq 65\ \mu\text{m}$ ve $\geq 35\ \mu\text{m}$ boyutunda) boyutunda demir ile Sigma Aldrich marka 99% saflıkta ve 325 mesh ($44\ \mu\text{m}$) boyutunda silisyum kullanılmıştır.

4.2. Demir Silisyum Sentezlenmesi

Demir silisyumun yüksek enerji çarpımlı öğütücü kullanılarak mekanokimyasal yöntemle üretilmesi amaçlanmıştır. Demir silisyumun sentezi 2 aşamadan oluşmaktadır; öğütücüde mekanokimyasal reaksiyonun gerçekleşmesi ve reaksiyonun tamamlanması için sinterleme işlemi.

Demir silisyum üretimi için en etkili parametreler olan; silisyum oranı, çalkalama süresi, sinterleme süresi ve sinterleme sıcaklığının optimize edilmesine karar verilmiştir. Silisyum oranı ağırlıkça 14% (Fe_3Si için olması gereken teorik oran) - 17% - 20% (faz diyagramında minimum sıcaklık değerine sahip oran) - 23% ve 26% olarak değiştirilmiştir. Çalkalama süresi 600-800-1000-1200 dakika olarak seçilmiş ve sonrasında sinterleme işlemi yapılmıştır. Ancak sinterleme işlemi neticesinde tüm reaksiyonlar aynı derecede tamamlandığı için sinterlemeden optimizasyon yapılmasının daha uygun olacağı değerlendirilmiştir ve 400-600-800-1000-1200 dakika çalkama yapılmıştır. Sinterleme sıcaklığı 1000°C , 1100°C , 1200°C olarak değiştirilmiştir. Son parametre olan sinterleme süresi de 1- 1,5- 2- 2,5 saat olarak değiştirilmiştir.

Demir silisyum sentezinde, hammaddelerin oksijenle etkileşmesini önlemek için numune argon gazı içeren kontrollü atmosfer ortamında (Plas-Labs Simlicity 888 marka glove-box) hazırlanmıştır. 15 gram ağırlığındaki

numuneler belirlenen demir-silisyum oranına göre ayarlanmıştır. Reaktörlere (2379 malzemedan 60-65 Rockwell sertliğe sahip) bilya:toz ağırlık oranı 4:1 olacak şekilde; 1 adet 25 mm çapında, 1 adet 15 mm çapında, 1 adet 10 mm çapında ve 2 adet 6 mm çapında bilya konulmuştur.

Hazırlanan numune çok tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücüde parçacık boyutunun küçültülmesi ve mekanokimyasal reaksiyon için işleme tabi tutulmuştur. Kullanılan çok tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün fotoğrafı Resim 4.1.'de verilmiştir. Çok tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücü; 12 reaktör tutucusuna sahip 660-1450 devir/dakika ile çalışmaktadır. Söz konusu öğütücü akademik çalışmalarda özellikle mekanokimyasal reaksiyonlarda, mekanik alaşımlama işlemlerinde kullanılan SPEX 8000 ile benzer enerji çarpımına sahiptir. SPEX 8000 gibi yüksek enerji çarpımlı öğütücü ve salınımlı öğütücü sınıfına dahildir. SPEX 8000 serisi öğütücülerde olduğu gibi reaktör çalkalama esnasında 8 hareketi yapmaktadır. Cihaz motorla tahrik edilen bir milin iki ucuna çalkalama hareketini sağlayan eksantrik parçalar üzerine monte edilen 6 reaktör bağlanacak şekilde tasarlanmış iki tutucu vardır. Bu makinanın SPEX 8000'e göre en büyük avantajı eş zamanlı olarak 12 reaktörün aynı anda çalışmasının sağlanmış olmasıdır. Tasarlanan cihaza bağımsız şekilde maksimum 90 mm çapında ve 200 mm boyutlarında 12 reaktör bağlanabilmektedir. Mekanokimyasal reaksiyon etkisini tespit edebilmek için kontrollü atmosfer ortamında kapatılan reaktörler belirlenen sürelerde (400, 600, 800, 1000, 1200 dakika) işleme tabi tutulmuştur.

Daha sonra çok tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücüden alınan reaktörler argon gazı içeren kontrollü atmosfer ortamında açılmış ve ısıtma işleme dayanıklı reaktörlere (4140 çelik malzemedan) boşaltılarak reaktörler kapatılmıştır. Sinterleme işlemi için belirlenen sürelerde (1- 1,5- 2- 2,5 saat) süreyle (1000°C, 1100°C, 1200°C) sıcaklıkta PROTERM marka fırında sinterlenmişlerdir.



Resim 4.1. Çok tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün fotoğrafı [Aktaş, 2013]

4.3. Yapılan Analizler

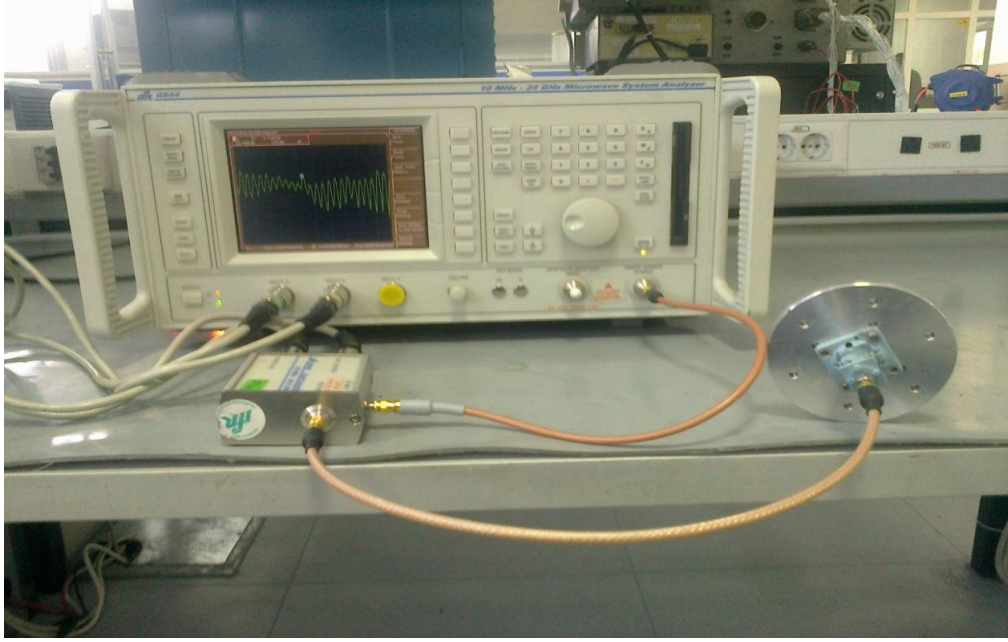
Kullanılan hammaddeler ve üretilen malzemeler, Eti Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğü'nde bulunan Rigaku D/Max – 2200 ULTIMAN+/PC marka XRD cihazı, Türkiye Atom Enerjisi Kurumu SANAEM'de bulunan Bruker D8 XRD cihazı ve Ankara Üniversitesi Fizik Bölümü'nde bulunan Rigaku MiniFlex II Desktop marka XRD cihazı kullanılarak malzeme analizi yapılmıştır. XRD'de amorf malzemeler tespit edilemediği için sadece kristal fazda bulunan ürünlerin pikleri tespit edilebilmiştir.

Optimize edilen koşullarda üretimi yapılan demir silisyumun ortalama partikül boyutu Gazi Üniversitesi Kimya Bölümü'nde bulunan Malvern Mastersizer cihazında yapılmıştır.

Üretilen demir silisyumun Curie sıcaklığı yapılan TGA-DSC analizinde belirlenmiştir. Curie sıcaklığı TQ500 marka TGA cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Curie sıcaklığı tespiti ASTM Designation E: 1582-93'e göre yapılmıştır [ASTM, 2000]. Bu ölçüm yöntemi aslında TGA cihazının sıcaklık kalibrasyonu için kullanılmaktadır. Malzeme manyetik alana yerleştirildiği zaman, mıknatıs onu kendine doğru çekerek ek bir ağırlık kazandırır. Ancak Curie sıcaklığına geldiği zaman malzeme paramanyetik olur ve mıknatıs etkisi ile meydana gelen ağırlık sıfırlanır. Ağırlığın sıfırlandığı noktada kütlede ani bir düşüş gözlemlenir ve kütlede bu düşüşün meydana geldiği sıcaklık Curie sıcaklığı olarak tespit edilir.

Radar absorpsiyon malzemeleri için en önemli parametre olan absorplama kapasitesinin tespit edilmesinde 2 yöntem kullanılmıştır. Birinci yöntem olan dalga kılavuzu yöntemi üretim parametrelerinin optimizasyonunda kullanılmıştır. Dalga kılavuzu yöntemi laboratuvar ölçekli çalışmalar için daha uygundur. Bu yöntemde HP 6844 marka Mikrodalga Analiz (Microwave Analyzer) cihazı ve dalga kılavuzları (wave guide) kullanılmıştır. Kullanılan düzener Resim 4.2.'de verilmiştir. Analiz 12,4 – 18,0 GHz aralığında gerçekleştirilmiştir. Üretilen demir silisyum toz formunda olduğu için absorplama kapasitesini ölçebilmek için öncelikle boya haline getirilmesi gerekmektedir. Boya haline getirilmesinde uygun bağlayıcı ile karıştırılmıştır. Boya 0,8x10x25 mm boyutlarında 2025 alüminyum levhalara uygulanarak ölçümü yapılmıştır. Absorpsiyon kapasitesi ölçümlerinde S11 parametresi kullanılmıştır. S11 parametresi, gönderilen dalga ile gelen elektromanyetik dalga arasındaki güç kaybını onluk logaritma tabanı oranı şeklinde ifade edilmektedir.

Diğer absorpsiyon kapasitesi ölçüm yöntemi ise; boşluk uzay yöntemidir. Bu yöntemde de Resim 4.3.'de verilen düzener kullanılmıştır. Toz Fe₃Si benzer şekilde boya haline getirildikten sonra 1x55x55 mm boyutlarında 2025 alüminyum levhalara uygulanarak ölçüm yapılmıştır. Bu yöntem sadece bağlayıcı etkisinin incelenmesinde kullanılmıştır.



Resim 4.2. Dalga kılavuzu ile absorpsiyon kapasitesi ölçüm düzeneği



Resim 4.3. Boşluk uzay yöntemiyle absorpsiyon kapasitesi ölçümü

Farklı bağlayıcı türleri kullanılarak RAM boya haline getirilmiştir. Bu boyalarda absorpsiyon kapasitesi kadar önemli diğer bir husus da boyaların sıcaklık dayanımlarıdır. Özellikle hava araçlarının egzozları gibi yüksek sıcaklıktaki bölgelerde de kullanılabilmesi için üretilen boyanın yüksek sıcaklıklara dayanması amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda silikon esaslı bağlayıcı, alkit bağlayıcı ve epoksi bağlayıcı kullanılarak üretilen boyaların ısıya duyarlılık testleri yapılmıştır. Bu test PROTERM marka fırında gerçekleştirilmiştir. 150°C, 250°C, 350°C, 500°C ve 700°C'ye ısıtılarak üretilen boyaların ısıya duyarlılıkları analiz edilmiştir. Ayrıca -24°C'ye soğutularak da boyanın soğuk uygulamalardaki dayanımı test edilmiştir. -24°C'deki dayanımı özellikle hava araçlarında uçuş esnasında maruz kalacağı sıcaklık değerlendirilerek test edilmiştir. Sıcaklık dayanımı, boyalarda herhangi bir çatlama, renk değişimi vb. fiziksel değişimlere göre incelenmiştir.

4.4. Demir Silisyum (Fe_3Si) Sentezi ve Literatürün Değerlendirilmesi

Radar absorpsiyon malzemeleri üzerine literatür taraması yapıldığı zaman birçok farklı malzemenin bu amaç doğrultusunda kullanıldığı gözlenmiştir. Demir esaslı bileşikler kullanılan radar absorpsiyon malzemelerinden sadece birisidir. Demir silisyumun RAM olarak kullanılmasına ilişkin patentler mevcut olup bu patentlerin hiç birinde yüksek enerji çarpımlı öğütücü kullanılmamıştır. Wiggins ve Drennan aldıkları patentte; demir oranı arttıkça radar absorpsiyon kapasitesinin arttığı belirtilmiştir. RAM absorpsiyon kapasitesinin ferromanyetik malzemelerden kaynaklandığından, ferromanyetik malzeme olan demirin artmasıyla absorpsiyon kapasitesinde artış olmaktadır. Bu bilgiler doğrultusunda üretilmesi planlanan RAM için demir oranı en yüksek olan demir silisyum bileşiği olan Fe_3Si üzerine çalışılmasına karar verilmiştir. Wiggins ve arkadaşlarının verdikleri bilgiye rağmen kullandıkları difüzyonla üretim yöntemi nedeniyle yaptıkları RAM Fe_3Si yerine Fe_2Si_5 ve Fe_2Si içermektedir. Benzer şekilde literatürde yapılan diğer çalışmalarda da daha çok $FeSi_2$ ve $FeSi$ üzerine araştırma yapıldığı

gözlenmiştir. Ayrıca özellikle planetary öğütücü kullanılarak yapılan çalışmalarda mekanokimyasal reaksiyon gerçekleştirilememiş sadece alaşım (demir silisyum) elde edilmiştir. Dolayısıyla, Fe_3Si üretimi ve özellikle de mekanokimyasal yöntemle yüksek enerji çarpımlı öğütücü ile üretiminde çalışma koşullarının optimizasyonu üzerine literatürde eksiklik olduğu değerlendirilmektedir. Bu nedenle mekanokimyasal yöntemle Fe_3Si üretiminde önemli parametreler olan silisyum oranı, çalkalama süresi, sinterleme süresi ve sinterleme sıcaklığının optimize edilmesine karar verilmiştir. Ayrıca Fe_3Si absorpsiyon kapasitesi gibi bilgilere de literatürden ulaşmak mümkün olamamaktadır. Böylece hem Fe_3Si üretimi için en uygun üretim koşulları tespit edilmiş hem de her parametre için Fe_3Si 'in absorpsiyon kapasitesi hakkında literatüre katkı sağlanmıştır.

4.5. Demir Silisyumun Boya Haline Getirilmesinde Optimum Koşulların Belirlenmesi

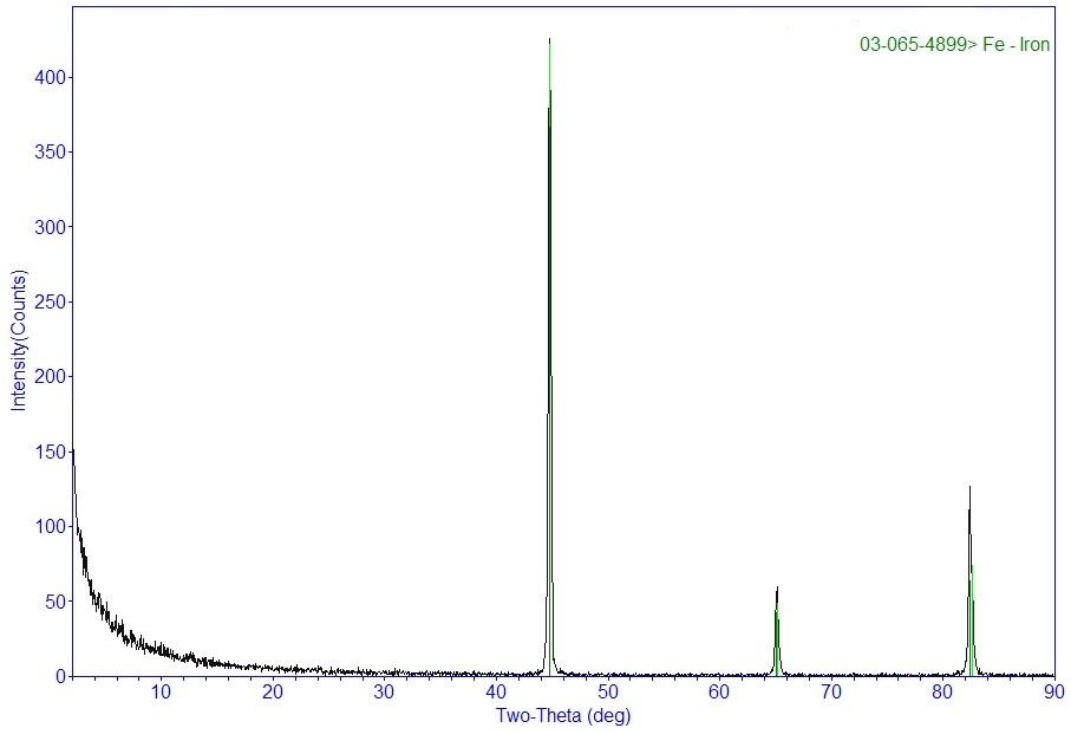
Yapılan kaynak araştırmasında; radar absorpsiyon malzemelerinin boya halinde uygulanabilirliği, uygulama parametreleri ve parametrelerin optimizasyonuna ait çok az sayıda çalışma olup demir silisyumla ilgili bu konuda herhangi bir çalışma tespit edilememiştir. Absorpsiyon kapasitesinin dalga kılavuzu yöntemiyle ölçülebilmesi için toz halinde üretilen Fe_3Si 'nin kaplama haline getirilmesi gerekmektedir. RAM'ın kaplama haline getirilmesinde genellikle iki yöntem tercih edilmektedir; uygun bağlayıcı ile karıştırarak boya haline getirmek ya da elastomer vb. reçinelerle karıştırarak kaplama haline getirmektir. Bu çalışmada; üretilen demir silisyumun yüksek sıcaklıklarda da (örneğin hava aracının egzozunda, topların namlularında vb.) kullanılması planlandığı için boya halinde uygulanmasının daha uygun olacağı değerlendirilmiştir. Öncelikle yüksek sıcaklık dayanımında en etkili parametrelerden olan bağlayıcı türünün optimize edilmesine karar verilmiştir. Farklı türlerdeki (silikon bağlayıcı, alkit bağlayıcı, epoksi bağlayıcı) RAM ile etkileşimleri sonucunda hem absorpsiyon özellikleri hem de boya özellikleri açısından değerlendirilerek optimize edilmiştir.

Boya kalınlığı da radar absorpsiyon malzemelerinde önemli diğeri bir parametredir. Boya kalınlığı, boya ağırlığını doğrudan etkileyen parametredir. Dolayısıyla özellikle hava araçları gibi taşınabilir yükün kritik olduğu sistemler için bu parametrenin optimizasyonu hayati önem arz etmektedir. Optimizasyon parametrelerinden boya kalınlığının 1,0 ve 3,0 mm olarak değiştirmesine yapılan kaynak araştırması neticesinde karar verildi [Caffarena, 2008; Che, 1999].

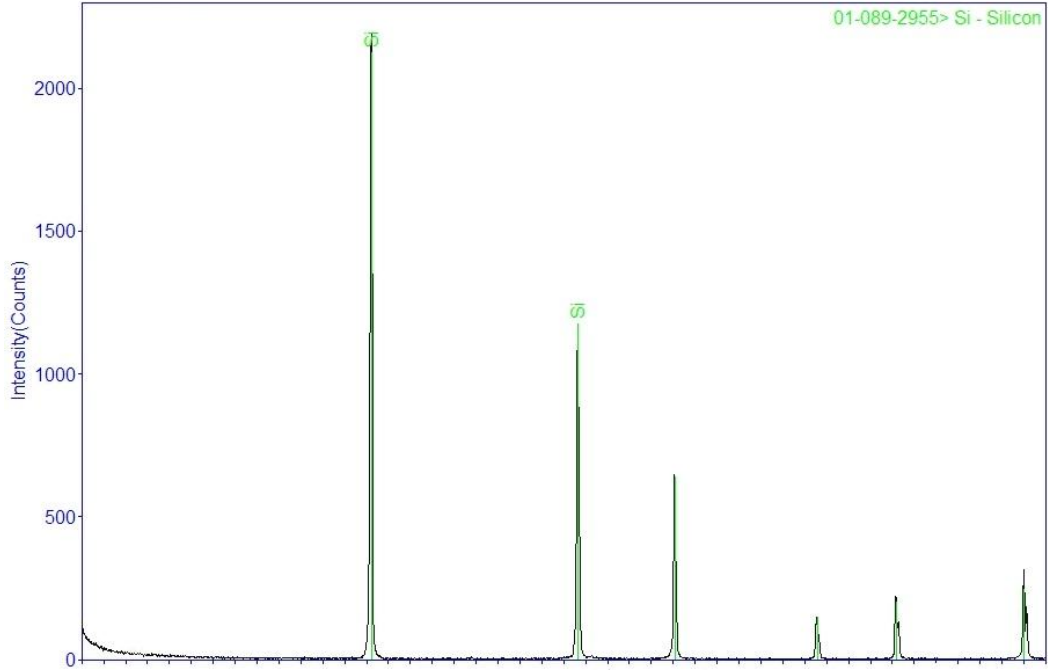
5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

5.1. Kullanılan Hammaddelerin XRD Analizi

Kullanılan yüksek saflıktaki demir ve silisyumun XRD analizleri yapılmıştır. Demirin XRD analizleri Şekil 5.1.'de silisyumun XRD analizi ise Şekil 5.2.'de verilmiştir.



Şekil 5.1. Hammadde olarak kullanılan demirin XRD analizi



Şekil 5.2. Hammadde olarak kullanılan silisyumun XRD analizi

5.2. En Uygun Silisyum Miktarının Belirlenmesi

Teorik olarak Fe_3Si 'de olması gereken silisyum miktarı ağırlıkça %14,36 olup hesaplama basamakları da aşağıda verilmektedir.

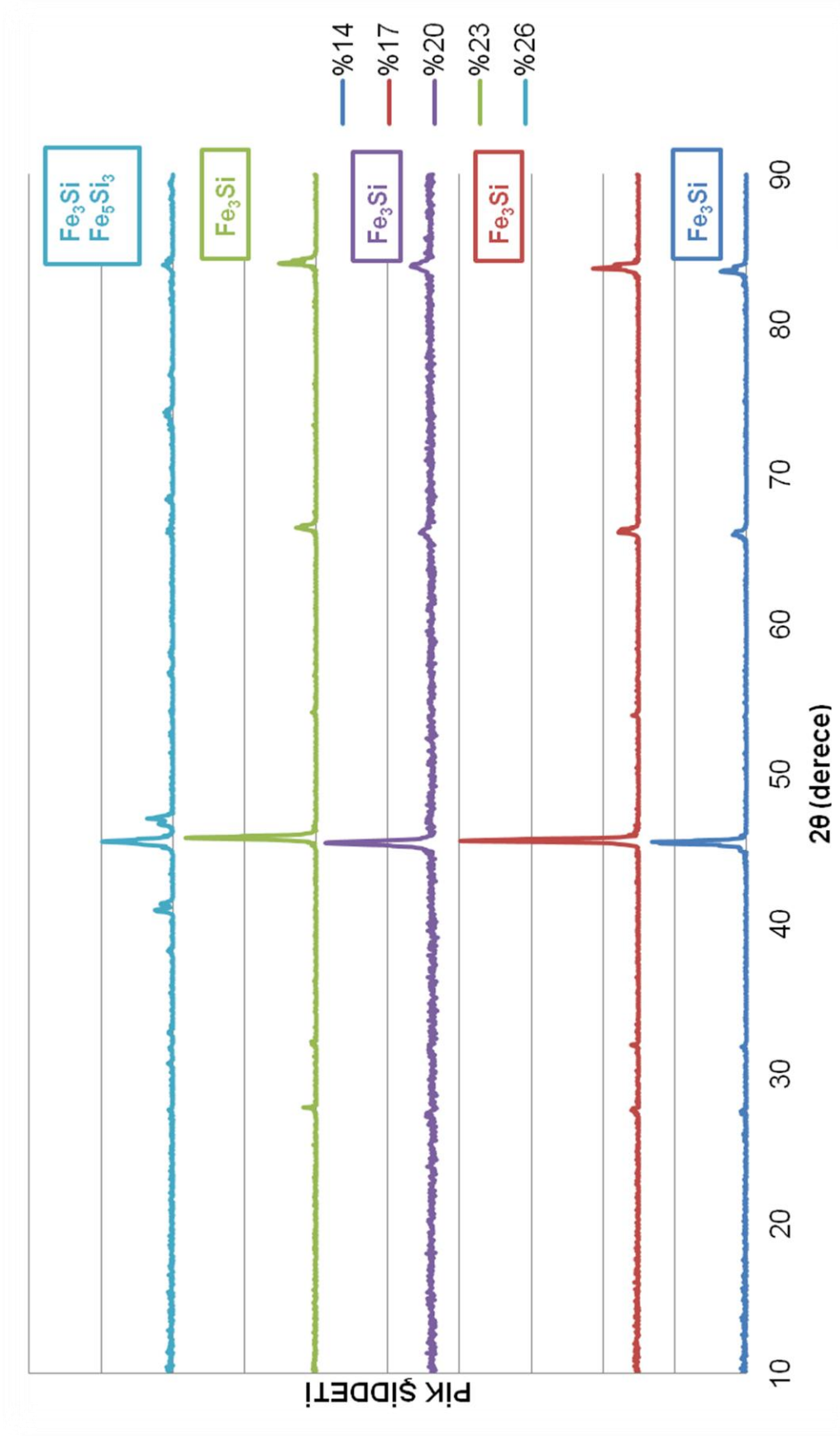
Fe_3Si molekül ağırlığı: $3 \times (55,85 \text{ g/mol}) + 1 \times (28,09 \text{ g/mol}) = 195,64 \text{ g/mol}$

Fe_3Si molekülünün ağırlıkça yüzde silisyum içeriği: $\frac{28,09 \text{ g/mol}}{195,64 \text{ g/mol}} \times 100 = \%14,36$

Şekil 2.4.'de verilen demir-silisyum faz diyagramına göre de; Fe_3Si oluşumunun gerçekleştiği en düşük sıcaklık (1200°C) değerine sahip oran ağırlıkça %20 silisyum oranıdır.

Bu nedenle en uygun silisyum oranının belirlenmesinde; teorik oran olan %14 minimum değer, faz diyagramından belirlenen %20'de orta değer olarak seçilmiştir.

Sinterleme işlemi neticesinde elde edilen ürünün XRD incelemesi yapılmıştır (Şekil 5.3.). XRD incelemesinde; demir, silisyum ve bu yapıların oksitleri araştırılmıştır. Yapılan XRD analizinde; %26 silisyum içeren numunede hem Fe_3Si hem de Fe_5Si_3 içerdiği gözlemlendiği için bu oranda çalışmanın uygun olmadığına karar verilmiştir. Ancak diğer silisyum oranlarda sadece Fe_3Si oluştuğu için sadece XRD analizi ile en uygun silisyum miktarının belirlenmesinin mümkün olmadığından absorpsiyon kapasitesi ölçümlerinin yapılmasına karar verilmiştir. Fe_3Si oluşumu dışında kalan fazla miktardaki silisyumun amorf olduğu için XRD piklerinde gözlemlenemediği değerlendirilmiştir.



Şekil 5.3. Değişen silisyum oranlarına göre XRD analizleri

Absorpsiyon kapasitesi ölçümleri için farklı silisyum oranlarına sahip toz Fe_3Si pigmentleri silikon bağlayıcı ile %70 pigment (Fe_3Si) %30 bağlayıcı olacak şekilde uniform yapı elde edilinceye kadar karıştırılmıştır. Bu oranlar birçok boya uygulaması için çok yüksek pigment oranı kullanılmış ve çok kalın uygulanmış gibi görünmesine rağmen radar absorpsiyon malzemeleri için normal hatta düşüktür [Caffarena, 2008; Ding ve ark., 2001]. Dalga kılavuzu kullanılarak 12,4 – 18,0 GHz aralıklarında ölçüm yapılmıştır. Mikrodalga analiz cihazından elde edilen absorpsiyon kapasitesi grafikleri Şekil 5.4.'de verilmiştir.

Yapılan analiz neticesinde en yüksek absorpsiyonun %17 silisyum içeren malzemedede olduğu tespit edilmiştir. Bu nedenle de bundan sonraki parametreler optimize edilirken silisyum yüzdesinin %17 olarak sabit tutulmasına karar verilmiştir. %17 silisyum içeren numune yaklaşık olarak 7 dB soğurma yapmıştır. Ancak, dünya standartlarında bir malzemenin radar absorpsiyon malzemesi olarak kabul edilebilmesi için en az 10 dB soğurma yapması gerekmektedir. Soğurma miktarının artırılması diğer üretim parametrelerin optimize edilmesiyle dünya standartlarına ulaşılacağı değerlendirilmiştir.

Ayrıca yapılan analiz neticesinde; %26 silisyum içeren numunenin absorpsiyon kapasitesinin en düşük olduğu belirlenmiştir. Bu sonuçta kaynak araştırmasını doğrulamaktadır; üretilen malzemedeki demir oranı arttıkça absorpsiyon kapasitesi artmaktadır [Wiggins ve Drennan, 1999]. Bu artışın nedeni de; demir silisyum malzemesinin ferromanyetik özelliği demirin ferromanyetik özelliklerinden kaynaklanmaktadır. Dolayısıyla da üretilen malzemenin demir içeriği arttıkça hem Curie sıcaklığı hem de manyetik özellikleri (absorpsiyon kapasitesi) iyileşmektedir.

Wiggins ve arkadaşları demir silisyum sentezinde çevre koşullarından etkilenmemesi için en az %16 silisyum oranında çalışılması gerektiğini tespit etmişlerdir [Wiggins ve Drennan, 1999]. Ayrıca Glubkova ve arkadaşları da

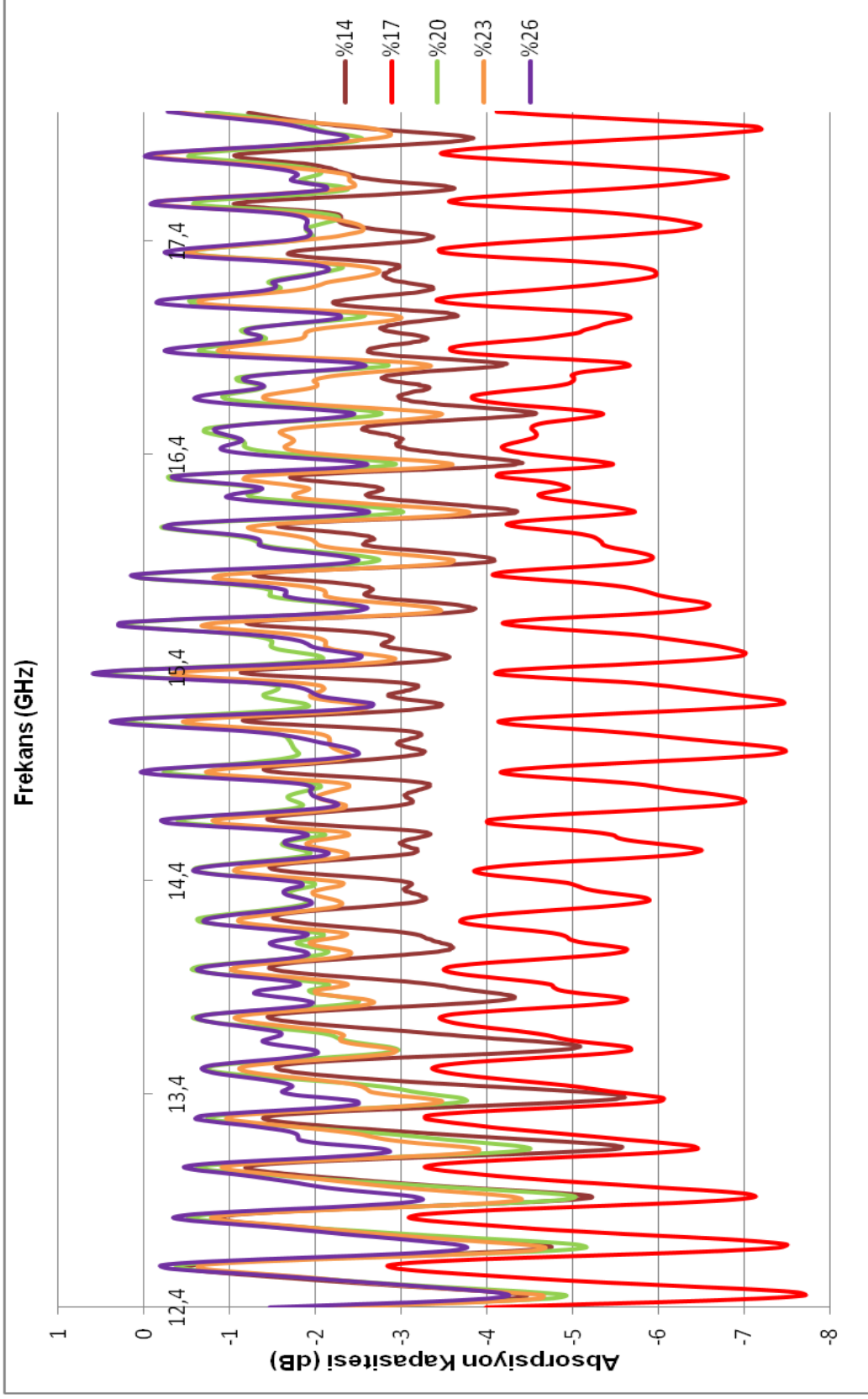
planetary öğütücü ile yaptıkları çalışmada silisyumun maksimum %17 oranında çözündüğünü, bu oranın denge faz diyagramında da 1250°C'de silisyumun demir içindeki çözünürlüğü de %18 olduğunu belirtmişlerdir [Golubkova ve ark., 2010]. Tespit edilen optimum değer olan %17 silisyum oranının literatürdeki çalışmalar ile de uyumlu olduğu tespit edilmiştir.

Ayrıca Ohtsu ve arkadaşlarının da FeSi bileşiğindeki silisyumun demire göre çok daha düşük basınçlarda bile oksitlendiğini tespit ettikleri [Ohtsu ve ark.,2008] göz önüne alınırsa ağırlıkça %2-3 fazla silisyum içererek çalışmanın da oksitlenme riskine karşı uygun olacağı da değerlendirilmiştir. Oksitlenme hem malzemenin kaplama özelliklerinin bozulmasına neden olduğu hem de ferromanyetik malzeme içeriğini bozarak absorpsiyon kapasitesini olumsuz yönde etkilediği için istenmemektedir. Bu nedenle oksitlenme riskini minimuma indirmek için de numuneler kontrollü atmosfer ortamında argon gazı altında hazırlanmaktadır.

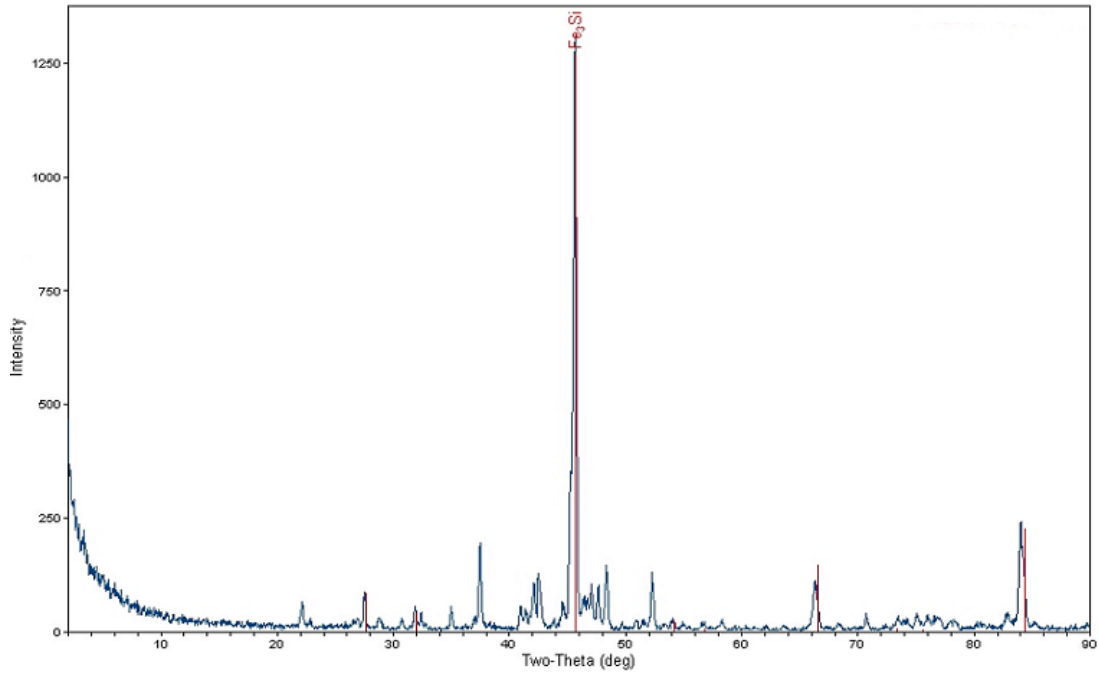
5.3. En uygun çalkalama süresinin belirlenmesi

5.3.1. Öğütücüde yapılan çalkalama işleminin etkisinin incelenmesi

Yüksek enerji çarpımlı öğütücünün mekanokimyasal reaksiyona etkisinin belirlenmesi için %17 silisyum içeren numune mekanokimyasal reaksiyon için öğütücüde işleme tabi tutulmadan 1200°C'da 2 saat süreyle sinterlenmiştir. Faz diyagramına göre (Şekil 2.4.) 1220°C'de Fe₃Si oluşumu gözlemlenmesi beklenmektedir. Ancak; öğütme işlemi gerçekleştirilmeden sinterleme yapıldığı zaman malzemede istenilen demir silisyum haricinde malzemelerde olduğu yapılan XRD analizi neticesinde tespit edilmiştir (Şekil 5.5.). Diğer malzemelerin kimyasal bileşeni yapılan katalog taramasında tespit edilememiş olup oksitlenme olduğu değerlendirilmiştir. Bu nedenle, öncelikle demir ve silisyumun mekanokimyasal işleme reaksiyona başlatılmasının daha uygun olacağı değerlendirilmiştir.



Şekil 5.4. Farklı silisyum yüzdelerindeki malzemelerin absorpsiyon kapasitesi



Şekil 5.5. Doğrudan sinterlenen malzemenin XRD analizi

5.3.2. Kristal yapıdaki Fe_3Si 'nin parametrik olarak incelenmesi

En uygun silisyum yüzdesinin tespit edilmesi çalışmasında 1000 dakika yüksek enerji çarpımlı öğütücüde hem mekanokimyasal reaksiyon hem de malzeme boyutunun küçültülmesi için işleme tabi tutulmuş ve bu sürenin Fe_3Si oluşumu için yeterli olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışmada en uygun çalkalama süresinin belirlenmesi için 600-800-1000-1200 dakika yüksek enerji çarpımlı öğütücüde çalkalandıktan sonra sinterleme işlemi yapılmıştır. Sinterleme (1200°C 'de 2 saat) sonrasında elde edilen malzemelerin XRD analizleri yapılmış olup tüm numunelerde Fe_3Si oluşumu gözlenmiştir (Şekil 5.6.). Reaksiyona girmeden kalan demir ve silisyum numunede amorf fazda kaldıkları için XRD analizinde tespit edilememiştir. XRD analizinde tek pik (Fe_3Si) gözleendiği için farklı çalkalama sürelerinde reaksiyonların tamamlanma dereceleri hakkında herhangi bir hesaplama ve yorum yapılması mümkün olmamıştır.

En uygun çalkalama süresini tespit edebilmek için RAM için en önemli parametre olan absorplama kapasitesinin tespit edilmesine karar verilmiştir. Absorpsiyon kapasitesinin ölçülmesi için en uygun silisyum miktarının belirlenmesinde kullanılan dalga kılavuzu yöntemi kullanılmıştır. Mikrodalga analiz cihazından elde edilen absorpsiyon kapasitesi grafikleri Şekil 5.7.'de verilmiştir.

Yapılan absorpsiyon kapasitesi analizinde; değişen çalkalama süreleri için absorpsiyon kapasitesindeki değişim net olarak belirlenememiştir. Çalkalama süresindeki değişime rağmen absorpsiyon kapasitesinde değişim olmamasının nedeninin; sinterleme işlemi neticesinde tüm reaksiyonların aynı derecede tamamlanmasından kaynaklandığı değerlendirilmiştir. Elde edilen sonuçlar neticesinde çalkalama süresinin optimizasyonunun yapılabilmesi için sinterleme yapılmadan absorpsiyon kapasitesi ölçümü yapılmasının daha uygun olacağına karar verilmiştir.

5.3.3. Amorf yapıdaki Fe_3Si 'nin parametrik olarak incelenmesi

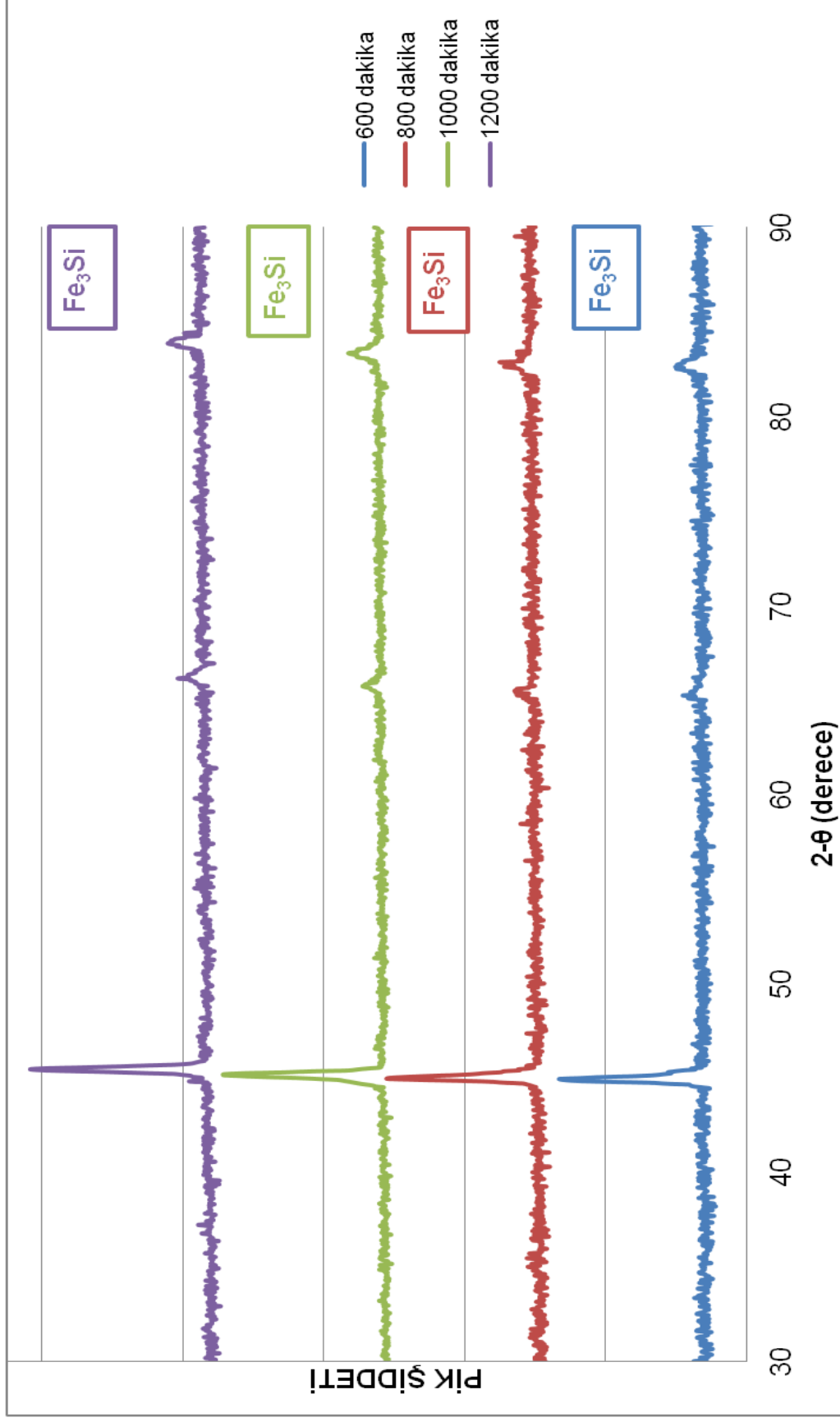
Amorf yapıdaki Fe_3Si üretimi için; 400-600-800-1000-1200 dakika yüksek enerji çarpımlı öğütücüde çalkalama yapılmıştır. Çalkalama sonrasındaki sinterleme işlemi yapılmamış olup malzeme öğütme işlemi sonucunda doğrudan boya haline getirilmiştir.

Malzeme kristal forma geçirilmediği için XRD analizi yapılamamış olup doğrudan absorpsiyon kapasitesi ölçümlerine geçilmiştir. Mikrodalga analiz cihazından elde edilen absorpsiyon kapasitesi grafikleri Şekil 5.8.'de verilmiştir. 1000 dakikaya kadar çalkalama süresi arttırıldığında absorpsiyon kapasitesinde artış gözlemlenmiştir. Bunun nedeninin; 1000 dakikaya kadar mekanokimyasal yöntemle Fe_3Si oluşumun tamamlanmamış olmasıdır. 1000 dakikadan sonra absorpsiyon kapasitesi sabitlenmeye başlamıştır; yani mekanokimyasal olarak reaksiyon tamamlanmıştır. Sonuç olarak; 1000

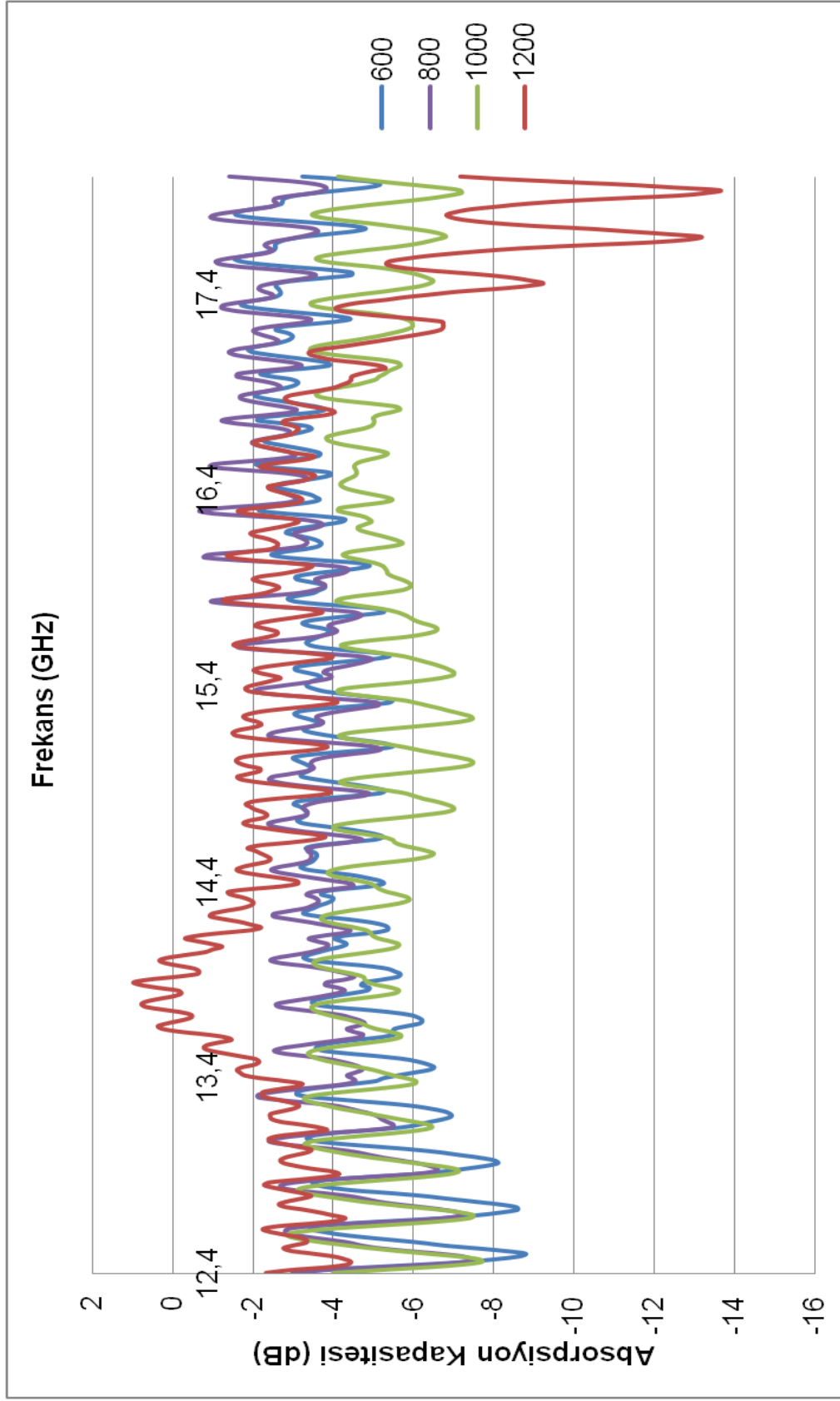
dakika yüksek enerji çarpımlı öğütücüde işleme tabi tutulmasının uygun olacağı değerlendirilmiştir.

Şekil 5.7. ve Şekil 5.8.'de 1000 dakika için absorpsiyon kapasiteleri karşılaştırıldığında sinterleme yapılmadığında en fazla 15,55 GHz'de -6,4 dB absorplarken sinterlemeden sonra absorplama kapasitesinin yaklaşık 1 dB civarında arttığı gözlenmiştir. Ayrıca yapılan kaynak araştırmasında da; malzemelerde kristallenme arttıkça absorpsiyon kapasitesinin de arttırdığı gözlemlenmiştir. Dolayısıyla sinterleme işlemi; hem reaksiyonun tamamlanmasını sağladığı hem de kristallenmeyi arttırdığı için yapılmasının uygun olacağı değerlendirilmiştir.

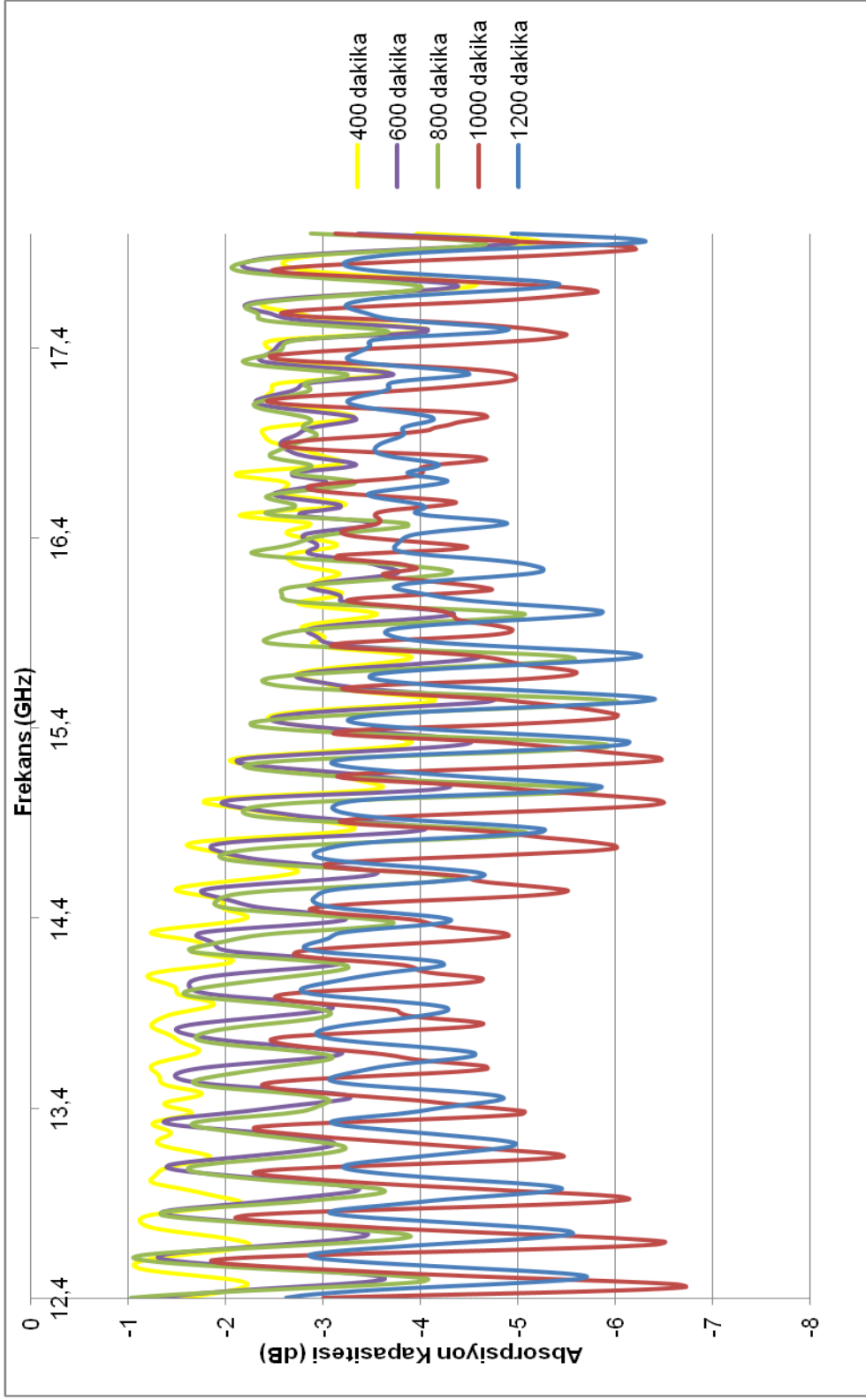
Optimum değer olarak belirlenen 1000 dakika (16,7 saat) çalkalama süresi uzun bir süre gibi görünmesine rağmen yapılan kaynak araştırmasında mekanokimyasal reaksiyonlar için çok yüksek olmadığı tespit edilmiştir. Daha düşük enerji çarpımına sahip planetary öğütücü kullanılarak yapılan çalışmalarda 100 saate kadar öğütme yapıldığı kaynak araştırması neticesinde tespit edilmiştir [Kalita ve ark., 2008; Zuo ve Sritharan, 2005; Ding ve ark., 2001]. Ayrıca yapılan bu çalışmalardan sadece Zuo ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada 500°C'de 4 saat sinterleme neticesinde Fe₃Si yapısı elde edilmiş olup diğer çalışmalarda sadece demir-silisyum alaşımı elde edilmiştir. Yapılan deneylerde kullanılan çok tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücüyle benzer enerji çarpanına sahip SPEX 8000 ile yapılan diğer bir çalışmada da 12 saat süreyle öğütme işlemi gerçekleştirilmiş olup bu çalışmada da sadece alaşım üretilebilmiştir.



Şekil 5.6. Farklı çalkalama sürelerinde XRD analizi



Şekil 5.7. Farklı çalkalama sürelerine (sinterleme işleminden sonra) göre absorpsiyon kapasiteleri



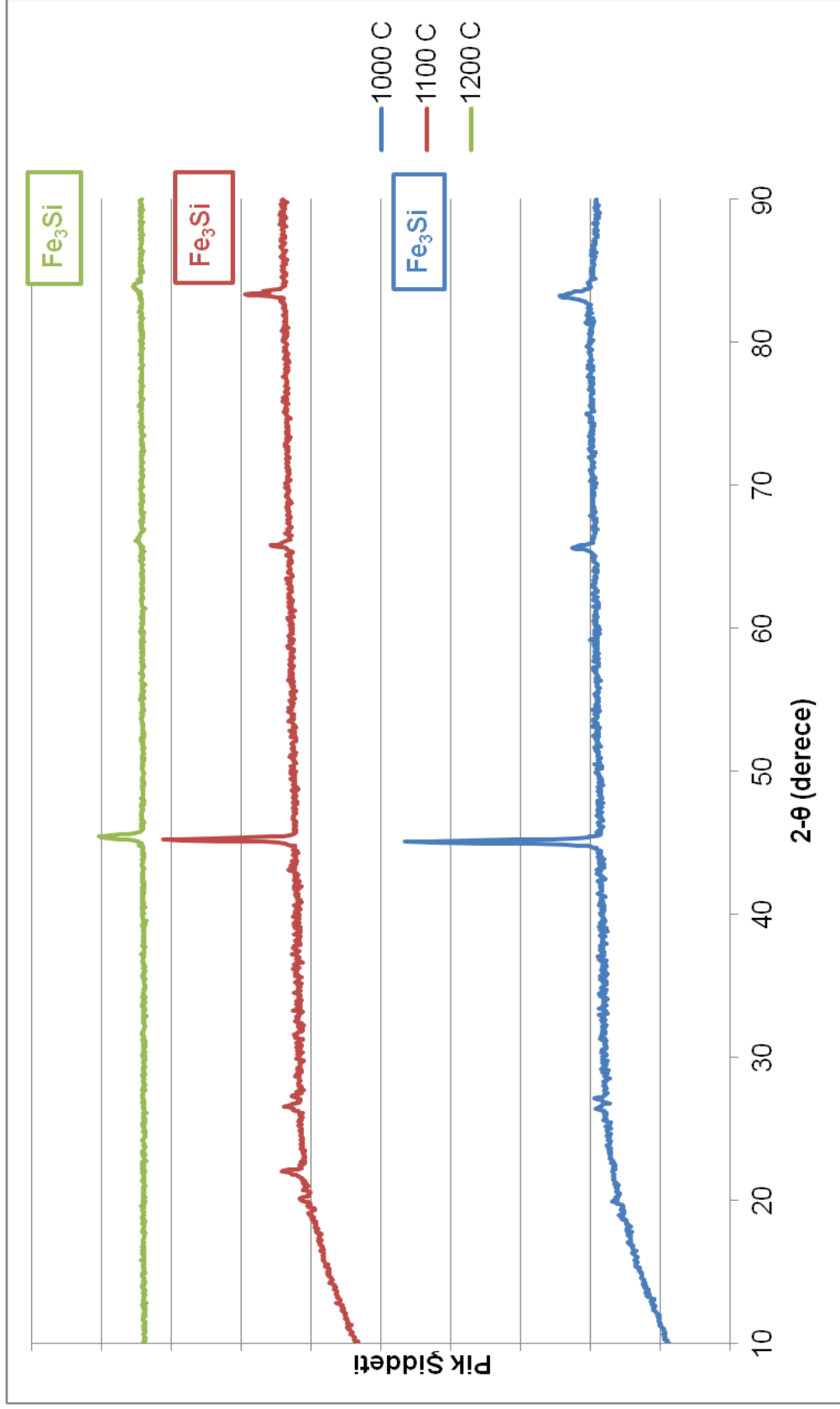
Şekil 5.8. Amorf yapıdaki Fe_3Si 'nin absorpsiyon kapasitesine çalkalama süresinin etkisi

5.4. Sinterleme Sıcaklığının Fe₃Si Üretimine Etkisinin Parametrik Olarak İncelenmesi

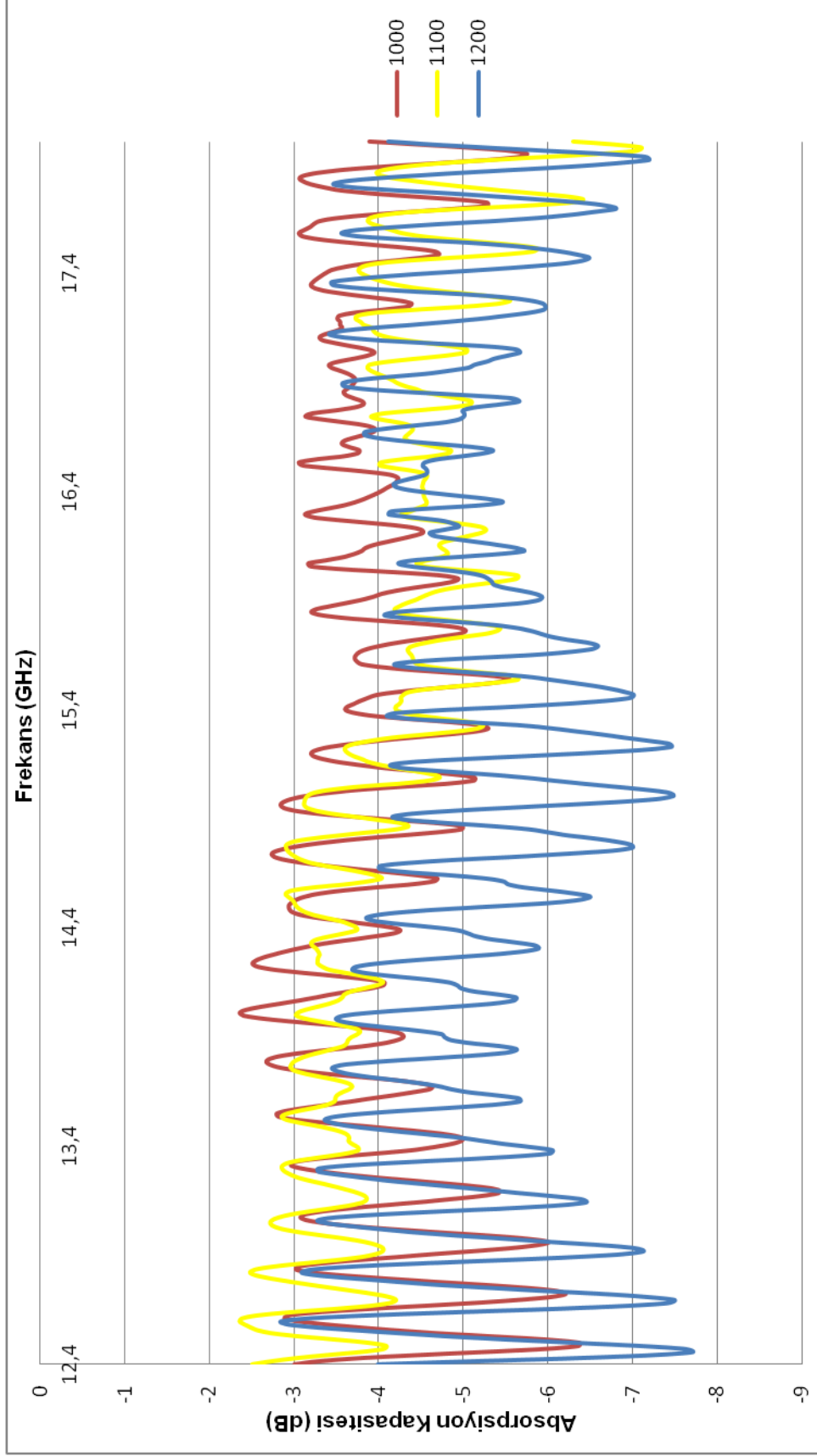
Demir – silisyum faz diyagramından (Şekil 2.4.) Fe₃Si için 1220°C’de sinterleme yapılması gerektiğinden ve 1220°C üzerine sinterlenmesi kristal yapıyı bozup malzemenin sıvı forma geçmesine neden olacağı için bu sıcaklığın altında çalışılmasına karar verilmiştir. Önceki parametrik optimizasyon çalışmalarında da; 1200°C’de istenilen bileşik olan Fe₃Si üretilmediği gözlemlendiği için bu sıcaklığın altında çalışılmıştır. En uygun sıcaklığın belirlenmesinde 1000°C - 1100°C - 1200°C’da sinterleme yapılmıştır. PROTHERM marka fırın kullanılmış olup hem ısıtma hem de soğutma işlemleri düşük hızlarda gerçekleştirilmiştir.

Sinterleme sonrasında elde edilen malzemelerin XRD analizleri yapılmış olup tüm numunelerde Fe₃Si oluşumu gözlenmiştir (Şekil 5.9.) Mikrodalga analiz cihazından elde edilen absorpsiyon kapasitesi grafikleri Şekil 5.10.’da verilmiştir. 1200°C’de en yüksek absorpsiyon kapasitesine (-7,7 dB) ulaşılmış olup bu sıcaklıkta çalışılmasına karar verilmiştir.

Literatürde yapılan diğer çalışmalarda mekanokimyasal işleminden sonraki sinterleme işlemleri 300-500°C aralığında yapılmıştır [Ding ve ark., 2001; Zuo ve Sritharan, 2004]. Ding ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada Fe₃Si XRD piki gözlemlenememiştir, sadece demir-silisyum alaşımı elde edilmiştir. Zuo ve Sritharan yaptığı çalışmada ise; 500°C’de 4 saat süreyle sinterleme neticesinde (öncesinde 100 saat öğütücüde işleme tabi tutulmuş) Fe₃Si üretilmiştir. Bu çalışmada sıcaklık düşük sinterleme süresi daha uzun olduğu için harcanan enerji açısından bir avantajının olmadığı değerlendirilmiştir. Ayrıca bu çalışmalarda, sıcaklıkla manyetik özelliklerin özellikle de absorpsiyon kapasitesindeki değişimin incelendiği bir çalışma mevcut olmadığı için karşılaştırma yapmanın çok da uygun olmadığı değerlendirilmiştir.



Şekil 5.9. Farklı sinterleme sıcaklıklarına göre XRD sonuçları

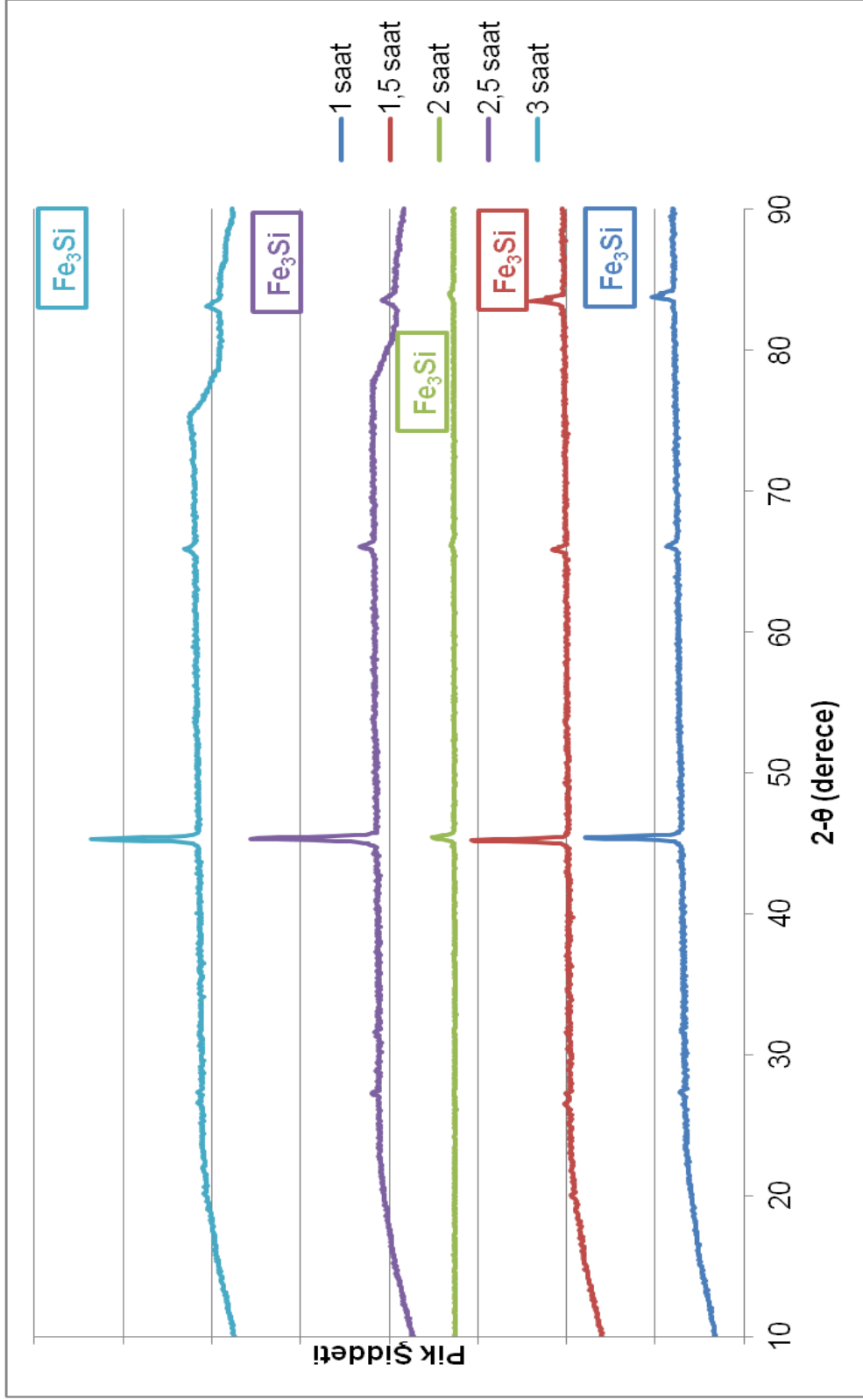


Şekil 5.10. Fe₃Si'nin absorpsiyon kapasitesine sinterleme sıcaklığının etkisi

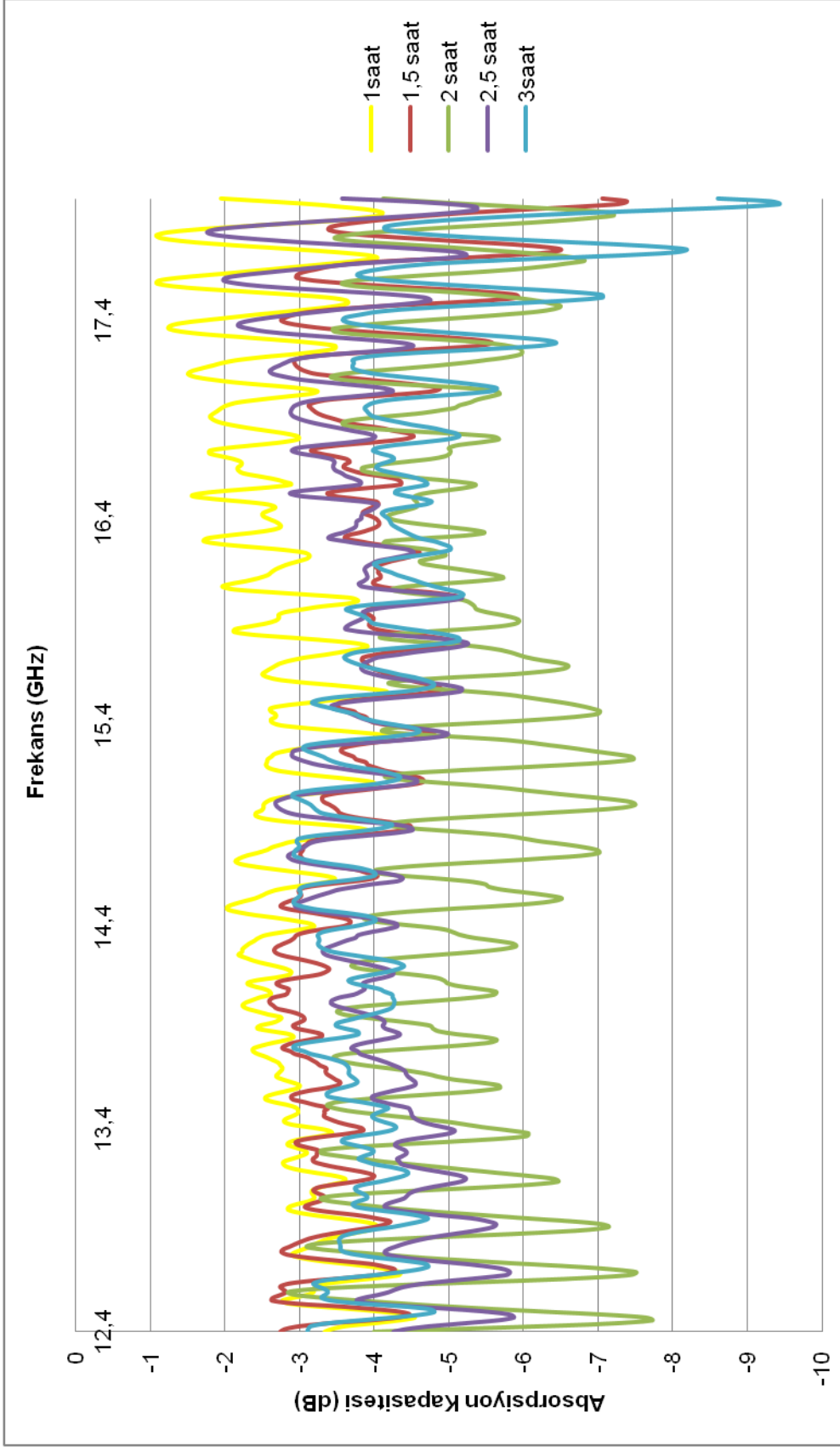
5.5. Sinterleme Süresinin Fe_3Si Üretimine Etkisinin Parametrik Olarak İncelenmesi

Bu çalışmada daha önceki çalışmalarda kullanılan 2 saat orta nokta olarak belirlenmiş olup 1 – 1,5 – 2 – 2,5 – 3 saatte çalışma yapılmıştır. Sinterleme sonrasında elde edilen malzemelerin XRD analizleri yapılmış olup tüm numunelerde Fe_3Si oluşumu gözlenmiştir (Şekil 5.11.). En uygun sinterleme süresinin tespit edebilmesi için diğer parametrelerde olduğu gibi absorplama kapasitesi incelenmiş olup grafiği Şekil 5.12.'de verilmiştir. Şekil 5.12.'den de görüldüğü gibi yüksek frekanslarda 3 saat süre ile sinterlenen numune en yüksek absorpsiyon (-9,4 dB) değerine ulaşmıştır. Ancak, RAM için geniş bant aralığında absorpsiyon yapabilmesi de önem arz etmektedir. Bu nedenle; en geniş aralıkta yüksek absorpsiyonun 2 saat süre ile sinterlenen numunede olduğu için 2 saat süre ile sinterlemenin optimum olmasına karar verilmiştir.

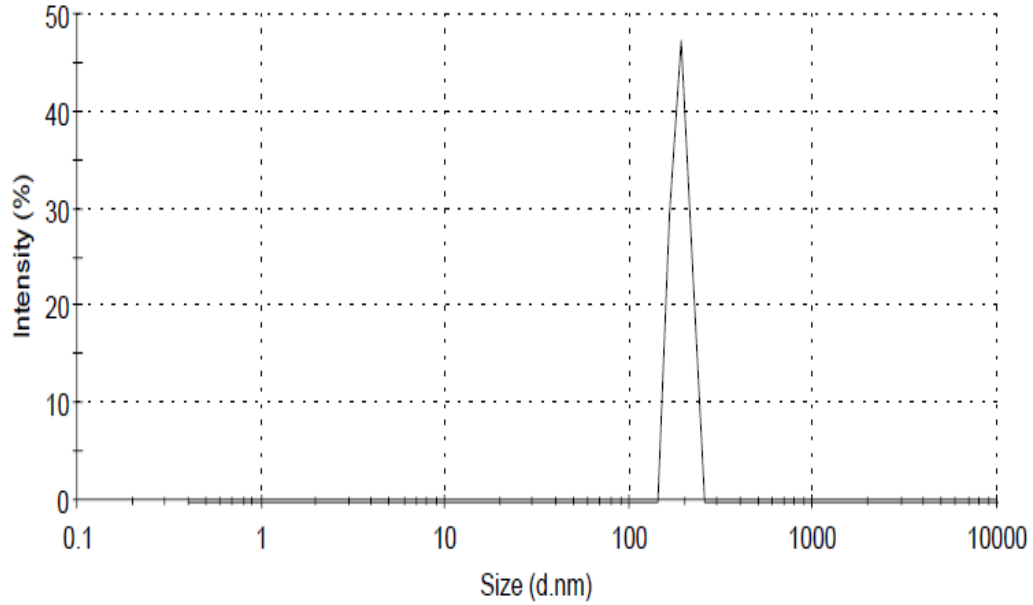
Demir silisyum (Fe_3Si) için optimum üretim koşulları belirlendikten sonra ortalama partikül boyutu belirlenmiştir. Partikül boyutu Malvern Mastersizer cihazında yapılmış olup ortalama partikül boyutu 189,5 nm olarak tespit edilmiştir (Şekil 5.13.). Kullanılan başlangıç tozlarının partikül boyutları düşünüldüğünde oniki tutuculu yüksek enerji çarpımlı öğütücünün boyut küçültme işlemini nanometre boyutuna indirebildiği tespit edilmiştir.



Şekil 5.11.1. Farklı sinterleme sürelerine göre XRD analizi



Şekil 5.12. Fe_3Si 'nin absorpsiyon kapasitesine sinterleme süresinin etkisi

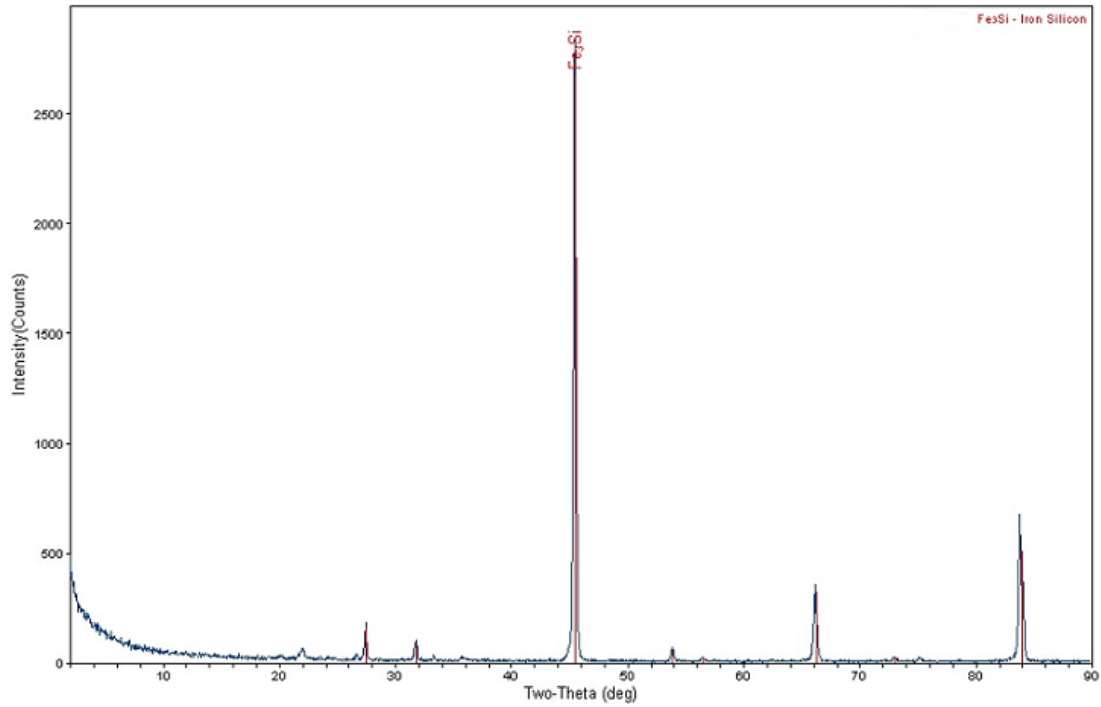


Şekil 5.13. Fe₃Si partikül boyutu analizi

5.6. Demir Silisyumun Boya Haline Getirilmesinde En Uygun Parametrelerin Belirlenmesi

5.6.1. En uygun bağlayıcı türünün belirlenmesi

Radar absorpsiyon malzemesi olarak en uygun demir silisyum bileşiğinin Fe₃Si olduğu yapılan kaynak araştırması neticesinde belirlenmiştir. Fe₃Si mekanokimyasal yöntemle üretimindeki en önemli parametrelerin optimizasyonu yapıldıktan sonra boya haline getirilmesi üzerine çalışma yapılmıştır. Optimum koşullarda üretilen ve boya özelliklerinin optimize edilmesinde kullanılan demir silisyumun XRD analizi Şekil 5.14.'de verilmiştir.

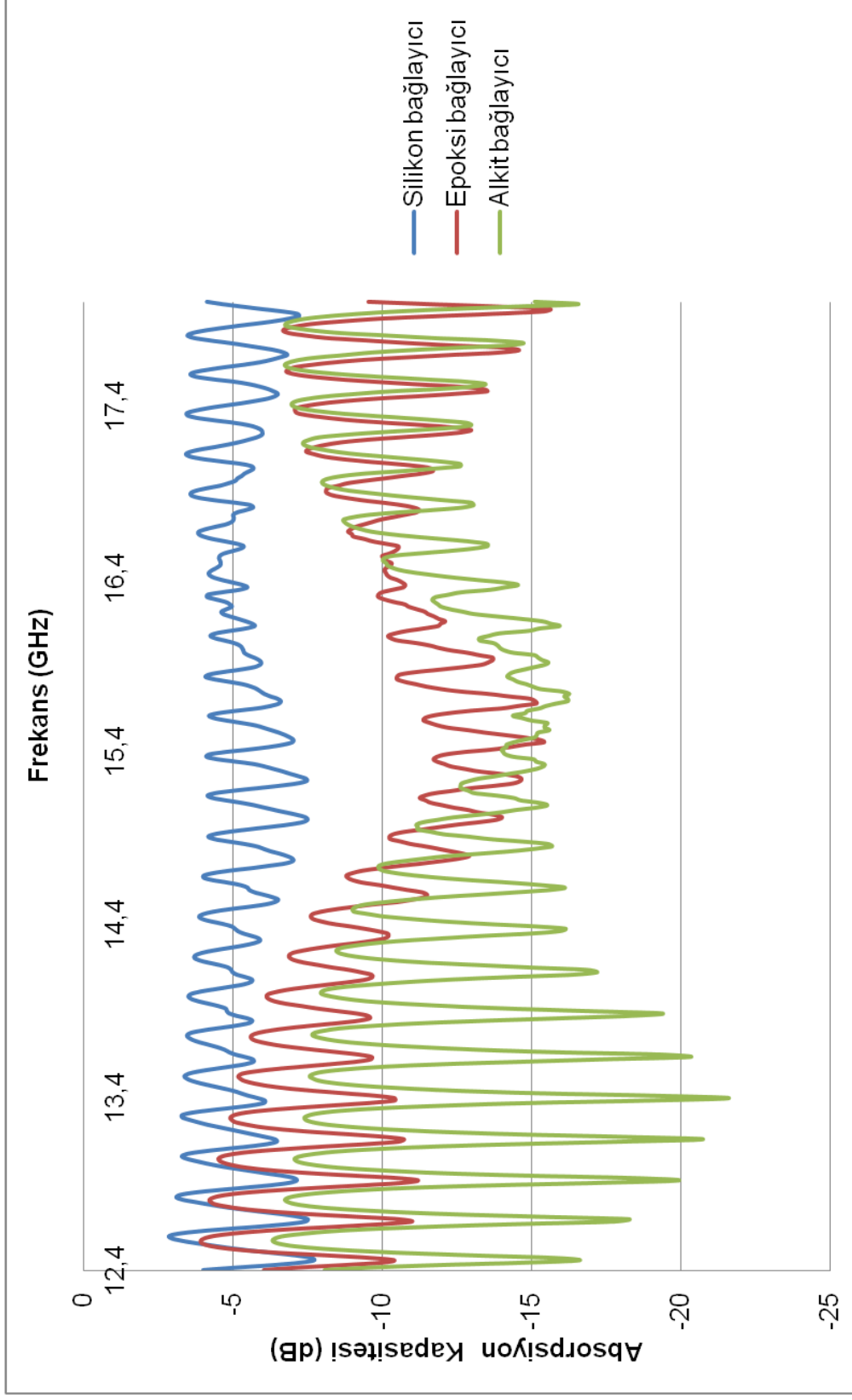


Şekil 5.14. Demir silisyumun XRD analizi

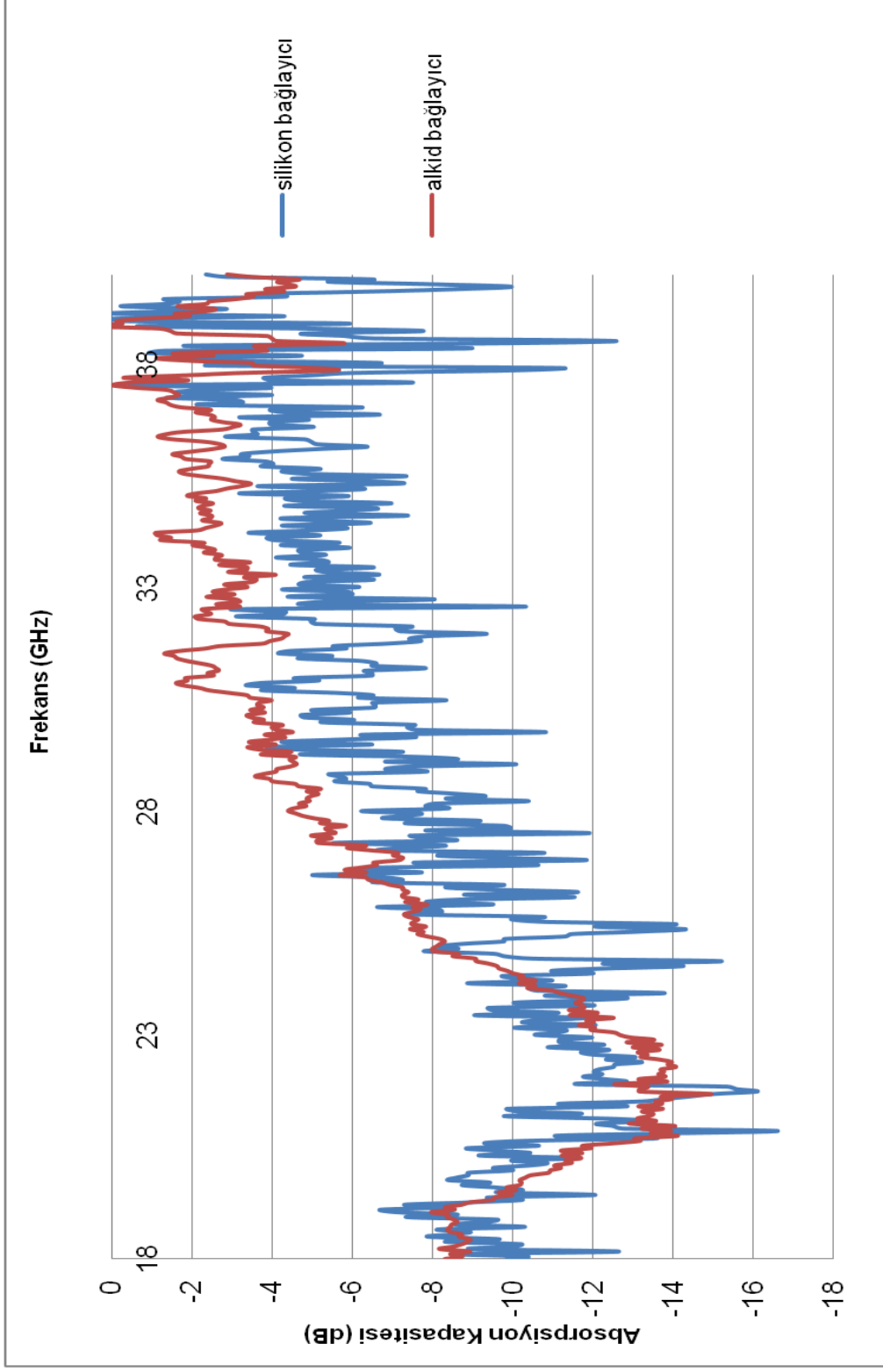
Boya haline getirilirken en önemli parametrelerden birisi bağlayıcı türüdür. Yapılan çalışmada 3 tür bağlayıcı kullanılmıştır. Bunlar; silikon esaslı bağlayıcı, epoksi bağlayıcı ve kısa yağlı alkit bağlayıcıdır. Denemeler esnasında bağlayıcı/pigment oranı her bağlayıcı türü için sabit tutulmuş olup, boya yapımı için ağırlıkça %70 pigment, %30 bağlayıcı karıştırılmıştır. Boya kalınlığı da yaklaşık 2 mm'de sabit tutulmuştur. Bağlayıcı türlerinin absorpsiyon kapasitesine etkisi incelenmiş olup grafik olarak Şekil 5.15.'de verilmiştir. Şekil 5.15. incelendiğinde epoksi ve alkit esaslı bağlayıcı türlerinde -10 dB absorpsiyon kapasitesine belirli frekans değerlerinde ulaşılabildiği tespit edilmiştir. -10 dB radar absorpsiyon malzemelerinde uluslararası kabul edilen değerdir. Dolayısıyla bu bağlayıcıların kullanılması da mümkün olup alkit esaslı bağlayıcılarda daha yüksek absorpsiyon kapasitesine ulaşılabilmektedir. Ancak; alkit esaslı bağlayıcı ile üretilen boyanın yüzeyinin çok parlak olması nedeniyle dalga kılavuzu ile yapılan ölçümler için çok uygun olmayacağı değerlendirilmiş olup farklı bir absorpsiyon kapasitesi ölçüm yöntemiyle test tekrarı yapılmasına karar verilmiştir. Bu nedenle;

silikon esaslı bağlayıcı ve kısa yağlı alkit bağlayıcı ile boya yapılarak 1x55x55 mm boyutlarındaki plakalara uygulanmış ve boşluk uzay yöntemiyle absorpsiyon kapasiteleri ölçülmüştür. Elde edilen absorpsiyon kapasitesi verileri Şekil 5.16.'da verilmiştir. Boşluk uzay yönteminde 18-40 GHz aralığında ölçüm yapılırken kullanılan dalga kılavuzları 12,4-18 GHz aralığında çalışmaktadır. Dolayısıyla iki yöntemden elde edilen verileri bire bir karşılaştırmak mümkün değildir. Ancak; alkit reçine parlak olduğu için dalga kılavuzu yöntemi gibi kapalı ortamda ölçüm yapılan durumlarda parlaklığın ekstra kırılma ve yansımalar yaratarak daha fazla absorpsiyon yapıyormuş gibi görülmektedir. Boşluk uzay yöntemi gerçek ölçüme daha yakın bir ölçüm metodudur; çünkü atmosfer ortamında yapılmaktadır. Boşluk uzay yöntemi ile yapılan test sonucunda silikon bağlayıcılı demir silisyumun alkit esaslı demir silisyuma göre daha iyi absorpsiyon yaptığı gözlemlenmiştir. Ancak; her iki boya da belirli frekans aralıklarında ve farklı ölçüm metotlarında -10 dB ve altında absorpsiyon yaptığı için her ikisi de RAM olarak değerlendirmiştir.

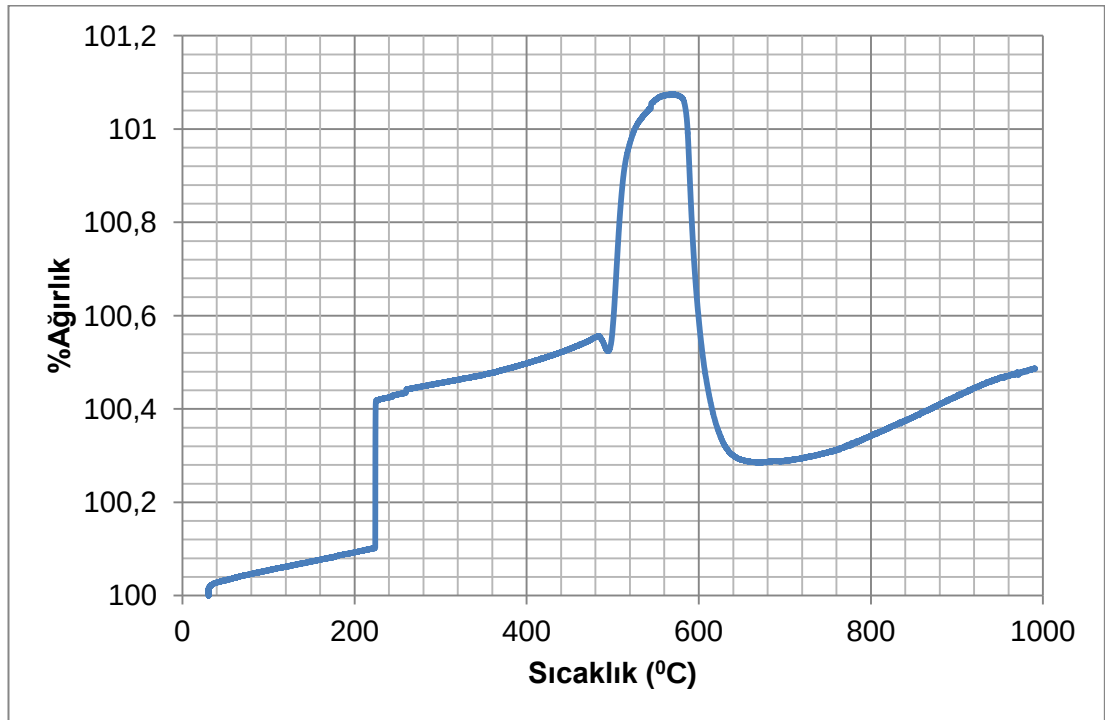
Tezin amaçlarından birisi de üretilen radar absorpsiyon malzemesinin yüksek sıcaklığa dayanıklı olmasıydı. Radar absorpsiyon malzemelerinde kullanılabilecek maksimum sıcaklığı etkileyen iki faktör mevcuttur; üretilen pigment (demir silisyumun) Curie sıcaklığı ve kullanılan bağlayıcının sıcaklık dayanımı. Üretilen demir silisyumun Curie sıcaklığı TGA kullanılarak yaklaşık olarak 570°C olarak tespit edilmiştir (Şekil 5.17.). Demir silisyumun Curie sıcaklığını belirleyen diğer çalışmalar da Fe_3Si 'in Curie sıcaklığı 570°C olarak verilmiştir [Seo ve ark., 2010; Harada ve ark., 2010]. Ayrıca Yuan ve arkadaşları yaptıkları çalışmada kullanılan silisyum yüzdesine göre demir silisyumun Curie sıcaklığını hesaplamaya yarayan bir empirik formül türetmişlerdir [Yuan ve ark., 2007]. Bu formül kullanılarak %17 silisyum için hesaplama yapıldığında Curie sıcaklığı 570,7°C olarak hesaplanmıştır. Bu değerde yapılan TGA çalışmasını doğrulamaktadır.



Şekil 5.15. Fe_3Si 'nin absorpsiyon kapasitesine bağlayıcı türünün etkisi



Şekil 5.16. Boşluk uzay yöntemiyle farklı bağlayıcıların absorpsiyon kapasiteleri



Şekil 5.17. Demir silisyumun Curie sıcaklığı

Kullanılan bağlayıcıların sıcaklık dayanımlarını tespit edebilmek için silikon, alkit ve epoksi esaslı bağlayıcılar pigmentler ile boya haline getirilerek sıcaklık dayanımları test edilmiş ve elde edilen sonuçlar Resim 5.1.-5.5.'de verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre; 250°C'den sonra epoksi esaslı boyanın, 350°C'den sonra alkit esaslı boyanın ve 700°C'den sonra da silikon esaslı boyaların kullanılamayacağı gözlemlenmiştir. Silikon esaslı reçinenin teknik bilgi formunda da 600°C'a kadar kullanılabileceği belirtilmiştir. Zaten pigmentin ferromanyetik özelliği 570°C'den sonra bozulduğu için yüksek sıcaklık dayanımı gereken yerlerde silikon esaslı boyanın kullanılmasının daha uygun olacağı değerlendirilmiştir. Özellikle hava araçları uçuş esnasında soğuk havaya maruz kalmaktadır. Bu nedenle negatif değerlerde de boyanın dayanımı incelenmiş olup -24°C sıcaklıkta da boyada herhangi bir bozunma olmadığı belirlenmiştir.



Resim 5.1. 250°C'de boyaların sıcaklık dayanımı



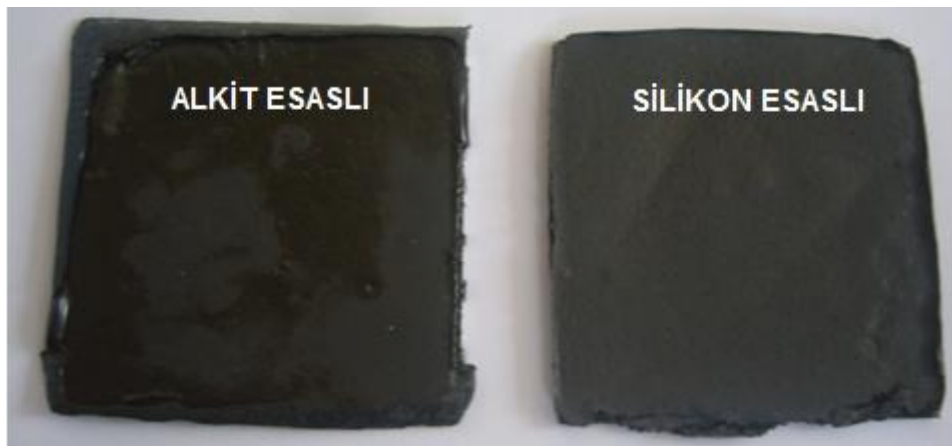
Resim 5.2. 350°C'de boyaların sıcaklık dayanımı



Resim 5.3. 500°C'de boyaların sıcaklık dayanımı



Resim 5.4. 700°C'de boyaların sıcaklık dayanımı

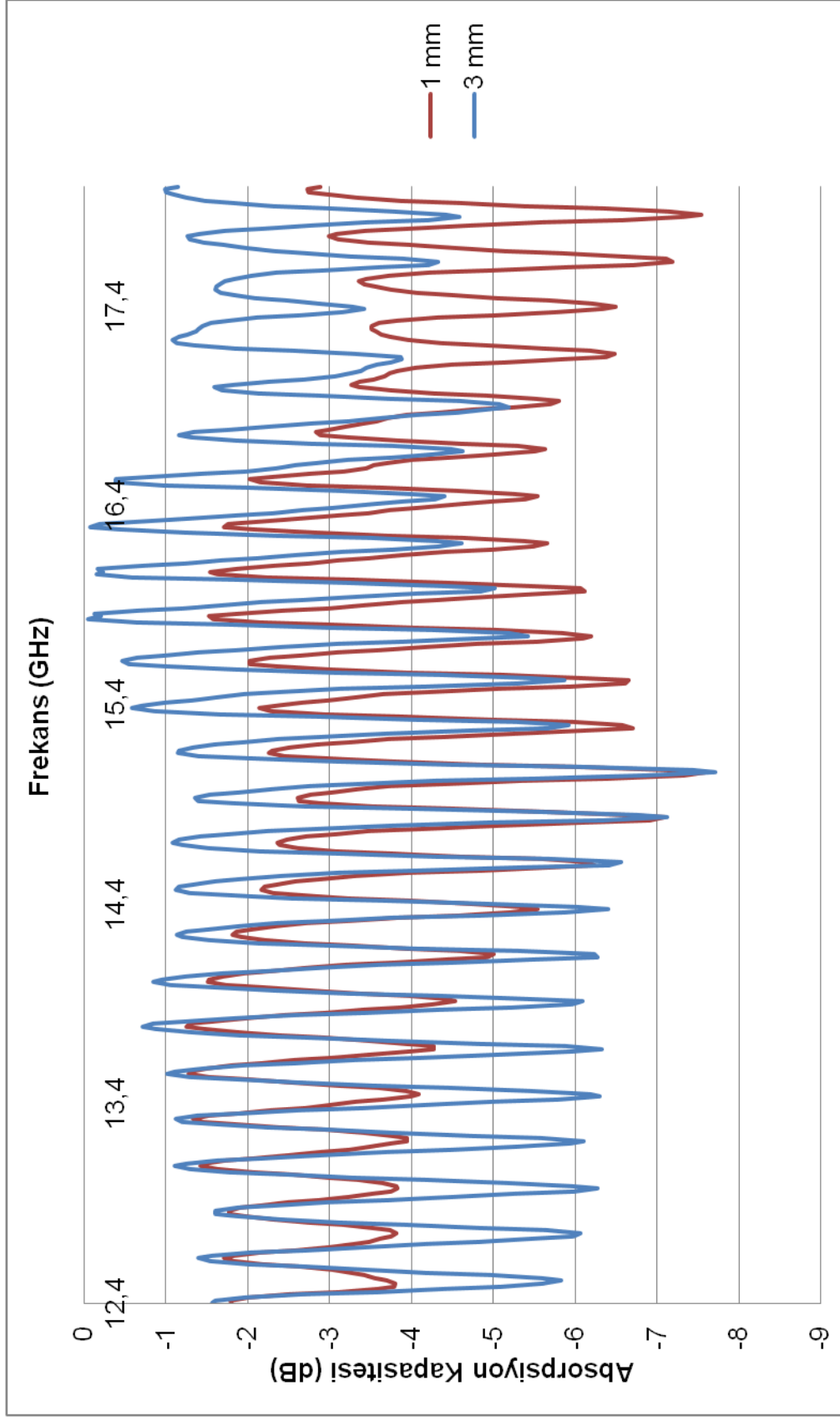


Resim 5.5. -24°C'de boyaların sıcaklık dayanımı

5.6.2. En uygun boya kalınlığının belirlenmesi

Son olarak kaplama ağırlığını belirleyen en önemli kriter olan boya kalınlığı üzerine çalışma yapılmıştır. %20 silikon esaslı bağlayıcı kullanılarak 1 mm ve 3 mm kalınlıklarında boya uygulaması yapılmış ve elde edilen absorpsiyon kapasitesi sonuçları Şekil 5.18.'de verilmiştir. Şekilden de görüldüğü üzere; düşük frekanslarda 3 mm kalınlığındaki boya daha iyi absorpsiyon yaparken orta frekanslarda iki boyada benzer değerlere ulaşmışlardır. Yüksek frekanslarda ise; 1 mm kalınlığındaki boya daha yüksek absorpsiyon kapasitesine sahiptir. Düşük frekanslarda; 1 mm kalınlığındaki boyanın düşük

absorpsiyon kapasitesine sahip olmasının nedeninin; frekans azaldıkça manyetik dalga boyunun artmasıyla dalga boyanın daha derinine doğru gidip geri yansımaktadır. Bu nedenle de kalınlık düşük frekanslarda çalışılacaksa daha büyük önem arz etmektedir. Ayrıca kalınlık azalınca daha az miktarda ferromanyetik malzeme içermektedir ki bu da absorpsiyon kapasitesini azaltmıştır. Uygulanan 1 mm kalınlık diğer alanlardaki boya uygulamaları için kalın gibi görünmesine rağmen RAM uygulamaları için uygun hatta düşük bir kalınlık olduğu yapılan kaynak araştırmasından gözlenmiştir. Cao ve arkadaşları, RAM uygulamalarında optimum boya kalınlığının belirlenmesi için genel dizayn kuralları ve formüllerinin olmadığını belirtmişlerdir [Cao ve ark., 2003]. Ayrıca Caffarane ve arkadaşları, yaptıkları çalışmada aynı frekans aralığında 2 ve 2,5 mm kalınlıklarda çalışılmasının uygun olduğuna karar vermişlerdir [Caffarena, 2008]. Bu bilgiler doğrultusunda, kullanılacak kalınlığın uygulama alanı göz önüne alınarak karar verilmesinin daha uygun olacağı değerlendirilmiştir.



Şekil 5.18. Kalınlığın absorpsiyon kapasitesine etkisi

6. MALİYET ANALİZİ

%70 pigment (demir silisyum) ve %30 silikon esaslı bağlayıcı içeren radar absorpsiyon malzemesinden 2 mm kalınlığında boya olarak uygulamak için gereken metrekare (m²) birim maliyeti hesaplanmıştır. 1 metrekare alanı boyamak için toplam 12 kg boya gerekmektedir. Kullanılacak hammaddelerin ağırlıkça dağılımı ve maliyetleri Çizelge 6.1.'de verilmiştir.

Çizelge 6.1. Hammadde maliyeti

Kalem Açıklaması	Kullanılacak Miktar (kg)	Birim Maliyeti (TL/kg)	Toplam Maliyet (TL)
Silikon esaslı bağlayıcı	3,6	19	68
Merck marka ≤%99 safılıkta ve ortalama partikül boyutu 10 µm demir tozu	7,0	178	1 246
Sigma Aldrich marka %99 safılıkta ve 325 mesh boyutunda silisyum	1,4	2.322	3 251
TOPLAM			4 565

Öğütme ve sinterleme işlemi için harcanan elektrik maliyeti ise yaklaşık 180 TL'dir. Metrekare maliyeti toplam 4 745 TL olarak hesaplanmıştır. Toplam maliyete malzeme amortisman maliyeti ve işçilik maliyetleri dahil edilmemiştir.

Daha öncede belirtildiği üzere radar absorpsiyon malzemelerinin yurt dışından temininde sıkıntı yaşanmakta ve hatta temin edilememektedir. Bu nedenle yurt dışından RAM fiyatı temin edilemeyeceğinden pigment olan ve

maliyetin esas kısmını oluşturan Fe_3Si 'nin fiyatı istenmiştir. Fe_3Si 'nin yurt dışı fiyatı 100 gram için yaklaşık olarak 1 080 TL olarak verilmiştir. 100 gramın mekanokimyasal yöntemle üretim maliyeti ise (amortisman ve işçilik hariç); yaklaşık 55 TL'dir. Stratejik bir malzeme olduğu için ilk aşamada maliyet önemli değildir. Ancak; bu maliyet yine de yurt dışından ithal edilecek malzemelere göre çok daha uygundur.

Ayrıca radar absorpsiyon malzemeleri sadece radar kesit alanının düşürülmesi gerektiği yerlerde kullanılacaktır. Örneğin; bir uçağın tamamında değil sadece belirli bölgelerinde (radar kesit alanı hesabına göre belirlenecek yerlerde, örneğin denizaltıların periskop veya antenlerinde) kullanılacağı için toplam maliyet olarak da çok yüksek olmayacaktır. Ayrıca elde edilecek fayda düşünüldüğü zaman maliyet çok da önem arz etmemektedir.

7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Yapılan doktora çalışması neticesinde elde edilen sonuçlar maddeler halinde aşağıda verilmiştir.

- Difüzyon yöntemi, termal bozunma yöntemi vb. diğer yöntemlere göre çok daha ucuz, kolay ve kararlı bir yöntem olan mekanokimyasal yöntem ile Fe_3Si üretilmiştir.
- Mekanokimyasal yöntemle üretimi planlanan Fe_3Si 'in üretimi parametrik çalışma ile optimize edilmesine karar verilmiştir. İlk parametre olarak da; en uygun silisyum miktarı ağırlıkça %17 olarak belirlenmiştir.
- Öncelikle öğütücüde mekanokimyasal işleme tabi tutulmadan sinterlendiğinde istenilen Fe_3Si bileşiği yanında istenmeyen ürünlerinde olduğu gözlemlenmiştir. Bunun üzerine ikinci parametre olarak mekanokimyasal reaksiyon için öğütücüde tutulacak sürenin optimize edilmesine karar verilmiştir. Optimum öğütme süresi absorpsiyon kapasiteleri incelenerek 1000 dakika olarak tespit edilmiştir.
- Sadece mekanokimyasal işlemle istenilen absorpsiyon kapasitesi olan -10 dB ulaşamadığı için sinterleme işlemi yapılmasına karar verilmiştir. Kristallenmenin artmasının absorpsiyon kapasitesine olumlu etki gösterdiği kaynak araştırmasından tespit edilmiştir. Sinterleme işlemi hem reaksiyonun tamamlanmasına hem de amorf yapıda kalan Fe_3Si 'in kristal yapıya geçmesini sağlamıştır. Sinterleme işlemi için hem sinterleme sıcaklığı hem de sinterleme süresi optimize edilmiştir. Sinterleme sıcaklığı absorpsiyon kapasitesi analizinden 1200°C olarak belirlenmiştir.

- Silikon esaslı bağlayıcı ile hazırlanan boyanın (%70 pigment ve 2 mm kalınlıkta boya) boşluk uzay yöntemiyle 20,86 GHz'de -16,5 dB absorpsiyon kapasitesine sahip olduğu ve RAM olarak kullanılabileceği belirlenmiştir.
- Alkit esaslı bağlayıcı ile hazırlanan boyanın (%70 pigment ve 2 mm kalınlıkta boya) boşluk uzay yöntemiyle 21,63 GHz'de -13,72 dB absorpsiyon kapasitesine sahip olduğu ve RAM olarak kullanılabileceği belirlenmiştir.
- Toz halinde üretimi tamamlanan Fe_3Si 'in (pigment) boya haline getirilmesi için farklı kullanım alanlarına göre uygun bağlayıcılar tespit edilmiştir. Yüksek sıcaklık dayanımı gereken yerlerde 570°C 'e (Fe_3Si 'in Curie sıcaklığı) kadar silikon esaslı bağlayıcı kullanılmasına karar verilmiştir. Epoksi ve alkit esaslı bağlayıcıların daha düşük sıcaklıklarda kullanılabileceği de tespit edilmiştir.
- Oda sıcaklığının altında boyanın dayanımı özellikle hava araçlarındaki uygulamalar için test edilmiştir. Hava aracı uçarken düşük sıcaklıklara maruz kalmaktadır. Bu nedenle düşük sıcaklık uygulamaları için -24°C 'e dayanımı alkit esaslı ve silikon esaslı boya için denenmiş olup her iki bağlayıcının da kullanılabileceği değerlendirilmiştir.
- Kaplama kalınlığının ise; frekans aralığına göre belirlenmesinin daha uygun olacağına karar verilmiştir. Uzaktaki bir cismin belirlenmesinde (Örneğin; helikopter, uçak vb.) düşük frekanslarda çalışan radarlar kullanıldığından buralarda daha kalın kaplama kullanılması daha uygun olacağı değerlendirilmiştir.

- Fe_3Si 'nin 100 gram üretim maliyeti de yaklaşık olarak 55 TL olarak hesaplanmıştır. Yurt dışından fiyat istendiği zaman 100 gram için yaklaşık olarak 1 080 TL olarak verilmiştir. Stratejik bir malzeme olduğu için ilk aşamada maliyet önemli değildir. Ancak; bu maliyet yine de yurt dışından ithal edilecek malzemelere göre daha uygun olduğu değerlendirilmiştir.
- 1 m²'lik alanı boyamak için yaklaşık 12 kg boya (3,6 kg bağlayıcı ve 8,4 kg pigment) gerekmektedir. Dolayısıyla 1 m² alanı boyamak için gerekli olan RAM'ın üretim maliyeti yaklaşık 4 745 TL olarak hesaplanmıştır.
- RAM kullanılacağı malzemenin (uçak, helikopter, tank, denizaltı vb.) sadece belirli alanlarına uygulanmaktadır. Uygulama alanlarına radar kesit alanına göre karar verilmektedir. Radar da görünme olasılığı yüksek olan alanlara örneğin; denizaltılarda periskop ve anten kısımlarına uygulanmaktadır. Dolayısıyla, uygulanacak alanlar kısıtlı olduğu için toplamda çok yüksek bir maliyeti olmayacaktır. Ayrıca, daha önce de belirtildiği üzere stratejik öneminden dolayı da elde edilen fayda çok yüksek olduğundan maliyeti çok önemsenmemektedir.

Radar teknolojilerinin gelişmesiyle RAM üretimleri de hız kazanmıştır. Diğer savunma sanayi malzemelerinde olduğu gibi RAM stratejik öneme sahip malzemelerdendir. Radar absorpsiyon malzemelerinin üretimi ülkemizde henüz üretilmediği için yurt dışından ithal edilmesi gerekmektedir. Bu da ülkemize yüksek maliyetlere mal olmaktadır. Bunun yanı sıra savunma sanayinde malzemenin ekonomik olmasından daha önemli bir parametre, malzemenin ülke tarafından istenilen her türlü stratejik noktada kullanılabilmesidir. Ancak yurt dışından satın alınan malzemelerde firma, malzemenin kullanım alanlarını sınırlandırabileceği gibi malzemenin son kullanıcıyı da sınırlandırabilmektedir. Ayrıca firmalar herhangi bir siyasi vb.

anlaşmazlıklarda satın alan ülkelere kota uygulaması veya malzeme ithalatını da durdurabilmektedir. Bu nedenlerden ötürü, radar absorpsiyon malzemelerinin ülkemizde üretilmesi ile kullanım alanlarını arttırılabileceği gibi savunma sanayinde yurt dışına bağımlılık en azından bu konuda kısıtlanmış olacaktır. Üretilen demir silisyumun da RAM olarak kullanılabileceği değerlendirilmiştir. Ülkemizde RAM üzerine farklı çalışmalarda devam etmektedir. Ancak, bu çalışmalardan bazıları kaynak araştırmasında da verilmiş olup daha çok ferrit bazlı RAM ya da polimer bazlı RAM üzerine yapılmış çalışmalardır. Ancak; demir silisyumun özellikle sıcaklık dayanımı yönünden diğer çalışmalardan daha iyi sonuç vereceği değerlendirilmektedir.

Ayrıca tez kapsamında üretilen radar absorpsiyon malzemelerinin yüksek sıcaklığa dayanıklı olması da amaçlanmıştır. Yüksek sıcaklığa dayanıklı malzemeler, askeri amaçlı kullanımlarda önem taşımaktadır. Amerika menşeli F-117 yarası kanatlı uçaklarda kullanılan radar absorpsiyon malzemeleri yüksek sıcaklıklara dayanmadığı için egzozlarından çıkan gazlar soğutulduktan sonra atmosfere bırakılmaktadır. Hava araçlarında yüksek sıcaklığa dayanıklı malzemelerin kullanımıyla ek soğutma ünitesine gerek kalmayacaktır. Ayrıca benzer şekilde yüksek sıcaklığa maruz kalan malzemelerde (örneğin; tank namlusunda) kullanım olanağı sağlayacaktır. Üretilen RAM 570°C'e kadar dayanıklı olduğu için yüksek sıcaklık dayanımı gereken yerlerde de kullanılabilecektir.

Gelecekte yapılması planlanan çalışmalarda önceliğin kullanılacak hammaddeler olan demir ve silisyumun saflaştırılmasına verilmesinin uygun olacağı değerlendirilmektedir. Çünkü yapılan çalışmalarda kullanılan yüksek saflıktaki demir ve silisyum temininde firmalar sorun yaşamaya başlamıştır. Firma yetkilileri, ikinci siparişte bu malzemelerin de Türkiye'ye satışının durdurulduğu bildirmişlerdir. Ayrıca saflaştırma işleminin yapılmasıyla ilk aşamada maliyet önemli olmasa da ilerisi için büyük avantaj sağlayacaktır.

Saflařtırma ya da temin ile ilgili sıkıntı ařıldıktan sonra bu parametrelerin ortak etkileřimlerinin incelenmesi ve optimize edilmesi iin deneysel tasarım alıřmasının yapılmasının uygun olacaėı deėerlendirilmiřtir.

Ayrıca, pilot lekli retim yapılabilcek bir ėtc tasarlanabilirse lmlerin Sharp Corner testi ile tayin edilmesi daha uygun olacaktır. nk bu test tezde kullanılan lm metotlarına gre daha doėru ve gereki sonular verecektir.

KAYNAKLAR

1. Aktaş, A.R., "Mekonokimyasal Yöntemle Radar Absorplayıcı Madde Sentezlenmesi İçin Reaktör Tasarımı ve Katkılarla Absorplayıcı Malzemenin Geliştirilmesi", **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara (2013).
2. Anderson, N., "Synthesis and Characterization of Radar Absorbing Nanocomposites", **Royal Institute of Technology**, Stockholm İsveç, 4 (2006).
3. Atzmon, M., "In Situ Thermal Observation of Explosive Compound Formation Reaction During Mechanical Alloying", **Physical Review Letters**, 64:487-490 (1990).
4. Bagad, V.S., "Radar Systems", **Technical Publication Pune**, India, 20-21(2008).
5. Baginski, M. E., Faircloth, D. L., and Deshpande, M. D., "Comparison of Two Optimization Techniques for the Estimation of Complex Permittivities of Multilayered Structures Using Waveguide Measurements", **IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques**, 53(10): 3251- 3259 (2005).
6. Boldyrev, V.V., "Mechanochemistry of Inorganic Solids", **Proceedings of Indian Natural Sciences Academy**, India, 400-417 (1986).
7. Caffarena, V.R., Capitaneob, J.L., Ogasawarac, T. and Pinhod, M.S., "Microwave Absorption Properties of Co, Cu, Zn–Substituted Hexaferrite Polychloroprene Nanocomposites", **Materials Research**, 11: 335 -339 (2008).
8. Che, R., Li, Y., Chen, Z. and Lin, H., "Microwave Absorption Properties of Composite Fine Powder Synthesized By Polycarbonsilane Precursor/Magnetic Powder", **Journal of Materials Science Letters**, 18: 1963-1964 (1999).
9. Çiber, B., "FDTD ve MOM Sayısal Yöntemleriyle Radar Saçılma Yüzeyi Modelleme ve Azaltma Teknikleri", Yüksek Lisans Tezi, **İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, İstanbul, 76-77 (2001).
10. Cao, M., Qin, R., Qiu, C. and Zhu, J., "Matching Design and Mismatching Analysis towards Radar Absorbing Coatings Based on Conducting Plate", **Materials and Design**, 24: 391-396 (2003).

11. Dahal, N. and Chikan, V., "Phase-Controlled Synthesis of Iron Silicide (Fe_3Si and FeSi_2) Nanoparticles in Solution", **Chemical Material**, 22: 2892–2897 (2010).
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. Dörtbölük, C., "Alüminyum Matrisli Kompozit Malzemelerin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretilmesi ve Karakterizasyonu", Bilim Uzmanlığı Tezi, **Zonguldak Karaelmas Üniversitesi**, Zonguldak, 15-17 (2006).
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. Ghodgaonkar, D.K., Varadan, V.V. and Varadan, V.K., "A Free-space Method for Measurement of Dielectric Constants and Loss Tangents at Microwave Frequencies", **IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement**, 39: 387-394 (1990).
17. Golubkova, G.V., Lomovsky, O.I., Vlasov, A.A., Davlitova, L.S., Belyaev, E.Yu. and Malakhov, V.V., "Studies of X-ray Amorphous Phase in Mechanochemical Synthesis of Iron Silicides From Elements", **Journal of Alloys and Compounds**, 307: 131-136 (2000).
18. Gürer, G., "Design and Characterization of Electromagnetic Wave Absorbing Structural Composites", Yüksek Lisans Tezi, **Ortadoğu Teknik Üniversitesi**, Ankara (2001).
19. Gürkan, N., "Studies On Interaction Of Electromagnetic Waves With Barium Hexaferrite Ceramics, Yüksek Lisans Tezi, **Ortadoğu Teknik Üniversitesi**, Ankara, 3, 22-24, 43 (2008).
20. Harada, K., Makabe, K.S., Akinaga, H. and Suemasu, T., "Room Temperature Magnetoresistance in $\text{Fe}_3\text{Si}/\text{CaF}_2/\text{Fe}_3\text{Si}$ MTJ Epitaxially Grown on Si(111)", **2nd Int. Symp. on Advanced Magnetic Materials and Applications**, Journal of Physics: Conference Series, 266 (2011).
21. Harris, C.C., "On the Limit of Comminution", **Trans. Soc. Mining Engineers**, 238:17 (1967).

22. Jenn, D.C., "Radar and Laser Cross Section Engineering 2nd Edition", **AIAA Education Series** (2005).
23. Johnson, R., "Radar Absorbing Material: A Passive Role in Active Scenario", **The International Countermeasure Handbook 11. Edition** (2000).
24. Kalita, M.P.C., Perumal, A. and Srinivasan, A., "Structure and Magnetic Properties of Nanocrystalline Fe₇₅Si₂₅ Powders Prepared by Mechanical Alloying", **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 320 (21): 2780-2783 (2008).
25. Kaloshkin, S.D., Tomlin, I.A., Andrianov, G.A., Baldokhin, U.V., Shelekhov, E.V., "Phase Transformations and Hyperfine Interactions in Mechanically Alloyed Fe-Cu Solid Solutions" **Materials Science Forum**, 235-238:565-570 (1997).
26. Knott, E. F., Shaeffer, J. F. and Tuley, M. T., "Radar Cross Section 2nd Edition", **SciTech Publishing**, USA, 25 (2004).
27. Kulaç, S. ve Yazgan, E., "Radar", **TMMOB Elektrik Mühendisleri Odası**, Ankara, 308-314 (1988).
28. Lee, P.Y., Koch, C.C., "Formation of amorphous Ni-Zr alloys by mechanical alloying of mixtures of the intermetallic compounds Ni₁₁Zr₉ and NiZr₂", **Applied Physics Letters**, 50:1578-1580 (1987).
29. Manning, W.P. and Passiuk, W.T., "Heat Resistant Radar Absorber", **United States Patent**, Patent No:4,084,161 (1978).
30. Neelekanta, P. S., "Handbook of Electromagnetic Materials: Monolithic and Composite Versions and Their Applications", **CRC Press**, New York, 305 (1995).
31. Oda, K. and Suzuki, R., "Iron Silicide Powder and Method For Production Thereof", **United States Patent**, Patent No:7,740,796 B2 (2010).
32. Ohtsu, N., Oku, M., Nomura, A., Sugawara, T., Shishido, T. and Kazuaki, W., "X-ray Photoelectron Spectroscopic Studies on Initial Oxidation of Iron and Manganese Mono-Silicides", **Applied Surface Science**, 254: 3288 -3294 (2008).
33. Özsoy, S., "Elektromanyetik Dalga Teorisi", **Erciyes Üniversitesi Yayınları**, Kayseri, 583 (1998).

34. Paris, H.G., Smith, D.R. and Smith, S.F., "Method for Making RAM and Devices Including Same", **United States Patent**, Patent No: 6,890,971 B2 (2005).
35. Pitman, K.C., Lindley, M.W., Simkin, D. and Cooper, J.F., "Radar Absorbers: Better by Design". **IEE Proceedings-F**, 138(3): 223-228 (1991).
36. Pollack, G.L. and Stump, D.R., "Elektromanyetik Teori", Türköz, Ş., Aydın, Z.Z., Zengin, M., **Gazi Kitapevi**, Ankara (2004).
37. Santamaría-Pérez S., Nuss, J., Haines, J., Jansen, M. and Vegas, A., "Iron Silicides and Their Corresponding Oxides: a High Pressure Study of Fe_5Si_3 ", **Solid State Science**, 6: 673-678 (2004).
38. Saville, P., "Review of Radar Absorbing Materials", **Defence R&D Canada Technical Memorandum DRDC Atlantic TM 2005- 003**, Kanada, 2-5 (2005).
39. Saville, P., Huber, T. and Makeiff, T., "Fabrication of Organic Radar Absorbing Materials", **Defence R&D Canada Technical Memorandum DRDC Atlantic TM 2005- 124**, Kanada, 4-7 (2005).
40. Şeker, Ş.S. ve Çerezci, O. "Elektromanyetik Dalgalar ve Mühendislik Uygulamaları", **Boğaziçi Üniversitesi**, İstanbul, 267 (1994).
41. Seo, K., Bagkar, N., Kim, S., In, J., Yoon, H., Jo, Y. and Kim, B., "Diffusion-Driven Crystal Structure Transformation: Synthesis of Heusler Alloy Fe_3Si Nanowires", **Nano Letters**, 10: 3643-3647 (2010).
42. Simon, J., Schlegel, R. and Leutner, B., "Silicon- Containing Iron Powders", **United States Patent**, Patent No:5,993,569 (1999).
43. "Standard Practice for Calibration of Temperature Scale for Thermogravimetry", ASTM Standard E1582-93, **2000 Annual Book of ASTM Standards**, Vol. 14.01, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken (2000).
44. Stevulova, N., Buchal, A., Petrovič, P., Tkáčová , K. and Šepelák, V., "Structural Investigation of the High-Energy Milled Fe-Si System", **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 203: 190-192 (1999).
45. Suryanarayana, C., "Does a Disordered γ -TiAl Phase Exist in Mechanically Alloyed Ti-Al Powders?", **Intermetallics**, 3:153-160 (1995).

46. Suryanarayana, C., Ivanov, E., Noufi, R., Contreras, M.A., Moore, J.J., "Phase Selection in a Mechanically Alloyed Cu-In-Ga-Se Powder Mixture" ***Journal of Materials Research***, 14:377-383 (1999).
47. Suryanarayana, C., "Mechanical Alloying and Milling", ***Progress in Materials Science***, 46: 1-184 (2001).
48. Uçar, G., "Bazı Metal Sülfidlerin Mekanokimyasal Yöntemle Çözündürülmesi", Doktora Tezi, ***Selçuk Üniversitesi***, Ankara, 6-13 (2010).
49. Vélez G.Y., Rodríguez, R.R., Melo, C.A., Pérez Alcázar, G.A., Zamora, L. E. and Tabares, J. A.ve ark., "**Mössbauer and XRD Study of the Fe₆₅Si₃₅ Alloy Obtained by Mechanical Alloying**", *Hyperfine Interact*, **203: 93–97 (2011)**.
50. Wiggins, E.W. and Drennan, D.N., "Corrosion Resistant RAM Powder", ***United States Patent***, Patent No: 5,866,273 (1999).
51. Yoo, Y.G., Yu, S.C. and Greneche, J.M., "The structural and Magnetic Properties of Fe-Si and Fe-C Solid Solutions as a Function of Milling Times", ***Journal of Materials Science***, 39: 5523-5525 (2004).
52. Yuan, W.J., Li, R., Shen, Q. and Zhang, L.M., "Characterization of the Evaluation of the Solid Solubility of Si in Sintered Fe–Si Alloys Using DSC Technique", ***Materials Characterization***, 58: 376–379 (2007).
53. Zuo, B. and Sritharan, T., "Ordering and Grain Growth in Nanocrystalline Fe₇₅Si₂₅ Alloy", ***Acta Materialia***, 53: 1233–1239 (2005).

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : AKTAŞ, Gülsün
 Uyuğu : T.C.
 Doğum tarihi ve yeri : 07.08.1985 Ankara
 Medeni hali : Evli
 Telefon : 0 (537) 797 13 59
 e-mail : gulsunselimoglu@yahoo.com

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet tarihi
Yüksek lisans	Gazi Üni. /Kimya Müh.A.D.	2008
Lisans	Gazi Üni./ Kimya Müh.Böl.	2006
Lise	TED Ankara Koleji	2002

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2007-	K.K.Lojistik Komutanlığı	Fiyat ve Maliyet Analiz Uzm.

Yabancı Dil

İngilizce

Yüksek Lisans Tezi

Selimoğlu, G., "Büyükbaş hayvan dışkısından biyogaz üretimi, Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 2008.

Proje Deneyimi

Proje Adı	Kurum	Tarih	Görev	Proje Türü
Demir Silikon Sentezi ve Radar Koruyucu Olarak Malzemelerde Kaplama Halinde Kullanılabilirliği	Gazi Üniversitesi	11.07.2011-19.08.2013	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

Aktaş, G. ve Mutlu, S.F., "Optimization of Biogaz Production by co-digestion Cattle Manure with Biological Wastewater Treatment Sludge", **EMCC6 - 6th Chemical Engineering Conference for Collaborative Research in Eastern Mediterranean Countries**, Antalya (2010). (Poster Sunumu)

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