



**MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİYLE Al ESASLI İNTERMETALİK
FAZLARIN MEKANOKİMYASAL SENTEZLENMESİNE YAĞLAYICI
TÜRÜNÜN ETKİSİ**

Cankız Gizem DELİBALTA

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

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

KASIM 2018

Cankız Gizem DELİBALTA tarafından hazırlanan “MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİYLE Al ESASLI İNTERMETALİK FAZLARIN MEKANOKİMYASAL SENTEZLENMESİNE YAĞLAYICI TÜRÜNÜN ETKİSİ” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından OY BİRLİĞİ ile Gazi Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Prof. Dr. Yusuf ÖZÇATALBAŞ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Gazi Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.



Başkan: Prof. Dr. Adem KURT

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Gazi Üniversitesi

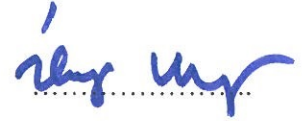
Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.



Üye: Prof. Dr. İlyas UYGUR

Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Düzce Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Yüksek Lisans Tezi olduğunu onaylıyorum.



Tez Savunma Tarihi: 26/11/2018

Jüri tarafından kabul edilen bu tezin Yüksek Lisans Tezi olması için gerekli şartları yerine getirdiğini onaylıyorum.

.....

Prof. Dr. Sena YAŞYERLİ

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ETİK BEYAN

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

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

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



Cankız Gizem DELİBALTA

26/11/2018

MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİYLE Al ESASLI İNTERMETALİK FAZLARIN MEKANOKİMYASAL SENTEZLENMESİNE YAĞLAYICI TÜRÜNÜN ETKİSİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Cankız Gizem DELİBALTA

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Kasım 2018

ÖZET

Mekanik alaşımlama (MA), elementel toz karışımlarından başlayarak homojen malzemelerin üretimine izin veren bir toz işleme tekniğidir. Bu süreçte karışıma eklenen yağlayıcılar, soğuk kaynaklama etkisini azaltarak son tane boyutunu küçültür ve çeşitli sinterleme işlemleri ile T/M kompakt numunelerde teorik yoğunluğa ulaşmaya olanak sağlar. Bu çalışmada, Al-Cu ön karışimli Alumix 123 tozunun MA sürecine katı yağlayıcıların etkileri ve iki farklı sinterleme yöntemi ile üretilen toz metal (T/M) parçaların özelliklerine etkileri araştırılmıştır. Alumix 123 ön karışimli toza, ağırlıkça % 1,5 Çinko Stearat ve % 2 Stearik Asit katı yağlayıcıları ilave edilerek 4, 8 ve 10 saat süreyle atritörde MA işlemi uygulanmıştır. Azot gazı atmosferinde; paslanmaz çelik tank ve 10 mm çapında çelik bilyalar kullanılarak yapılan MA işleminde bilya/toz oranı 10/1, devir 400 dev/dk seçilmiştir. 10 saatlik MA işlemi sonunda elde edilen tozların parçacık boyut ölçümleri, faz dönüşümleri ve tozların morfolojisi stereo ve optik mikroskop, taramalı elektron mikroskop (SEM) ve X ışınları kırınımı (XRD) yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. MA işleminin 4 ve 8 saatlik süreleri sonunda çinko stearatın aksine, stearik asit yağlayıcısının sürekli öğütme etkisi gösterdiği ve her iki yağlayıcı türü için de son parçacık boyutunda önemli azalma olduğu belirlenmiştir. MA işleminin 10 saatlik süresi sonunda dahi mekanokimyasal olarak sentezlenmiş yeni bir faz belirlenmemiştir. MA işlemi uygulanmış tozlar ve Alumix 123 tozu kullanılarak, sıcak presleme (SP) ve spark plazma sinterleme (SPS) yöntemleriyle T/M parçalar üretilmiştir. SP işlemi; oda sıcaklığında 300 MPa basınçta ön presleme, devamında aynı kalıp içinde 300, 350, 400, 450°C sıcaklıklarda 15'er dakika süreyle bekletilerek toplamda 1 saat yağlayıcı giderme ve sonrasında 540°C sıcaklıkta 50 MPa basınç altında 30 dakika süreyle bekletilerek gerçekleştirilmiştir. SPS işlemi; grafit bir kalıp içerisinde vakum ortamında, 40 MPa basınç altında, 100°C/dk ısıtma hızıyla, 540°C sıcaklıkta, 10 dk süre ile gerçekleştirilmiştir. Daha sonra elde edilen T/M numunelere suni yaşlandırma (T6) ısıtma işlemi uygulanmıştır. Alumix 123 tozunun sıcak preslenmesiyle en yüksek yüzde yoğunluk değeri (%94) sağlanmıştır. Üretilen T/M malzemelerdeki θ (CuAl_2) fazı oranlarına yağlayıcı ve sinterleme türünün belirgin etkisi saptanamamıştır. T/M numunelerin sertliklerine yağlayıcı türünün belirgin etkisi görülmemekle birlikte, MA işleminin sertlikleri yaklaşık iki katı oranında arttırdığı belirlenmiştir. T6 işlemi sonrası sertlik değişimlerine yağlayıcı türünün belirgin bir etkisi görülmezken, en yüksek sertlik değerine (162 BSD30) MA işlemleri ve SPS ile üretilmiş numunelerde ulaşılmıştır.

Bilim Kodu : 91528

Anahtar Kelimeler : Mekanik alaşımlama, yağlayıcı türleri, sıcak presleme, spark plazma sinterleme

Sayfa Adedi : 115

Danışman : Prof. Dr. Yusuf ÖZÇATALBAŞ

EFFECT OF LUBRICANT TYPE ON THE MECHANOCHEMICAL SYNTHESIS OF AL-BASED INTERMETALLIC PHASES BY MECHANICAL ALLOYING METHOD

(M. Sc. Thesis)

Cankız Gizem DELİBALTA

GAZİ UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

November 2018

ABSTRACT

Mechanical alloying (MA) is a powder processing technique that allows the production of homogeneous materials, starting from blended elemental powder mixtures. In this process the lubricants added to the mixture minimize the final grain size by reducing cold welding effect, reduce the final grain size and enable the theoretical density of compact samples with various sintering processes. In this study, the effects of solid lubricants on MA route of Al-Cu pre-mixed Alumix 123 powder and the effects of two different sintering methods on the properties of produced powder metal parts (P/M) were investigated. 1.5 wt.% Zinc Stearate and 2 wt.% Stearic Acid solid lubricants were added to the Alumix 123 pre-mixed powder and MA process was applied in attritor for 4, 8 and 10 hours. MA process was performed at 400 rpm in a nitrogen gas atmosphere by using stainless steel balls in diameter of 10 mm and 10/1 ball/powder ratio. The particle size measurements, phase transformations and the morphologies of mechanically alloyed powders for 10 hours were characterized by stereo and optical microscopy, scanning electron microscope (SEM) and X-ray diffraction (XRD) methods. In contrast to zinc stearate at the end of the 4 and 8 hours periods of MA process, stearic acid lubricant showed a continuously milling effect and a significant reduction in final particle size for both lubricant types. Even after 10 hours period of MA treatment, a new phase in mechanochemically synthesized could not be determined. By using the mechanical milled powders and Alumix 123 powder, P/M parts were produced by means of hot-pressing (HP) and spark plasma sintering (SPS) methods. In the HP process, these powders were compacted at 300 MPa pre-pressing pressure at room temperature and then lubricant removal process, total of 1 hour, was applied in the same mold at 300, 350, 400, 450 ° C for 15 minutes per each temperatures and finally the compacted powder was held at 540 ° C under 50 MPa pressure for 30 minutes. The SPS process was carried out at 540°C temperature by applying 40 MPa of pressure with 100°C/min under vacuum for 10 min. Then produced P/M samples were subjected to the artificial aging (T6) heat treatment. The highest density value (94%) was performed by hot pressing of Alumix 123 powder. A significant effect of the lubricant and sintering types on the θ (CuAl₂) phase ratios in the produced P/M materials could not be determined. Although the lubricant type did not have a significant effect on the hardness of the P/M samples, it was determined that the MA treatment increased the hardness approximately twice. While no significant effect of the lubricant type was observed on hardness changes after T6 process, the highest hardness value (162 BHN₃₀) was achieved in samples processed with MA and SPS.

Science Code : 91528

Key Words : Mechanical alloying, type of lubricant, hot pressing, spark plasma sintering

Page Number : 115

Supervisor : Prof. Dr. Yusuf ÖZÇATALBAŞ

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım boyunca katkılarıyla beni her zaman yönlendiren ve sabrını hiçbir zaman eksik etmeyen kıymetli hocam Prof. Dr. Yusuf ÖZÇATALBAŞ'a, tez savunma üyesi hocalarım Prof. Dr. Adem KURT ve Prof. İlyas UYGUR' a, çalışmalarım boyunca yardımını eksik etmeyen Prof. Dr. Hakan ATEŞ'e, Uzman Meryem POLAT'a, Arş. Gör. Görkem KIRMIZI'ya çok teşekkür ederim. Çalışmalarım sırasında bana Anadolu Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünün laboratuvarlarında çalışma imkânı sağlayan kıymetli hocam Prof. Dr. Servet TURAN'a çok teşekkür ederim. Ayrıca tez çalışmam boyunca yardım ve desteklerini esirgemeyen benim için ayrı yerleri olan Arş. Gör. İrem Burcu ALGAN, Arş. Gör. Yasemin DÜNDAR ve kıymetli dostlarım Sera ULU ve Serap ÇATALOĞLU'na çok teşekkür ederim. Burada ismini yazamadığım tüm dostlarım ve arkadaşlarıma, son olarak beni her zaman destekleyip yanımda olan sevgili annem, ilk öğretmenim Zinnet Delibalta'ya, her türlü fedakârlığı yapan çok kıymetli babam Turgay Delibalta'ya, bu mesleği seçmemde rehber olan canım ağabeyime gösterdikleri manevi destek, sabır ve anlayışlarından ötürü çok teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	iv
ABSTRACT	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	x
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	xi
RESİMLERİN LİSTESİ	xiii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xvi
1. GİRİŞ.....	1
2. TOZ METALURJİSİ.....	5
2.1. Metal Tozu Üretim Yöntemleri.....	6
2.1.1. Mekanik üretim yöntemleri.....	6
2.1.2. Elektroliz ile üretim yöntemi	6
2.1.3. Kimyasal üretim yöntemleri.....	6
2.1.4. Atomizasyon yöntemleri	6
2.1.5. Ön karışım ve ön alaşımlı tozlar	7
2.2. Metal Tozların Karakterizasyonu.....	7
2.3. Tozların Karıştırılması	8
2.4. Metal Tozlarının Sıkıştırılması (Preslenmesi)	8
2.4.1. Sıkıştırma teorisi	8
2.4.2. Sıkıştırma yöntemleri	9
2.5. Sinterleme	14
2.5.1. Sinterlemenin esasları	14
2.5.2. Sinterleme türleri.....	20

	Sayfa
3. MEKANOKİMYASAL SENTEZ VE MEKANİK ALAŞIMLAMA.....	25
3.1. Mekanik Alaşımlama Tanımlanması ve Mekanizması.....	25
3.2. Mekanik Alaşımlama Süreci.....	27
3.2.1. Ham madde	27
3.2.2. Mil çeşitleri	27
3.2.3. Proses değişkenleri.....	29
3.3. Mekanik Alaşımlamanın Avantajları	31
4. ALÜMİNYUM ve ALAŞIMLARI.....	33
4.1. Alüminyumun Genel Özellikleri.....	33
4.2. Alüminyum Alaşımı Malzemeler ve Özellikleri.....	33
4.2.1. Al-Cu alaşımları	34
4.2.2. Al-Cu alaşımlarına uygulanan ısıt işlemler.....	34
4.2.3. Suni yaşlandırma (T6) ısıt işlemleri	35
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	41
5.1. Malzeme.....	41
5.1.1. Metal tozu.....	41
5.1.2. Yağlayıcı	44
5.2. Deneysel Metot	45
5.2.1. Yağlayıcı katkılı karışım tozların hazırlanması	45
5.2.2. Mekanik alaşımlama(MA)	46
5.2.3. Tozların karakterizasyonu.....	47
5.2.4. Mekanik alaşımlama (MA) işlemleri ve işlemsiz karışım tozların preslenmesi ve toz metal parça üretimi.....	47
5.2.5. Toz metal (T/M)parçaların suni yaşlandırma ısıt işlemleri(T6).....	50
5.3. Toz Metal(T/M) Numunelerin Karakterizasyonu	51
5.3.1. Metalografik muayene hazırlığı	51

	Sayfa
5.3.2. Mikroyapı çalışmaları	51
5.3.3. Yoğunluk ölçümleri	52
5.3.4. Sertlik ölçümleri.....	53
5.3.5. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışmaları.....	54
5.3.6. X ışınları kırınımı (XRD) çalışmaları	54
6. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA.....	57
6.1. Mekanik Alaşımlama İşleminde Yağlayıcı Türünün Tozların Morfolojisine ve Boyutuna Etkisi	57
6.1.1. Yağlayıcı türünün toz parçacık boyutuna etkisi.....	57
6.1.2. Yağlayıcı türünün toz parçacık şekline etkisi	59
6.1.3. MA işleminin faz dönüşümüne etkisi	66
6.2. Mekanik Alaşımlama İşleminde Yağlayıcı Türü ve Sinterleme İşlemlerinin T/M Malzemelerin Özelliklerine Etkisi	68
6.2.1. Yoğunluk.....	68
6.2.2. Mikroyapı.....	70
6.2.3. Sertlik	91
6.2.4. Faz dönüşümüne etkisi.....	95
6.3. Isıl İşlem Uygulanan Numunelerin Yağlayıcı Türünün T/M Parça Özelliklerine Etkisi.....	97
6.3.1. Sertlik	97
7. SONUÇ VE ÖNERİLER	103
KAYNAKLAR	107
ÖZGEÇMİŞ	113

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1. Deneylerde kullanılan bazı kimyasallar, formülleri ve oranları	30
Çizelge 4.1. Dövme Al alaşımlarının sınıflandırılması	34
Çizelge 4.2. Alüminyum alaşımlarına uygulanan ısı işlemler	35
Çizelge 5.1. Deneyde kullanılan malzemenin kimyasal bileşimi (% ağırlık).....	41
Çizelge 5.2. Deneyde kullanılan yağlayıcı türleri ve miktarları (% ağırlık).....	44
Çizelge 5.3. Sıcak presleme ile üretilen numunelerin kodları	49
Çizelge 5.4. Spark plazma sinterleme ile üretilen numunelerin kodları	50

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Sıcak presleme parametreleri.....	10
Şekil 2.2. Sıcak preslemenin kesit görünüşünün şematik gösterimi.....	11
Şekil 2.3. Soğuk sıkıştırma kademeleri.....	12
Şekil 2.4. Sıkıştırma sırasındaki değişiklikler.....	12
Şekil 2.5. Toz haddeleme işlemi.....	13
Şekil 2.6. Toz ekstrüzyon elemanları.....	14
Şekil 2.7. Küresel parçacıklar arasında boyun oluşumu.....	15
Şekil 2.8. Sinterleme çeşitlerinin faz diyagramında şematik olarak gösterimi.....	16
Şekil 2.9. İki küre sinterleme modeli.....	17
Şekil 2.10. Sinterlemenin üç aşamasının şematik gösterimi (a) İlk aşama, (b) Ara aşama, (c) Son aşama.....	18
Şekil 2.11. Sinterleme esnasında nokta teması başlangıcından itibaren gözeneklerin değişimlerinin şematik gösterimi.....	18
Şekil 2.12. SPS yönteminin şematik gösterimi.....	21
Şekil 2.13. SPS yöntemiyle üretilebilen malzeme türleri.....	22
Şekil 3.1. Farklı mekanokimyasal sentezlenmiş (nano) malzemeler.....	25
Şekil 3.2. Çarpışma sırasında iki bilya arasında kalan tozların gösterimi.....	26
Şekil 3.3. Planet tipi değirmen ve hareketinin şematik gösterimi (a) Planet tipi değirmenin şematik gösterimi. Ω : Hazne açısal hızı ω : Disk açısal hızı, (b) Bilyaların haznedeki hareketinin şematik gösterimi.....	28
Şekil 4.1. Çökelme Sertleşmesi uygulanabilir C0 bileşimindeki alaşımın yer aldığı hayali bir ötektik faz diyagramı.....	36
Şekil 4.2. Al – Cu faz diyagramının alüminyumca zengin bölgesi.....	37
Şekil 4.3. θ kararlı faz yapısının oluşumundaki aşamaların gösterimi (a) Aşırı doymuş α katı çözeltisi, (b) Çökelmiş θ'' geçiş fazı(c) α fazı içinde çökelen θ' kararlı fazı.....	38
Şekil 4.4. Çökelme sertleşmesinin alaşımın sertlik ve dayanımına etkisi-yaşlandırma süresinin logaritmik değeri ile değişiminin şematik gösterimi.....	39

Şekil	Sayfa
Şekil 6.1. Katı yağlayıcı türü ve MA süresinin toz boyutuna etkisi	57
Şekil 6.2. Çinko stearat katkılı tozun MA süresine bağlı parçacık boyut dağılımları (a) Başlangıç toz, (b) 4 sa MA işlemi uygulanmış, (c) 8 sa MA işlemi uygulanmış, (d) 10 sa MA işlemi uygulanmış	58
Şekil 6.3. Stearik asit katkılı tozun MA süresine bağlı parçacık boyut dağılımları (a) Başlangıç toz, (b) 4 sa MA işlemi uygulanmış, (c) 8 sa MA işlemi uygulanmış, (d) 10 sa MA işlemi uygulanmış	58
Şekil 6.4. Sinterleme türünün Al123 T/M parçaların yoğunluklarına etkisi.....	68
Şekil 6.5. SA katkılı T/M parçaların yoğunluğuna MA işlemi ve sinter türünün etkisi .	69
Şekil 6.6. ÇS katkılı T/M parçaların yoğunluğuna MA işlemi ve sinter türünün etkisi .	69
Şekil 6.7. Al123/SPS ve Al123/SP numunelerinin sertlik değerleri(BSD)	92
Şekil 6.8. SA/MA/SP, SA/MA/SPS, SA/SPS ve SA/SP numunelerinin sertlik değerleri(BSD).....	92
Şekil 6.9. ÇS/SPS, ÇS/SP, ÇS/MA/SPS ve ÇS/MA/SP numunelerinin sertlik değerleri(BSD).....	94
Şekil 6.10. Al123/SP ve Al123/SPS numunelerinin ısıtma işlem öncesi ve sonrası sertlik değişimleri (BSD).....	98
Şekil 6.11. 11.SA/SP, SA/SPS/SA/MA/SP ve SA/MA/SPS numunelerinin ısıtma işlem öncesi ve sonrası sertlik değişimleri (BSD).....	99
Şekil 6.12. ÇS/SP,ÇS/SPS,ÇS/MA/SP ve ÇS/MA/SPS numunelerinin ısıtma işlem öncesi ve sonrası sertlik değerleri(BSD)	100

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 2.1. Turbula Shaker-Mixer karıştırma cihazı.....	8
Resim 2.2. Sinterleme sırasında boyun oluşumunun SEM görüntüsü.....	16
Resim 2.3. İki aşamalı sinterlenmiş 93W-/5.6Ni-1.4FeTungsten ağır alaşımının iki kademeli sinterleme görüntüleri (a) 1445°C, (b) 1460°C, (c) 1470°C, (d) Katı hal sinterlemesinden sonra 1300 ° C'de 1 saat süreyle 1485 °C	20
Resim 2.4. Spark plazma sinterleme cihazı	21
Resim 3.1. Atritör tipi değirmen ve kesit görünüşü (a) Union Process Marka HD01/HDDM-01 Model Attritor, (b) Atritör tipi yatay değirmenin kesit görünüşü	29
Resim 5.1. Alumix 123 sterio mikroskop görüntüsü	41
Resim 5.2. Alumix123 tozunun optik mikroskop görüntüleri (a) Alumix 123 genel görünüm, (b) Dentrik Cu tozunun görüntüsü, (c) Ötektik Al-Si Alaşımli tane görüntüsü	42
Resim 5.3. Alumix 123 tozunun genel görünümü	43
Resim 5.4. Alumix 123 tozunun genel görünümü SEM/EDS görüntüsü	43
Resim 5.5. Deneyde kullanılan yağlayıcıların SEM görüntüleri (a) Stearik Asit, (b) Çinko Stearat.....	45
Resim 5.6. Turbula karıştırıcı	46
Resim 5.7. Union Process Marka PatchHD01 model su soğutmalı atritör.....	46
Resim 5.8. Sıcak presleme ve sıcak presleme kalıp ünitesi	48
Resim 5.9. Sıcak presleme yöntemi ile elde edilen numune.....	48
Resim 5.11. Grafit kalıp	49
Resim 5.10. SPS Cihazı.....	49
Resim 5.12. Düşey tüp fırın.....	50
Resim 5.13. LEICA DMI 5000M markalı ters ışık mikroskobu	51
Resim 5.14. Hassas terazi (yoğunluk ölçüm kiti ile birlikte).....	52
Resim 5.15. Emco marka Dura Vision 200 model sertlik ölçüm cihazı.....	53
Resim 5.16. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)	54

Resim	Sayfa
Resim 6.1. Çinko Stearat içeren mekanik alaşımlanma işlemi uygulanmış numunenin farklı süreler sonunda sterio mikroskop görüntüleri (a) Başlangıç tozu, (b) 4 saat, (c) 8 saat, (d) 10 saat.....	60
Resim 6.2. Stearik asit içeren mekanik alaşımlanma işlemi uygulanmış numunenin farklı süreler sonunda sterio mikroskop görüntüleri (a) Başlangıç tozu, (b) 4 saat, (c) 8 saat, (d) 10 saat.....	61
Resim 6.3. İşlemsiz Al123 ve Çinko stearat içeren toz numunenin 10 sa MA işlemi sonrası SEM görüntüleri (a) İşlemsiz Alumix 123 tozu genel görünüm, (b) Çinko stearat katkılı 10 sa MA sonrası genel görünüm, (c) Yüksek büyütme detaylı görünüm	62
Resim 6.4. Çinko stearat içeren toz numunenin 10 sa MA işlemi sonrası SEM/EDS görüntüsü	63
Resim 6.5. İşlemsiz Al123 ve Stearik asit içeren toz numunenin 10 sa MA işlemi sonrası SEM görüntüleri (a) İşlemsiz Alumix 123 tozu genel görünüm, (b) Stearik asit katkılı 10 sa MA sonrası genel görünüm, (c) Yüksek büyütme detaylı görünüm	64
Resim 6.6. Stearik asit içeren toz numunenin 10 sa MA işlemi sonrası SEM/EDS görüntüsü	65
Resim 6.7. Alumix 123, ÇS katkılı 10 sa MA işlemi uygulanmış toz numune ve SA katkılı 10 sa MA işlemi uygulanmış toz numunelerinin XRD grafikleri (a) Alumix 123 toz karışımı XRD grafiği, (b) ÇS katkılı 10 sa MA işlemi uygulanmış toz numunenin XRD grafiği, (c) SA katkılı 10 sa MA işlemi uygulanmış toz numunenin XRD grafiği	67
Resim 6.8. Al123/SP numunesinin optik mikroskop görüntüsü.....	70
Resim 6.9. Al123/SPS numunesinin optik mikroskop görüntüsü.....	71
Resim 6.10. SA/SP numunesinin optik mikroskop görüntüsü.....	72
Resim 6.11. SA/SPS numunesinin optik mikroskop görüntüsü	73
Resim 6.12. SA/MA/SP işlemlili T/M numunenin farklı büyütme oranlarında gösteren mikroyapısı (a) Genel görünüm, (b) Yüksek büyütme detaylı görünüm, (c) Yüksek büyütme detaylı görünüm	74
Resim 6.13. SA/MA/SP numunesinin elektron mikroskop görüntüleri	76
Resim 6.14. SA/MA/SP numunesinin SEM/EDS görüntüsü.....	77
Resim 6.15. SA/MA/SP numunesinin SEM görüntüsü ve element haritalama analizi verileri	78
Resim 6.16. SA/MA/SPS numunesinin optik mikroskop görüntüsü	79

Resim	Sayfa
Resim 6.17. SA/MA/SPS numunesinin SEM görüntüleri	80
Resim 6.18. SA/MA/SPS numunesinin SEM/EDS görüntüsü	81
Resim 6.19. SA/MA/SPS numunesinin SEM görüntüsü ve element haritalama analizi verileri.....	82
Resim 6.20. ÇS/SP numunesinin optik mikroskop görüntüsü	83
Resim 6.21. ÇS/SPS numunesinin optik mikroskop görüntüsü.....	84
Resim 6.22. ÇS/MA/SP numunesinin optik mikroskop görüntüleri.....	85
Resim 6.23. ÇS/MA/SP numunesinin SEM görüntüsü	86
Resim 6.24. ÇS/MA/SP numunesinin SEM/EDS görüntüsü	87
Resim 6.25. ÇS/MA/SPS numunesinin optik mikroskop görüntüleri	88
Resim 6.26. ÇS/MA/SPS numunesinin SEM görüntüleri	89
Resim 6.27. ÇS/MA/SPS numunesinin SEM/EDS görüntüsü	90
Resim 6.28. ÇS/MA/SPS numunesinin SEM görüntüsü ve element haritalama analizi verileri.....	91
Resim 6.29. Al123/SP ve Al123/SPS numunelerinin XRD grafikleri.....	95
Resim 6.30. SA/MA/SPS ve ÇS/MA/SPS numunelerinin XRD verileri.....	96
Resim 6.31. SA/MA/SP ve ÇS/MA/SP numunelerinin XRD verileri	97

SİMGELER VE KISALTMALAR

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

Simgeler

Açıklamalar

m²

Metrekare

m³

Metreküp

Kısaltmalar

Açıklamalar

ÇS

Çinko stearat

dev

Devir

dk

Dakika

MA

Mekanik alaşımlama

rpm

Dakikadaki devir sayısı

SA

Stearik asit

SP

Sıcak presleme

SPS

Spark plazma sinterleme

T/M

Toz metal

1. GİRİŞ

Teknolojinin ilerlemesi ile birlikte ihtiyaç duyulan malzeme gereksinimi artmakta ve mevcut malzemelerin performanslarının iyileştirilmesi gerekmektedir. Üretilen mühendislik malzemeleri de kullanım alanı çeşitliliğine göre ihtiyaçları karşılayacak özelliklere sahip olmalıdır. Ülkemizde de bu tür gereklilikler; malzemelerin veya hammaddelerin genellikle ithal olarak kullanılmasıyla giderilir [1].

Bu çalışmada üretilen türdeki malzemeler özellikle havacılık endüstrisinde kullanılmaktadır. Bu yüzden bu türdeki malzemelerin geliştirilmesi ile bu alandaki dışa bağımlılığın azaltılması ve akademik bağlamda birikimin sağlanması önemlidir. Bu çalışmada mekanik alaşımlama ve çeşitli sinterleme yöntemleri ile özgül mukavemeti ve yoğunluğu yüksek malzeme geliştirmek amaçlanmıştır.

Özellikle havacılık endüstrisinde yaygın olarak kullanılan alüminyum ve alaşımları, düşük yoğunluk, yüksek mukavemet ve yüksek ısı iletkenliğe sahiptir. Alüminyum alaşımları, performansları, tasarım yöntemleri, üretim ve güvenilir inceleme teknikleri nedeniyle uzun yıllardır hava taşıtlarının yapısal parçaları için birincil malzemedir. Alüminyum diğer metallere oranla düşük maliyetli, hafif bir metaldir ve ısı işleme tabi tutulabilir, yüksek gerilmelere yüklenebilir. Özellikle yüksek performans malzemelerinden en kolay şekilde üretilenlerden biridir [2]. Alüminyum-Bakır alaşımları (2000 serisi), havacılık sanayinde kullanılan birincil alaşım türüdür ve belirli ısı işlemler uygulanarak kullanılır. Yorulma çatlama karşı iyi direnci bu serinin en önemli özelliğidir [2, 3]. İmalat endüstrisinde genellikle dövme Al alaşımları yaygın kullanılmakla birlikte son yıllarda T/M tekniği ile Al alaşımı dişli, biyel kolu vb. güç aktarma organlarında kullanılan parçalarda üretilmektedir.

T/M yönteminde ise genellikle ön alaşımlı Al tozlar kullanılır. Bu durumda üretilen TM parçalarda mikroyapıda homojenlik ve izotropik özellikler gözlenir. Ancak T/M parçalarda en büyük problem gözenekliliktir. Çok yaygın olmasa da kullanılan ön karışımli tozlarla da T/M parça üretilerek sinterleme sürecinde alaşımlandırma gerçekleştirilir. Ancak bu durumda mikro segregasyon ve alaşımlanma problemleri olabilir.

Toz metalürjisinde mekanik alaşımlama tekniği ise ön karışımli metal ve alaşımların tozlarından mekanokimyasal sentezleme ile bir alaşımlı, bileşik vb. yüksek performanslı çok daha yüksek özgül mukavemette endüstriyel parçalar üretmek için kullanılan bir tekniktir.

Mekanik alaşımlama, bir katı hal toz hazırlama tekniklerinden biridir. Bu yöntemde, toz partiküllerinin tekrarlı kaynaklanma, kırılma ve yeniden kaynaklanma mekanizmaları aktiftir ve bu işlemler yüksek enerjili bir değirmende gerçekleşir [4]. Bu yöntemle elde edilen tozların T/M süreci ile kompakt parçalar elde edilmesinde sıcak presleme aktif sinterleme yönteminin kullanılması ise parça yoğunluğunu %100'e yaklaştırabilir.

Sıcak presleme, presleme ve sinterleme işlemini aynı süreçte gerçekleştirmeyi mümkün kılmasının yanı sıra, teorik yoğunluğa yaklaşık değerlere ulaşmayı sağlayan üretim yöntemlerinden biridir [5]. Bu sayede yüksek mukavemette ve ısıl işlem kabiliyetine sahip T/M Al alaşımlı parçalar üretilebilir. Son yıllarda yüksek yoğunluklu T/M parça üretmek için kullanılan diğer bir teknik spark plazma sinterlemedir.

Spark plazma veya kıvılcımlı sinterleme, kalıp ve toz yatağının doğrudan dirençle ısıtılmasıyla, yani elektrik enerjisinin anlık arkların oluşturmasıyla düşük sıcaklıklarda ve düşük sürelerde sinterleme işlemidir [6, 7].

Suryanara, mekanik alaşımlama ve öğütme adına kapsamlı çalışmalar yapmış; mekanik alaşımlama parametrelerini belirlemiş, yağlayıcıların görevlerini tanımlayarak, eklenmesi gereken oranlarını belirtmiştir [4].

(Şimşir, 2000) çalışmasında, Al-%5 Cu içeren tozlara sıcak presleme işlemi uygulamıştır. Bu işlem parametreleri 450-600°C aralığında, belirli ısıtma hızlarıyla, 25-50 MPa basınç altında, 10 dk süre ile 400°C'de sıcak olarak preslemiş, yavaş ısıtma hızının (3°C/dk) sıcak preslemenin önemli bir parametresi olduğu kanaatine varmıştır [8].

(Lumley ve Schaffer, 1998), Al-%4 Cu içeren tozlara ağırlıkça %0,5 stearik asit ekleyerek 20 dk. Süre ile Turbula tipi karıştırıcıda karıştırmıştır. Ardından azot gazı atmosferinde 250 MPa basınçla preslendikten sonra, 10°C/dk hızla ısıtılarak 20 dakika süreyle 300°C'de yağlayıcı uzaklaştırma işlemine tabi tutmuşlardır. 600°C'de 40 dk sinterleme işlemi uyguladıktan sonra T4 ısıl işlemi uygulamışlardır. Yoğunluk ve gözenek boyutlarının,

sinterlenmiş alüminyum-bakır alaşımlarında mukavemeti düşürücü etkileri olduğuna ancak bu düşüşün başka değişkenlere de bağlı olduğu kanaatine varmışlardır [9].

(Aksenov ve diğerleri, 2006), mekanik alaşımlamanın çeşitli aşamalarında Al-Cu-Mg ve Al-Si-Cu-Fe sistemlerinin çok bileşenli alüminyum alaşımlarına dayanan kompozit malzemelerin yapısını çeşitli yöntemlerle incelemişlerdir. Al-%4 Cu ve %1,5 Mg içeren ve başka içeriklerdeki toz karışımlarına SiC takviyesi ile planet tipi değişimde Argon gazı atmosferinde, 1 ve 2 saat sürelerle mekanik alaşımlama işlemi uygulamışlardır. Çalışmanın sonucunda oksijen miktarının, mekanik alaşımlama süresi ve hava teması ile arttığını; güçlendirilmiş oksit parçacıklarının varlığı alüminyum matrisinde sentezi kolaylaştırdığı bulunmuştur [10].

(Fogagnolo ve diğerleri,2006), çalışmalarında elementel haldeki Al ve Cu tozlarını Al-%4,5 Cu alaşım tozu üretmek için; 2, 4, 6, 8 ve 10 saat sürelerde 1000 dev/dk hızda, 10/1(bilya/toz) oranıyla yüksek enerjili öğütme işlemine tabi tutmuşlardır. Üretilen tozları karakterize ederek, bakırın çökelti mi yoksa küçük parçacıklar mı olduğunu araştırmayı amaçlamışlardır. Sonucunda Al_2Cu çökeltisinin 160-230°C aralığında oluştuğunu tespit ederek, öğütme süresi ve tavlama sıcaklığına göre bu çökeltilerin boyutlarının değiştiği sonucuna ulaşmışlardır [11].

(Meluch, 2009), yaptığı çalışmada Alumix 123 (yağlayıcısız) tozunu kullanarak sinterlenmiş parçaların yoğunluğunu artırmak amacıyla sıcak ve soğuk sıkıştırma yöntemlerini kullanmıştır. Ayrıca iki farklı yağlayıcı da ilave ederek ham haldeki parça özelliklerine de etkilerini araştırmıştır. Al tozlarına; 60, 80, 110°C’de sıcak ve oda sıcaklığında soğuk sıkıştırma uygulayarak tüp fırında sinterleme işlemi gerçekleştirmiştir. Sonrasında, elde edilen bu numunelere 5 saat süreyle 200°C’de T6 ısıl işlemi uygulamıştır. Sonuç olarak, sıcak sıkıştırma ile elde edilen numunelerde, oda sıcaklığında elde edilenlere kıyasla daha düşük basınçla aynı mekanik özelliklere erişildiğini tespit etmiştir. Sıcak sıkıştırılmış numunelerin mekanik özelliklerinin daha iyi, yoğunluklarının daha yüksek olduğu sonucuna varmış ve sıcak sıkıştırmanın tozların akma dayanımını artırdığını ve kalıp duvarı ile sürtünme kuvvetini azalttığını tespit etmiştir [12].

(Devaraj ve diğerleri, 2013), sinterleme sıcaklığının yoğunlaştırma mekanizmasına, Al-%4,5 Cu alaşımının kıvılcım plazma sinterleme (SPS) türünün mekanik özelliklerine

etkisini araştırılmışlardır. Boyutu 10 ila 500 um arasında değişen toz parçacıklarına 30 MPa basınçta 400, 450 ve 500°C'de spark plazma sinterleme işlemine tabi tutmuşlardır. Sonucunda 500°C'de sinterlenmiş olan numunenin, düzgün bir dağılım ile tamamen yoğun mikroyapı sergilediği sonucuna ulaşmışlardır. 500°C'de sinterlenmiş numune; en yüksek sertlik ve mukavemet değerine de ulaştığını gözlemlemiş ve bunu mikroyapının ince tanecik dağılımıyla ilişkilendirmişlerdir [13].

(Yang ve Qian, 2015), çalışmalarında ön alaşımlı Ti-6Al-4V tozunu kullanarak, spark plazma sinterleme ve sıcak presleme metodlarını karşılaştırmıştır. Bu çalışma sonucunda, her iki yönteminde gözeneksiz ürün üretilmesinde etkili olduğuna, toz partikül deformasyonunun yine her iki yöntem için yoğunlaşmada önemli bir etken olduğuna ve darbeli elektrik akımının yoğunlaşma üzerinde çok az etkisi olduğu sonucuna ulaşmışlardır. İki yöntem arasındaki en önemli farkın, çözünen homojenliği olduğuna, SPS yönteminin homojen yapıya ulaşmasını daha hızlı sağladığına, SPS yönteminde üretilen ısının SP yöntemine göre Titanyum ve alaşımları için daha avantajlı olduğu kanaatine varmışlardır [14].

Bu çalışmada, ön karışıklı Alumix 123 tozuna ayrı ayrı ağırlıkça %1,5 Çinko Stearat ve %2 oranında Stearik Asit yağlayıcıları eklenerek mekanik alaşımlama sürecine etkileri araştırılmıştır. MA yöntemi ile elde edilen tozlardan T/M yöntemiyle Sıcak Presleme ile ve Spark Plazma Sinterleme ile kompakt numuneler üretilmiş, MA etkisinin ve presleme türünün T/M parça özelliklerine etkisi araştırılmış ve kıyaslanmıştır.

2. TOZ METALURJİSİ

Genel olarak toz metalurjisi metal tozlarının T/M parçaların üretimine ve çeşitli işlemlerden geçirilerek yararlı mühendislik ürünlerine dönüştürülmesi ile ilgilenir. T/M ve parçacıklı malzeme uygulamaları net şekle sahip parça üretimine olanak tanır. Ancak T/M, döküm yönteminin düşük sıcaklık sınırlandırmasına dâhil olmayarak hemen hemen her malzemeye uygulanabilir. Özellikle sıkıştırma sırasında şekil değişimini az gerektirdiği için, düşük sünekliğe ait metallere daha çok uygundur [3].

T/M'nin pek çok avantajı mevcuttur. Mesela karmaşık geometriye sahip parçaların üretimi için; kısa sürede daha çok üretebilme, otomasyona uygun olma ve boyut toleransını sağlayabilme gibi özelliklere sahiptir. Daha çok üretim için de maliyet önemli bir etkidir.

Birkaç farklı özeliği barındırabilme, mikroyapıda bu uygunlukları sağlayabilme ve kompozit üretiminde yeterlilik sağlayabilme yine bu yöntemin avantajları arasında gösterilir.

T/M yöntemiyle üretilen bazı ürünler örneğin refrakter metaller, farklı yöntemlerle üretilmesi zor olduğu için bir nevi bu yöntem zorunluluktur. Örneğin, ergitilmesi mümkün olmayan seramik malzemeler gibi malzeme tozlarından T/M yöntemi ile endüstriyel parçalar üretilir. Ergime sıcaklıkları yüksek olan metallere yüksek sıcaklıklara ulaşılabilmesi gibi kolaylıklar sağlar [3, 6]. Toz metalurjisi ile üretim toplam dört aşamadan oluşmaktadır. Bu aşamalar tozların üretilmesi, preslenmesi, sinterlenmesi ve bitirme işlemleridir [15].

Toz Metalurjisi (T/M) ile endüstriyel parça üretimi;

1. Metal tozu üretilmesi
2. Tozların karıştırılması
3. Sıkıştırma (Presleme)
4. Sinterleme
5. İkincil işlemler aşamalarından oluşur.

2.1. Metal Tozu Üretim Yöntemleri

Metal tozu üretim yöntemleri; mekanik, elektroliz, kimyasal, atomizasyon yöntemi, buharlaştırma yöntemi ve özel üretim yöntemleri olmak üzere altı tanedir.

2.1.1. Mekanik üretim yöntemleri

Mekanik üretim yöntemi aşağıda belirtilen dört ana yönteme sahiptir.

- a) Talaşlı İmalat
- b) Öğütme
- c) Aşındırarak Öğütme ve Mekanik Alaşımlama
- d) Darbe Teknikleri [6].

2.1.2. Elektroliz ile üretim yöntemi

Bu yöntemde elektroliz hücresinin katodu üzerinde element tozları biriktirilir. Hammadde anotta çözünerek katot üzerinde birikir. Bu yöntemin en önemli özelliği üretilen tozların yüksek saflığa sahip olmalarıdır [6, 16]. Elektroliz yöntemiyle üretilen tozlar karakteristik olarak dendritik yapıya sahiptir [5]. Bu yöntemin temel parametreleri metal iyonu yoğunluğu, elektrolitin iletkenliği, sıcaklık, voltaj, akım yoğunluğudur [17].

2.1.3. Kimyasal üretim yöntemleri

Bu yöntemde çoğu malzeme toz şeklinde üretilmektedir. Kimyasal üretim yöntemleri beş alt başlıkta incelenmektedir.

- a) Katının gazla bozulması
- b) Isıl bozunma
- c) Sıvıdan çökelme
- d) Gazdan çökelme
- e) Katı - Katı Tepkimeli sentez [6,18].

2.1.4. Atomizasyon yöntemleri

Atomizasyon yöntemi, ergitilmiş sıvıya ve bu sıvının damlacıklara parçalanması prensibine dayanmaktadır [6]. Eriyik atomizasyonun ve sonraki metalürji süreci ile

kullanımının boyut kısıtlamalarına engel olmanın mevcut yollarından biridir [19]. Atomizasyon, düşük yatırım maliyet, saflık derecesi yüksek tozların üretilebilirliği, tozların özelliklerinin kontrol edilebilirliği ve seri üretime uygunluğu nedeniyle tercih edilen bir yöntemdir [20]. Dört farklı yöntemi vardır.

- a) Gaz atomizasyonu
- b) Sıvı ve su atomizasyonu
- c) Savurmalı atomizasyon
- d) Plazma atomizasyonu[6].

2.1.5. Ön karışımli ve ön alaşımlı tozlar

Tozlar kimyaları bakımından üç gruba ayırabilir. Bunlar elementel tozlar, ön alaşımlı tozlar ve ön karışımli tozlardır. Elementel tozlar, yüksek saflık derecelerine sahiptir. Ön alaşımlı tozlar; içeriklerine ve kullanılan üretim yöntemine bağlı olarak çeşitli fazları alaşım olarak içerebilir, ön karışımli tozlar ise iki veya daha fazla sayıda elementel tozun yalnızca karıştırılarak toz parçacık yapısı içinde alaşım halinde bulunmadığı tozlardır [5, 6].

2.2. Metal Tozların Karakterizasyonu

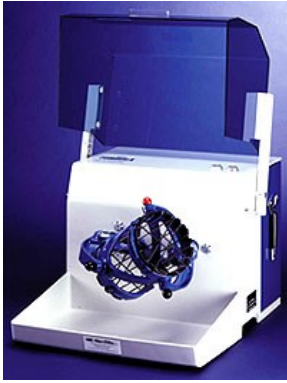
Genel olarak toz metalürjisinde karakterizasyon teknikleri parçacık boyutu, şekli, yüzey alanı, paketlenme ve akış gibi özellikleri incelenmektedir [21]. Tozları tanımlamak için uygun olan ölçümlerin tamamının yapıldığı nadir olarak görülmektedir. Bu tekniklerdeki hedef üretim sürecini takip ederek standart bir ürün elde etmektir. Toz karakterizasyonunda genellikle, taramalı elektron mikroskobu, standartlar ile karşılaştırmak için yeterli olan sonuçları vermektedir. Bazı malzemelerde örneğin ön karışımli ve ön alaşımlı tozlarda ikinci fazlar veya kalıntılar için ek olarak metalografi teknikleriyle de incelenmesi gerekmektedir [6, 22].

Parçacık boyut ölçümü; mikroskop ile inceleme, eleme, sedimentasyon, ışık saçılımı ve kırınımı, elektriksel alan algılaması, ışık engelleme, X-Işını teknikleri ve bu tekniklerin karşılaştırılması şeklinde sınıflandırılabilir [21]. Sedimentasyon metodunda bir sıvı veya gaz içerisinde çöken tozlar, parçacığın boyutu ve akışkanın viskozitesine bağlı olarak hıza ulaşmakta, bu ulaşılan son hız ile (çökme hızı) parçacık boyutu hesaplanmaktadır.

Tozların kimyasal karakterizasyonu için, yaş analiz, emisyon veya alev spektroskopisi, atomik absorpsiyon, X-ışını kırınımı veya X-ışını floresan teknikleri kullanılmaktadır [6].

2.3. Tozların Karıştırılması

T/M'de karıştırma terimi, iki veya daha fazla kimyasal bileşime sahip tozların karıştırılması işlemidir. Bu karıştırma işlemi tozların homojen hale gelmesini sağlar. Belirli bir yörüngede periyodik hareketler yaparak karıştırma işlemi gerçekleştiren cihazlardan biri Resim 2.1'de verilmiştir [23, 6].



Resim 2.1. Turbula Shaker-Mixer karıştırma cihazı

2.4. Metal Tozlarının Sıkıştırılması (Preslenmesi)

Yığın tozlar; istenilen şekil ve yoğunluğa, sıkıştırma ve şekillendirme işlemleri ile dönüştürülür. Harici bir basınç uygulanıp uygulanmaması genelde süreçler arasında ayrım yapmaktadır. Bazı süreç değişkenleri, şekillendirme işlemini sinterleme adımıyla birleştirir ve bir ön biçimlendirme yerine sinterlenmiş parça ile sonlanır [17]. Sıkıştırma ve şekillendirme, gevşek halde bulunan tozların mukavemet kazandırılarak malzemenin özelliklerini taşıyabilecek bir kütleye dönüştürülme işlemidir [16]. Birçok sıkıştırma işlemi ise kalıp içerisinde tek eksenle basınç uygulanarak gerçekleştirilmektedir [6].

2.4.1. Sıkıştırma teorisi

Sıkıştırma işleminde tozlara basınç uygulandığında; önce parçacıklar birbiri üzerinden kayar, bu kaymayı takiben yüksek basınç değerleri altında parçacığın şekil değiştirmesi ile yoğunlaştırılırlar. Genel olarak sıkıştırma teorisi ise parçacık deformasyonu aşamalarındaki

sınıflandırmalara denk düşmektedir. Bu sınıflandırmalar; parçacıkların etkileri, malzeme özelliklerinin etkileri, parçacıklarda meydana gelen şekil değişiklikleri gibi malzemeye bağlı olurken, bazen de kalıp yüzeyinin sürtünmesi gibi olumsuz durumların açığa çıkardığı yoğunluk gradyanları oluşumlarına da bağlı olmaktadır [6].

2.4.2. Sıkıştırma yöntemleri

Kalıpta sıkıştırma

Tozların kalıp içinde sıkıştırılması, geniş bir uygulama seçenekleriyle imalat sürecinde kullanılmaktadır. Bu yöntem, son işlem süreçlerini minimize eder veya tamamen net şekle yakın parça üretimi için avantaj sağlar [24]. Sıkıştırma işleminde, basınç uygulandıkça parçacıklar yerleşerek, şekil değiştirmekte ve ardından bağ oluşturmaktadır [6]. Bu değişim parçacıkların sertlik değerlerini değiştirdiğinden, devam etmesi için daha yüksek basınç gerekmektedir. Bu işlem sonunda sıkıştırılmış toza “ham parça” adı verilmektedir ki bu terim sinterleme işleminden önce sıkıştırma işleminden sonraki malzemeyi tanımlamaktadır. Bu basınç destekli sıkıştırma şekillendirme işlemleri, sıcak ve soğuk olarak sınıflandırabilmektedir [17]. Çoğu durumda soğuk presleme oda sıcaklığında gerçekleştirilir. Sıcak sıkıştırma ise yükseltilmiş sıcaklıklarda gerçekleştirilir [25].

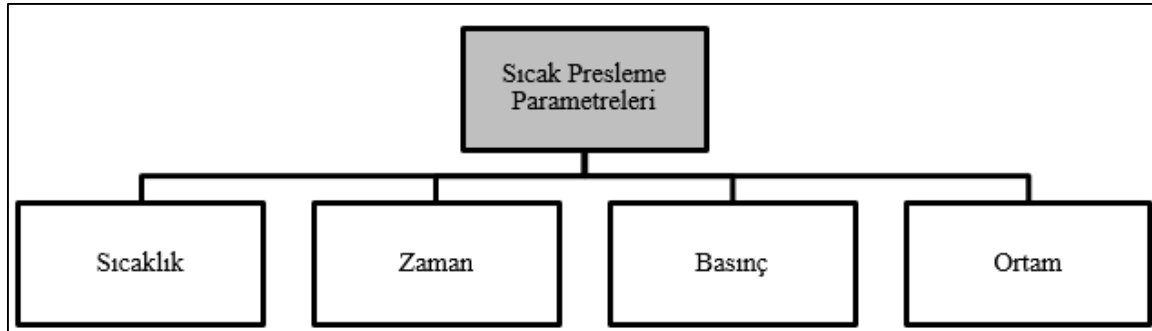
Sıcak presleme (sıkıştırma)

Bazı yöntemlerde kalıp içerisinde sadece sıkıştırma işlemi gerçekleşir yani başka bir ortamda preslenmiş malzemeye sinterleme işlemi uygulanır. Sıcak presleme yönteminde ise aynı kalıp içerisinde hem sıkıştırma hem de sinterleme işlemi gerçekleştirilir. Bu işlemde, toz malzemenin yüksek sıcaklık deformasyon mekanizmaları, geliştirilmiş işlem sıcaklığının ve basıncın eşzamanlı uygulanmasıyla aktive edilir. Sıcaklık ve basıncın aynı anda uygulanabildiği bir yöntem olan sıcak presleme, T/M parçaların üretiminde kullanılmakta ve teorik yoğunluğa ulaşmayı mümkün kılmaktadır [5, 26]. Sıcak sıkıştırma tekniklerinin çoğu, toz kompaktının birleştirilmesinin yanı sıra nihai şekillendirmeyi içerir [17,25].Sıcak presleme, sinterleme sırasında istenmeyen şekilde davranış gösteren malzemeleri yoğunlaştırmada, tam yoğunluğa ulaşmakta kullanılan yöntemlerden biridir [5].

Şekillendirme ve sinterleme işlemleri aynı kalıp içerisinde ve birlikte gerçekleştirildiği için, hem zamandan tasarruf edilir hem de yüksek yoğunluğa sahip parçalar üretilir. Soğuk sinterlemeye göre bazı avantajlar sağlayan bu yöntem, başlıca mekanik özelliklerde iyileşmelere sebep olur [26].

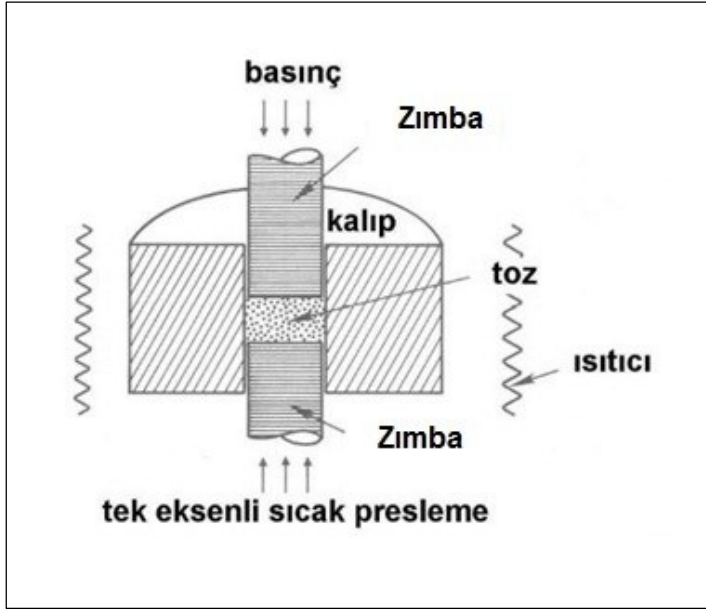
Bu yöntemde, gerekliliğinden dolayı basit geometride parçalar üretilir. Bu yöntemdeki zorluk, toz numune ile reaksiyona girmeyen kalıp malzemesi bulmaktır [27]. Diğer yandan takım malzemesi seçimi, mukavemet değerleri ve presleme koşullarına göre de seçilmelidir. Yani hangi numuneye sıcak presleme işlemi uygulanacak ise, takım malzemesi de ona göre seçilmelidir. Örneğin grafit, 2500°C'lere kadar sıcak preslemeyi mümkün kılan bir malzemedir [5, 6].

Sıcak presleme bazı parametrelere önemli ölçüde bağlıdır. Bunlar Şekil 2.1'de verildiği gibi sıcaklık, zaman, basınç ve işlemin uygulandığı ortam olmak üzere dört tanedir [5].



Şekil 2.1. Sıcak presleme parametreleri

Kalıp içerisinde yapılan sıkıştırmaya benzer bir şekilde, Şekil 2.2'de gösterildiği şekilde tek eksenli basınç ve ısıtma işlemi uygulanarak yapılır [28].



Şekil 2.2. Sıcak preslemenin kesit görünüşünün şematik gösterimi

Sıcak preslemede işlemler şu şekilde birbirini takip eder;

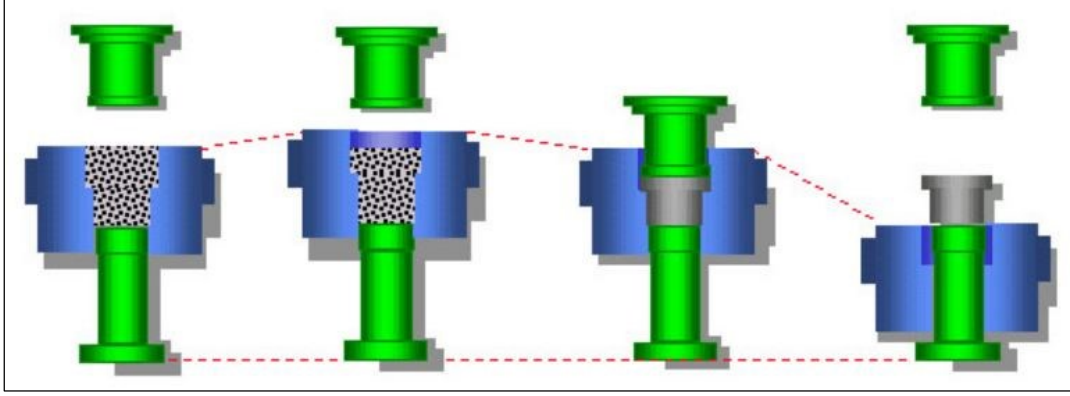
1. İlk olarak karışım toz kalıp içerisine yerleştirilir.
2. Kalıp, belirlenen sıcaklığa; direnç, indüksiyon veya dış ısıtıcılarla getirilir.
3. Basınç uygulanır.
4. Sinterleme işlemi için uygun sıcaklığa ulaşıldığında, yeterli sürede sıcaklık korunarak beklenir.
5. Basınç altında, oda sıcaklığına soğutulur [5].

Bu işlemler gerçekleştirilirken, yoğunlaşmanın başlangıcı plastik akış ve parçacıkların yeniden düzenlenmesiyle gerçekleşir. Gerilme, akma gerilmesinin altına geldiğinde, yoğunlaşmanın da doğru orantılı artıp artmayacağı, tane sınırlarına ve numunelerin yayılım oranlarına bağlı olarak değişir [6].

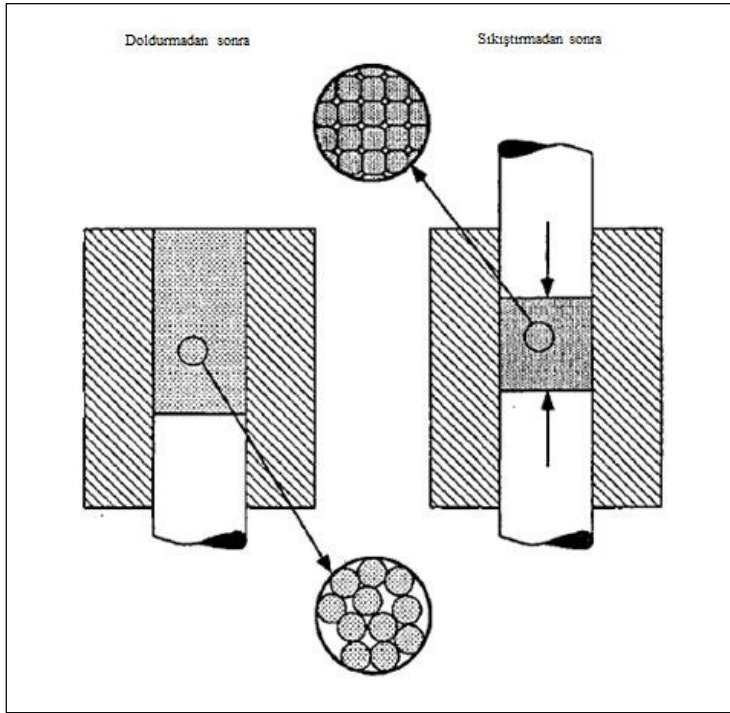
Soğuk sıkıştırma

T/M sürecinin ilk adımı olan sıkıştırma, doğru şekilde gerçekleştirildiğinde ham parça özelliklerini de etkiler. Ham yoğunluk değerleri de sinterleme sonrasındaki değerleri etkiler. Soğuk sıkıştırma işlemi, tozların gevşek düzenden yeniden düzenlenmesiyle oluşur. Uygulanan basıncın artışıyla, taneler arasındaki temas artar ve plastik deformasyon gerçekleşir. Ham mukavemet bu temas alanı miktarıyla orantılıdır [17, 29]. Soğuk

presleme işlemi Şekil 2.3’de ve sıkıştırma sırasında tanelerdeki değişiklikler Şekil 2.4’de verilmiştir [17, 30].



Şekil 2.3. Soğuk sıkıştırma kademeleri



Şekil 2.4. Sıkıştırma sırasındaki değişiklikler

İzostatik sıkıştırma

Bu yöntem büyük, uzun, ince veya kalıpta sıkıştırılarak homojenliği mümkün olmayan parçaların üretiminde kullanılmaktadır. Presleme, statik sıkıştırma için kullanılan presleme ekipmanı kullanılarak normal metalürjik kalıplara benzer bir sıkıştırma kalıbı içinde gerçekleştirilir. Bu yöntemde kalıp kaynaklı sürtünme olmadığı için daha yüksek

yoğunluklu parçalar üretilmektedir. Bu yöntemde temel mekanizma tozların bir akışkan basıncıyla preslemedir. Sıcak ve soğuk olarak iki şekilde gerçekleştirilmektedir [6, 26].

Homojen olarak yoğunlaştırılan tozlar için en etkili yöntemlerden biri soğuk izostatik preslemedir. Soğuk izostatik preslemede, sıvı basınç ortamı olarak kullanılır. Sıvılar, yüksek hidrostatik basınç koşulları altında katı maddelerden daha az sıkıştırılabilir ve iyi bir basınç iletimi özelliğine sahiptir [32].

Yüksek enerjili sıkıştırma

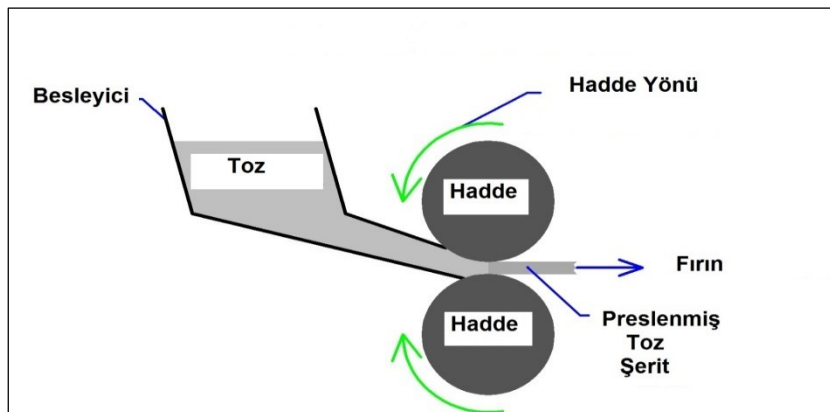
Bu yöntem bazı malzemelerden tam yoğunlukta ham parça oluşturmak için geliştirilmiş olup, çok yüksek basıncın kısa sürede uygulanması ile gerçekleştirilir [6].

Titreşimle sıkıştırma

Titreşim, tozlarda daha yüksek yoğunlukların elde edilmesinde etkili olabilmektedir. Bu nedenle, titreşimli bir toz için gereken sıkıştırma basıncının gelişigüzel doldurulmuş bir toz için gerekli olandan daha düşük olması beklenmektedir. Yani bu metot sadece basınç uygulamasıyla oldukça az yoğunlaştırılabilen sert tozlar için geçerlidir [18].

Toz Haddeleme

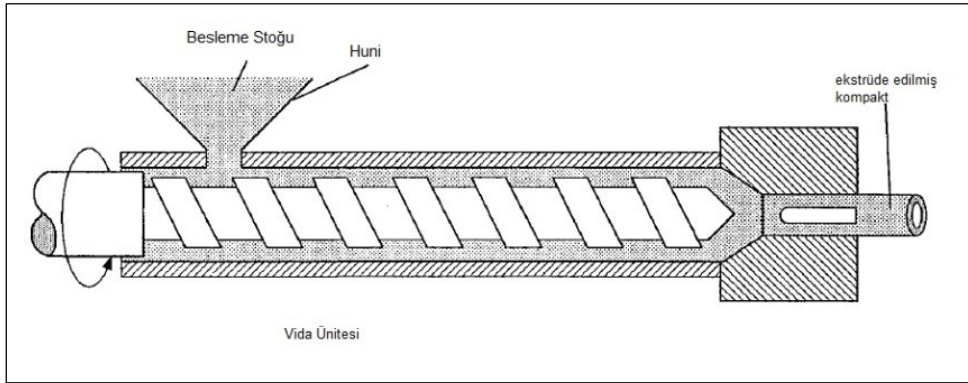
Haddeleme, Şekil 2.5’de görüldüğü şekilde ters yönde dönmekte olan merdanelerin arasından ısıtılmış metalin geçirilmesinden oluşur. Bu yöntem, kalınlık düşürme veya kesit değiştirme süreçlerinden de biridir [33, 34].



Şekil 2.5. Toz haddeleme işlemi

Toz ekstrüzyonu

Toz ekstrüzyonu, tuğla ve fayans, seramik gibi geleneksel seramik ürünlerinin üretiminde, Toz metalürjisinde ise sert metal delme aletleri gibi malzemelerin üretiminde kullanılmakta olan bir teknolojidir. Enjeksiyonla kalıplamaya benzer biçimde, tozun bir piston veya vida tarafından kalıbın içine zorlandığı bir yöntemidir. Şematik olarak Şekil 2.6’da verilmiştir [17].



Şekil 2.6. Toz ekstrüzyon elemanları

Toz enjeksiyon kalıplama

Toz enjeksiyon kalıplama, alternatif yöntemlerle üretmenin daha yüksek maliyetli olacağı, metal veya seramik tozlarından, hassas toleranslı ve işlenmesi güç parçaları üretmekte kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntemle elde edilen parçalar, diğer yöntemlerle üretilenlere göre daha yüksek yoğunluklara sahip olabilmektedir [35].

2.5. Sinterleme

Sinterleme, yüksek sıcaklıklarda pişirme işlemiyle ve yayınma mekanizmasıyla toz haldeki parçaların bir araya getirilmesi işlemidir [3].

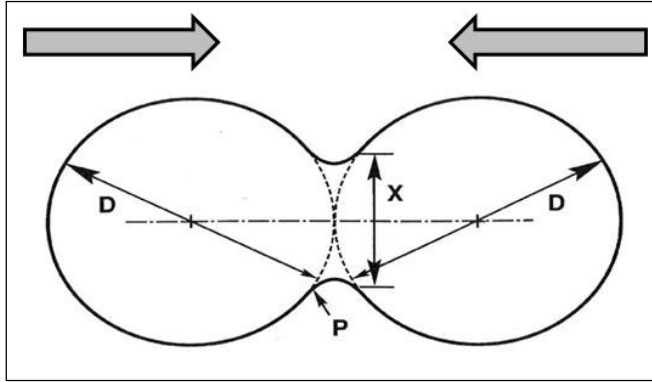
2.5.1. Sinterlemenin esasları

Sinterlemenin esasında, yüksek sıcaklıklarda yayınım mekanizması ve küçük parçacıkların yüzey enerjisini azaltması bulunur [6]. Esas olarak sinterlemede, itici güçler,

mekanizmalar ve aşamalar mevcuttur. Bu bölümde genel olarak bu parametrelerden bahsedilecektir.

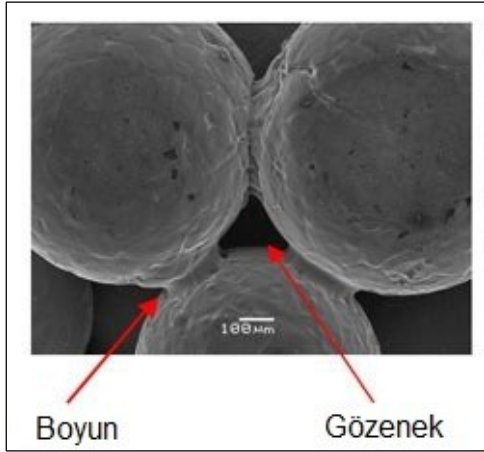
Sıkıştırılmış yani preslenmiş fakat sinterlenmemiş “ham” olarak adlandırılan numunelerde tozların bir arada bulunması mevcuttur fakat sinterleme sonrasında asıl mukavemet değerine ulaşılır. Bu mukavemet değerini sağlayan sinterleme esnasında oluşan toz parçacık temasları, atomlar veya iyonlar arasındaki bağların oluşumu düzenli bir kafes yapısına neden olmasıyla gerçekleşir. Sinterleme tek bileşenli veya birden çok bileşen sistemli olabilir. Sinterleme; malzeme taşıma mekanizmalarını, gaz-katı etkileşimlerini ve kimyasal reaksiyonları içerir [6, 17].

Sinterleme sırasında atomların hareketleri gözlemlenemediğinden hacimsel değişikliklerden faydalanarak çeşitli değişimler açıklanır. Bunlardan birisi de boyun büyümesidir. Şekil 2.7’de iki küresel parçacık arasında boyun oluşumu şematik olarak verilmiştir [36]. Burada boyun çapı “ x ”, parçacığın çap değeri “ D ” ve boyunun dairesel yarıçapı “ P ” dir. Yani Şekil 2.7’de gösterilen şematiğe dayanarak boyun büyüklük oranı X/D değeri olarak ifade edilir.



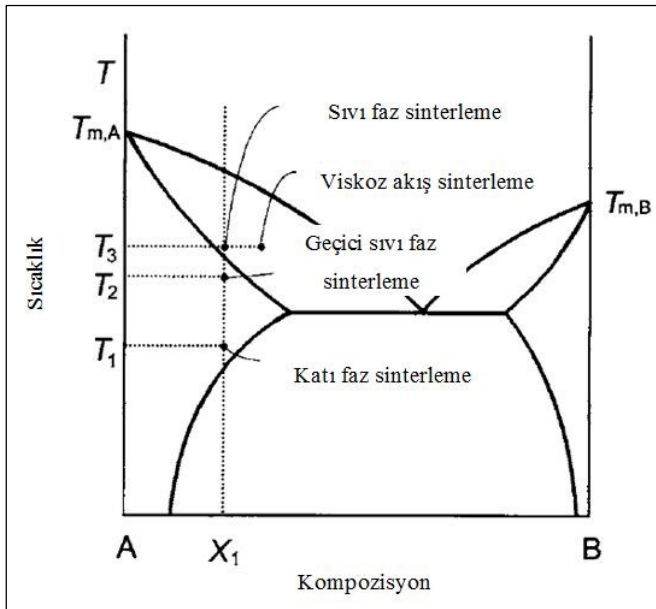
Şekil 2.7. Küresel parçacıklar arasında boyun oluşumu

Resim 2.2’de ise küresel metal tozların sinter sürecindeki boyun oluşumunun SEM görüntüsü verilmiştir [37].



Resim 2.2. Sinterleme sırasında boyun oluşumunun SEM görüntüsü

Sinterleme mekanizmaları genel olarak iki şekilde sınıflandırılarak incelenir. Bunlar katı hal ve sıvı faz sinterlemedir. Katı hal sinterleme, sinterleme sıcaklığında yoğunlaşmanın tamamen katı olduğunda, sıvı faz sinterleme ise, sinterleme sırasında bir sıvı faz oluşuyorsa meydana gelir. Şekil 2.8’de katı, sıvı ve diğer sinterleme türlerinin şematik olarak faz diyagramında gösterimi verilmiştir [38]. X_1 kompozisyonunda T_1 sıcaklığında katı hal sinterleme, T_3 sıcaklığında ise sıvı faz sinterleme gerçekleşir [38].



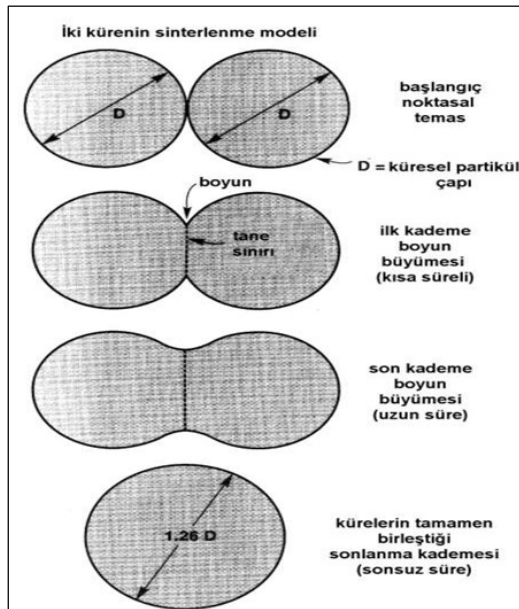
Şekil 2.8. Sinterleme çeşitlerinin faz diyagramında şematik olarak gösterimi

Katı hal sinterleme

Katı hal sinterleme için itici kuvvet, yüzeydeki serbest enerjinin fazlalığıdır. Herhangi bir metal veya farklı bir sinterleme koşulu için farklı aşamalar, farklı kuvvetler veya farklı mekanizmalar olabilir [5].

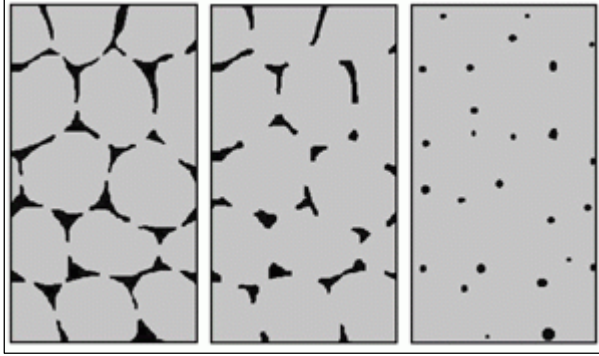
Şekil 2.7’de verilen boyun oluşması mekanizmasına dayanarak parçacıkların yüzeylerinin kavisli oluşlarına, kavis yarıçaplarına göre farklı şekilde denklemler ile gerilmeler ifade edilir. Bu denklemler sonucunda genel olarak; daha küçük boyuta sahip parçacıkların yani tane boyutu küçük olan parçacıkların daha kolay sinterlenebildiği sonucuna ulaşılır. Başka bir deyişle, Şekil 2.7’de gösterilen boyun bölgesinin hacminin parçacığın çapına göre değiştiğidir.

Şekil 2.9’da iki küre sinterleme şekli şematik olarak verilmiştir [36]. Üst kısımda belirtildiği gibi noktasal olarak temas ile başlayan bağlanmayı boyun büyümesi takip eder. İşlem devam ettikçe aradaki bağlar büyüyerek birleşir. Başlangıç çapının 1,26 katı olana kadar da bu işlem devam eder. Bu model, iki küre sinterleme modeli olarak adlandırılır.



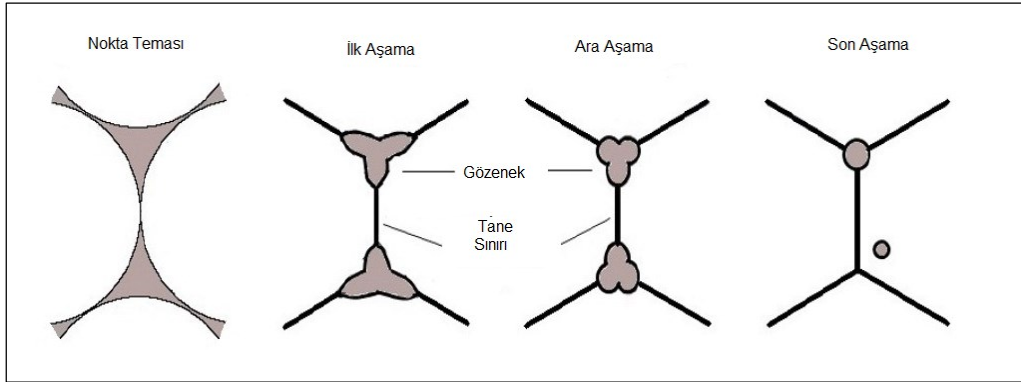
Şekil 2.9. İki küre sinterleme modeli

Katı hal sinterleme, mikro yapıdaki değişiklikler göz önünde bulundurularak üç aşamada gerçekleşir. Bu aşamalar ilk, ara ve son aşamadır. Şematik olarak Şekil 2.10'da verilmiştir [39].



Şekil 2.10. Sinterlemenin üç aşamasının şematik gösterimi a) İlk aşama, b) Ara aşama, c) Son aşama

Sinterleme esnasında gözenek şekillerinde de değişimler meydana gelir, bu değişimler şematik olarak Şekil 2.11'de verilmiştir [3].



Şekil 2.11. Sinterleme esnasında nokta teması başlangıcından itibaren gözeneklerin değişimlerinin şematik gösterimi

Sinterlemenin ilk aşaması, her bir parçacık üzerinde birkaç noktada bağımsız boyun büyümesi olarak açıklanabilir [6]. Şekil 2.10'da görüldüğü üzere parçacık temasları sinterleme esnasında köprü oluşturmak için boynlara dönüşür. Hatta sinterleme işleminden önce bu noktalar, nokta yerine küçük tabakalar şeklinde bulunur, bu noktaların değişimleri, sıkıştırma basıncına bağlıdır. Bu aşamada toz parçacıkları ayrı kalır. Tane sınırları çoğunlukla temas düzlemindeki iki komşu parçacık arasında oluşur. Bu aşamada sadece parçacıkların merkezi yaklaşır. Yani sinterleme işlemiyle birlikte, toz kütesinin

basıncının denge basıncını aşmasıyla bir nevi basınç farklılıkları oluşur ve bu da kütle taşınımına sebep olur. Bu taşınım ile parçada yoğunluk değişimi gerçekleşerek çekme meydana gelir.

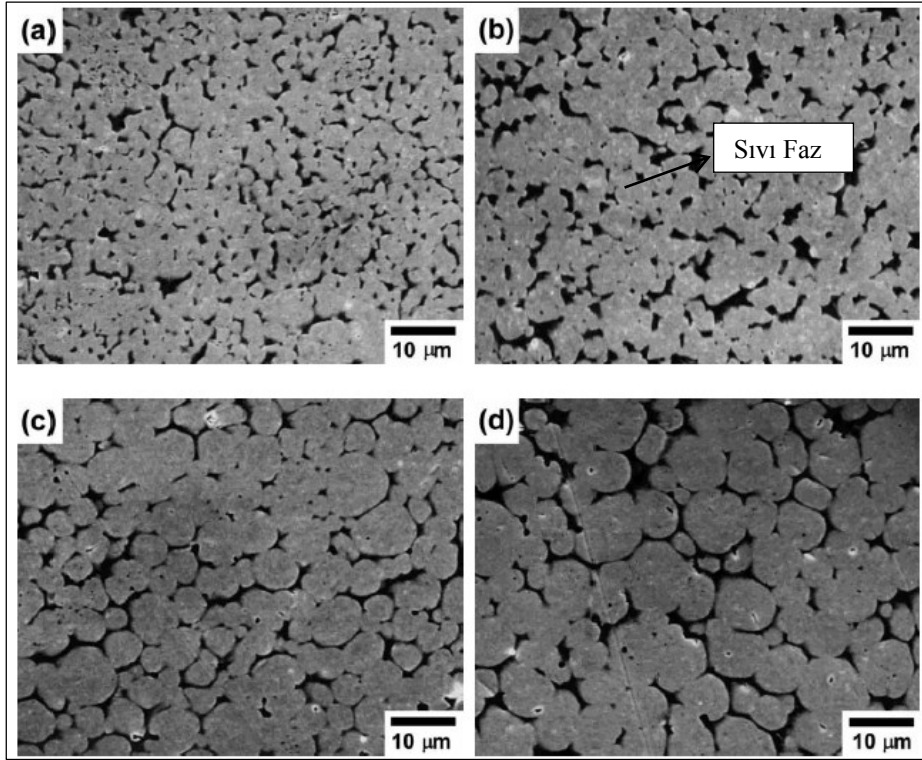
Sinterlemenin ara aşamasında boyun büyümesinden sonra tek parçacıklar yok olur ve gözenekler yuvarlaklaşır ve tane büyümesi gerçekleşir. Yoğunlukta da artış gerçekleşir. Aslında parça özelliklerinde önemli değişimlerin gerçekleştiği aşama ara aşamadır.

Sinterlemenin son aşamasında yoğunluk %90-95'lere yaklaşırken gözenekler kapalı ve küresel haldedir. Kapalı gözenek boşluğu azalır. İzole gözenekler giderek daha fazla yumrusal olur. Şekil 2.11 yukarıdaki verilere dayanarak incelendiğinde, gözeneklerin hacminin azaldığı görülmektedir [6, 17, 40].

Sıvı faz sinterleme

Farklı bileşimdeki tozlar karıştırıldığında sıvı faz sinterleme gerçekleşir. Yoğunlukla sinterleme süresince katı halde bulunan bileşen, sıvı faz içerisinde yüksek çözünürlüğe sahip olmalı ve tersi şekilde sıvının da katı faz içerisinde çözünürlüğü az olmalıdır. Katı hal sinterlemeye göre avantajlarından biri sinterleme süresinin daha kısa oluşudur [41].

Sıvı faz sinterlemenin anlaşılabilirliğini kolaylaştırmak amacıyla bir çalışmadan alınan SEM görüntüsü Resim 2.3'de verilmiştir [42].



Resim 2.3. İki aşamalı sinterlenmiş 93W-5.6Ni-1.4Fe Tungsten ağır alaşımasının iki kademeli sinterleme görüntüleri (a) 1445°C, (b) 1460°C, (c) 1470°C, (d) Katı hal sinterlemesinden sonra 1300 ° C'de 1 saat süreyle 1485 °C

Sıvı faz sinterleme üç aşamada gerçekleşir. Bu aşamalar;

1. Yeniden düzenlenme,
2. Yeniden toparlanma,
3. Birleşme veya katı faz sinterleme şeklindedir [5].

Sıvı faz, malzeme taşınımını ve parçacıklar arasındaki boyunların oluşumuyla yeterli bağın gelişmesini sağlayabilmelidir [43].

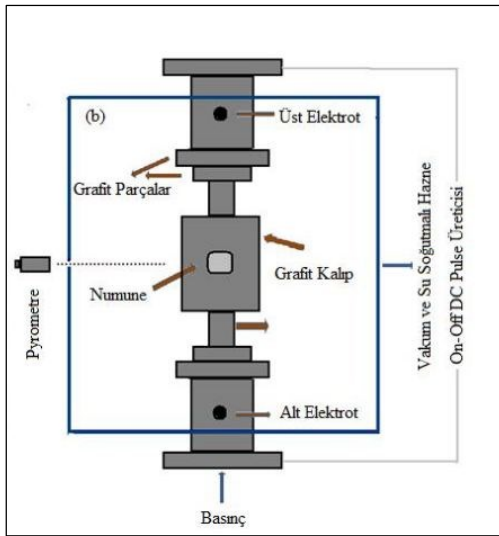
2.5.2. Sinterleme türleri

Spark plazma sinterleme (SPS)

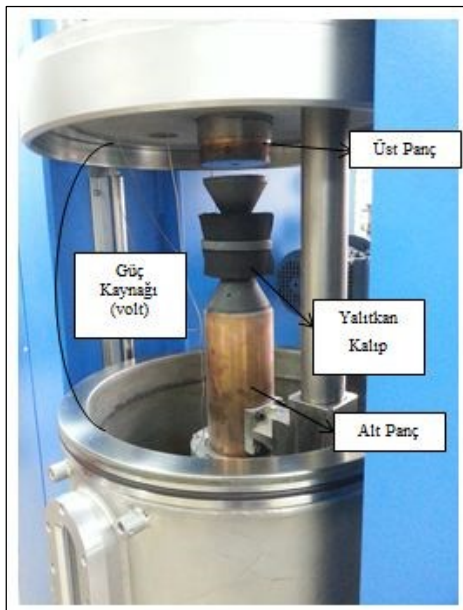
Bazı alaşımlar veya kompozitler için alternatif üretim yöntemlerine çeşitli zorluklar eşlik eder. Örneğin, döküm yolu ile üretilen alaşımların bazılarının mekanik özellikleri düşüktür. Kıvılcım plazma sinterlemesi olarak da adlandırılan spark plazma sinterleme (SPS), bu istenmeyen olumsuzluklara çözüm bulmak için hızlı ve başarılı yöntemlerden biridir[44].

Sıcak presleme yöntemiyle karşılaştırıldığında, SPS yöntemi ile daha kısa sürede ve daha düşük sıcaklıklarda yüksek yoğunluklu numuneler elde edilebilir [45].

Spark Plazma Sinterleme (SPS), grafit kalıp içerisinde yüksek DC darbeli akımın geçişinden kaynaklı ısıtmayı (joule) kullanan eksenel olarak basınç destekli bir işlemdir [46]. Şematik olarak gösterimi Şekil 2.12’de ve cihazın fotoğrafı Resim 2.4.’de verilmiştir [47].



Şekil 2.12. SPS yönteminin şematik gösterimi



Resim 2.4. Spark plazma sinterleme cihazı

SPS yönteminde toz, kalıp içerisinde. Akım, toz parçalarına geçer ve darbeleri oluşu kirliliklerin giderilmesine ve temas noktalarının oluşmasına sebep olur. Yani, akım yoğunluğu ve joule ısı, ayarlanmış olan sıcaklık değerini toz partiküllerinin temas noktalarında aşabilir. Sinterleme ise tam olarak bu noktalarda oluşur ve mikroyapı korunur. Bu akım yoğunlukları ve frekanslar hızlı bir şekilde yoğunlaşmayı sağlar.

SPS yönteminde, parçacık yüzeylerindeki oksit tabakaları da parçalanabileceği için kompakt numunede gözenek oluşumu azdır. Çünkü gözenek oluşumu temas noktalarının varlığı ile sınırlıdır [6, 48]. Spark plazma sinterlemenin bir avantajı da tane büyümesine sebep olan yüksek sıcaklıklarda kısa süre tutulmasıdır [48]. SPS yöntemi geleneksel yöntemlerle sinterlenmesi mümkün olmayan malzemeler için de uygundur. Bu malzemeler Şekil 2.13’de verilmiştir [7, 45].



Şekil 2.13. SPS yöntemiyle üretilebilen malzeme türleri

Mikrodalga sinterleme

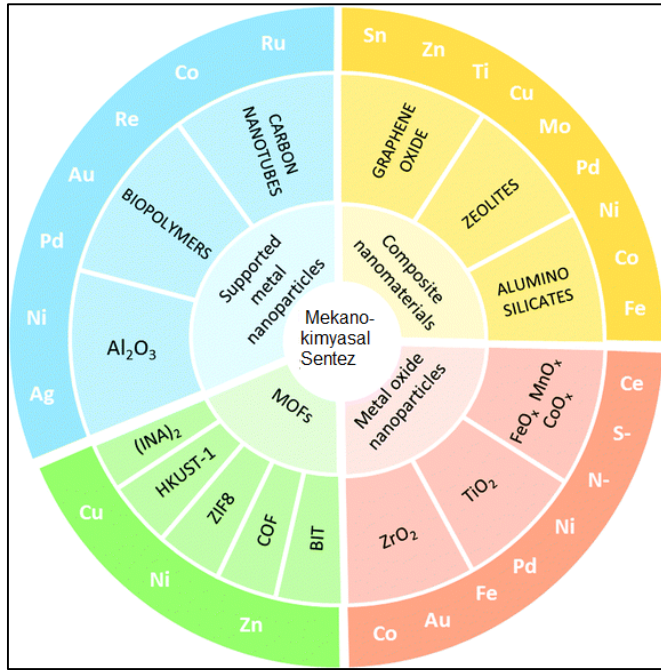
Mikrodalga sinterleme elektromanyetik enerjiyi kullanarak yapılan sinterleme işlemidir. İsminden de anlaşılacağı üzere frekansı mikrodalga seviyesindedir. Klasik sinterleme yöntemlerinden farklı olan mikrodalga sinterleme, hızlı olması bakımından SPS yöntemiyle benzerdir. Klasik sinterleme yöntemlerinde, enerji konveksiyon yoluyla önce

malzeme yüzeyine sonra da iç kısımlarına nüfuz eder. Fakat mikrodalga sinterlemede yüzey daha önce yüksek sıcaklıklara ulaşır, iç kısımlar düşük sıcaklıktadır [49].

3. MEKANOKİMYASAL SENTEZ VE MEKANİK ALAŞIMLAMA

Mekanik alaşımlama ile mekanokimyasal üretim yöntemi, mekanik enerjiden yararlanarak tozların birbiri ile reaksiyona girmesi veya faz geçişleri sağlanması temeline dayanan bir yöntemdir. Yöntemin en önemli özelliği işlem sırasında plastik deformasyon ve kimyasal reaksiyonun eş zamanlı yürümesidir.

Aynı zamanda indirgeme, oksitlendirme, değişim, yeniden şekillendirme ve faz değişimi gerçekleştirme imkânı sunan bu yöntemle, hidrojen depolama malzemeleri, gaz tutucular, gübre ve katalizör gibi geniş bir yelpazede birçok alana hitap eden ürünler üretme imkânı bulunmaktadır. Nanoteknolojide çeşitli kullanım alanları şematik olarak Şekil 3.1’de verilmiştir [50].



Şekil 3.1. Farklı mekanokimyasal sentezlenmiş (nano) malzemeler

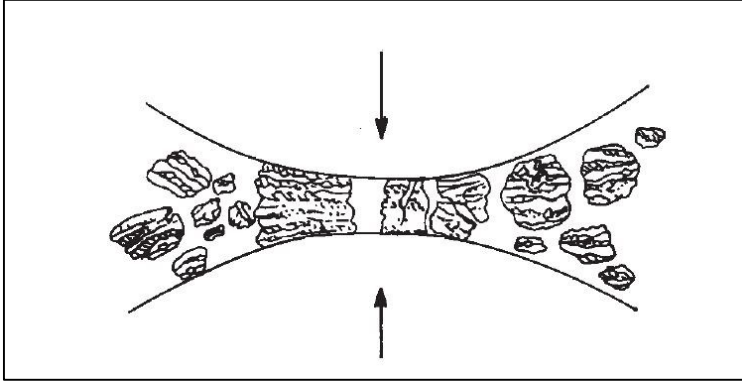
3.1. Mekanik Alaşımlama Tanımlanması ve Mekanizması

Mekanik alaşımlama (MA), yüksek enerjili bir bilyalı değirmen içerisinde tekrar eden kaynaklanma, kırılma ve yeniden kaynaklanma mekanizmalarının tamamını içeren bir katı hal toz hazırlama tekniğidir [4]. Kompozit malzemelerde de kullanılan MA işlemi,

homojen karışımın oluşumunu yine tekrarlı kaynaklanma-kırılma-kaynaklanma aşamalarıyla sağlar [51].

MA'nın esas prosesi, doğru oranda tozların karışımın yüklenmesi ile başlar. MA'daki toz karışımı, her toz partikülünün bileşimi, başlangıç tozu karışımında istenilen oran ile aynı olduğu sabit bir duruma erişilene kadar istenen süre boyunca öğütülür. Mekanik alaşımlama sırasında, parçacıkların boyutu azaldıkça daha fazla birbirlerine bağlanması gerekir. Bu öğütme sürecinde yoğun deformasyon meydana gelir. Mekanik alaşımlama ile ilişkili yoğun deformasyon, atomların dengede olamayacağı pozisyonlara zorlayabilir. İşlem sonucunda ise elde edilen tozlar istenilen mikroyapının elde edilebilmesi için belirli ısı işlemlere tabi tutulur [4].

Mekanik alaşımlamanın mekanizması, öğütme boyunca toz partiküllerinin tekrar eden şekilde, yassılaştırılması, soğuk kaynaklanması, kırılması ve yeniden kaynaklanmasıdır. Her ne zaman bilyalar çarpışırsa aralarında toz tutulur [4]. Şekil 3.2 yüksek enerjili çarpışmasının etkisini iki bilya arasında kalan tozlarda şematik olarak göstermektedir [5].



Şekil 3.2. Çarpışma sırasında iki bilya arasında kalan tozların gösterimi

Öğütme işleminin başlangıç aşamasında kullanılan toz karışımına göre parçacıklar bazen yumuşaktır ve kaynaklanarak büyük parçacıklar oluşturma eğilimleri vardır. Öyle ki, boyutları başlangıç boyutuna göre daha yüksek olabilir. Tam olarak bu aşamada da parçacıklar katmanlı bir yapıya sahiptir. Sürecin devam etmesiyle birlikte devam eden deformasyonla parçacıklar deformasyon mekanizması ile sertleşir ve kırılır. Bu mekanizma ile sağlanan parçalar, güçlü topaklanma sağlayan kuvvetlerin olmayışı ile boyutlarında azalma olabilir. Sonuç olarak ara tabakalar azalır ve parçacık içindeki tabaka sayısı artar.

Enerji çoğunlukla ısı formunda kaybolur, fakat toz parçacıklarının elastik ve plastik deformasyonunda da kullanılır.

Belirli bir süre boyunca öğütme işleminden sonra, ortalama parçacık büyüklüğünü artırma eğilimi olan kaynaklanma miktarı ile parçacık büyüklüğünü azaltma eğilimi olan kırılma oranı arasında bir denge elde edildiğinde kararlı durum dengesi elde edilir. Daha küçük parçacıklar deformasyona karşı koyarak parçalanmadan büyük parçacıklara kaynaklanma eğilimindedir ve bu durum farklı boyutların bir arada olduğu yeni bir ölçü meydana getirir.

MA işleminin başlangıcında, tekrar eden kırılma ve soğuk kaynaklanma tekrarlı mekanizmaların sonucunda çoklu katmanlardan oluşan bir toz oluşur. Bu kuvvetin oluşturduğu plastik deformasyonun etkisiyle, toz partikülleri sertleşir ve kırılmalarına neden olur [4, 52]. Çarpışma toz partiküllerini plastik olarak deforme eder, sertleşmeye ve kırılmaya neden olur. Sonucunda farklı yüzeyler oluşur ve bu yüzeyler parçacıkların birbirine kaynaklanmasına yol açar ve parçacık boyutu artar.

3.2. Mekanik Alaşımlama Süreci

MA sürecinin önemli bileşenleri mevcuttur ve bunlar ham madde, değirmen ve süreç değişkenleridir [4].

3.2.1. Ham madde

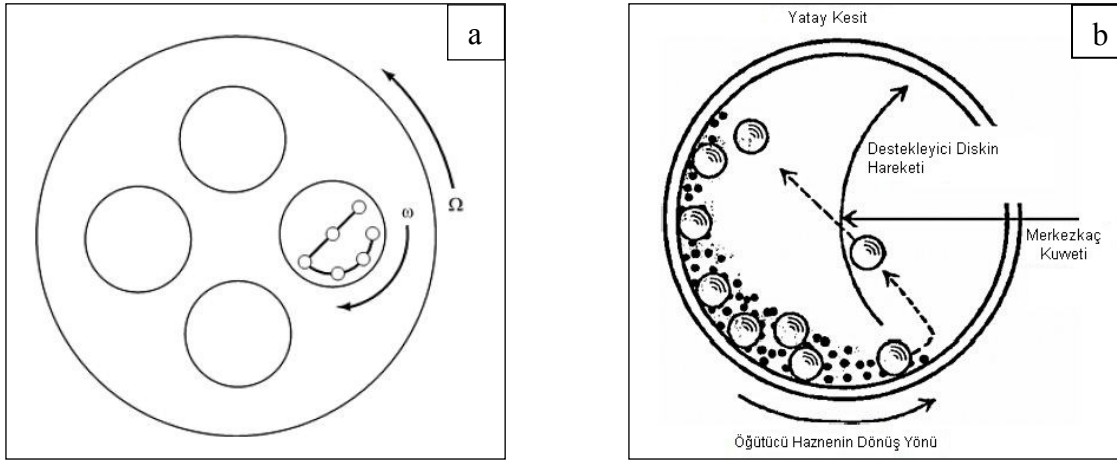
Bu yöntemde yaygın olarak 1-200 mikron aralığındaki ticari saf tozlar kullanılır. Fakat bu parçacık boyutu değeri öğütücü bilya çapı hariç kritik bir değere sahip değildir. Bu hammaddeler saf metaller, alaşımlar, ön karışımli tozlar, ön alaşımlı tozlar ve refrakter bileşenlerinden olabilir [4].

3.2.2. Mil çeşitleri

Mekanik alaşımlamada kullanılan farklı öğütücü tipleri mevcuttur. Bu cihazlar kapasitelerine, soğutma şekillerine ve öğütme verimliliğine göre sınıflandırılır. Bunlar; Spex, planet, atritör, ticari tip olmak üzere dört tanedir.

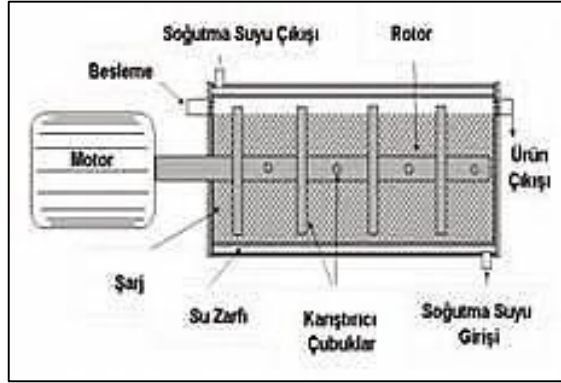
Spex tipi atritör yüksek enerjili atritör çeşitlerinden biridir. Spex tipi atritör, çalkalama-karıştırma mekanizmasıyla çalışan öğütücü tipidir. Numune haznesinin küçük olması sebebiyle yaygın olarak laboratuvar çalışmalarında kullanılır. Sertleştirilmiş çelik, alümina, tungsten karbür, zirkonya, paslanmaz çelik gibi birçok farklı çeşit SPEX tipi değirmende kullanılmak için uygundur [4].

Planet tipi atritör, adlandırılmasından da anlaşılacağı gibi gezegenlerin hareketlerine benzer şekilde kurgulanmıştır. Bir döner disk üzerinde düzenlenmiştir ve özel mekanizması hem kendi eksenini hem de kendisi etrafında dönmesini sağlar [4]. Şekil 3.3’de gösterilmiştir [18].



Şekil 3.3. Planet tipi değirmen ve hareketinin şematik gösterimi a) Planet tipi değirmenin şematik gösterimi. Ω : Hazne açısai hızı ω : Disk açısai hızı, b) Bilyaların haznedeki hareketinin şematik gösterimi

Atritör tipi değirmen, büyük miktarlarda tozun bir defada öğütülebilmesine imkân tanıyan değirmendir. Yatay veya dikey şekilde olabilir. Atritör tipi değirmenin kesit görünüşü ve elemanları Resim 3.1’de verilmiştir [53, 54].



Resim 3.1. Atritör tipi değirmen ve kesit görünüşü a) Union Process Marka HD01/HDDM-01 Model Attritor, b) Atritör tipi yatay değirmenin kesit görünüşü

Bu cihazda, toz ve bilya karışımı kazana yüklenir ve dönen bir şafta bağlı dikey ya da yatay mil dönerek öğütme işlemini gerçekleştirir. Kazan içerisindeki çarpışmalar (bilya-bilya, bilya-kazan çeperi, bilya-karıştırıcı kol) sonucunda, tane boyutlarında düşüş ve gerekli süreye ulaşıldığı durumlarda yeni fazlar meydana gelir [16]. Bu işlemin gerçekleştiği hazneye kazan, öğütme işlemini bilyalarla birlikte yapan parçaya karıştırıcı kol adı verilir. Karıştırıcı kol öğütülecek malzeme ve kullanılan kazana göre kirliliğin en düşük olacağı şekilde seçilir.

Karıştırıcı kol dönerken, bilyalar yüzeydeki tozların üzerine düşer; öğütme hızı da bu sebepten ötürü dönme hızı ile doğru orantılı olarak artar. Bu işlemler esnasında sistemdeki ısınmayı engellemek amacıyla kazan su yardımıyla soğutulur ve bununla birlikte oksitlenmeyi engellemek amacıyla sisteme inert gaz (Azot, Argon vb.) gönderilir. Öğütme hızının arttığı bu durum mümkünken yüksek hızlarda, bilyeler üzerindeki merkezkaç kuvveti, çekim kuvvetini aşar ve bilyalar tamburun duvarına yapışır ve öğütme durur [16, 4].

3.2.3. Proses değişkenleri

Mekanik alaşımlama süreci birçok farklı sürecin optimizasyonunu gerektirdiği için karmaşık bir süreçtir. Bu süreçte değişkenlerin uygunluğunu ayarlamak oldukça önemlidir. Bu değişkenler aşağıda belirtildiği şekilde on adettir.

1. Mil çeşitleri
2. Öğütme kabı

3. Öğütme hızı
4. Öğütme süresi
5. Öğütme araçları
6. Bilya-toz oranı
7. Doluluk oranı
8. Öğütme atmosferi
9. Proses Kontrol Ajanları
10. Öğütme sıcaklığı[4].

Yağlayıcı türleri (proses kontrol ajanları) ve özellikleri

Mekanik alaşımlama; soğuk kaynak, kırılma işlemleri için elementel tozlar ve stearik asit gibi bir organik proses kontrol ajanı ile gerçekleştirilir [55]. Mekanik alaşımlama parametrelerinden olan proses kontrol ajanları literatürde PCA, yani “process control agent” olarak adlandırılır [4]. Bu çalışmada yağlayıcı olarak da bahsedilecektir. Pratikte genel olarak yağlayıcılar ağırlıkça %1-5 oranında toz karışımına eklenerek kullanılır. Bu yöntem için en önemlileri; stearik asit, hekzan, metanol ve etanol içerir. Kullanılan kimyasalların bazıları Çizelge 3.1’de belirtilmiştir [4, 56].

Çizelge 3.1. Deneylerde kullanılan bazı kimyasallar, formülleri ve oranları

Kimyasalın adı	Formülü	Genel Kullanım Oranı (Ağırlıkça %)
Stearik Asit	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$	1
Çinko Stearat	$\text{Zn}(\text{C}_{18}\text{H}_{35}\text{O}_2)_2$	1,5
Grafit	C	0,5
Benzen	C_6H_6	1,5

Yağlayıcının mekanik alaşımlamaya etkisi

Mekanik alaşımlama işleminde işlem kontrol katkısı olarak adlandırılan yağlayıcılar ve yüzey aktif maddeler kullanılır. Bu maddeler karışıma; katı, sıvı veya gaz halinde eklenebilir. Yağlayıcıların mekanik alaşımlamaya etkisini anlamak için, bu kimyasalların görevlerini bilmek gerekir ve bu görevler şu şekilde belirtilir:

1. Soğuk kaynaklanma etkisini azaltır [57, 58].
2. Partiküller arasındaki topaklanmayı engeller.

3. Kullanılanların niteliği, miktarı ve öğütme şekli; tozların son tane boyutunu, şeklini ve saflık derecesini belirler.
4. Birçoğunun kullanımı son tane boyutunu azaltır [4].

3.3. Mekanik Alaşımlamanın Avantajları

Mekanik alaşımlama yöntemi diğer alaşım üretim yöntemlerine göre çeşitli avantajlara sahiptir.

1. Başlangıç tane boyutundan bağımsız olarak ince tozları homojen bir şekilde üretmeyi mümkün kılar [59].
2. Elementel tozların farklı boyutlarıyla yapıda bulunması sebebiyle toz parçacıkları da alaşımda elementlerin karışımı olarak bulunur [60].
3. Sünük metal tozlarında yüksek yoğunluklarda, 1 μm veya daha küçük boyutlarda tozlar elde edebilmek mümkündür [59].
4. Ergime noktaları farklı olan ergiterek üretimi mümkün olmayan alaşımların üretilmesine olanak sağlar [61].
5. İşlem oda sıcaklığında, soğuk ortamda uygulanabilir olduğu için güvenlidir. Gerekli önlemler ile uçucu, yanıcı madde kullanımını da imkân tanır. (Etil alkol kullanımı gibi) [59].

4. ALÜMİNYUM ve ALAŞIMLARI

4.1. Alüminyumun Genel Özellikleri

Alüminyum $2,7 \text{ g/cm}^3$ ve alaşımları da yaklaşık olarak aynı yoğunluk değerine neredeyse çeliğin sahip olduğu yoğunluk değerinin ($7,9 \text{ g/cm}^3$) $3/1$ 'ine sahiptir[62, 3]. Düşük yoğunluğunun yanı sıra Alüminyum atmosfer, tuzlu su, birçok kimyasal sistem dâhil olmak üzere çoğu ortamda mükemmel korozyon direncine sahiptir, ısı ve elektriksel iletkenliği yüksektir. Alüminyum, alaşımlama ve işleme ile geliştirilebilen, cazip bir özellikler birleşimine (düşük yoğunluk, kolay imal edilebilirlik gibi) sahiptir [55]. Alüminyumun özellikleri aşağıdaki tabloda verilmiştir [55, 63].

4.2. Alüminyum Alaşımı Malzemeler ve Özellikleri

Alüminyum alaşımları yüksek sünekliğe sahip olmaları nedeniyle kolayca şekillendirilebilir, YMK kristal yapısından ötürü düşük sıcaklıklarda dahi bu sünekliği muhafaza edebilir. Dezavantajı ise, 660°C gibi düşük bir ergime sıcaklığına sahip olmasıdır. Bu düşük sıcaklık alüminyum metalinin yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılabilirliğini kısıtlar [3].

Alüminyum ve alaşımları, yüksek performanslı uygulamaların gerektirdiği kadar özelliklere sahip değildir [64]. Bu yüzden mekanik, fiziksel ve kimyasal özellikleri; alaşım elementlerine ve mikroyapısına bağlı olarak değişir. Alüminyumun başlıca önemli alaşım elementleri; bakır, mangan, silisyum, magnezyum ve çinkodur [65].

Alüminyum alaşımları, çöktürme sertleşmesine tepki verip vermediklerine bağlı olarak, ısı işleme uygun olan veya olmayan olarak sınıflandırılır. Ayrıca alüminyum alaşımları dövme ve döküm alaşımları olarak ikiye ayrılır. Isıl işlem uygulanabilen alaşımlar; sıcaklığı azaltarak, dengedeki katı çözünürlüğünü aşan veya orta dereceli konsantrasyonlarda, farklı sıcaklıklarda çözünürlüğü azaltan elementler içerir. Bu gruptaki en önemli alaşım elementleri arasında bakır, lityum, magnezyum ve çinko bulunur. Alüminyum dövme alaşımları ise dört harfle sınıflandırılmaktadır. Bu sınıflandırma Çizelge 4.1'de temel alaşım elementleri ve diğer alaşım elementleri ile birlikte verilmiştir [62, 66].

Çizelge 4.1. Dövme Al alaşımlarının sınıflandırılması

Al Alaşım Elementleri Sınıflandırma Kodu	Temel Alaşım Elementi	Diğer Alaşım Elementleri	Isıl İşlem Uygulanabilirliği
1XXX	-		-
2XXX	Cu	Mg	+
3XXX	Mn		-
4XXX	Si		-
5XXX	Mg		-
6XXX	Mg - Si		+
7XXX	Zn	Cu, Mg, Cr	+
8XXX	Li	Sn	+

4.2.1. Al-Cu alaşımları

Al – Cu alaşımlarında temel alaşım elementi bakırdır. Bu alaşım türü belirli ısıtma işlemleri uygulanarak kullanılır ve bu alaşımların dayanımları ısıtma işlemi uygulanarak artırılabilir. Isıtma işlemi dayanımları artırılan diğer alaşım örnekleri ise, bakır-berilyum, bakır-kalay ve magnezyum-alüminyum alaşımlarıdır [3].

Bu alaşım türünün kullanım alanlarını örneklerle belirtecek olursak; uçak yapımında Al-Cu (2000 serisi) ve Al-Zn-Mg (7000 serisi) alaşımları kullanılır. Bunlar uçak kanatlarında ve iniş takımlarında ekstrüde edilmiş formdaki yüksek mukavemetli düşük yoğunluklu malzemelerdir ve plakalar; T6 durumunda tipik olarak 7075 (5.6Zn-2.5Mg-1.6Cu) ve T3 veya T8 koşullarında 2024 (4.4Cu-1.5Mg-0.6Mn) kullanılır. 7000 serisinin alaşımları 2000 alaşımından daha yüksek ancak kırılmaya karşı daha düşük mukavemete sahiptir. Bununla birlikte, daha yüksek saflık seviyeleri (örneğin 2124 alaşımı) artırılmış tokluk sağlar. Her iki dizinin alaşımları 100°C'nin üzerinde güç kaybeder ve bu yüzden bazı kullanım alanları için uygun değildir [55].

4.2.2. Al-Cu alaşımlarına uygulanan ısıtma işlemleri

Isıtma işlemi, metal bir ürünün artık geriliminin giderilmesi ve metalürjik yapıyı değiştirmek amacıyla yapılan ısıtma veya soğutma işlemidir [67]. Al alaşımlarına da benzer şekilde işlemler uygulandığında mekanik özelliklerinde değişim meydana gelir. Alüminyum alaşımlarına yapılan ısıtma işlemleri farklı şekillerde uygulanabilir ve uygulanan işlem TX

sembolleri ile alaşım numarasının yanına yazılır. Bu alaşım türlerine uygulanan ısı işlemleri ve işlem sıraları Çizelge 4.2’de verilmiştir [67].

Çizelge 4.2. Alüminyum alaşımlarına uygulanan ısı işlemleri

Temper Kodu	Al-Cu alaşımına uygulanabilirliği	1. İşlem	2. İşlem	3. İşlem	4. İşlem
<i>T1</i>		Sıcak Şekillendirme	Soğutma	Tabii yaşlandırma	-
<i>T2</i>		Sıcak Şekillendirme	Soğutma	Soğuk şekillendirme	Tabii yaşlandırma
<i>T3</i>	+	Çözeltili alma	Soğuk şekillendirme	Tabii yaşlandırma	-
<i>T4</i>	+	Çözeltili alma	Tabii yaşlandırma	-	-
<i>T5</i>		Sıcak Şekillendirme	Soğutma	Suni yaşlandırma	-
<i>T6</i>	+	Çözeltili alma	Suni yaşlandırma	-	-
<i>T7</i>		Çözeltili alma	Aşırı yaşlandırma	-	-
<i>T8</i>		Çözeltili alma	Soğuk şekillendirme	Suni yaşlandırma	-
<i>T9</i>		Çözeltili alma	Suni yaşlandırma	Soğuk şekillendirme	-
<i>T10</i>		Sıcak Şekillendirme	Soğutma	Soğuk şekillendirme	Suni yaşlandırma

Al-Cu alaşımlarına, 2000 serisine uygulanan ısı işlemlerinde; T3, T4 gibi doğal yaşlandırma ile ulaşılan dayanım, süneklik, kırılma tokluğu ve yorulma çatlak direncini iyileştirici etkiler yaparken en yüksek dayanım değerlerine ise T6 ısı işlemiyle ulaşılmaktadır [66].

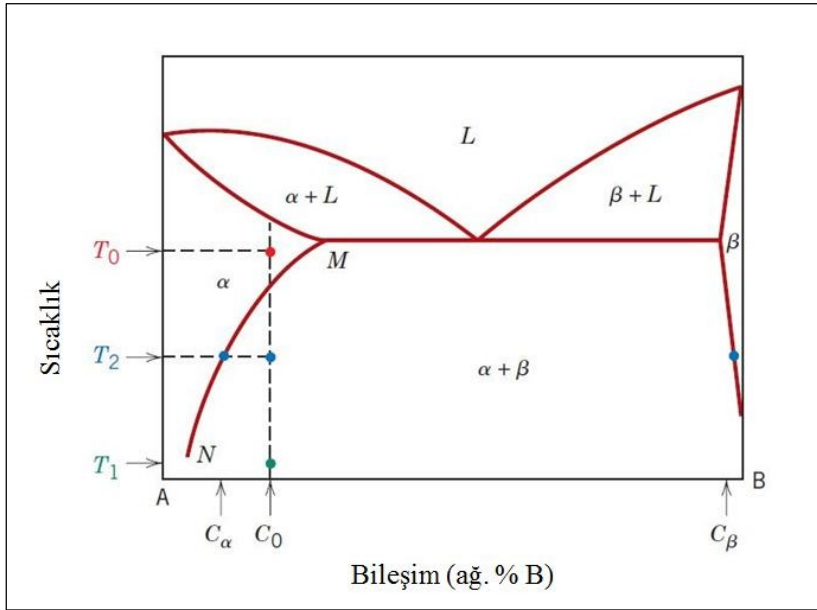
4.2.3. Suni yaşlandırma (T6) ısı işlemi

Metal alaşım türlerinin bazılarının sertlik ve mukavemet değerleri, çeşitli ısı işlemleri uygulanarak küçük olan ikinci faz parçacıklarının ana faz içerisine dağıtılması yoluyla artırılabilir. Bu dağılan faz parçacıkları “çökelti” olarak adlandırılır ve bu sürece de “çökeltme sertleşmesi” denilir. Mevcut alaşımın mukavemeti bu süreç ile artırıldığı ve bu zaman süresince yaşlanmış olduğu için aynı zamanda “yaşlandırma sertleşmesi” olarak da isimlendirilir [3]. Alüminyum alaşımlarında çokça görülmesine rağmen, birçoğu az çökeltme sertleşmesi gösterir ve bu türlere farklı ısı işlemleri uygulanır [67]. Al alaşımları daha öncede belirtildiği gibi ısı işlemi uygulanarak sertlik ve dayanımı artırılabilen alaşım türlerinden biridir [3]. Çökeltme(yaşlandırma) ısı işleminin uygulanabileceği Alüminyum

alaşımları aşağıda sınıflandırılarak verilmiştir, Al-Cu alaşımları da bu sınıflandırmalara dâhildir.

1. CuAl₂ ile güçlendirilmiş alüminyum-bakır alaşımları
2. Alüminyum-bakır-magnezyum alaşımları
3. Mg₂Si ile güçlendirilmiş alüminyum-magnezyum-silisyum alaşımları
4. MgZn₂ ile güçlendirilmiş alüminyum-çinko-magnezyum alaşımları
5. Alüminyum-çinko-magnezyum-bakır alaşımları

Çökelme ile sertleşen bir alaşım sisteminin ana özelliği, artan çözünürlük ile sıcaklık artışına neden olan sıcaklığa bağlı bir denge katı çözünürlüğüdür. Yani yaşlandırma ısıl işleminde çözünürlük, artan sıcaklıkla artar veya azalan sıcaklıkla azalır [68]. Ayrıca bir elementin diğeri içerisinde belirli miktarlarda çözünebilmesi gereklidir [3]. Bu koşulların sağlandığı bir faz diyagramı Şekil 4.1’de verilmiştir [3].

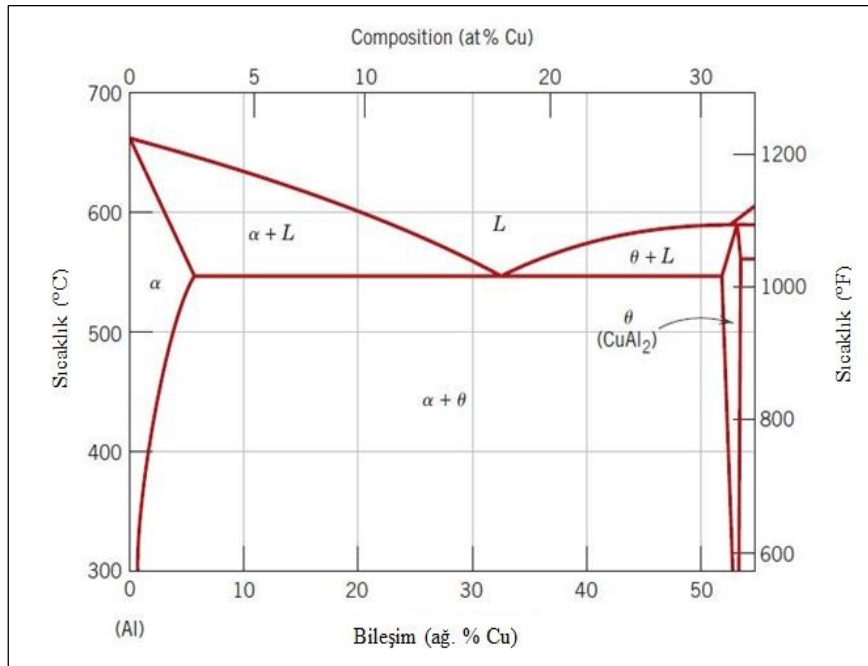


Şekil 4.1. Çökelme Sertleşmesi uygulanabilir C₀ bileşimindeki alaşımın yer aldığı hayali bir ötektik faz diyagramı

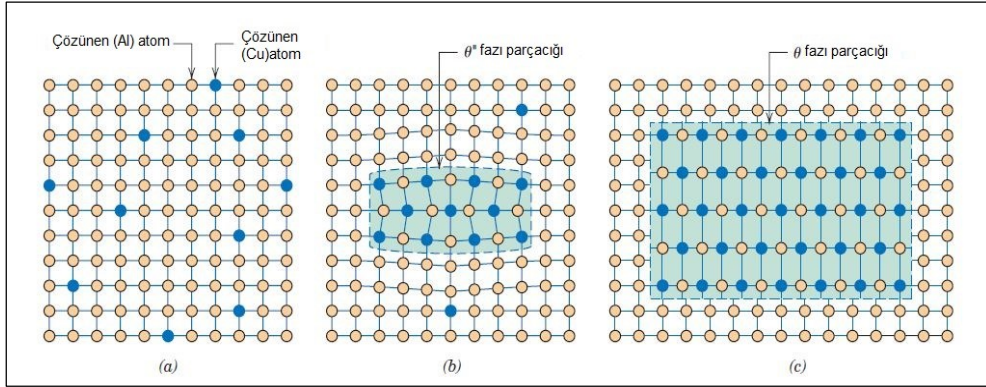
Yaşlandırma (çökelme sertleşmesi) ısıl işlemi iki aşamalı bir ısıl işlemdir. Bu işlemin birinci aşaması çözeltiye alma yani çözündürme, ikinci aşaması ise çökelme ısıl işlemi yani yaşlandırma ısıl işlemidir. İlk aşamada belirtilen bütün özelliklere sahip alaşım tek fazlı bir yapıyı elde etmek amacıyla T₀ sıcaklığına kadar ısıtılır ve bekletilir. Bu işleme çözündürme veya çözeltiye alma işlemi denir. Daha sonra alaşım yayınmaya fırsat

vermeyecek kadar yani β fazının tekrar oluşmasına fırsat vermeyecek kadar hızlı bir şekilde T_1 sıcaklığına soğutulur. Bu ani soğutma işlemi ile aşırı doymuş ve kararsız α katı çözeltisi elde edilir. Bu aşamada alaşım istenen dayanıma ve sertliğe sahip değildir. Katı çözeltinin kararlı hale getirilebilmesi için yaşlandırma ısıtma işlemi uygulanır. Yaşlandırma ya oda sıcaklığında ya da Şekil 4.1’de belirtilen T_2 sıcaklığında yani oda sıcaklığı ile solvüs çizgisi arasında gerçekleştirilir. Oda sıcaklığında yapılan işleme “doğal yaşlandırma”, T_2 sıcaklığında yani oda sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklıkta yapılan işleme ise “sunî yaşlandırma” adı verilir.

Yaşlandırma süresi arttıkça, dayanım ve sertlik değerleri de artarken, maksimum değere ulaştığında azalmaya başlar. Bu durum uzun sürelerle gerçekleşir ve buna “aşırı yaşlanma” denilir. Sertleşme mekanizması en çok Alüminyum-Bakır alaşımlarında görülmektedir. Şekil 4.2’de Al-Cu faz diyagramının alüminyumca zengin olan bölgesi verilmiş, α ; Al içinde Cu katı çözeltisini, θ ; CuAl_2 bileşiğini göstermektedir [3].



Şekil 4.2. Al – Cu faz diyagramının alüminyumca zengin bölgesi

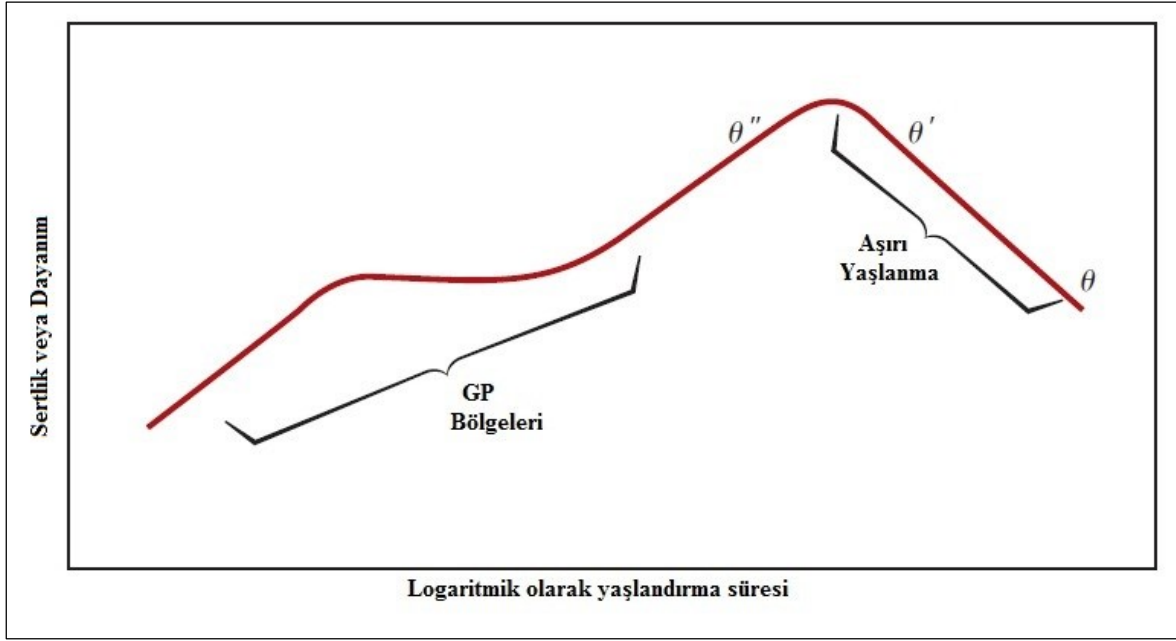


Şekil 4.3. θ kararlı faz yapısının oluşumundaki aşamaların gösterimi (a) Aşırı doymuş α katı çözeltisi, (b) Çökelmiş θ'' geçiş fazı, (c) α fazı içinde çökelen θ' kararlı fazı

Bu mekanizma Şekil 4.3'de gösterildiği üzere üç aşamada gerçekleşir:

1. Aşırı doymuş katı çözelti
2. Geçiş kafesi
3. Kararlı çökelti

Yaşlandırmanın ilk aşamasında Cu atomları olduğu katı çözelti içerisinde birçok yerde ince diskler şeklinde kümelenir, bu küme çözünmüş atomların toplanmış olmasına rağmen çözücü fazı ile aynı kristal yapıya sahiptir. Bunlar Guiner-Preston bölgeleri olarak adlandırılır ve çapları onlarca angstrom boyut aralığındadır [3, 67, 68]. Yani Al-Cu alaşımlarının yaşlanması sırasında, bakır atomları, $\{100\}$ matris düzlemlerinde iki boyutlu disk şeklindeki Guinier-Preston bölgelerine ayrılır [66]. Bu sebepten, yani küçük boyutlara sahip oldukları için çökelti parçacığı olarak isimlendirilemezler. Fakat zamanla birlikte Cu atomlarının yayılmasıyla, küçük boyutlar faz parçacığı oluşturarak büyür. Bu aşamada geçiş fazları oluşturur. En yüksek dayanım değerlerine ise θ'' fazında ulaşılır ve oda sıcaklığına soğutulduğunda bu durum korunur. Bu şekilde alaşım üzerinde dayanım ve sertlik değerlerinde değişimler meydana gelir. Sertlik ve mukavemet değeri artan alaşımın, süneklik değeri azalır [3, 68].



Şekil 4.4. Çökelme sertleşmesinin alaşımın sertlik ve dayanımına etkisi-yaşlandırma süresinin logaritmik değeri ile değişiminin şematik gösterimi

Çökelme sertleşmesi uygulanabilen alaşımda görülen sertlik ve dayanım özelliklerinin yaşlandırma süresine bağlı değişimi logaritmik olarak Şekil 4.4'de verilmiştir. Yaşlandırma süresinin artışıyla, sertlik ve dayanım artar. Maksimum değerine ulaştığında ise azalır, bu durumda aşırı yaşlanma olarak bilinir [3].

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1. Malzeme

5.1.1. Metal tozu

Bu çalışmada Eckart Granulers (Almanya) tarafından üretilen Ecka Alumix 123 olarak bilinen ön-karışımli alüminyum esaslı tozlar kullanılmıştır. Alumix 123 tozunun başlangıç ortalama parçacık boyut değeri $d_{0,5} = 114,44 \mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür. Kullanılan tozun içeriği %Ağırlık olarak Çizelge 5.1’de verilmiştir.

Çizelge 5.1. Deneyde kullanılan malzemenin kimyasal bileşimi (% ağırlık)

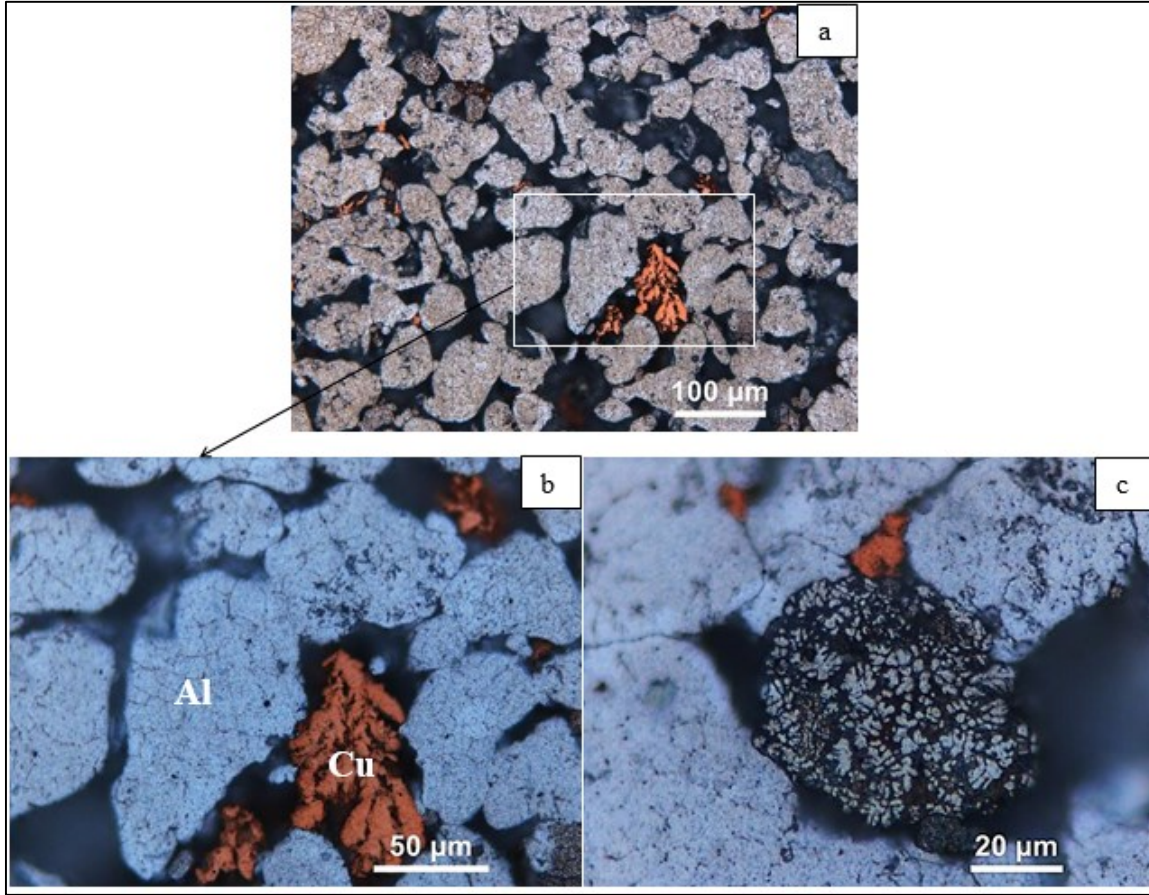
Alaşım	Al	Cu	Si	Mg
Alumix 123	94.3	4.5	0.7	0.5

Alumix 123 ön karışımli tozunun sterio mikroskop görüntüsü Resim 5.1’de verilmiştir.



Resim 5.1. Alumix 123 sterio mikroskop görüntüsü

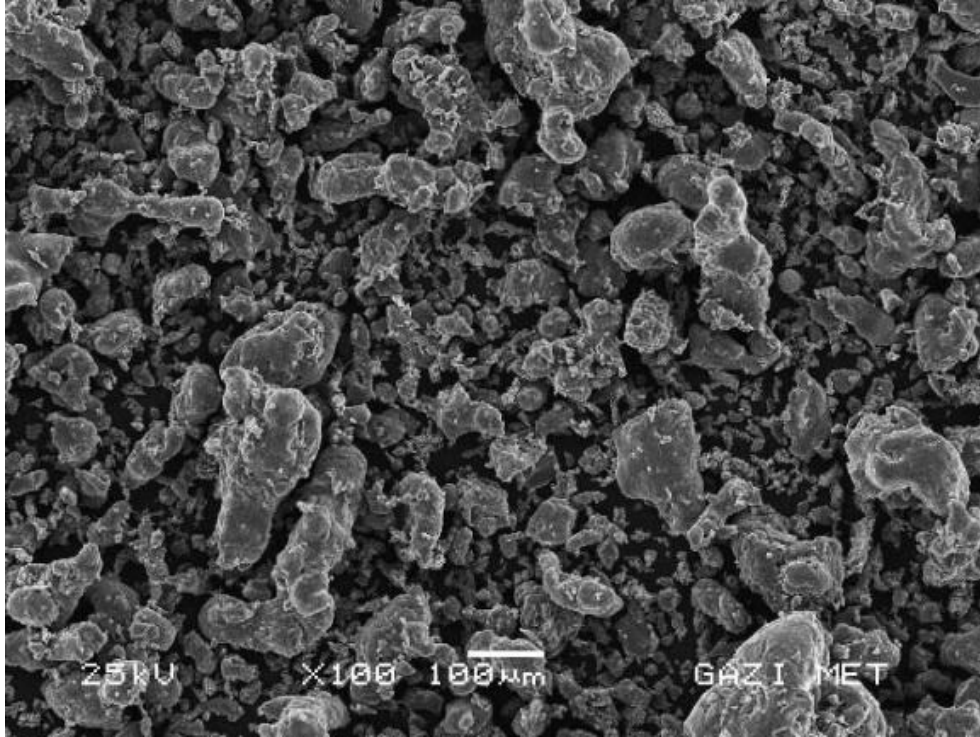
Buradan görüldüğü üzere, farklı boyutlarda ve geometrik şekillerde karışım tozlar mevcuttur. Bu ölçekte, Al tozlarının genellikle yumrusal biçimde olduğu görülmektedir.



Resim 5.2. Alumix 123 tozunun optik mikroskop görüntüleri(a) Alumix 123 genel görünüm, (b) Dendritik Cu tozunun görüntüsü, (c) Ötektik Al-Si Alaşımlı tane görüntüsü

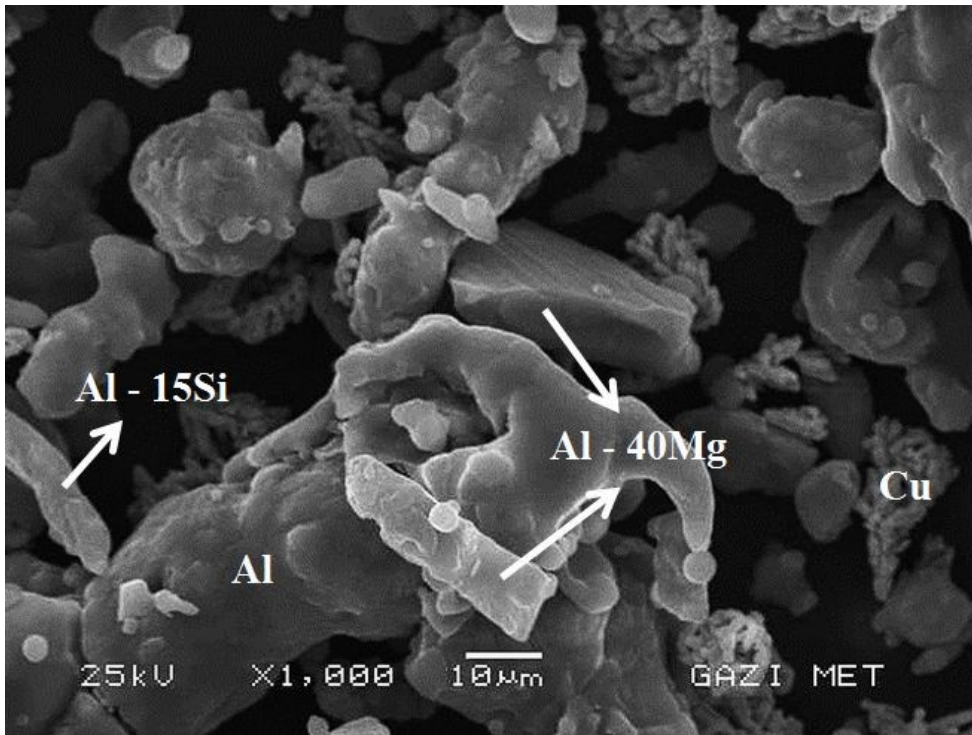
Resim 5.2 a’da Alumix 123 ön karışımli tozun genel görünümü verilmiştir. Muhtemel su atomizasyonu ile üretilen Alüminyum oranının fazla olduğu görülürken, elektroliz ile üretilen Cu parçacıklarının dendritik halde bulunduğu ve yüksek saflıkta olduğu bilinmektedir. Resim 5.2 c’de ise Al-Si ötektik bileşimde alaşım parçacık görülmektedir. Alumix 123 tozundaki Silisyum ötektik bileşim (Al + % 12 Si) halinde, ön alaşımlı olarak yapıda bulunmaktadır. Ayrıca karışım tozda Al-50Mg ön alaşımlı tozunda bulunduğu bilinmektedir [12].

Resim 5.3’de Alumix 123 tozunun genel görünümünün taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü verilmiştir.



Resim 5.3. Alumix 123 tozunun genel görünümü

Alumix 123 ön karışımli tozuna EDS analizleri yapılarak tanımlanmıştır. Resim 5.4’de EDS analizi yapılan parçacıklar ve görüntü üzerinde EDS analizi sonuçları verilmiştir.



Resim 5.4. Alumix 123 tozunun genel görünümü SEM/EDS görüntüsü

EDS analizlerinin sonuçlarına göre Resim 5.4’de gösterilen Alumix 123 karışım tozu oluşturan parçacıklar analiz edildiğinde;

1. İri ve yumrusal formda olan parçacıkların alüminyum toz parçacıkları olduğu,
2. Dendritik biçimde olan parçacıkların bakır toz parçacıkları olduğu,
3. Köşeli prizmatik olan parçacıkların Al-Mg alaşımı olduğu ve yaklaşık %40 Mg içeren ön alaşımlı toz parçacıkları olduğu [12],
4. Yine köşeli biçimdeki parçacıkların ise yaklaşık % 15 Si içeren, Al-Si ön alaşımlı toz parçacıklar olduğu belirlenmiştir.

Bu karakterizasyon çalışması ile ön karışım toz olarak tanımlanan ve Çizelge 5.1’de belirtilen alaşım elementleri içeren Alumix 123 tozun, Al ve Cu elementleri dışındaki Si ve Mg alaşım elementlerinin Al ile alaşım halinde katıldığı belirlenmiştir. Çizelgede belirtilen ağırlıkça oranlar ise bu alaşım tozlarındaki Mg ve Si’nin ağırlıkça oranlarına bağlı olarak katıldığı söylenebilir. Benzer tespitler Melúch, L., (2009)’un yaptığı çalışmada da belirtilmiştir.

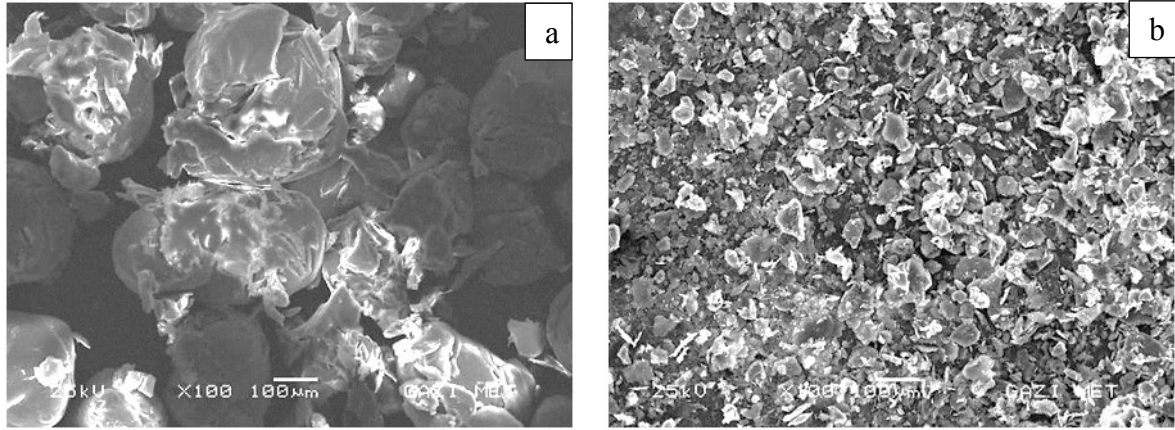
5.1.2. Yağlayıcı

Bu çalışmada Merck tarafından üretilen Stearik Asit ve Çinko Stearat yağlayıcı olarak kullanılmıştır. Kullanılan yağlayıcıların ilave miktarları ve bazı önemli özellikleri Çizelge 5.2’de verilmiştir.

Çizelge 5.2. Deneyde kullanılan yağlayıcı türleri ve miktarları (% ağırlık)

Yağlayıcının adı	İlave Miktarı(%)	Formül	Ergime sıcaklığı, °C	Buharlaşıma Sıcaklığı, °C
Çinko Stearat	1,5	$Zn(C_{18}H_{35}O_2)_2$	140	>200
Stearik Asit	2	$CH_3(CH_2)_{16}COOH$	70	361

Resim 5.5’de deneyde kullanılan stearik asit ve çinko stearat yağlayıcılarının aynı büyütme oranlarındaki taramalı elektron mikroskop görüntüleri verilmiştir.



Resim 5.5. Deneyde kullanılan yağlayıcıların SEM görüntüleri (a) Stearik Asit, (b) Çinko Stearat

Resim 5.5 b’de verilen çinko stearat yağlayıcısının muhtemel tane boyutunun, stearik asit yağlayıcısına göre daha büyük olduğu, çinko stearatın daha farklı boyutlar içerdiği, stearik asidin ise neredeyse küresel şekle yakın olduğu görülmektedir.

5.2. Deneysel Metot

5.2.1. Yağlayıcı katkıli karışım tozların hazırlanması

Mekanik alaşımlama (MA) sürecine yağlayıcının etkisini araştırmak amacıyla ön karışimli Alumix 123 tozuna; ağırlıkça %2 Stearik Asit ve ayrıca %1,5 oranında ise Çinko Stearat katı yağlayıcı tozlar eklenerek karıştırılmıştır. Bu karıştırma işlemi, Resim 5.6’da gösterilen üç boyutlu karıştırıcı olan Turbula-Type T2F cihazında 45 dakika süreler ile yağlayıcı katkıli karışım tozlar elde edilmiştir. Yağlayıcı ilave sürecinde 0,0001 hassasiyetli Sartorius marka terazi kullanılmıştır. Bu sayede iki tür farklı yağlayıcı ile karıştırılmış Alumix 123 karışım tozlar elde edilmiştir. Bununla birlikte yağlayıcı katkısı olmayan ön karışimli Alumix 123 tozlarında sonraki işlemler uygulanmadan önce 45 dk süre ile turbulada karıştırma yapılmıştır.

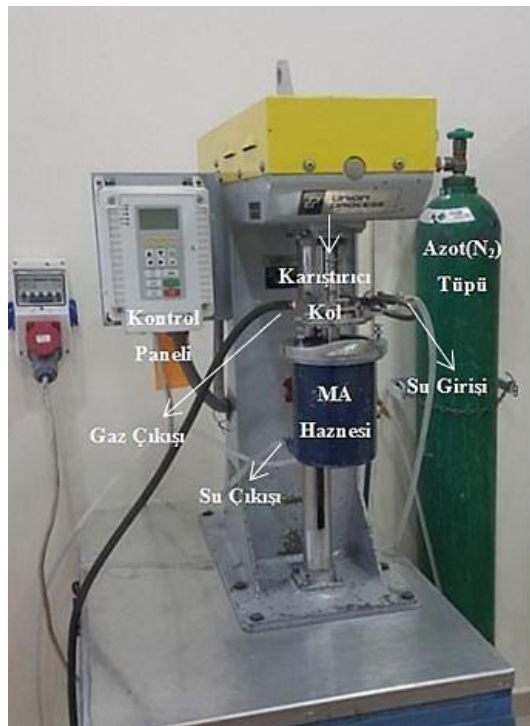
MA işlemi uygulanmayacak ve yağlayıcı içermeyen toz numuneler işlem öncesi karıştırılmıştır. Karıştırma işlemleri için her iki numune türü içinde Turbula-Type T2F karıştırıcı kullanılmış olup karıştırma süresi 45 dakika olarak belirlenmiştir (Resim 5.6.). Elde edilen bu toz karışımlarından bu çalışmada işlemsiz olarak bahsedilmiştir.



Resim 5.6. Turbula karıştırıcı

5.2.2. Mekanik alaşımlama(MA)

Mekanik alaşımlama işlemi Union Process Marka Patch HD01 model su soğutmalı atritör tipi cihazda gerçekleştirilmiştir (Resim 5.7). İşlem süresince koruyucu gaz atmosferi olarak azot (N_2) gazı kullanılmıştır. Yağlayıcı katkılı karışım tozlar azot gazı ortamında atritör kazanına yüklenmeye çalışılmıştır.



Resim 5.7. Union Process Marka PatchHD01 model su soğutmalı atritör

MA işlemi, 400 rpm(dev/dk) hızda 4,8 ve 10 saat süreler ile gerçekleştirilmiştir. MA işleminde çelik kazan, Ø10 mm çapında çelik bilye, çelik karıştırıcı kol kullanılmıştır ve bilya/toz oranı 10/1'dir.

5.2.3. Tozların karakterizasyonu

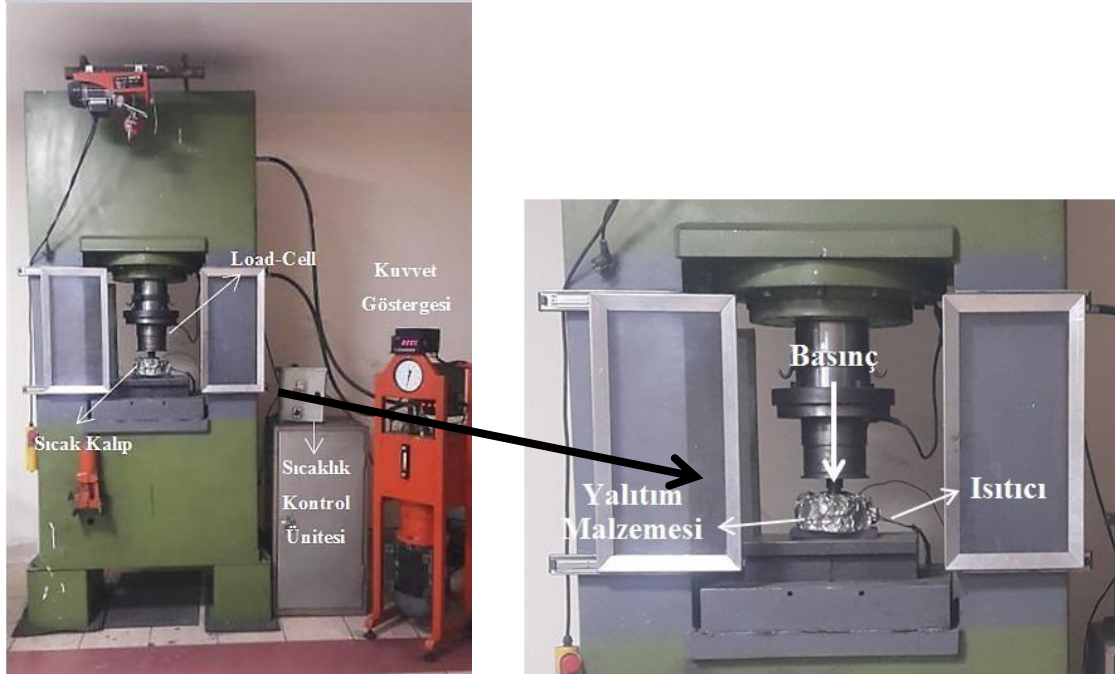
Bu çalışmada kullanılan bütün karışım tozlara uygulanacak işlemler öncesinde ve sonrasında tane boyut ölçümü uygulanmıştır. Ölçümler Gazi Üniversitesi Mühendislik Fakültesinde bulunan Mastersizer toz tane boyut ölçüm cihazında ölçüm gerçekleştirilmiştir.

Ayrıca, Alumix 123 tozunu ve yağlayıcıları karakterize etmek amacıyla sterio mikroskop, optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskopunda incelemeler gerçekleştirilmiştir. Bu işlemler ile tozu genel karakterize etmek ve faz tanımlamalarına yardımcı olması amaçlanmıştır.

5.2.4. Mekanik alaşımlama (MA) işlemli ve işlemsiz karışım tozların preslenmesi ve toz metal parça üretimi

Sıcak presleme (SP)

MA işlemi uygulanmamış yağlayıcı içeren tozlar, yağlayıcı içermeyen toz(Alumix 123) ve MA işlemi uygulanmış tozlara aynı parametreler ile sıcak presleme işlemi uygulanmıştır. Bu tozlara işlem uygulanırken, tek yönlü sıkıştırma ile 250 ton çekme kapasiteli özel tasarım hidrolik pres (Resim 5.8) kullanılmıştır. Sıcak presleme işlemi için, elektrikli rezistansla ısıtılan, ayarlanabilir sıcaklık kontrollü tek yönlü zımba ile sıkıştırma yapabilen, Ø30x10 mm boyutlarında, ısı yalıtımı sağlanmış ve sıcak iş takım çeliğinden yapılmış silindirik kalıp kullanılmıştır. Bu kalıp ile sıcak presleme sonucunda Ø30x10 mm ebadında Toz Metal (T/M) parçalar üretilmiştir.



Resim 5.8. Sıcak presleme ve sıcak presleme kalıp ünitesi

Sıcak presleme işlem aşamaları aşağıda belirtildiği şekilde yapılmıştır;

1. Serbest dökme ile kalıp içerisine doldurulan Alumix 123 tozuna, ilk olarak 300 MPa basınçta ve oda sıcaklığında soğuk olarak ön presleme işlemi uygulanmıştır.
2. Ön presleme işlemi uygulanan numuneler kalıp içerisindeyken 300, 350, 400 ve 450 °C'de 15 'şer dakika süreyle kademeli bekletilerek, toplamda bir saat süreyle yağlayıcı uçurma işlemine tabi tutulmuştur.
3. Ardından kalıp(numune) sıcaklığı 540°C 'ye çıkarılarak 50 MPa basınçta 30 dk süreyle sıcak presleme (SP) işlemi uygulanmıştır.

Üretilen numunelerden birinin görüntüsü Resim 7.4'de verilmiştir.



Resim 5.9. Sıcak presleme yöntemi ile elde edilen numune

Üretilen numuneler kodlarıyla birlikte Çizelge 5.3’de verilmiştir.

Çizelge 5.3. Sıcak presleme ile üretilen numunelerin kodları

Numune Kodu	Numune Adı
Al123/SP	Alumix 123/Sıcak Preslenmiş
ÇS/SP	MA İşlemsiz Çinko Stearat’ lı/Sıcak Preslenmiş
SA/SP	MA İşlemsiz Stearik Asit’ li/Sıcak Preslenmiş
ÇS/MA/SP	Çinko Stearat’ lı/Mekanik Alaşımlanmış/Sıcak Preslenmiş
SA/MA/SP	Stearik Asit’ li/Mekanik Alaşımlanmış/Sıcak Preslenmiş

Spark plazma sinterleme (SPS)

MA işlemi uygulanmamış yağlayıcı içeren tozlar, yağlayıcı içermeyen toz (Alumix 123) ve MA işlemi uygulanmış tozlara aynı parametreler ile Spark Plazma Sinterleme (SPS) işlemi uygulanmıştır. SPS işleminde Anadolu Üniversitesi Mühendislik Fakültesi/Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümü bünyesinde bulunan FCT marka HPD 25/1 model cihaz ve 10 mm çaplı grafit kalıp kullanılmıştır (Resim 5.10, Resim 5.11).



Resim 5.11. SPS Cihazı



Resim 5.10. Grafit kalıp

SPS işlemi, 40 MPa basınç altında 100°C/dk ısıtma hızıyla 540°C sıcaklıkta 10 dk süre ile gerçekleştirilmiştir.

Üretilen numuneler kodlarıyla birlikte aşağıdaki çizelge 5.4’de verilmiştir.

Çizelge 5.4. Spark plazma sinterleme ile üretilen numunelerin kodları

Numune Kodu	Numune Adı
Al123/SPS	Alumix 123/Spark Plazma Sinterleme
ÇS/SPS	MA İşlemsiz Çinko Stearat’ lı/Spark Plazma Sinterleme
SA/SPS	MA İşlemsiz Stearik Asit’ li/Spark Plazma Sinterleme
ÇS/MA/SPS	Çinko Stearat’ lı/Mekanik Alaşımlanmış/Spark Plazma Sinterleme
SA/MA/SPS	Stearik Asit’ li/Mekanik Alaşımlanmış/ Spark Plazma Sinterleme

5.2.5. Toz metal (T/M)parçaların suni yaşlandırma ısıt işlemi(T6)

SP ve SPS yöntemleriyle elde edilen numunelere T6 suni yaşlandırma ısıt işlemi uygulanmıştır. Isıl işlemin ilk aşaması olan çözeltiye alma işlemi için Protherm marka düşey tüp fırın kullanılmıştır (Resim 5.12.).



Resim 5.12. Düşey tüp fırın

Numunelerin sıcaklık kontrolünü sağlamak amacıyla fırının içerisine harici referans termokupl yerleştirilmiştir. Termokuplın fırın içerisindeki numunelere temas etmesine dikkat edilmiştir.

Numuneler düşey tüp ısıtıl işlem fırınında 540⁰ C sıcaklığa getirilmiş ve 30 dk süre ile bekletildikten sonra serbest düşme ile su içerisine bırakılmıştır. Bu sayede aşırı doymuş katı çözeltiyeye alma işlemi gerçekleştirilen numuneler, 150°C sıcaklıkta 12 saat süre ile etüvde bekletilerek suni yaşlandırma işlemi gerçekleştirilmiştir.

T6 ısıtıl işlemi uygulanan numunelere sertlik testi, Brinell metodu ile uygulanmıştır.

5.3. Toz Metal(T/M) Numunelerin Karakterizasyonu

5.3.1. Metalografik muayene hazırlığı

SP ve SPS yöntemleriyle elde edilen numuneler Struers/Accutom-5 markalı hassas kesme cihazında kesilmiştir. Kesilen numuneler ATM/Opal460 marka cihazda sıcak bakalite alınmıştır. Mikroyapı analizi için gerekli olan yüzey zımparalama ve parlatma işlemleri ATM/Saphir330 Çift Tablalı Manuel zımparalama ve parlatma cihazında yapılmıştır.

5.3.2. Mikroyapı çalışmaları

Metalografik muayene hazırlığı tamamlanan numunelerin mikroyapı çalışmaları Resim 5.13’de gösterilen LEICA DMI 5000M markalı ters ışık mikroskobunda yapılmıştır.



Resim 5.13. LEICA DMI 5000M markalı ters ışık mikroskobu

5.3.3. Yoğunluk ölçümleri

Toz metalürji yöntemiyle üretilmiş alüminyum esaslı deney numunelerinin yoğunluk ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Deney numunelerinin yoğunluk ölçümleri 0,0001 g hassasiyetteki Sartorius marka dijital terazide; Arşimet prensibine göre çalışan yoğunluk kiti ile gerçekleştirilmiştir (Resim 5.14).



Resim 5.14. Hassas terazi (yoğunluk ölçüm kiti ile birlikte)

Yoğunluk değerleri ölçülen numuneler teorik yoğunlukları hesaplanarak oranlanmıştır. Numunelerin teorik yoğunluğu ise Eşitlik 5.1. kullanılarak hesaplanmıştır.

Teorik Yoğunluk Hesabı;

$$\rho_{Alumix123} = \rho_{Al} \cdot \frac{\%Ağırlık}{100} + \rho_{Cu} \cdot \frac{\%Ağırlık}{100} + \rho_{Si} \cdot \frac{\%Ağırlık}{100} + \rho_{Mg} \cdot \frac{\%Ağırlık}{100} \quad (5.1)$$

Bu eşitlik için gerekli yoğunluk değerleri şu şekilde alınmıştır [3].

$$\rho_{Al} = 2,71 \text{ g/cm}^3 \quad \rho_{Cu} = 8,94 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho_{Si} = 2,33 \text{ g/cm}^3 \quad \rho_{Mg} = 1,74 \text{ g/cm}^3$$

Ön karışımli Alumix 123 tozunun elementlerce yüzde ağırlık oranları ve yoğunluk değeri kullanarak teorik yoğunluk değeri $\rho_{Alumix123}$, 2,974 g/cm³ olarak bulunmuştur.

$$\rho_{Alumix123} = \rho_{Al} \cdot \frac{\% 94,3}{100} + \rho_{Cu} \cdot \frac{\% 4,5}{100} + \rho_{Si} \cdot \frac{\% 0,7}{100} + \rho_{Mg} \cdot \frac{\% 0,5}{100}$$

$$\rho_{Alumix123} = 2,974 \text{ g/cm}^3$$

Elde edilen değeri, %100 yoğunluk (teorik yoğunluk) olarak kabul edilmiştir. Yüzde yoğunluk için oran hesaplamaları Eşitlik 5.2 yardımıyla yapılmıştır. Eşitlikte belirtilen “ $\rho_{ölçülen}$ ” değeri, deneysel çalışmalarda elde edilen yoğunluk değerini, “x” değeri yüzde yoğunluk değerini belirtmektedir.

$$\% x = \frac{\rho_{ölçülen}}{\rho_{Alumix123}} \cdot 100 \quad (5.2)$$

5.3.4. Sertlik ölçümleri

Deney numunelerinin sertlik ölçümleri, Emco markalı Dura Vision 200 model sertlik ölçüm cihazında gerçekleştirilmiştir (Resim 5.15).



Resim 5.15. Emco marka Dura Vision 200 model sertlik ölçüm cihazı

Deneyde Brinell sertlik deęerleri elde edilmiřtir. Brinell sertlik testinde; 2,5 mm aplı u kullanılmıř ve 31,25 kg yk uygulanmıřtır.

Yapılan sertlik deęerlerindeki gvenilirlięi saęlayabilmek amacı ile en az  noktadan lm yapılmıřtır. Alınan bu deęerlerin aritmetik ortalamaları hesaplanarak sertlik deęerleri belirlenmiřtir. Sertlik lmleri, T/M numunelerin sıcak presleme doęrultularına dik yzeylerinden yapılmıřtır (Presleme ynne dik yzeyden).

5.3.5. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) alıřmaları

retilen T/M numuneleri karakterize etmek, yaęlayıcının MA srecine etkisini arařtırmak, yapıda oluřan fazları tanımlamak ve MA iřleminin etkisini anlamak amacıyla Taramalı Elektron Mikroskobu ile alıřmalar gerekleřtirilmiřtir. Bu alıřmalar Gazi niversitesi Metalurji ve Malzeme Mhendislięi blmnde bulunan JEOL JEM 6060 taramalı elektron mikroskobunda gerekleřtirilmiřtir.



Resim 5.16. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

5.3.6. X ışınları kırınımı (XRD)alıřmaları

MA iřlemi boyunca alařımlama iřleminin gerekleřip gerekleřmedięini anlamak ve retilen T/M numunelerdeki fazları belirlemek amacıyla toz ve T/M numunelere XRD

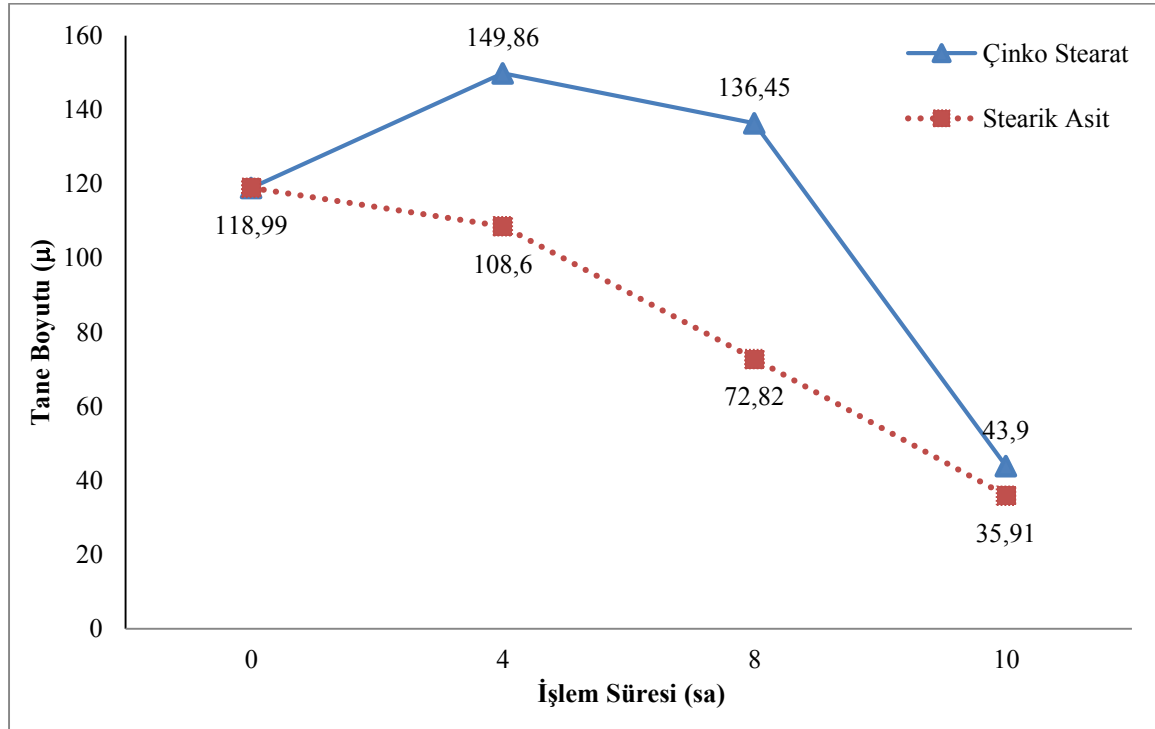
analizi uygulanmıştır. XRD analizi Gazi Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünde bulunan XRD cihazında gerçekleştirilmiştir.

6. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA

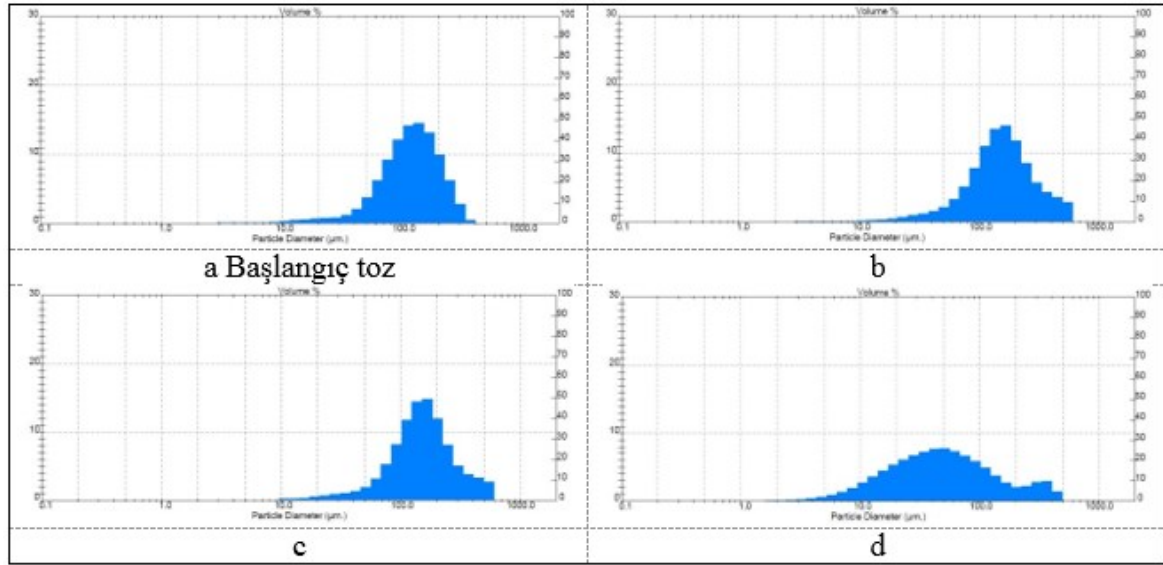
6.1. Mekanik Alaşımlama İşleminde Yağlayıcı Türünün Tozların Morfolojisine ve Boyutuna Etkisi

6.1.1. Yağlayıcı türünün toz parçacık boyutuna etkisi

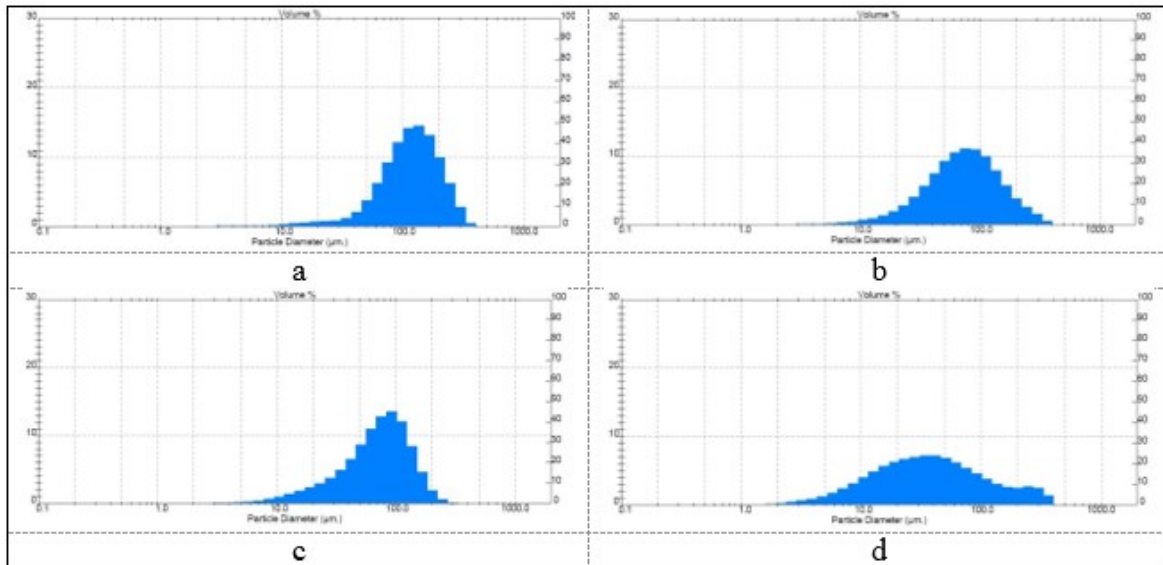
Başlangıç toz numunelerinin parçacık boyutunu tanımlamak ve mekanik alaşımlama sürecine yağlayıcının etkisini anlamak amacıyla 4,8 ve 10 saatlik sürelerde mekanik alaşımlama haznesinden numuneler alınmış, parçacık boyut ölçümleri yapılmıştır. Yapılan analizlerin sonuçları Şekil 6.1.'de grafiksel olarak verilmiştir.



Şekil 6.1. Katı yağlayıcı türü ve MA süresinin toz boyutuna etkisi



Şekil 6.2. Çinko stearat katkılı tozun MA süresine bağlı parçacık boyut dağılımları (a) Başlangıç toz, (b) 4 sa MA işlemi uygulanmış, (c) 8 sa MA işlemi uygulanmış, (d) 10 sa MA işlemi uygulanmış



Şekil 6.3. Stearik asit katkılı tozun MA süresine bağlı parçacık boyut dağılımları (a) Başlangıç toz, (b) 4 sa MA işlemi uygulanmış, (c) 8 sa MA işlemi uygulanmış, (d) 10 sa MA işlemi uygulanmış

Şekil 6.1.'de verilen grafiğe göre yağlayıcı türlerinin toz parçacık boyutuna etkisi incelendiğinde, karışım tozların başlangıç parçacık boyutu ortalaması $d_{0,5} = 114,4 \mu\text{m}$ 'dir.

Bu tozların 4 saatlik süre sonundaki parçacık boyutu Çinko Stearat içeren numune için $d_{0,5} = 151,2 \mu\text{m}$, Stearik Asit içeren numune için $d_{0,5} = 85,1 \mu\text{m}$ 'dir. Yani ilk 4 saatlik süreç

için Şekil 6.1.'deki grafiğe ve Şekil 6.2.'ye bakıldığında; çinko stearat içeren numunenin parçacık boyutunda muhtemel kaynaklanmalar sonucunda artış gözlemlenmiştir. Stearik asit içeren numunede ise; kaynaklanma süreci gösteren parçacık boyut artışı yerine azalma görülmektedir. 8 saatlik sürecin sonunda, çinko stearat içeren ve stearik asit içeren numune benzer davranış göstermiş, küçük miktarlarda parçacık boyutu düşüş sergilemiştir. Fakat çinko stearat içeren numune için 8 saatlik süreçten sonra, kaynaklanma sürecinin bittiği söylenebilir.

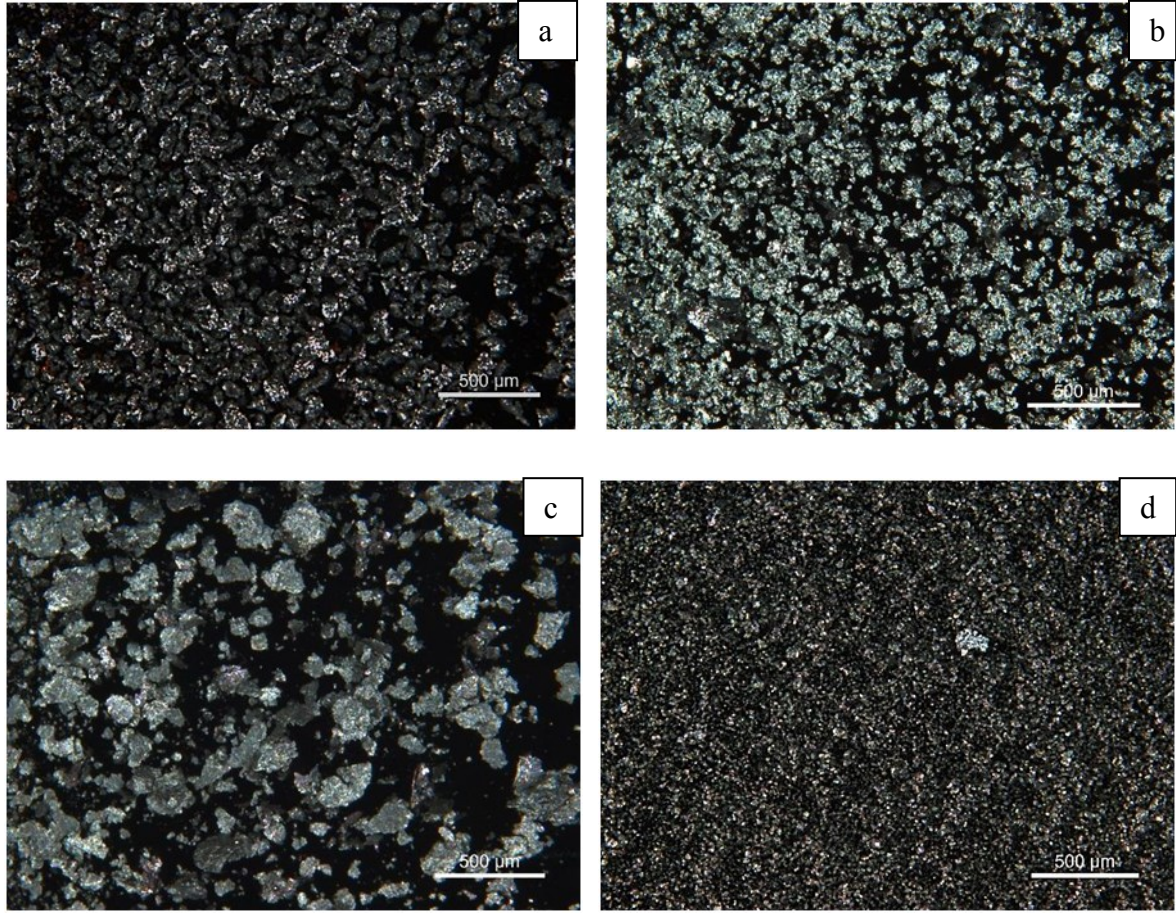
Başlangıç parçacık boyutlarına göre ise 10 saatlik süreç sonucunda stearik asit içeren numunede daha düşük değere ulaşılmıştır. Stearik asit içeren numunenin parçacık boyutunda ise süreye bağlı olarak lineer düşüş gözlemlenmiş, çinko stearat içeren numune için ise bu durum geçerli değildir.

Süreç sonucunda ulaşılan değerler ise; Çinko Stearat içeren numune için $d_{0,5}=45,2 \mu\text{m}$, Stearik Asit içeren numune için $d_{0,5}=37 \mu\text{m}$ 'dir. MA işlemi sürecinde stearik asidin, toz öğütme işlemine olumlu etkisinin daha fazla olduğu söylenebilir.

6.1.2. Yağlayıcı türünün toz parçacık şekline etkisi

Sterio mikroskop görüntüleri

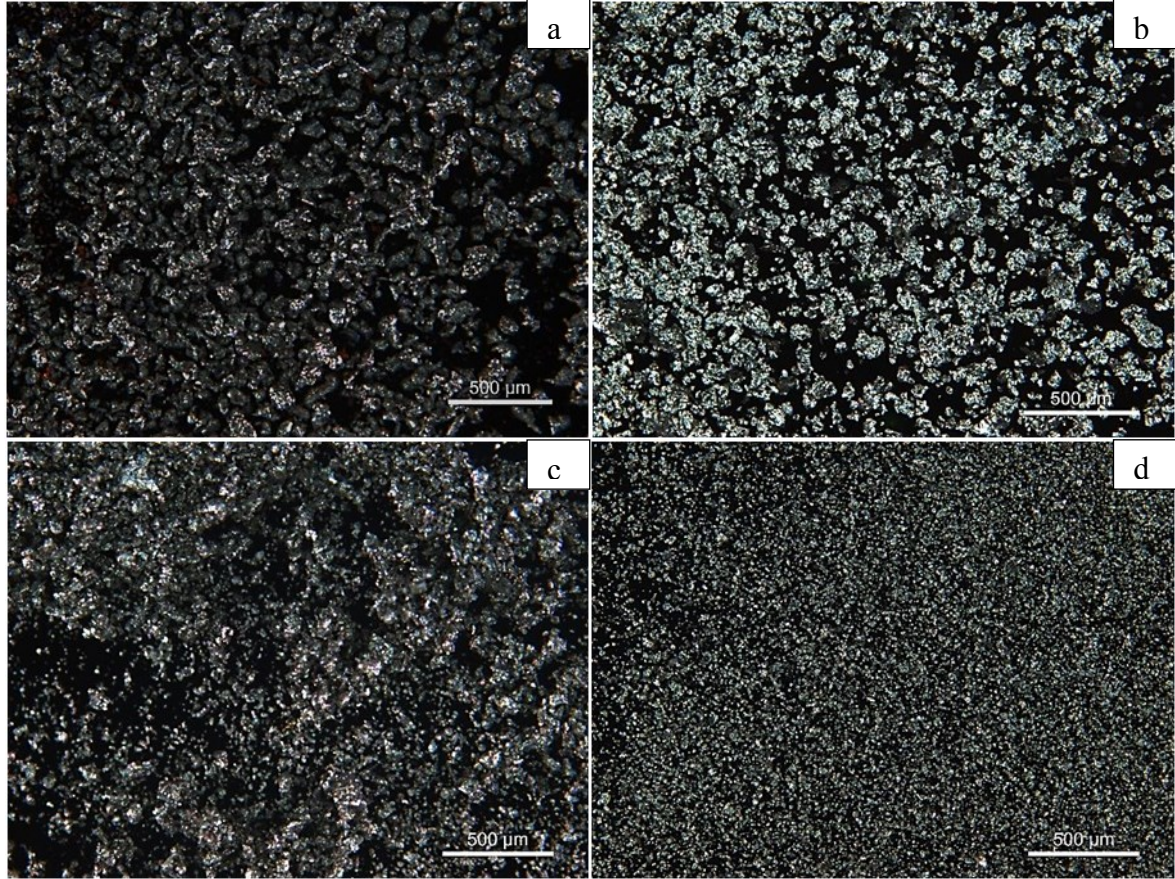
Başlangıç toz numunelerinin parçacık şekillerindeki değişiklikleri öncelikle makro boyutta tanımlamak ve mekanik alaşımlama sürecine yağlayıcının etkisini yorumlayabilmek amacıyla sterio mikroskop kullanılarak görüntüleri alınmıştır. Resim 6.1'de Çinko Stearat içeren numunenin 4,8 ve 10 saat süreler ile MA işlemi uygulanması sonucunda sterio mikroskop görüntüleri verilmiştir.



Resim 6.1. Çinko Stearat içeren mekanik alaşımlanma işlemi uygulanmış numunenin farklı süreler sonunda sterio mikroskop görüntüleri (a) Başlangıç tozu, (b) 4 saat, (c) 8 saat, (d) 10 saat

MA sürecinde kırılma-kaynaklanma-yeniden kaynaklanma aşamalarının olduğu bilinmektedir, Resim 6.1 a’da verilen görüntüde; 4 saatlik öğütme süreci sonunda, işlem süresinin yetersiz olduğu, bazı parçacıkların henüz kırılma aşamasında, bazılarının ise kaynaklanma aşamasında olduğu görülmektedir [4, 58]. Parçacık boyutlarında homojen bir dağılım henüz mevcut değildir. Resim 6.1 b’de verilen görüntüde; 8 saatlik öğütme süreci sonunda, daha küçük boyuttaki parçacıkların azaldığı ve kaynaklanma süreci ile iri parçacıklarında olduğu söylenebilir. Toz parçacıklarındaki kaynaklanma sonucunda başlangıç parçacık boyutuna göre artış söz konusudur. Resim 6.1 c’de verilen görüntüde; öğütme sürecinin 10 saat sonunda yeterli olmadığı hala homojen bir görüntü elde edilemediği görülmüştür. Son parçacık boyutlarına göre yağlayıcı türleri karşılaştırıldığında, stearik asit yağlayıcısı içeren numunenin küçük boyutlara ulaşmada daha etkili olduğu görülmüştür.

Resim 6.2’de stearik asit içeren numunenin 4,8 ve 10 saat süreler ile MA işlemi uygulanması sonucunda sonunda sterio mikroskop görüntüleri verilmiştir.

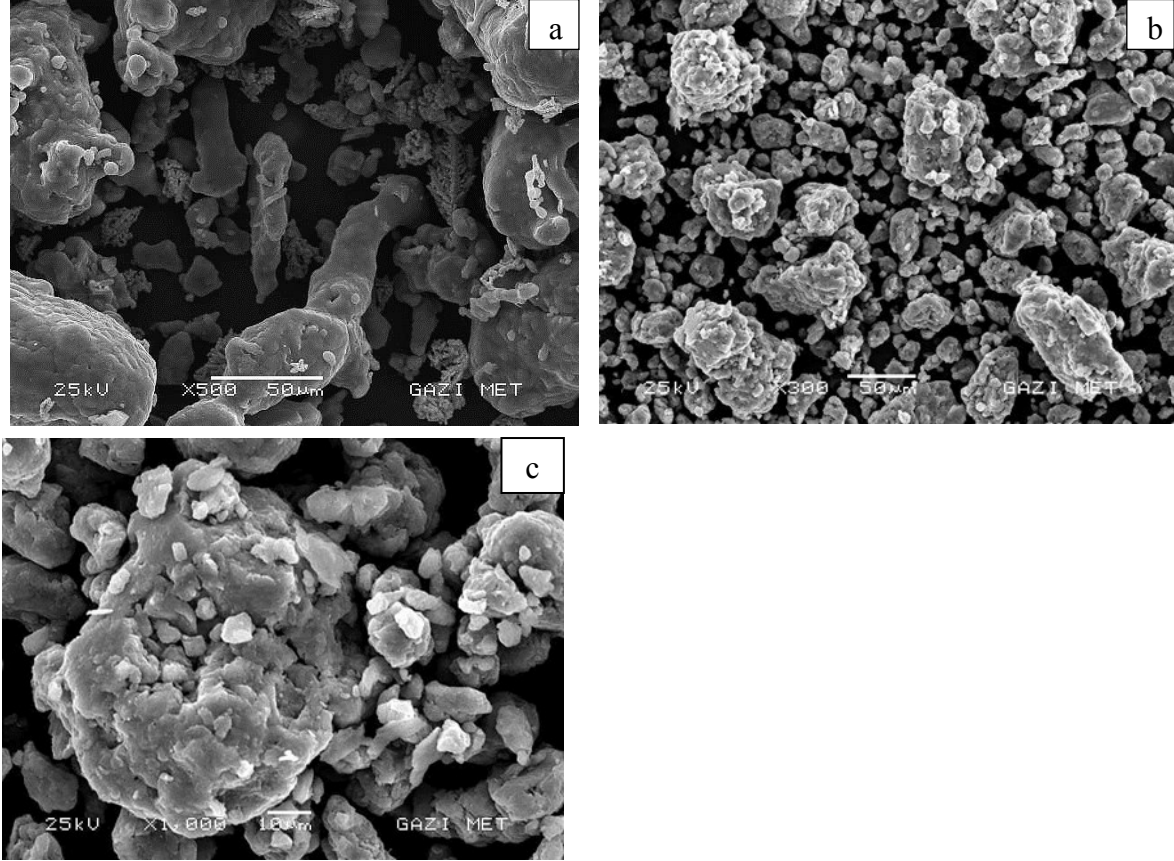


Resim 6.2. Stearik asit içeren mekanik alaşımlanma işlemi uygulanmış numunenin farklı süreler sonunda sterio mikroskop görüntüleri (a) Başlangıç tozu, (b) 4 saat, (c) 8 saat, (d) 10 saat

Resim 6.2 a’da verilen görüntüde; 4 saatlik süreç sonunda kaynaklanmaların az olduğu, tane boyut dağılımının homojen olduğu gözlemlenmiştir. Resim 6.2 b’de verilen görüntüde; 8 saatlik süreç sonunda kaynaklanmaların olduğu, fakat bu kaynaklanmaların çinko stearat içeren numuneye göre daha küçük boyutlarda gerçekleştiği görülmüştür. Resim 6.2 c’de verilen görüntüde; 10 saatlik süreç sonunda tane boyut dağılımında homojen bir görünüm elde edilmiş, çinko stearat içeren numuneye stearik asit numunesinde daha küçük boyutlara ulaşıldığı gözlemlenmiştir.

Taramalı elektron mikroskop görüntüleri

Resim 6.3’de MA işlemsiz Alumix 123 tozu ve çinko stearat yağlayıcısı ile 10 saat MA işlemi uygulanan tozların farklı büyütme ölçeklerindeki görüntüleri verilmiştir.

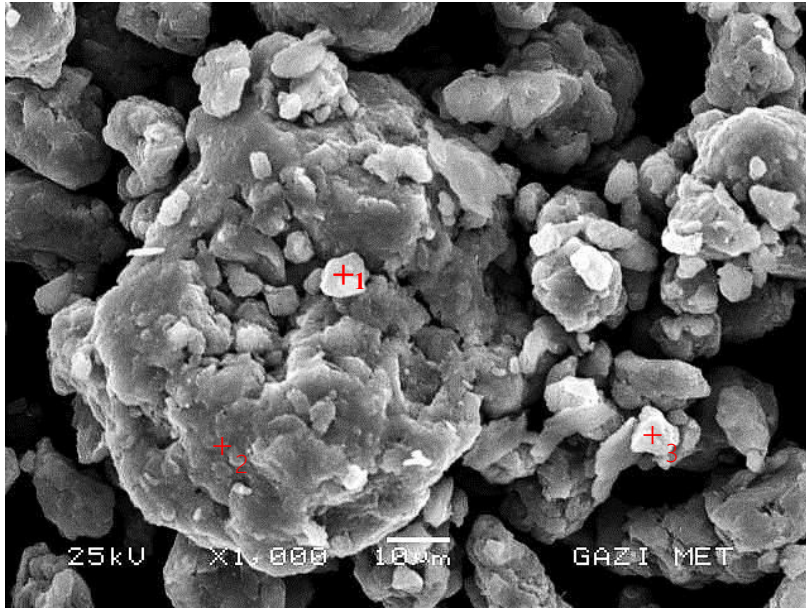


Resim 6.3. İşlemsiz Al123 ve Çinko stearat içeren toz numunenin 10 sa MA işlemi sonrası SEM görüntüleri (a) İşlemsiz Alumix 123 tozu genel görünüm, (b) Çinko stearat katkılı 10 sa MA sonrası genel görünüm, (c) Çinko stearat katkılı 10 sa MA sonrası yüksek büyütme ölçekli görünüm

Resim 6.3 a’da işlem öncesi Alumix 123 tozunun genel görünümü verilmiştir. İşlemsiz Alumix 123 tozunun genel olarak boyut dağılımının değişken olduğu görülürken, elementel halde Al ve Cu tozları içerdiği, ön alaşımlı AlSi ve AlMg tozları içerdiği EDS analizleriyle tespit edilmiştir. Resim 6.3 b’de verilen genel görünüm incelendiğinde, tane boyutlarının farklı aralıklar içerdiği ve yumsal biçimlerde olduğu görülmüştür. MA etkisini ise gerek boyut dağılımı değişkenliği, gerekse Resim 6.3 c’deki görüntüde görmek mümkündür. SEM görüntüleri verilen tozların genel olarak hala öğütme sürecinin tamamlanmadığı görülmüştür. Tozların henüz kaynaklanma sürecinde olduğu ancak kaynaklanma sürecinde iri parçacıkların üzerine küçük parçacıkların sıvanma şeklinde

yapıştığı belirlenmiştir. MA işlemi sürecinde beklenen deformasyonla pulsu yapılar yerine yumrusal formlardaki başlangıç parçacıklarının biçimlerini genel olarak koruduğu görülmektedir.

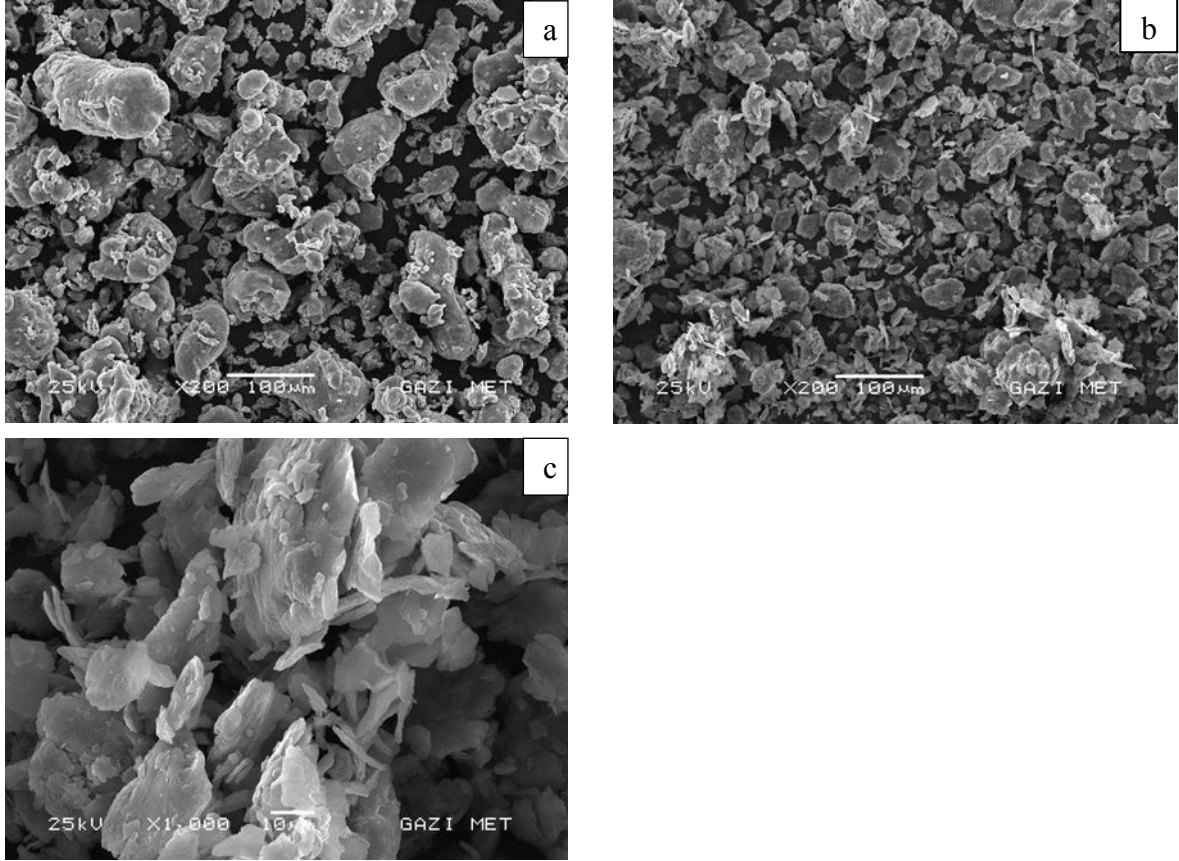
Parçacıklardaki geometrik, boyut ve yapısal değişimlerini tanımlamak amacıyla EDS analizi uygulanmıştır. Resim 6.4’de EDS analizi yapılan bölge verilmiştir.



Resim 6.4. Çinko stearat içeren toz numunenin 10 sa MA işlemi sonrası SEM/EDS görüntüsü

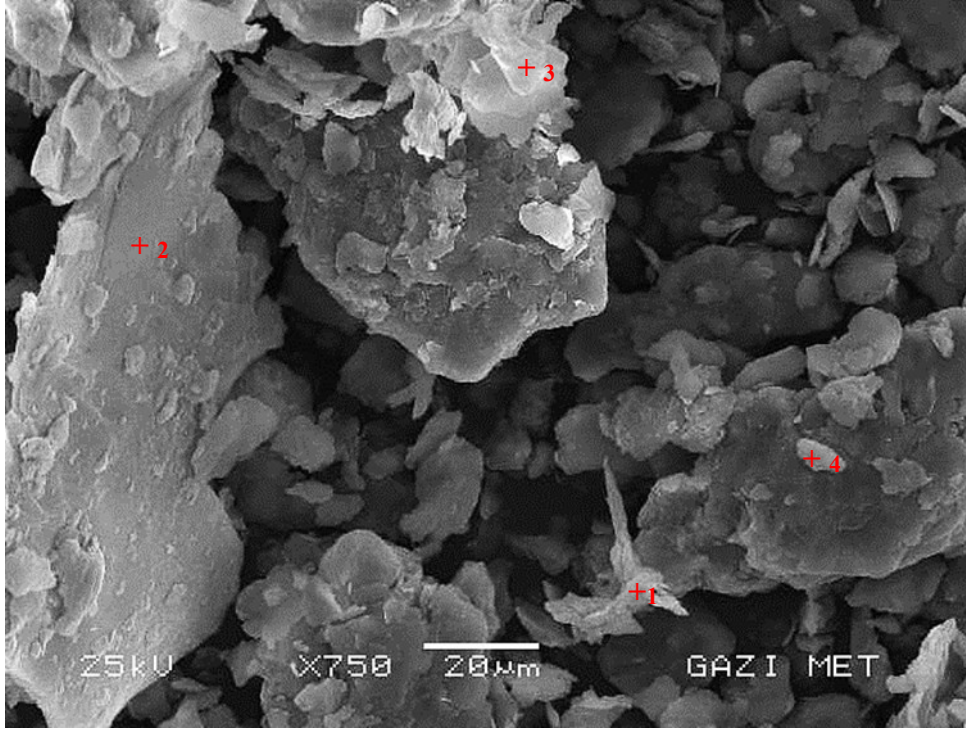
Resim 6.4’de verilen bölgede yapılan EDS analizleri sonucunda, elementel halde parçacıklara rastlanmamıştır. Parçacık yapısı içerisinde yağlayıcının varlığını saptamak amacıyla Zn miktarı incelenmiş, 1 numara ile işaretlenen noktada ($\text{Al-}\%7\text{Cu-}\%3\text{Zn}$) yağlayıcı parçacığı belirlenmiştir. 2 numaralı noktada, alüminyum parçacığı, 3 numaralı noktada ise bakırca zengin Al parçacıklar($\text{Al-}\%20\text{Cu}$) belirlenmiştir.

Resim 6.5’de MA işlemsiz Alumix 123 tozu ve stearik asit yağlayıcısı ile 10 saat MA işlemi uygulanan tozların farklı büyütmelelerdeki görüntüleri verilmiştir.



Resim 6.5. İşlemsiz Al123 ve Stearik asit içeren tozunun 10 sa MA işlemi sonrası SEM görüntüleri (a) İşlemsiz Alumix 123 tozu genel görünüm, (b) Stearik asit katkılı 10 sa MA sonrası genel görünüm, (c) Stearik asit katkılı 10 sa MA sonrası yüksek büyütme detaylı görünüm

Resim 6.5 a’da verilen MA işlemsiz başlangıç tozlarına kıyasla 10 saatlik öğütme işleminin gerçekleştiği, plastik deformasyonla farklı boyutlarda ve geometrilerde parçacıkların oluştuğu görülmüştür. Resim 6.5 b’de farklı büyütme ölçeklerinde tane şekillerinin değişimi görülmekte, Resim 6.5 c’de kaynaklanmış, yassılaştı ve pulsu geometride toz parçacıkları görülmektedir. Farklı şekiller ve boyutlardaki parçacıkları bileşim olarak tanımlamak amacıyla EDS analizi uygulanmıştır. Resim 6.6’da EDS analizi yapılan noktalar belirtilmiştir.



Resim 6.6. Stearik asit içeren toz numunenin 10 sa MA işlemi sonrası SEM/EDS görüntüsü

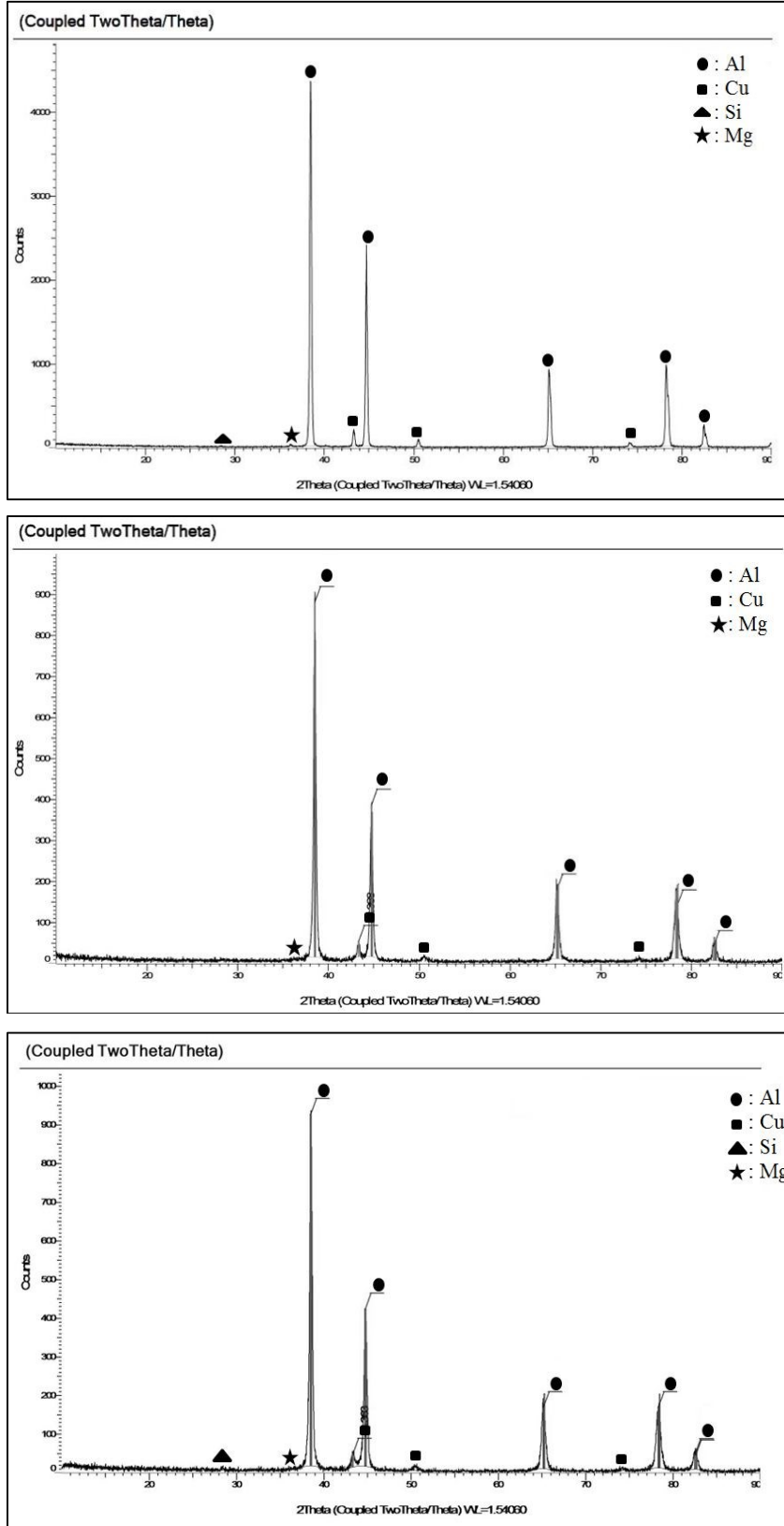
Resim 6.6’da verilen bölgede yapılan EDS analizleri sonucunda, elementel halde parçacıklara rastlanmamıştır. Al+ Si+ Cu içeren karışım ve/veya alaşımlar olduğu görülmüştür. 1 numaralı noktada bakırca zengin parçacık (Al-%25Cu) görülmekte iken 2 numaralı noktada, alüminyumca zengin parçacıklar mevcuttur (Al-%5Cu). Daha homojen görünümüne sahip 3 numaralı noktada ise Si içeren Al-Cu parçacığı (Al-%10Cu-%5Si) saptanmıştır. Başlangıç tane boyutu ve biçimine göre önemli değişim gösteren parçacıkların varlığı stearik asit yağlayıcısı ile başarılı bir öğütmenin ve hatta kısmen alaşımlamanın gerçekleştirildiği düşünülebilir.

Yapı içerisindeki yağlayıcının varlığını saptamak amacıyla, stearik asit yağlayıcısının yapısında bulunan karbon ve oksijene 4 numaralı noktada (Al-%18C-%4O-%8Cu) rastlanmıştır. Parçacık üzerinde muhtemel yağlayıcı parçacığı bulunduğu gözlemlenmiştir. Başka bir deyişle karışım toz içerisinde yağlayıcının var olduğu, sonraki işlem basamaklarında yağlayıcı uzaklaştırma prosesine ihtiyaç duyulduğu görülmüştür.

10 saatlik MA süreci sonucunda genel olarak tozların SEM ve optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, 10 saatlik süreç içerisinde stearik asit yağlayıcısının daha başarılı olduğu söylenebilir.

6.1.3. MA işleminin faz dönüşümüne etkisi

MA sürecinin faz dönüşümüne etkisi araştırılmak amacıyla Alumix 123 toz karışımına, Stearik Asit katkı 10 sa süreli MA işlemi uygulanmış toz karışımına ve Çinko Stearat katkı 10 sa süreli MA işlemi uygulanmış toz karışımına XRD analizleri uygulanmıştır. Yapılan bu analizlerin sonuçları Resim 6.7’de verilmiştir.



Resim 6.7. Alumix 123, ÇS katkılı 10 sa MA işlemi uygulanmış toz numune ve SA katkılı 10 sa MA işlemi uygulanmış toz numunelerinin XRD grafikleri (a) Alumix 123 toz karışımı XRD grafiği, (b) ÇS katkılı 10 sa MA işlemi uygulanmış toz numunenin XRD grafiği, (c) SA katkılı 10 sa MA işlemi uygulanmış toz numunenin XRD grafiği

Ön karışım Almix 123 tozunda var olduğu bilinen elementler XRD grafiğinde (Resim 6.7) tanımlanarak verilmiştir. Buna göre, karışım toz içerisinde; ICDD kart numaraları Al (PDF 00-004-787), Cu (PDF 00-003-1005), Si (PDF 00-002-0561) ve Mg fazlarının varlığı tespit edilmiştir [69].

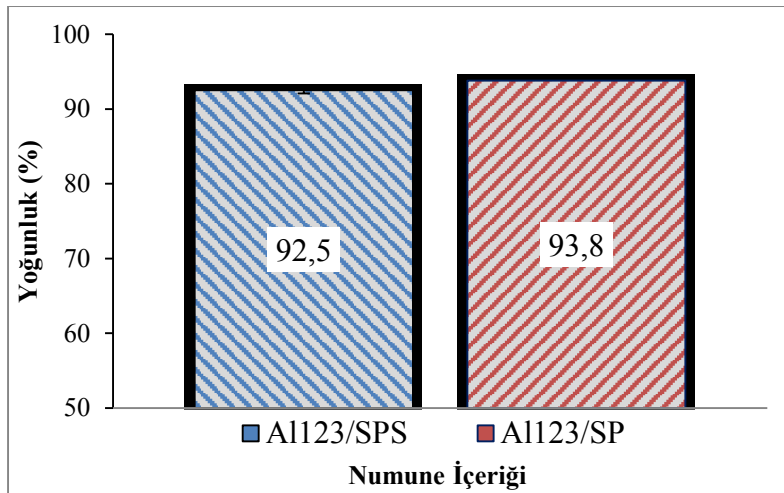
Resim 6.7 a’da verilen karışım tozun XRD grafiğindeki Al ve Cu pik şiddetlerine göre, yağlayıcı katkı numunelerin her ikisi için de MA etkisiyle şiddetlerinin azaldığı görülmüş fakat yeni bir faz tespit edilememiştir.

Her iki yağlayıcı türünün ise, alaşımlama sürecinde önemli bir etkiye neden olmadığı görülmüştür.

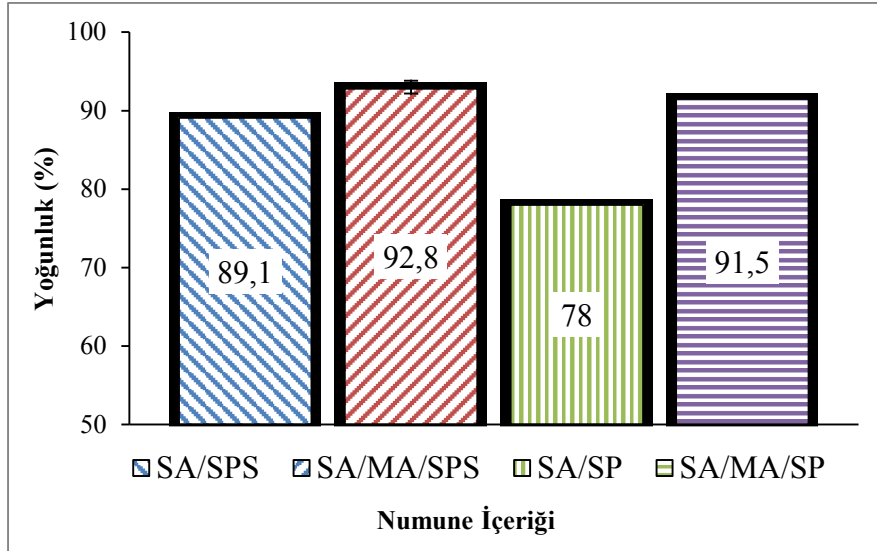
6.2. Mekanik Alaşımlama İşleminde Yağlayıcı Türü ve Sinterleme İşlemlerinin T/M Malzemelerin Özelliklerine Etkisi

6.2.1. Yoğunluk

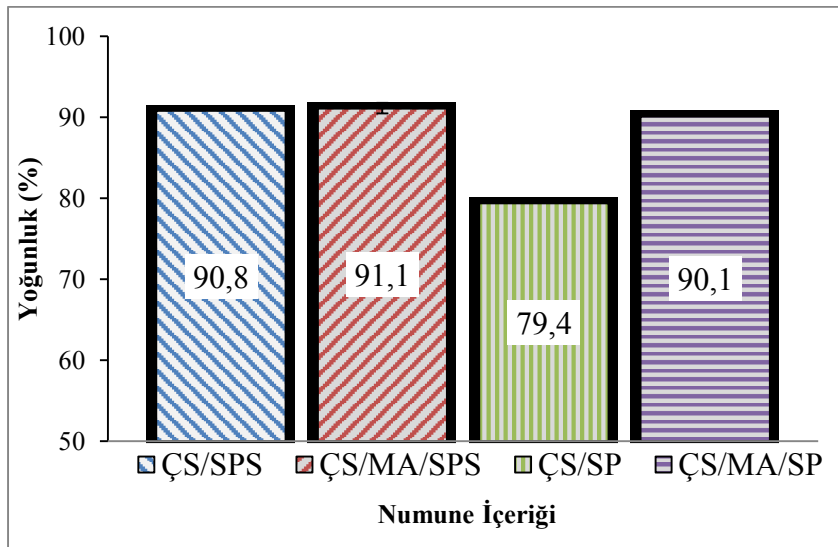
Sıcak preslenmiş ve spark plazma sinterleme işlemi uygulanmış numunelerin Arşimet prensibiyle yoğunlukları ölçülmüş, sonuçları grafiksel olarak numune kodlarıyla birlikte yüzde yoğunluk olarak Şekil 6.4, Şekil 6.5 ve Şekil 6.6’da verilmiştir.



Şekil 6.4. Sinterleme türünün Al123 T/M parçaların yoğunluklarına etkisi



Şekil 6.5. SA katkılı T/M parçaların yoğunluğuna MA işlemi ve sinter türünün etkisi



Şekil 6.6. ÇS katkılı T/M parçaların yoğunluğuna MA işlemi ve sinter türünün etkisi

Şekil 6.4.'de de görüldüğü üzere T/M parça üretimi sürecinde uygulanan işlemler sonucunda ulaşılabilen maksimum yoğunluk değerine (%93,8) Alumix 123 tozunun sıcak preslenmesiyle ulaşılmıştır. Şekil 6.3.'de görüldüğü gibi en düşük yoğunluk değeri olan %78'e ise, işlemsiz stearik asit katkılı numunenin sıcak preslenmesiyle elde edilmiştir.

Şekil 6.5.'de görüldüğü üzere stearik asit yağlayıcısı ile işlem gören ve MA işlemi uygulanan tozlardan elde edilen numunelerden maksimum yoğunluk değeri olan % 92,8'e SPS yöntemiyle ulaşılmıştır.

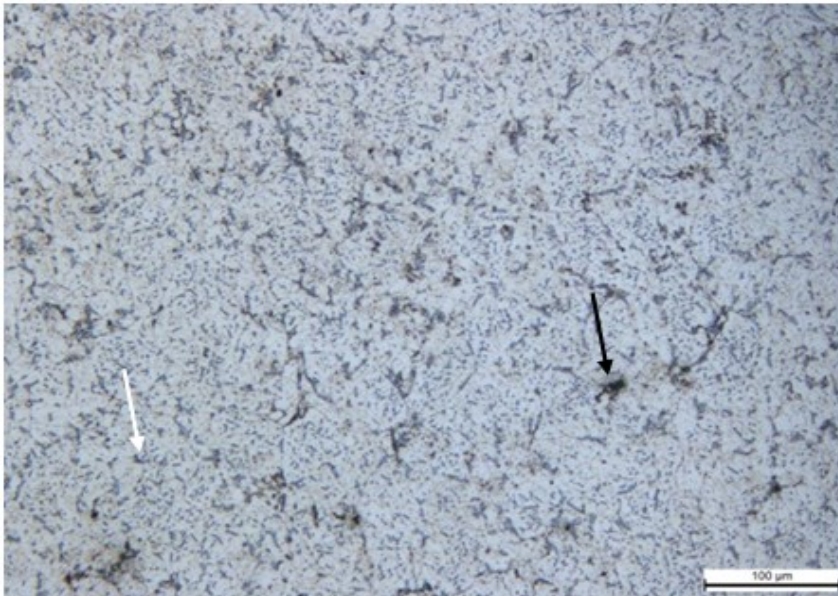
Şekil 6.6.'de ise, çinko stearat ile işlem gören numunenin yoğunluk değerinde önemli farklılık olmadığı görülmektedir. Her iki yöntem içinde yüksek yoğunluk değerlerine bu şartlarda ulaşmak mümkün gözükmemektedir.

Genel olarak SP ile üretilen T/M parçaların yoğunlukları % 96-97 civarındadır. Ancak bu çalışmalarda genel olarak ön alaşımlı tozlar kullanılır ve yüksek yoğunluklara ulaşılmasını daha kolay mümkün kılar. Bu tez çalışmasında kullanılan Alumix 123 ön karışımı tozda ise Al ve Cu toz parçacıklarının homojen karışımında olmayışı ve yoğunluklarda anlamlı olmayan değişimlere sebep olduğu düşünülmektedir. Zira Al'a göre özgül yoğunluğu üç kat daha fazla olan Cu parçacıkların karışım toz yığınının altında kalma olasılığının yüksek olması ağırlıkça % 4,5 Cu içeren alaşım oranını sağlayacak teorik yoğunluk hesabının pratikte uygulanamamasına sebep olduğu söylenebilir. Çünkü mikroyapı fotoğrafları yoğunluk ölçümlerinde belirlenen oranda gözenek içermektedir.

6.2.2. Mikroyapı

İşlem görmemiş Al123 tozundan elde edilen T/M numunelerin mikroyapı görüntüleri

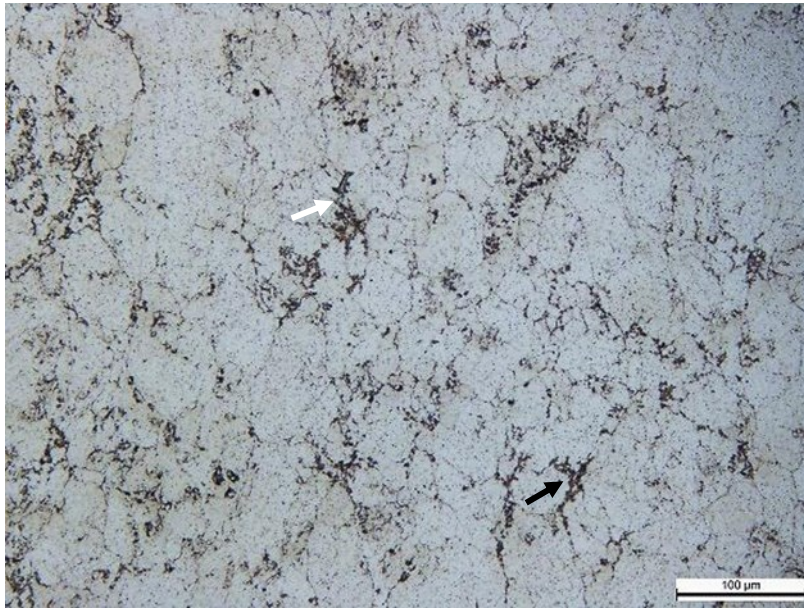
MA işlemi uygulanmamış ön karışımı Alumix 123 tozundan sıcak presleme yöntemiyle üretilen numunenin farklı büyütme ölçeklerindeki optik mikroskop görüntüleri Resim 6.9'da verilmiştir.



Resim 6.8. Al123/SP numunesinin optik mikroskop görüntüsü

Optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde Resim 6.8’de çubuksu şekilde görülen fazların yapılan EDS analizleri sonucunda da beyaz okla gösterilen yerde ve benzer yerlerde Al-Cu-Si içerdiği (%3 Cu - % 0,6 Si), siyah okla belirtilen bölgede ve benzer yerlerde Mg içerdiği görülmüştür. Homojen bir mikroyapı elde edilmediği, bakırca zengin bölgelerle birlikte gözenek miktarının az olduğu söylenebilir.

MA işlemi uygulanmamış ön karışımli Alumix 123 tozundan spark plazma sinterleme yöntemiyle üretilen numunenin optik mikroskop görüntüsü Resim 6.9’da verilmiştir.



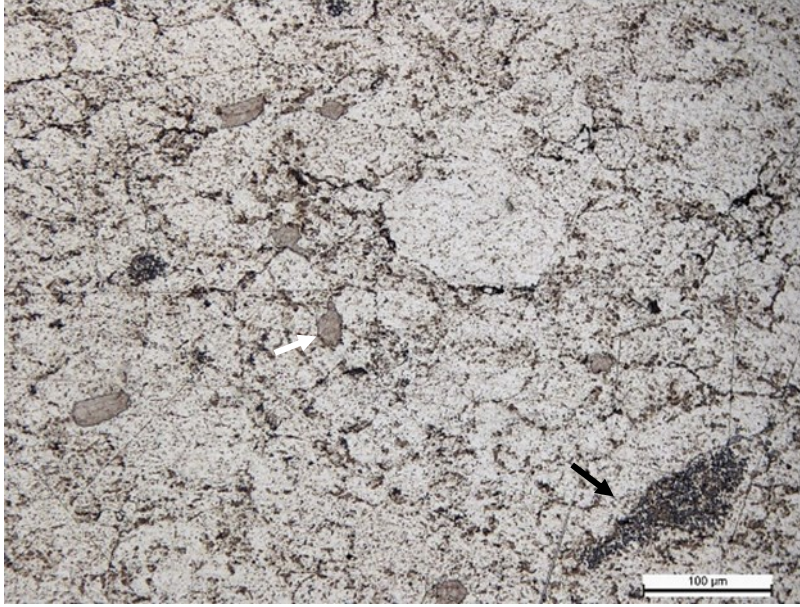
Resim 6.9. Al123/SPS numunesinin optik mikroskop görüntüsü

Optik mikroskop görüntüsü incelendiğinde Resim 6.9’da siyah okla işaretlenmiş koyu kahverengi renk tonlamasıyla kısmi homojen olarak görülen muhtemel fazlar bakırca zengin intermetaliklerin olduğu düşünülmekte, beyaz okla gösterilen kümelenmiş ve mavi/mor renkte Si katkılı benzer fazların olduğu söylenebilir. Al123/SPS numunesi için bakır yoğunluğunun daha fazla olduğu renk tonu farklılığından dolayı düşünülebilir.

Resim 6.8 ve Resim 6.9’daki görüntülere dayanarak sinterleme yöntemleri karşılaştırıldığında SPS yöntemiyle elde edilmiş mikroyapının SP ile elde edilmiş mikroyapıya göre daha homojen olduğu söylenebilir.

Stearik asit içeren işlem uygulanmamış ve MA işlemi uygulanmış numunelerin mikroyapı görüntüleri

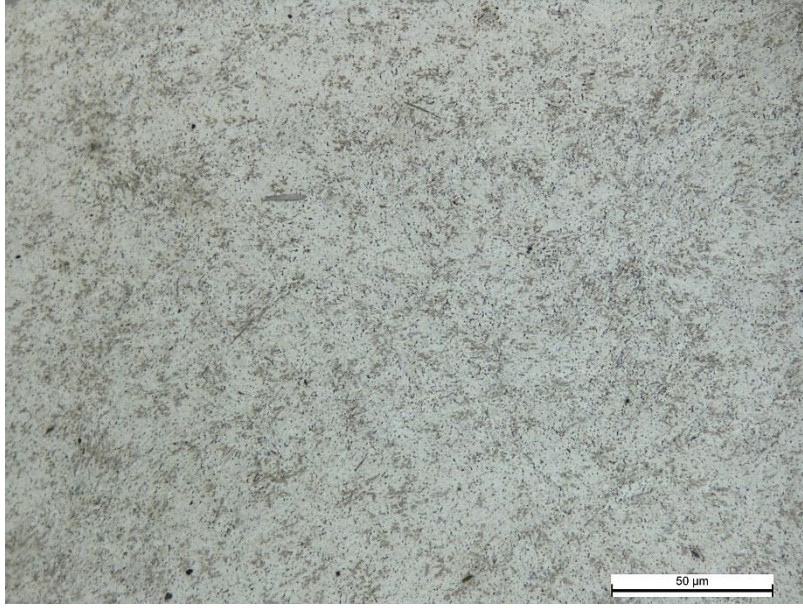
MA işlemsiz stearik asit yağlayıcısı içeren Alumix 123 tozunun sıcak preslenmesiyle üretilen numunenin optik mikroskop görüntüsü Resim 6.10'da verilmiştir.



Resim 6.10. SA/SP numunesinin optik mikroskop görüntüsü

Optik mikroskop görüntüsü incelendiğinde Resim 6.10'da beyaz okla işaretlenmiş tane ve buna benzer şekilde görülen diğer tanelerin muhtemel bakırca zengin parçacıklar olduğu görülmekte, siyah okla işaret edilen bölge ise silisyumca zengin bölgeleri görülmektedir.

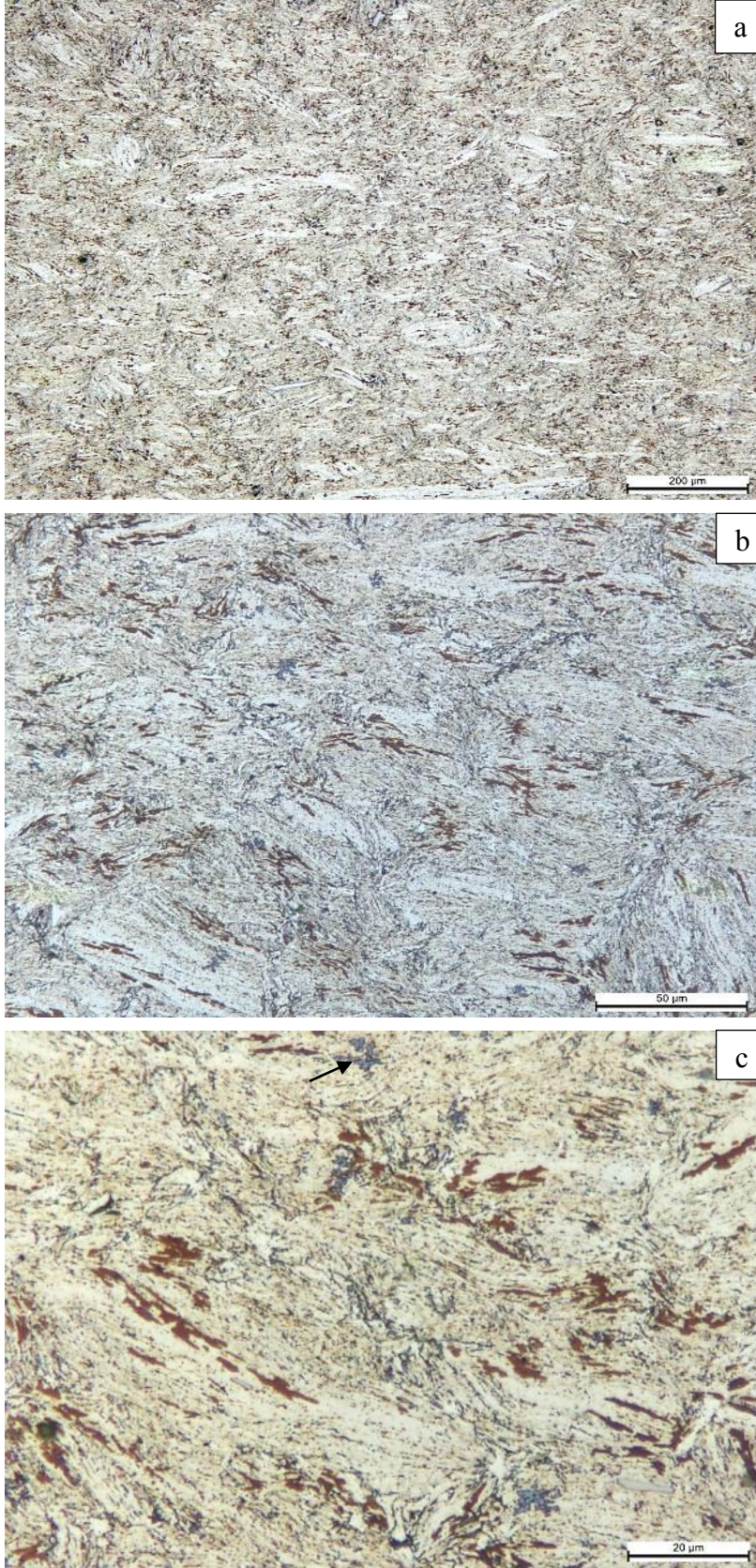
MA işlemsiz stearik asit yağlayıcı katkılı Alumix 123 tozunun spark plazma sinterlenmesiyle üretilen numunenin optik mikroskop görüntüsü Resim 6.11'de verilmiştir.



Resim 6.11. SA/SPS numunesinin optik mikroskop görüntüsü

Resim 6.11’de görüntüsü verilen SA/SPS numunesinde koyu tonlu bölgelerin bakırca zengin bölgeler gözlemlenmiştir.

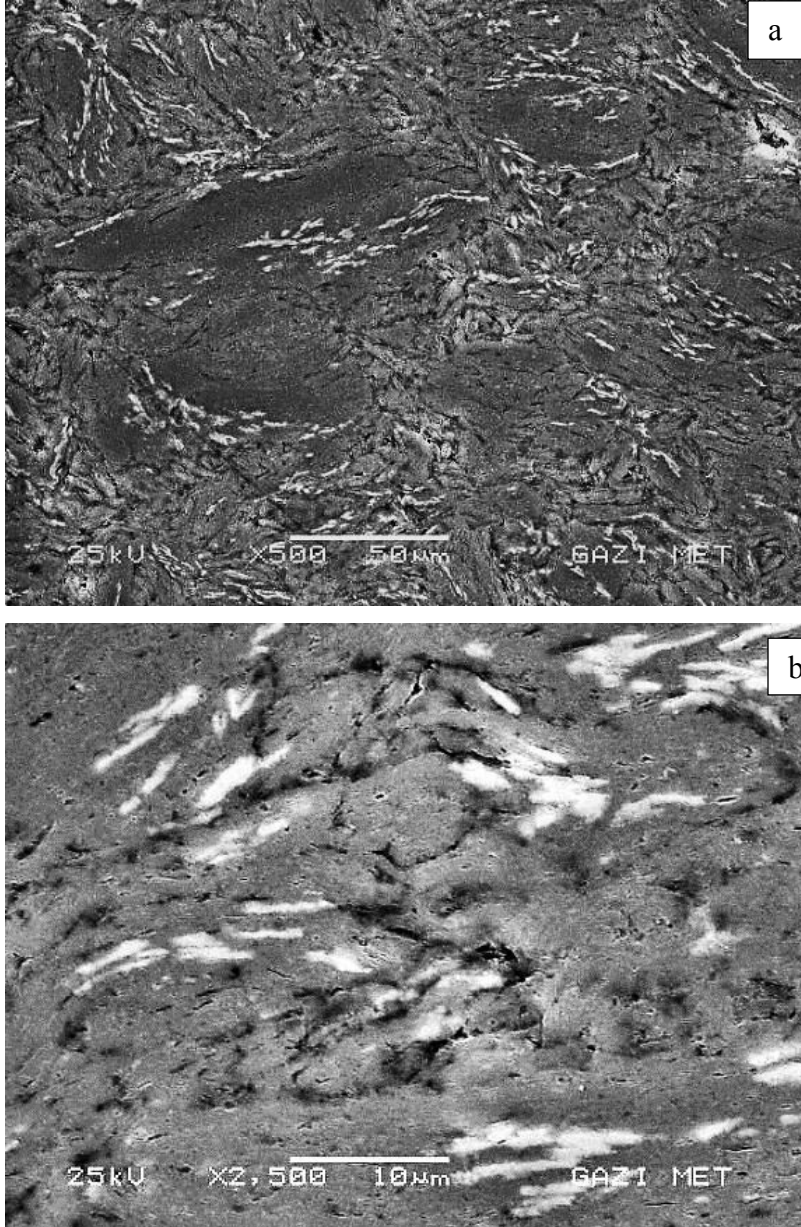
10 saat MA işlemi uygulanmış ardından sıcak presleme işlemi yapılmış, stearik asit içeren T/M numunelerin optik mikroskop görüntüleri Resim 6.12’de verilmiştir.



Resim 6.12. SA/MA/SP işlemlili T/M numuneninin farklı büyütme oranlarında gösteren mikroyapısı (a) Genel görünüm, (b) Yüksek büyütmeli detaylı görünüm, (c) Yüksek büyütmeli detaylı görünüm

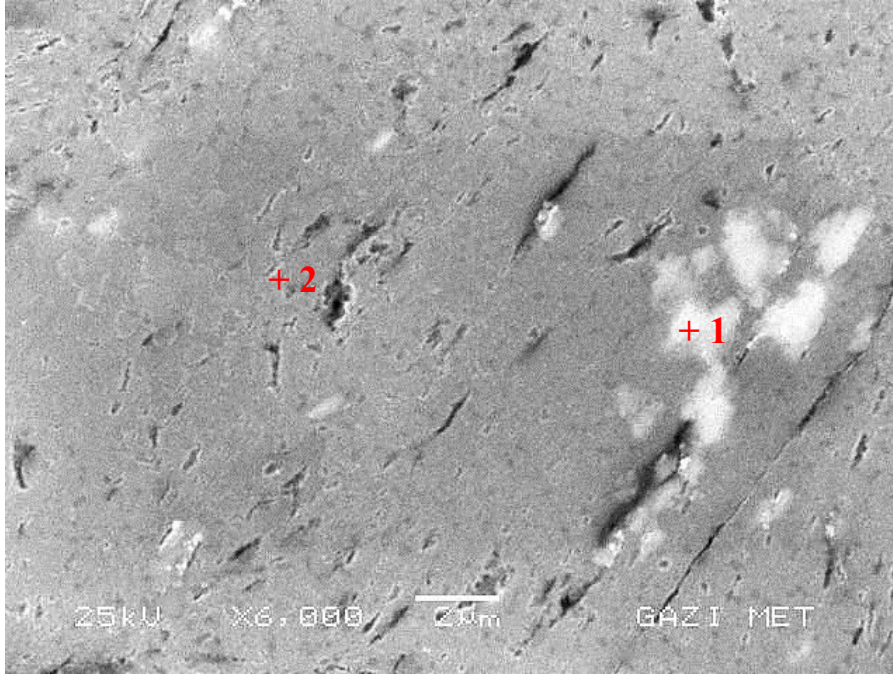
Resim 6.12 a'ya bakıldığında MA işlemlili SA katkılı T/M malzeme mikroyapısının genel görünüm itibariyle homojen olduğu söylenebilir. MA sürecinde bakır parçacıklarla etkileşime giren Al parçacıklarının oluşturduğu bakırca zengin Al-Cu intermetalik fazlar ise kahverengi renk tonundadır. Beyaz renkli uzun taneler alüminyumca zengin bölgelerdir. Mekanik alaşımlama işleminin parçacıkların şekilleri üzerindeki etkisi, en/boy oranı artmış ve deforme olmuş pulsu taneler ile gözlemlenmiştir. Resim 6.12 b'de bakırca zengin parçacıklar kahverengi renk tonunda, başlangıca göre daha küçük boyutlarda ve deforme olmuş şekilde görülmektedir. Resim 6.12 a ve Resim 6.12 b'deki siyah renkteki noktasal fazların, Resim 6.12 c'deki okla gösterildiği detaylı görüntüsünde Al-Si ötektik fazı olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

10 saat MA işlemi uygulanmış ardından sıcak presleme işlemi yapılmış, stearik asit içeren T/M numunelerin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri Resim 6.13'de verilmiştir.



Resim 6.13. SA/MA/SP numunesinin elektron mikroskop görüntüleri

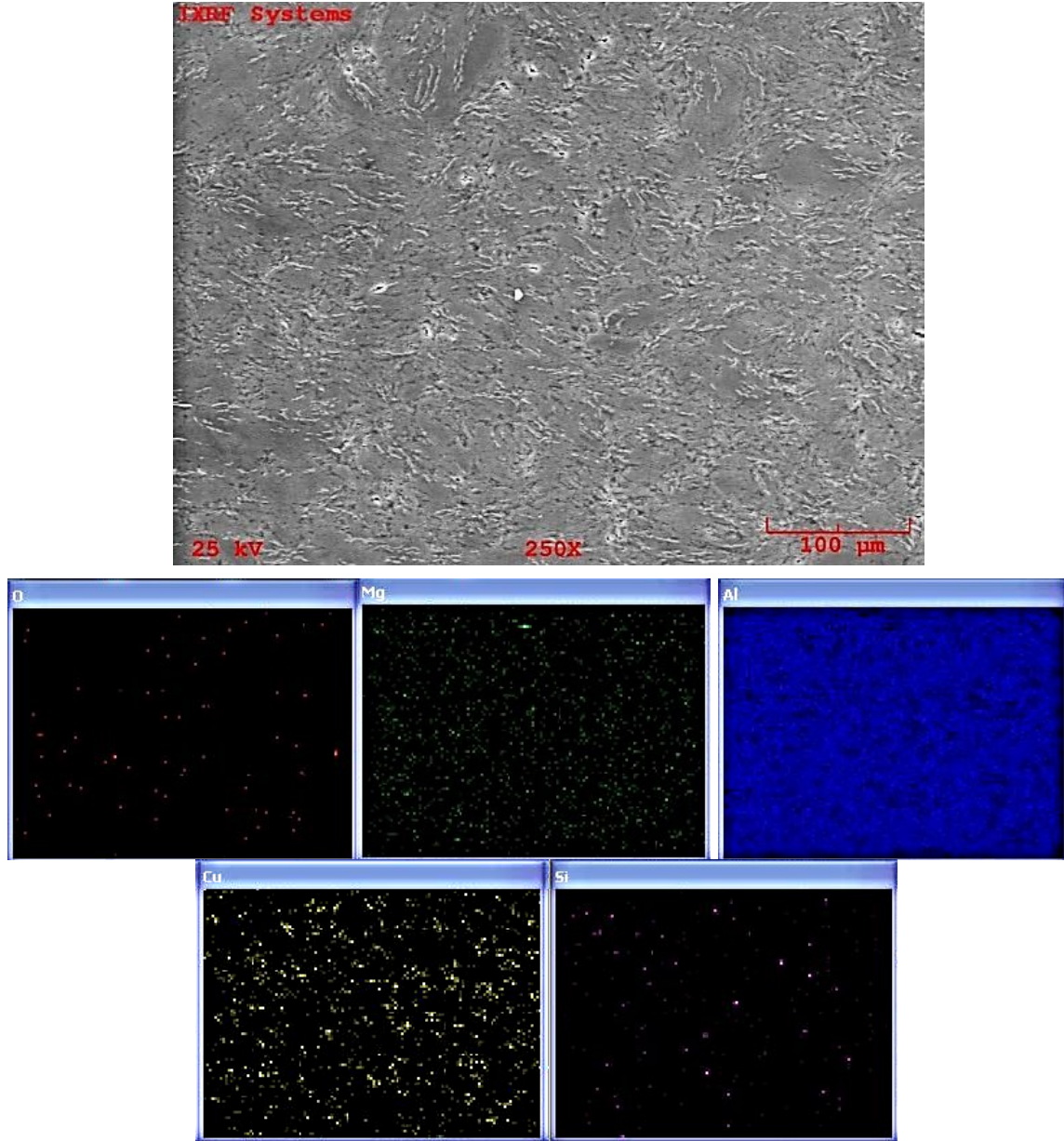
Burada, MA işlemi sürecinde yoğun deforme olmuş ve parçalanmış Cu parçacıkların Al parçacıklar arasındaki morfolojisi görülmektedir. Bu üretim sürecinde, Resim 6.13 a’da görülen açık gri renk tonlu parçacıkların bakırca zengin fazlar olduğu düşünülmektedir. Resim 6.13 b’de daha ayrıntılı şekilde gözükmektedir.



Resim 6.14. SA/MA/SP numunesinin SEM/EDS görüntüsü

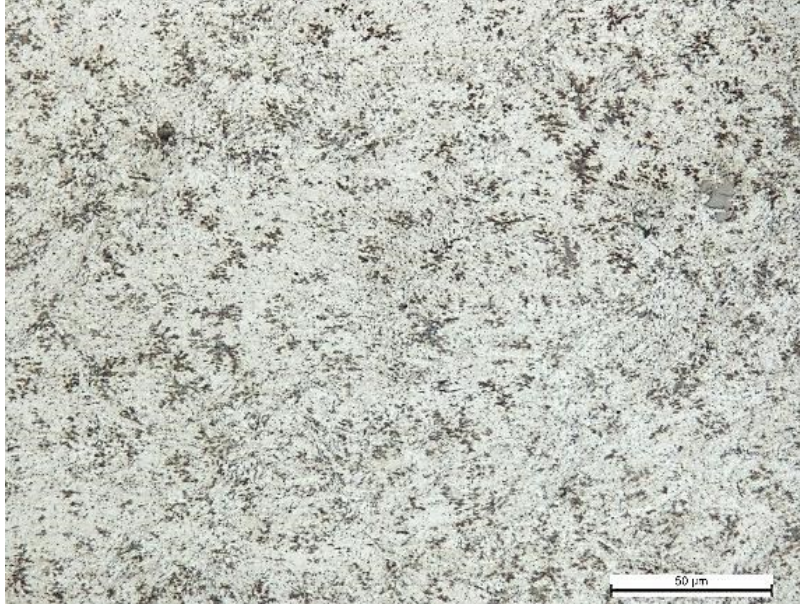
T/M numuneye EDS analizi uygulanmış ve Resim 6.14’de EDS analizi yapılan bölgenin görüntüsü verilmiştir. Analiz sonucunda, Resim 6.14’de 1 numaralı noktada, bakırca zengin fazlar($\text{Al- \%15Cu}$) olduğu sonucuna ulaşılmıştır. 2 numaralı noktada ise, kısmen silisyumca zengin($\text{Al- \%6Si}$) fazlar olduğu saptanmıştır.

Bu T/M malzemenin mikroyapısı SEM element haritalama (Mapping) işlemine tabi tutulmuştur. Resim 6.15’de verilen haritalama analizi sonucuna göre, ön karışımli tozlarla üretilen T/M malzemedeki alaşım elementleri olan Cu, Si ve Mg’nin mikroyapıda genel olarak homojen dağılım gösterdiği belirlenmiştir. Ancak Mg’nin Si ’ye göre daha homojen dağılım gösterdiği açıktır. Cu ise kısmi kümeleşmelerle homojen dağılım göstermiştir.



Resim 6.15. SA/MA/SP numunesinin SEM görüntüsü ve element haritalama analizi verileri

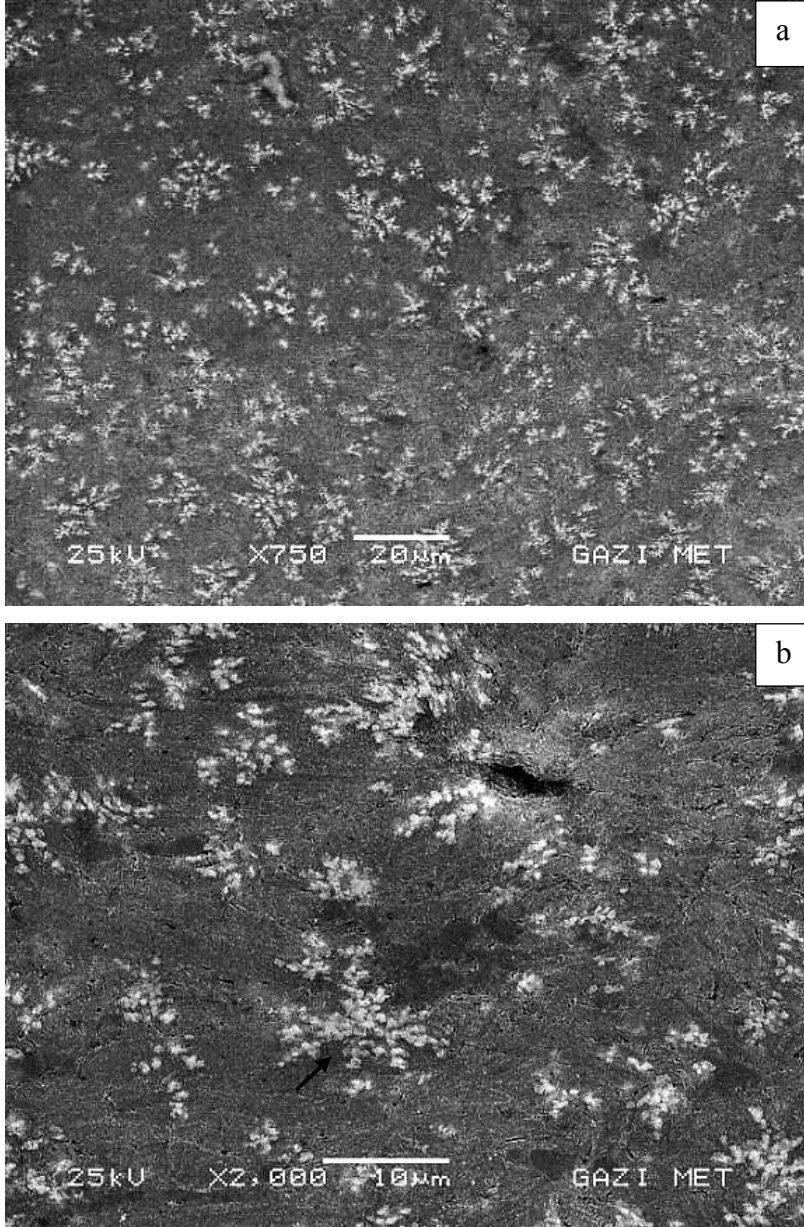
10 saat MA işlemi uygulanmış ardından spark plazma sinterleme işlemi yapılmış, stearik asit içeren T/M numunenin görüntüsü Resim 6.16’da verilmiştir.



Resim 6.16. SA/MA/SPS numunesinin optik mikroskop görüntüsü

SA/MA/SPS numunesinin mikroyapısı Resim 6.16 incelendiğinde, genel görünüm itibariyle homojen bir mikroyapıya sahip olduğu söylenebilirken, mekanik alaşımlamanın parçacık şekilleri üzerindeki etkisi, deforme olmuş tanelerle gözlemlenmiştir. Resim 6.12'deki SA/MA/SP numunesinin genel görünümü ile karşılaştırıldığında alüminyumca zengin bölgelerin daha az olduğu söylenebilir. Spark plazma sinterleme işlemi sonucunda, ince taneli mikroyapı elde edildiği söylenebilir. Resim 6.16'da kahverengi renk olarak görülen bakırca zengin parçacıklarının, işlem öncesine ve SA/MA/SP numunesinin genel görünümüne göre daha küçük boyutlarda yapı içerisinde bulunduğu görülmektedir. Resim 6.16'da görülen siyah renkli noktasal fazların, MA sürecinde bakır parçacıklarla etkileşime giren Al parçacıklarının oluşturduğu bakırca zengin Al-Cu intermetalik fazlar olduğu düşünülmektedir, alüminyumca zengin bölgeler ise daha açık renk tonuyla yer yer gözükmemektedir.

10 saat MA işlemi uygulanmış ardından spark plazma sinterleme işlemi yapılmış, stearik asit içeren T/M numunelerin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri Resim 6.17'de verilmiştir.

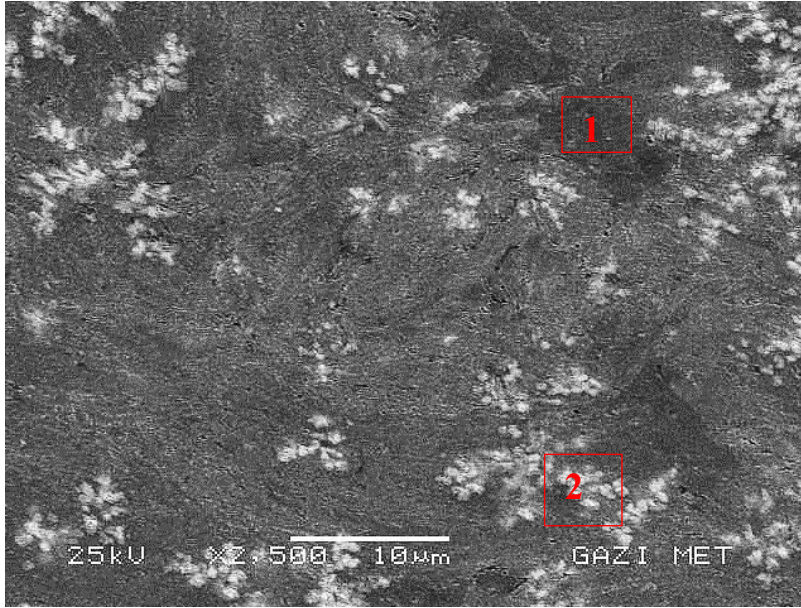


Resim 6.17. SA/MA/SPS numunesinin SEM görüntüleri

Resim 6.17 b’de siyah okla işaret edilen, MA işlemi sürecinde deforme olmuş Cu parçacıklarının Al parçacıklar arasındaki morfolojisi görülmektedir. Resim 6.13’de verilen SA/MA/SP numunesi ile karşılaştırıldığında bakırca zengin parçacıkların daha küçük boyutlarda olduğu ve şekilsel olarak farklı olduğu gözlemlenmiştir. Resim 6.13’deki bakırca zengin parçacıklar yapı içerisinde farklı yönlenmeler ile çubuksal formda gözlemlenirken, Resim 6.17.’de bakırca zengin parçacıklarının şekli küresele yakındır. Bu farklılığın sinterleme yöntemi farklılığından kaynaklandığı düşünülmekte, SPS yönteminin geleneksel sinterleme yöntemlerine göre tane boyut kontrolü sağladığı bilinmektedir [78].

Her iki numune içinde alüminyumca zengin parçacıklar mevcut iken, Cu parçacıkları da çevresinde gözlemlenmektedir.

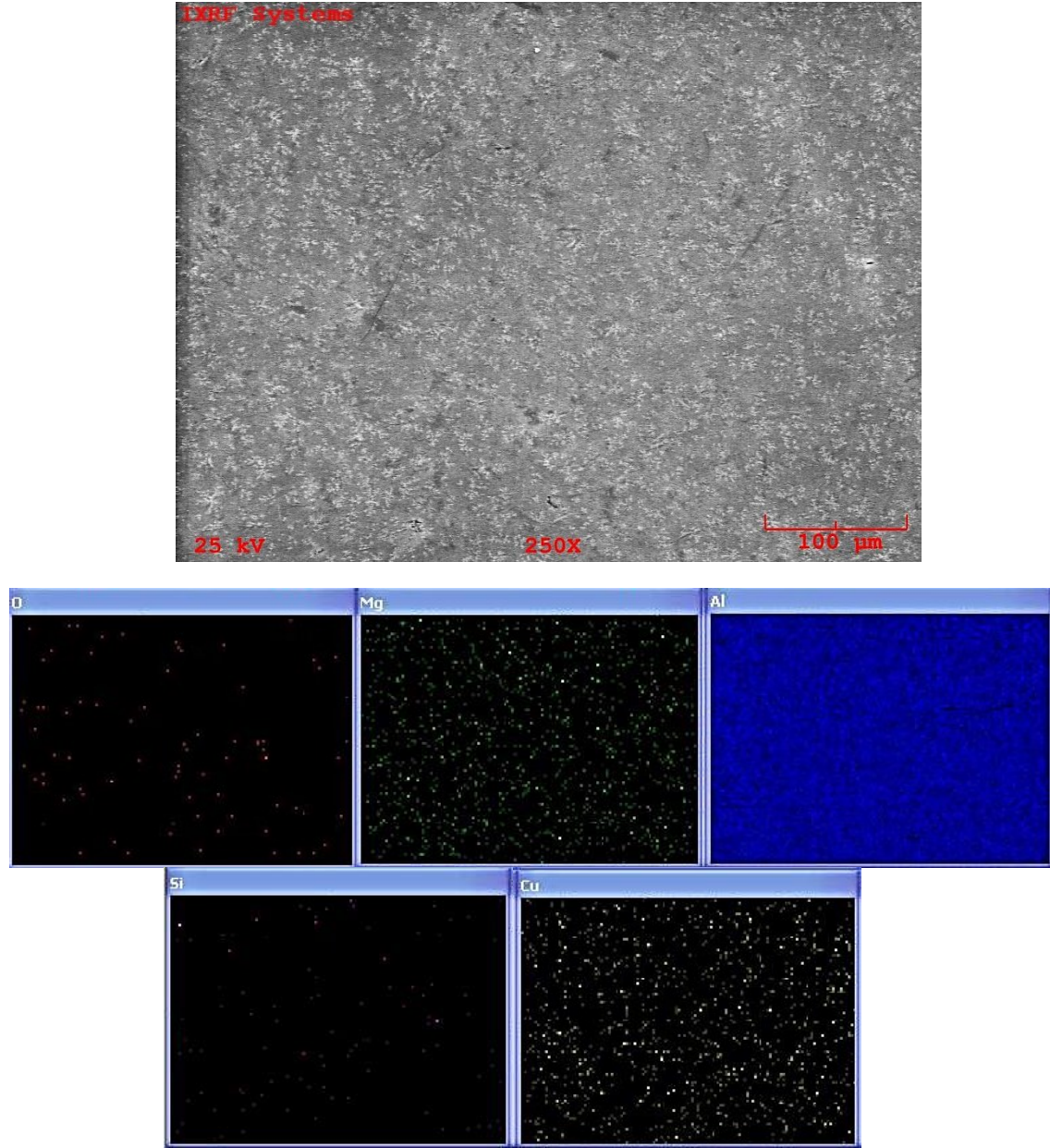
T/M numuneye EDS analizi uygulanmış ve Resim 6.18’de EDS yapılan bölgenin görüntüsü verilmiştir.



Resim 6.18. SA/MA/SPS numunesinin SEM/EDS görüntüsü

Analiz sonucunda, Resim 6.18’de 1 numaralı bölgede alüminyumca zengin fazlar($\text{Al-}\%2\text{ Cu}$) mevcut olduğu sonucuna ulaşılrken, 2 numaralı bölgede bakırca zengin fazlar($\text{Al-}\%10\text{ Cu}$) olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Sıcak presleme yöntemiyle karşılaştırıldığında, bakırca zengin parçacık oranının daha az olduğu, Al-Cu bileşiğinin fazla olduğu görülmektedir.

Bu malzemenin mikroyapısı SEM element haritalama (Mapping) işlemine tabi tutulmuştur. Resim 6.19’da verilen haritalama analizi sonucuna göre, ön karışimli tozlarla üretilen T/M malzemedeki alaşım elementleri olan Cu, Si ve Mg’nin mikroyapıda genel olarak homojen dağılım gösterdiği belirlenmiştir.



Resim 6.19. SA/MA/SPS numunesinin SEM görüntüsü ve element haritalama analizi verileri

Çinko stearat içeren işlem uygulanmamış ve MA işlemi uygulanmış numunelerin mikroyapı görüntüleri

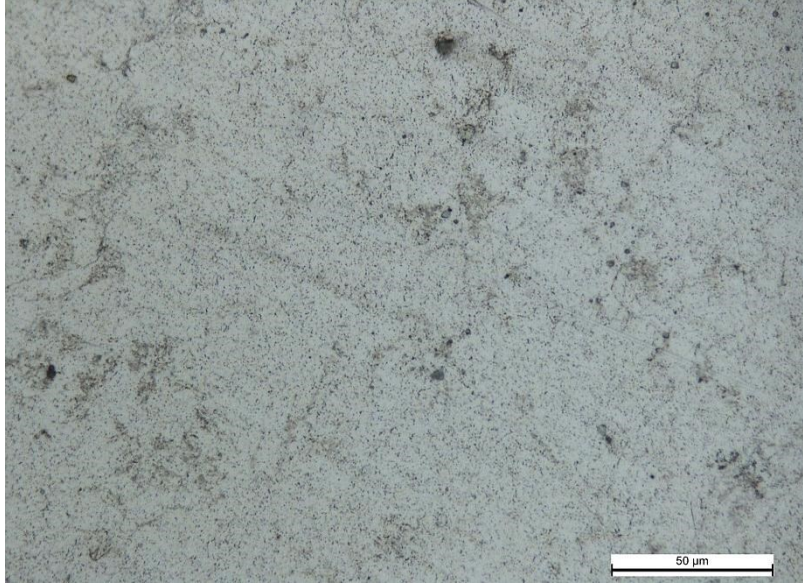
MA işlemsiz çinko stearat yağlayıcı katkılı Alumix 123 tozunun sıcak preslenmesiyle üretilen numunenin optik mikroskop görüntüsü Resim 6.20’de verilmiştir.



Resim 6.20. ÇS/SP numunesinin optik mikroskop görüntüsü

Optik mikroskop görüntüsü incelendiğinde Resim 6.20’de beyaz okla işaretlenmiş tanenin muhtemel bakırca zengin parçacık olduğu görülmektedir. Siyah okla işaret edilen bölgede Al-Cu difüzyon gradyantını gösterilmektedir. Mikroyapı içerisinde kümelenmiş bölgeler şeklinde yine silisyumca zengin bölgeler görülmektedir.

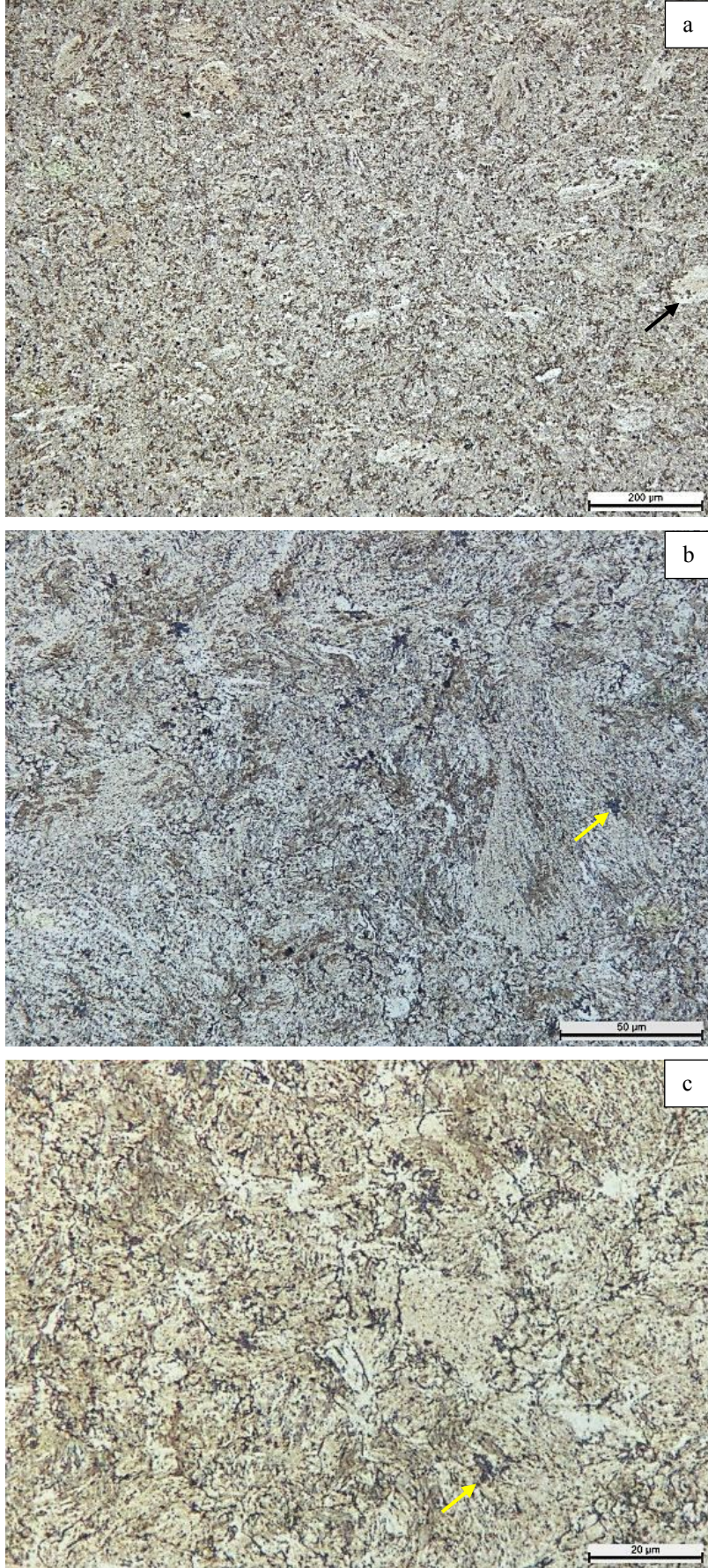
MA işlemsiz çinko stearat yağlayıcı katkılı Alumix 123 tozunun spark plazma sinterlenmesiyle üretilen numunenin optik mikroskop görüntüsü Resim 6.21’de verilmiştir.



Resim 6.21. ÇS/SPS numunesinin optik mikroskop görüntüsü

MA işlemi uygulanmayıp çinko stearat yağlayıcısı içeren Resim 6.21’de verilen ÇS/SPS numunesinde tane sınırları çevresinde kahverengi renkle görüntülenen yerlerde bakırca zengin bölgeler gözlemlenmiştir.

10 saat MA işlemi uygulanmış ardından sıcak presleme işlemi yapılmış, çinko stearat içeren T/M numunelerin görüntüleri Resim 6.22’de verilmiştir.



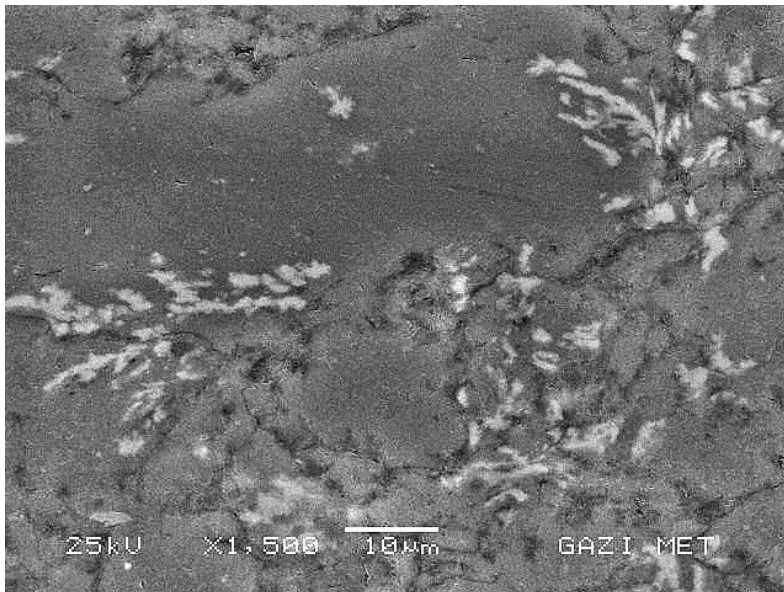
Resim 6.22. ÇS/MA/SP numunesinin optik mikroskop görüntüleri

Genel olarak mikroyapıya bakıldığında, MA sürecinde bakır parçacıklarla etkileşime giren Al parçacıklarının oluşturduğu bakırca zengin Al-Cu intermetalik fazlar kahverengi renk tonundadır. Al-Si ötektik fazın kümeleri ve yer yer Al-Cu bileşiği fazlardaki MA işlemi ve sıcak presleme sürecindeki deformasyon etkileri açıkça görülmektedir.

Resim 6.22 a'ya bakıldığında MA işlemli ÇS katkılı T/M malzeme mikroyapısının genel görünüm itibariyle homojen olduğunu söylemek mümkündür. Alüminyumca zengin bölgeler siyah okla işaretlenmiştir. Mekanik alaşımlama işleminin parçacıkların şekilleri üzerindeki etkisi, gerek parçacık boyutlarındaki değişimler ile gerekse parçacık şekilleri değişimleri ile gözlemlenmiştir. Resim 6.22 b'de daha koyu renk tonlamasına sahip bölgelerin bakırca zengin bölgeler olduğu, bakırca zengin parçacığın işlem öncesi görünümüne oranla daha küçük boyutta ve deforme olmuş şekilde bulunduğu tespit edilmiştir. 6.22 b'deki siyah renkli noktasal fazların, sarı oklarla işaret edildiği Resim 6.22.c.'deki detaylı görüntüsünde Al -Si ötektik fazı olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

ÇS/MA/SP numunesi, SA/MA/SP numunesi ile karşılaştırıldığına daha ince taneli mikroyapıya sahip olduğu söylenebilir.

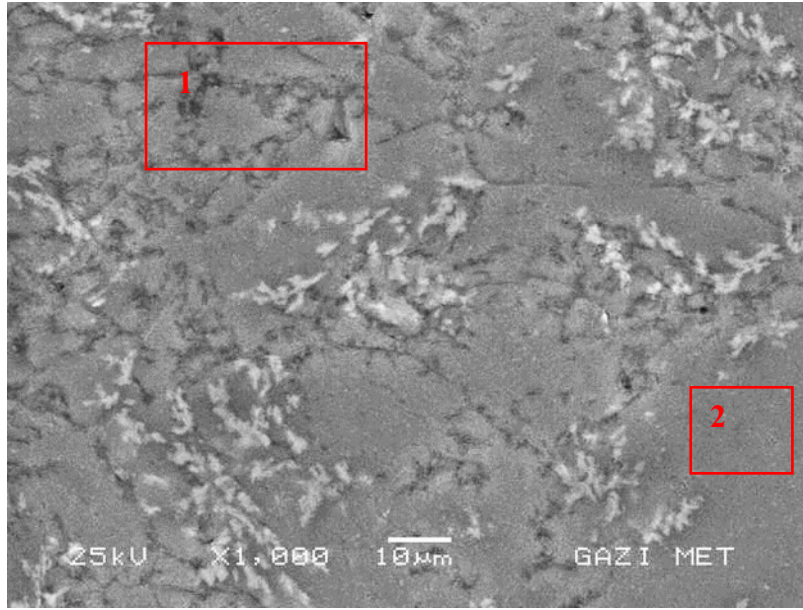
10 saat MA işlemi uygulanmış ardından sıcak presleme işlemi yapılmış, çinko stearat içeren T/M numunelerin taramalı elektron mikroskobu görüntüsü Resim 6.23'de verilmiştir.



Resim 6.23. ÇS/MA/SP numunesinin SEM görüntüsü

Burada, MA işlemi sürecinde deforme olmuş Cu parçacıklarının Al parçacıklar arasındaki morfolojisi görülmektedir. Bir Al tanesi ve tane sınırları görülmektedir. Diğer numunelere oranla, homojenlik daha az gözükmemektedir.

T/M numuneye EDS analizi uygulanmış ve Resim 6.24'de EDS yapılan bölgenin görüntüsü verilmiştir.



Resim 6.24. ÇS/MA/SP numunesinin SEM/EDS görüntüsü

Analiz sonucunda, Resim 6.24'de 1 ve 2 numaralı bölgelerde alüminyum matris yapıda ortalama % 1,5 Cu olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

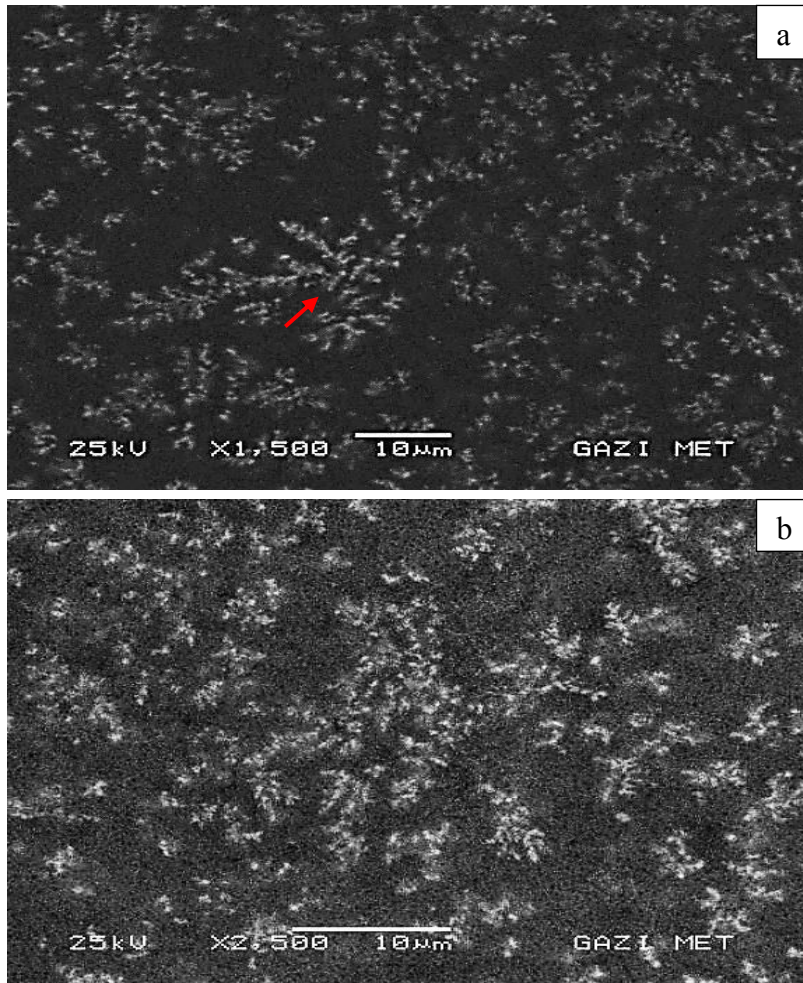
10 saat MA işlemi uygulanmış ardından spark plazma sinterleme işlemi yapılmış, çinko stearat içeren T/M numunelerin görüntüleri Resim 6.25'de verilmiştir.



Resim 6.25. ÇS/MA/SPS numunesinin optik mikroskop görüntüleri

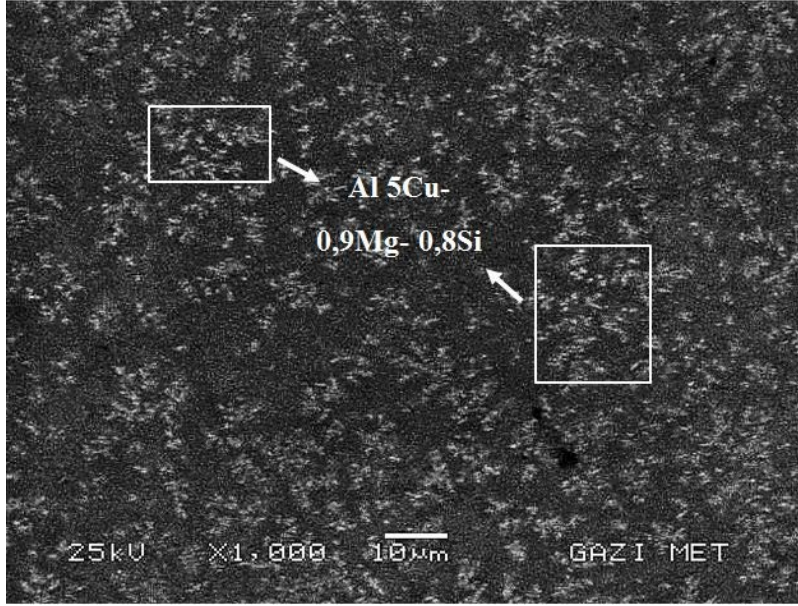
Resim 6.25 a'ya bakıldığında, genel olarak homojen gözüktüğü de düşük oranlarda alüminyumca zengin bölgeler mevcuttur ve siyah oklarla işaretlenmiştir. Resim 6.25 c'de de alüminyumca zengin bölgeler belirtilmiştir bu bölgeler daha açık renk tonlamasına sahiptir. Siyah küresel şekilde görüntülenen fazların, daha farklı büyütmelerde Resim 6.25 b'de sarı okla da belirtildiği şekilde muhtemel Al-Cu-Si bileşiği olduğu düşünülmüştür. MA işleminin etkisi tane boyutlarından, sinterleme yöntemi etkisi ise tane şekillerinden görülmektedir. Her üç görüntü için de koyu renk tonlamaların bakırca zengin bölgelerden kaynaklandığı düşünülmüştür. Genel olarak, ÇS/MA/SPS numunesinin daha ince taneli bir yapıya sahip olduğu gözükmektedir.

10 saat MA işlemi uygulanmış ardından spark plazma sinterleme işlemi yapılmış, çinko stearat içeren T/M numunelerin taramalı elektron mikroskobu görüntüleri Resim 6.26'da verilmiştir.



Resim 6.26. ÇS/MA/SPS numunesinin SEM görüntüleri

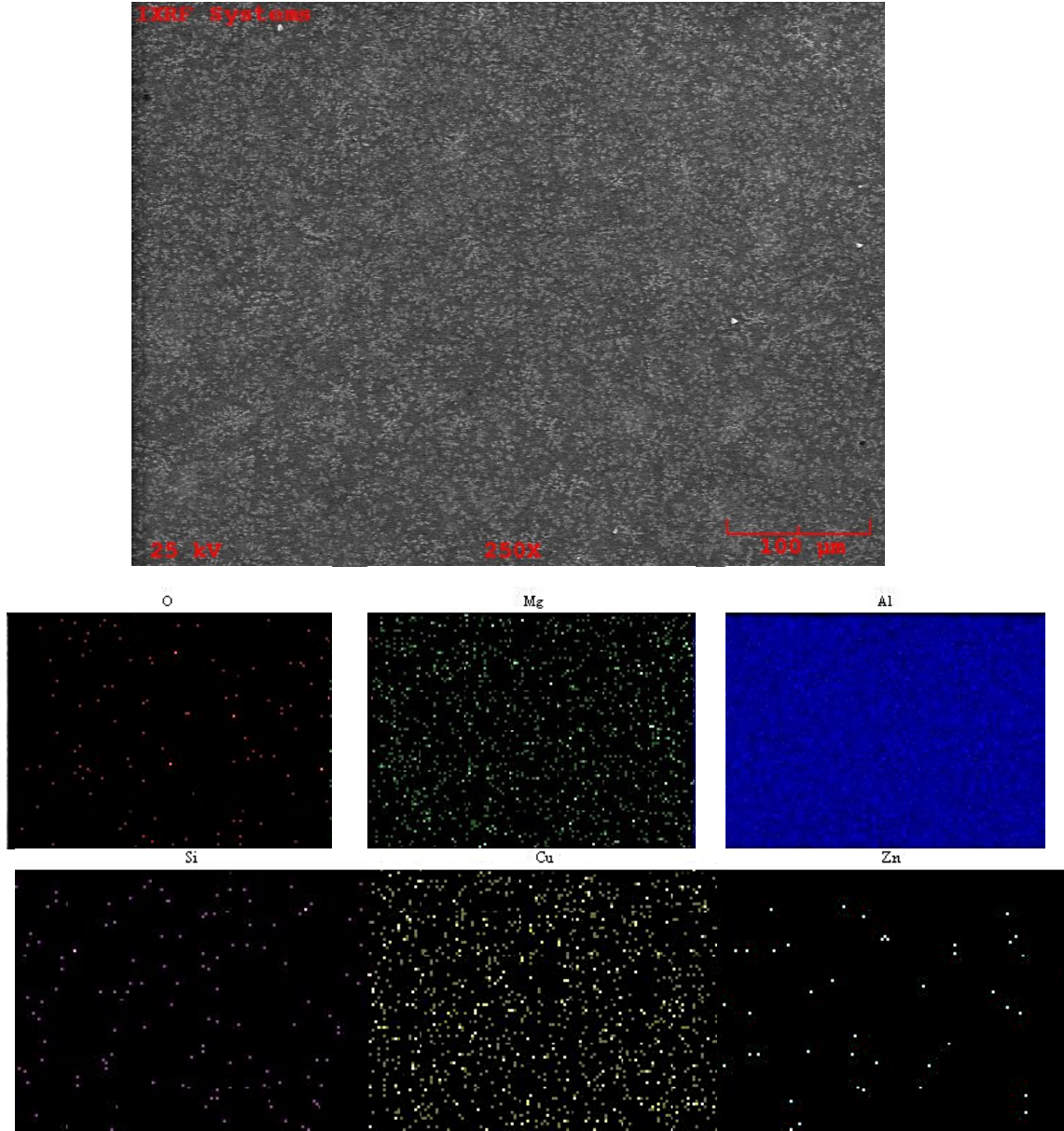
Burada, MA işlemi sürecinde yoğun deforme olmuş ve küçük tane boyutlu, neredeyse küresele yakın Cu parçacıkların Al parçacıklar arasındaki morfolojisi görülmektedir. Bu üretim sürecinde, Resim 6.26 a’da kırmızı okla belirtilen, beyaz renk tonlu parçacıkların bakırca zengin fazlar olduğu düşünülmektedir. Bu bakırca zengin parçacıklar, Resim 6.26.b’de daha ayrıntılı şekilde gözükmemektedir.



Resim 6.27. ÇS/MA/SPS numunesinin SEM/EDS görüntüsü

Resim 6.27’de ifade edildiği üzere, beyaz dikdörtgen içerisine alınmış bölgelerde yapılan EDS analizlerinde toz karışım oranlarına benzer sonuçlar elde edilmiştir. Buna göre matris yapı genel karışım oranına ulaşmış gözükmemektedir.

Bu T/M malzemenin mikroyapısı SEM element haritalama (Mapping) işlemine tabi tutulmuştur. Resim 6.28’de verilen haritalama analizi sonucuna göre, ön karışımli tozlarla üretilen T/M malzemedeki alaşım elementleri olan Cu ve Mg’nin mikroyapıda genel olarak homojen dağılım gösterdiği belirlenmiştir. Ancak Si’nin homojen dağılım göstermediği açıktır. Cu ise kısmi kümeleşmelerle(muhtemel Al tane çevrelerinde) homojen dağılım göstermiştir.

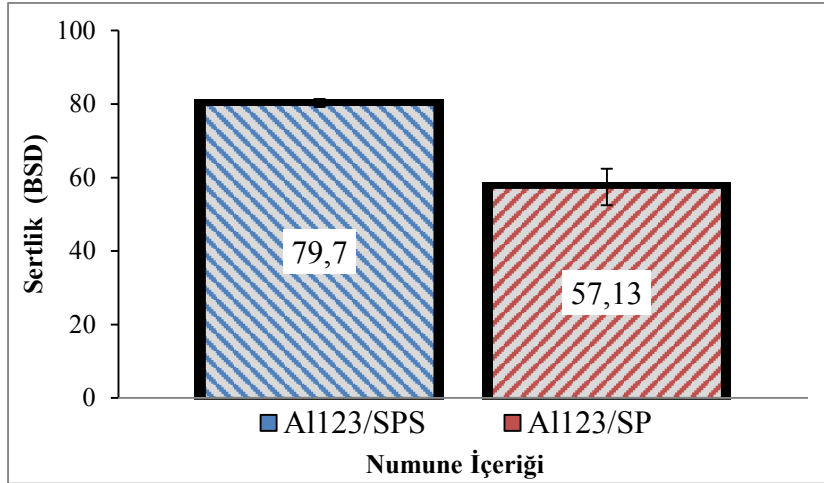


Resim 6.28. ÇS/MA/SPS numunesinin SEM görüntüsü ve element haritalama analizi verileri

6.2.3.Sertlik

İşlem görmemiş Al123 T/M numunelerin sertlik değerleri

Alumix 123 tozunun sıcak preslenmesi ve spark plazma sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin aritmetik ortalamaları alınarak hesaplanan sertlik değerleri standart sapma değerleriyle birlikte Şekil 6.7’de verilmiştir.

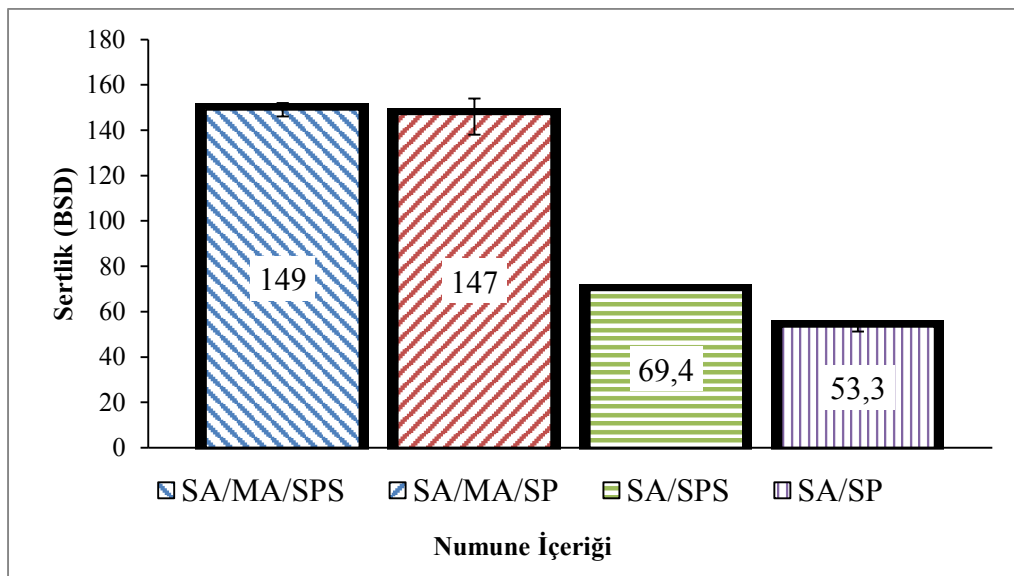


Şekil 6.7. A1123/SPS ve A1123/SP numunelerinin sertlik değerleri(BSD)

Elde edilen verilere dayanarak; eğer yağlayıcı kullanmadan daha yüksek sertliğe ulaşmak isteniyorsa, SPS yöntemi SP yöntemine göre muhtemel öncelikli tercih olmalıdır.

Stearik asit içeren işlem uygulanmamış ve MA işlemi uygulanmış numunelerin sertlik değerleri

Stearik asit yağlayıcısı içeren tozlardan sıcak presleme ve spark plazma sinterleme işlemi uygulanmasıyla elde edilen numunelerin sertlik değerleri standart sapma değerleriyle birlikte Şekil 6.8’de verilmiştir.



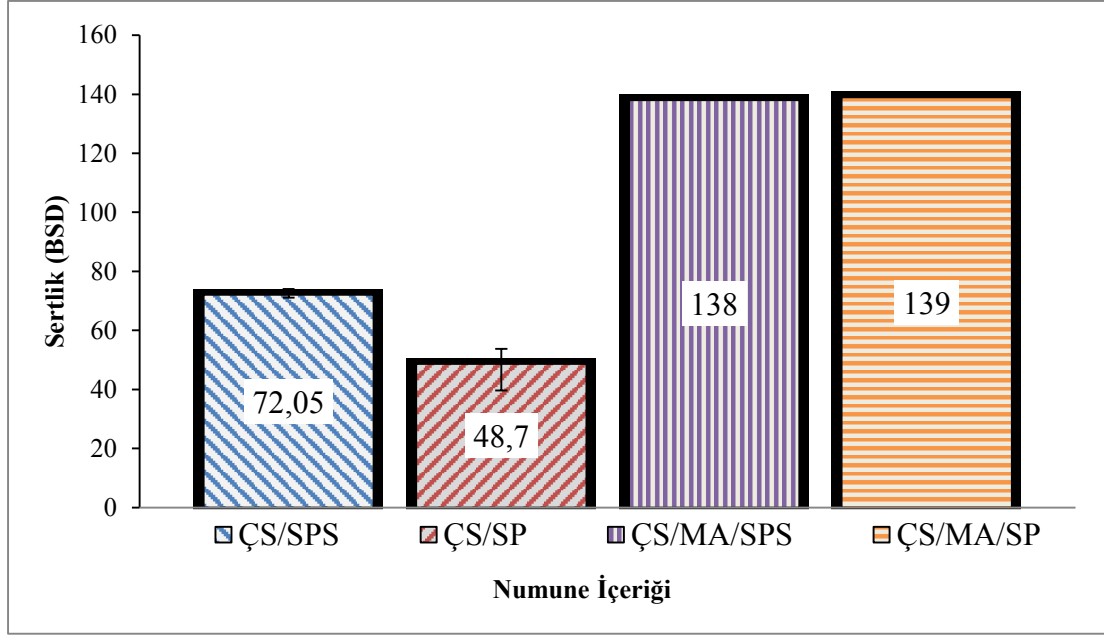
Şekil 6.8. SA/MA/SP, SA/MA/SPS, SA/SPS ve SA/SP numunelerinin sertlik değerleri(BSD)

Şekil 6.8'deki grafiğe bakıldığında stearik asit yağlayıcısı kullanarak MA işlemi uygulanmış tozlardan elde edilen SA/MA/SPS numunesi ısıl işlem öncesinde 149 BSD ile en yüksek sertlik değerine sahiptir. Fakat SA/MA/SP numunesine ait olan 147 BSD değeri ile ciddi bir fark oluşturmamaktadır.

SA/SPS ve SA/SP numunelerinin kısmen düşük olan sertlik değerleri MA işleminin önemini belirtmektedir. Çünkü yapı içerisine hiçbir yağlayıcı eklemekten de benzer değerleri elde etmek mümkündür. MA işlemli ve farklı sinterleme yöntemiyle T/M numunelerinin sertlik değerleri karşılaştırıldığında, işlemsiz tozlardan sıcak presleme yöntemiyle elde edilen numune için sertlik değerinin yaklaşık olarak 3 kat arttığı (53,3 BSD → 147 BSD), spark plazma sinterleme yöntemiyle elde edilen numune için ise yaklaşık olarak 2 kat arttığını (69,4 BSD → 149 BSD) söylemek mümkündür. Bu çalışmada kullanılan farklı sinter yöntemlerinin işlemsiz tozlardan elde edilen numunelerin sertliklerinde değişime yol açtığı söylenebilirken, MA işlemi uygulanmış tozlardan elde edilen numuneler için aynı şey söylenememektedir. Genel olarak ise mekanik alaşımlama işleminin T/M parçaların sertlik değerlerinde önemli artışa yol açtığı görülmektedir.

Çinko stearat içeren işlem uygulanmamış ve MA işlemi uygulanmış numunelerin sertlik değerleri

Çinko stearat içeren tozlardan sıcak presleme ve spark plazma sinterleme işlemi uygulanmasıyla elde edilen numunelerin sertlik değerleri standart sapma değerleriyle birlikte Şekil 6.9'da verilmiştir.



Şekil 6.9. ÇS/SPS, ÇS/SP, ÇS/MA/SPS ve ÇS/MA/SP numunelerinin sertlik değerleri(BSD)

Şekil 6.9'daki grafiğe bakıldığında çinko stearat yağlayıcısı kullanarak MA işlemi uygulanmış tozlardan elde edilen sertlik değerleri her iki sinter yöntemi için de benzer şekildedir.

MA işlemli ve farklı sinterleme yöntemiyle T/M numunelerinin sertlik değerleri karşılaştırıldığında işlemsiz tozlardan sıcak presleme yöntemiyle elde edilen numune için sertlik değerinin arttığı(48,7 BSD→ 139 BSD), spark plazma sinterleme yöntemiyle elde edilen numune için ise yaklaşık olarak 2 kat arttığını(72,05 BSD → 138 BSD) söylemek mümkündür. Bu çalışmada kullanılan farklı sinter yöntemlerinin işlemsiz tozlardan elde edilen numunelerin sertliklerinde spark plazma sinterlemenin kullanılması daha yüksek sertlik değerlerine ulaşmayı sağlayabilirken, MA işlemi uygulanmış tozlardan elde edilen numuneler için aynı şey söylenememektedir. Çünkü her iki yöntem içinde sertlik değerleri yakın değerdedir. Genel olarak mekanik alaşımlama işleminin T/M parçaların sertlik değerlerinde önemli artışa yol açtığı görülürken, sinter yönteminin sertlik değerlerinde bir etkiye sebep olduğu görülmemiştir.

İşlem uygulamadan yağlayıcı kullanılarak üretilen numunelerin sonucunda daha yüksek sertlik değerlerine ulaşabilmek için, hangi yağlayıcının tercih edilmesi gerektiği

belirlenememiştir. Fakat yağlayıcı kullanımının sinterleme yönteminin de sertlik değerlerinin muhtemel değiştirebileceği söylenebilir.

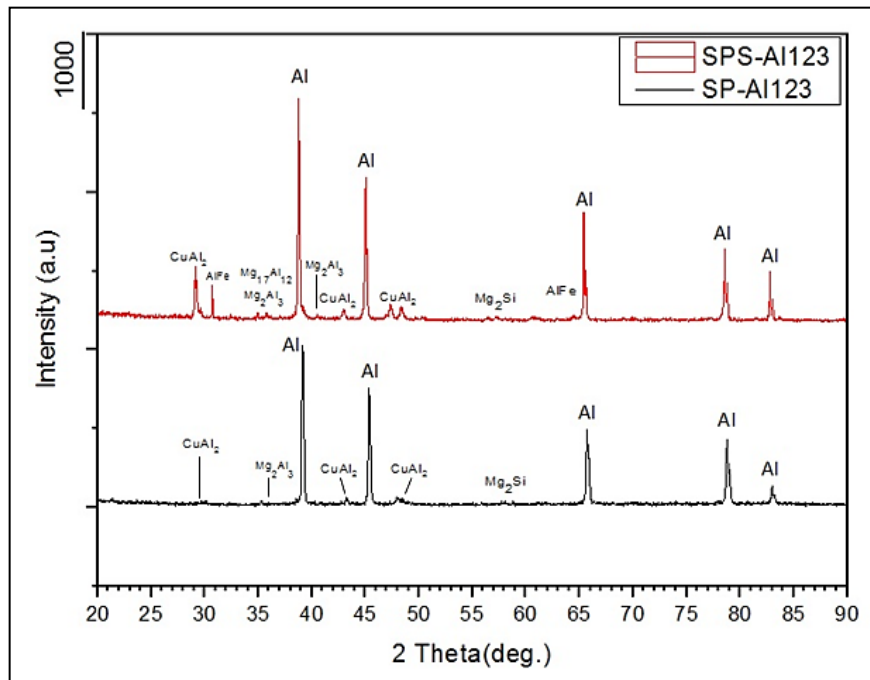
Şekil 6.7, Şekil 6.8 ve Şekil 6.9'daki verilere genel olarak bakıldığında işlem görmemiş tozlardan üretilen Al123/SP ve Al123/SPS numunelerinin sertlik değerleri işlemsiz fakat yağlayıcı içeren tozlara göre daha yüksektir.

Şekil 6.8 ve Şekil 6.9'a bakıldığında MA işlemi için stearik asit yağlayıcısı kullanımının çinko stearat yağlayıcısına göre sertlik değerlerinde olumlu etki yaptığı görülmüştür. Yani MA sürecinde stearik asit kullanımının daha yüksek sertlik değerlerine ulaşılmasına sebep olduğu düşünülmektedir.

6.2.4. Faz dönüşümüne etkisi

Al123/SP ve Al123/SPS numunelerinin XRD verileri

Ön karışımli Alumix 123 tozunun sıcak preslenmesi ve spark plazma sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD grafikleri tanımlanarak Resim 6.29'da verilmiştir. Üst tarafta kırmızı renk tonuyla ifade edilen grafik SPS/Al123 numunesine aittir.

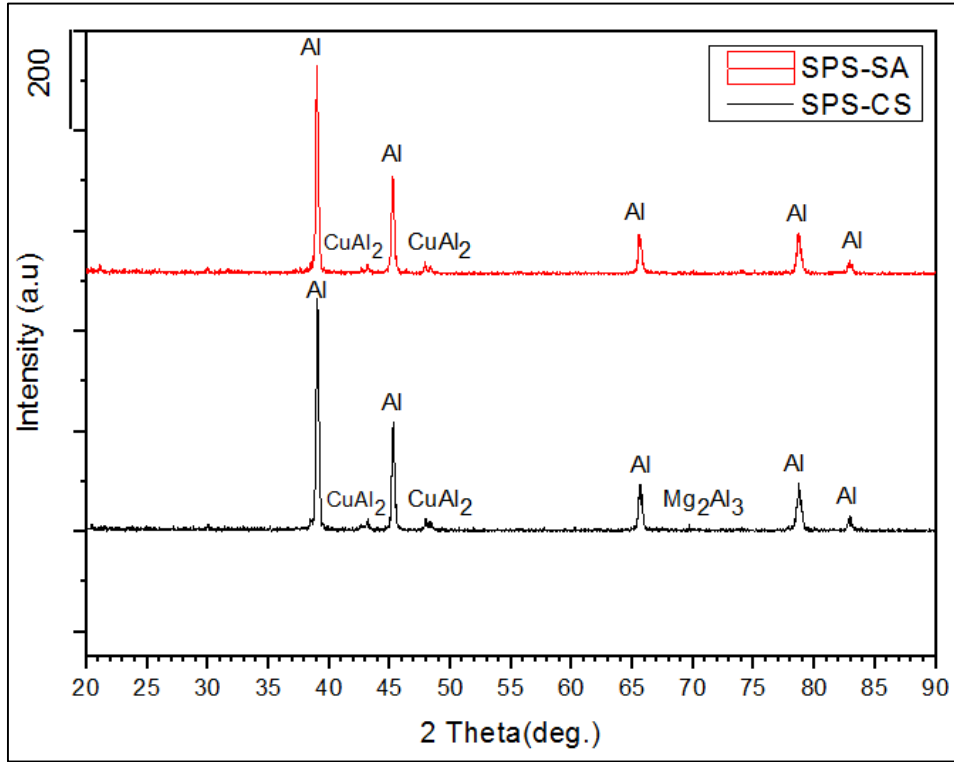


Resim 6.29. Al123/SP ve Al123/SPS numunelerinin XRD grafikleri

Buna göre, Al123/SPS numunesinin yapı içerisinde; ICDD kart numarası Al (PDF 00-004-787), CuAl_2 , AlFe, Mg_2Si , Mg_2Al_3 ve $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ fazlarının varlığı tespit edilmiştir [70, 71, 72, 73, 74]. Yapı içerisindeki demirin toz üretim sürecindeki impurite olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

SA/MA/SPS ve ÇS/MA/SPS numunelerinin XRD verileri

SA ve ÇS içeren MA işlemi uygulanmış tozlardan spark plazma sinterleme yöntemiyle elde edilen numunelerin XRD grafikleri tanımlanarak Resim 6.30'da verilmiştir. Üst tarafta kırmızı renk tonuyla ifade edilen grafik SA/MA/SPS numunesine aittir.

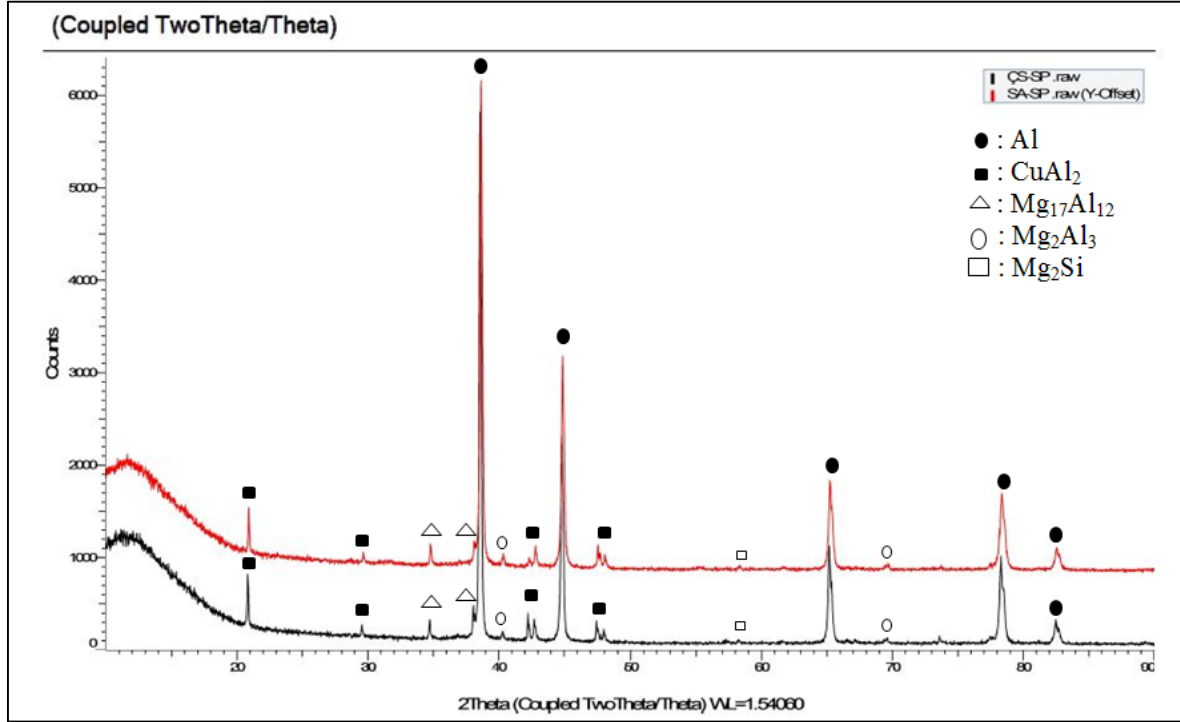


Resim 6.30. SA/MA/SPS ve ÇS/MA/SPS numunelerinin XRD verileri

Buna göre, ÇS/MA/SPS yapısı içerisinde; ICDD kart numarası Al (PDF 00-004-787), $\text{CuAl}_2(\theta)$, Mg_2Al_3 fazlarının varlığı tespit edilmiştir [70, 73, 74]. θ fazı her iki yağlayıcı türü içinde mevcuttur, belirgin bir etkisi görülmemiştir.

SA/MA/SP ve ÇS/MA/SP numunelerinin XRD verileri

SA ve ÇS içeren MA işlemi uygulanmış tozlardan sıcak presleme yöntemiyle elde edilen numunelerin XRD grafikleri tanımlanarak Resim 6.31’de verilmiştir. Üst tarafta kırmızı renk tonuyla ifade edilen grafik SA/MA/SP numunesine aittir.



Resim 6.31. SA/MA/SP ve ÇS/MA/SP numunelerinin XRD verileri

Buna göre, SA/MA/SP ve ÇS/MA/SP numunelerinin yapıları içerisinde; ICDD kart numarası Al (PDF 00-004-787), $\text{CuAl}_2(\theta)$, Mg_2Si , Mg_2Al_3 ve $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ fazlarının varlığı tespit edilmiştir [70, 72, 73, 74]. ÇS/MA/SP numunesinde $\text{CuAl}_2(\theta)$ pik şiddeti daha fazladır fakat belirgin bir fark mevcut değildir.

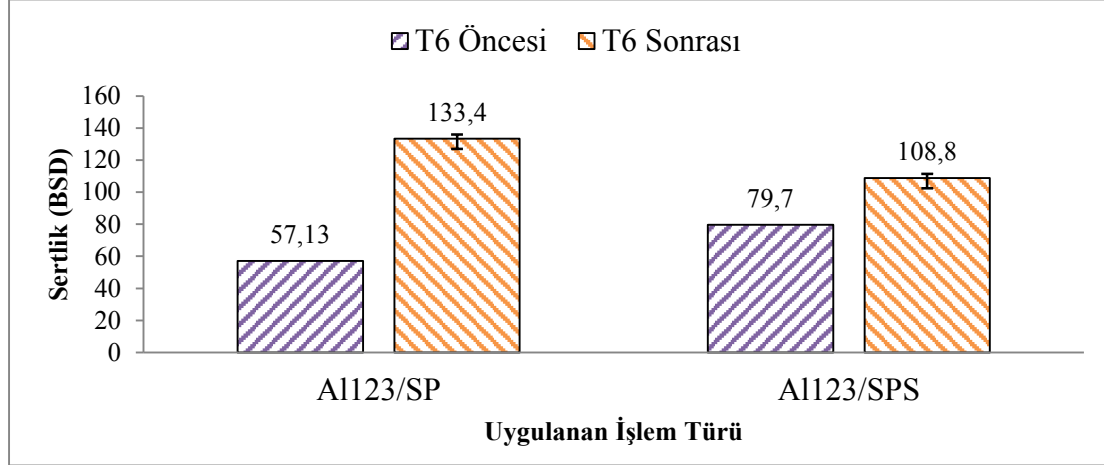
6.3. Isıl İşlem Uygulanan Numunelerin Yağlayıcı Türünün T/M Parça Özelliklerine Etkisi

6.3.1. Sertlik

Üretilen bütün numunelere T6 ısıt işlemi uygulanmıştır. Isıl işlem uygulandıktan sonra sertlik ölçümleri gerçekleştirilmiş, sonuçları grafikler ile ifade edilmiştir.

İşlem görmemiş Al123 T/M numunelerin sertlik değerleri

Alumix 123 tozunun sıcak preslenmesi ve spark plazma sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin sertlik değerleri grafiksel olarak aşağıda Şekil 6.4’de verilmiştir.

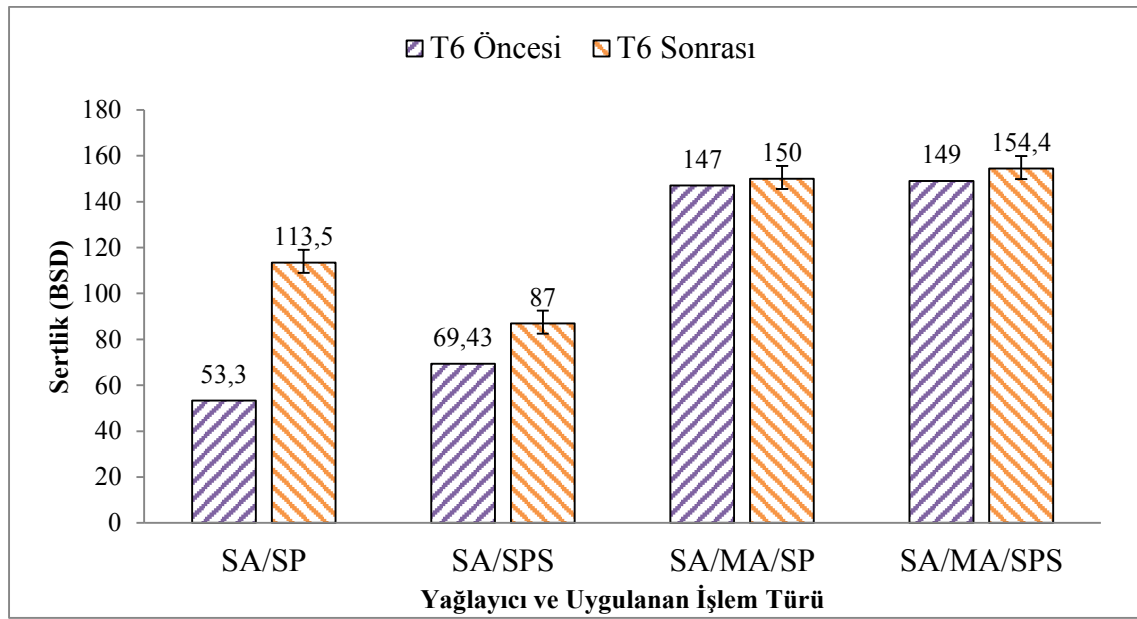


Şekil 6.10. Al123/SP ve Al123/SPS numunelerinin ısıt işleme öncesi ve sonrası sertlik değışimleri (BSD)

Şekil 6.10.’da görüldüğü üzere, T/M numunelerin T6 ısıt işleme sonucunda sertlik değeriinde önemli bir artış söz konusudur. T/M malzemelerde sertlik değışiminin gözenek yoğunluğu ile ilgili olduğı bilinmektedir. Dolayısıyla artan T/M malzeme yoğunluğu ile sertlik de artmaktadır. Bu bakımdan SPS ile üretilen T6 ısıt işlemsiz numunelerinin sertliğinin yüksekliğinin gözenek durumundan kaynaklandığı düşünölebilir. Bununla birlikte sıcak presleme sürecinin SPS’e göre uzun olması Al-Cu alaşımlama oranının yüksek olması ve sertliğinde artış beklenirken durum tersine gözökmektedir. Ancak T6 ısıt işleme ile en yüksek sertlik yaklaşık 133,4 BSD ile SP numunelerden elde edilmiştir ve T6 öncesi sertliğin iki katı sertliğe ulaşılmıştır. Bu durum ise T6 ısıt işleme için yeterli ve uygun Al-Cu alaşımlanmasının gerçekteştğini gösterir. Dövme Al+%4,5 Cu alaşımlarının T6 ısıt işleme ile ulaşılan en yüksek sertlik 125 BSD olarak literatürde belirtilmektedir [79]. Bu malzemelerle kıyaslandığında SP malzemelerde benzer sertliğe ulaşıldığı söylenebilir.

Stearik asit içeren işlem uygulanmamış ve MA işlemi uygulanmış numunelerin T6 ısıtılma işlem öncesi ve sonrası sertlik değerleri

Stearik asit içeren tozlardan sıcak presleme ve spark plazma sinterleme işlemi uygulanmasıyla elde edilen numunelerin T6 ısıtılma işlem öncesi ve sonrası sertlik değerleri standart sapma değerleriyle birlikte Şekil 6.11’de verilmiştir.



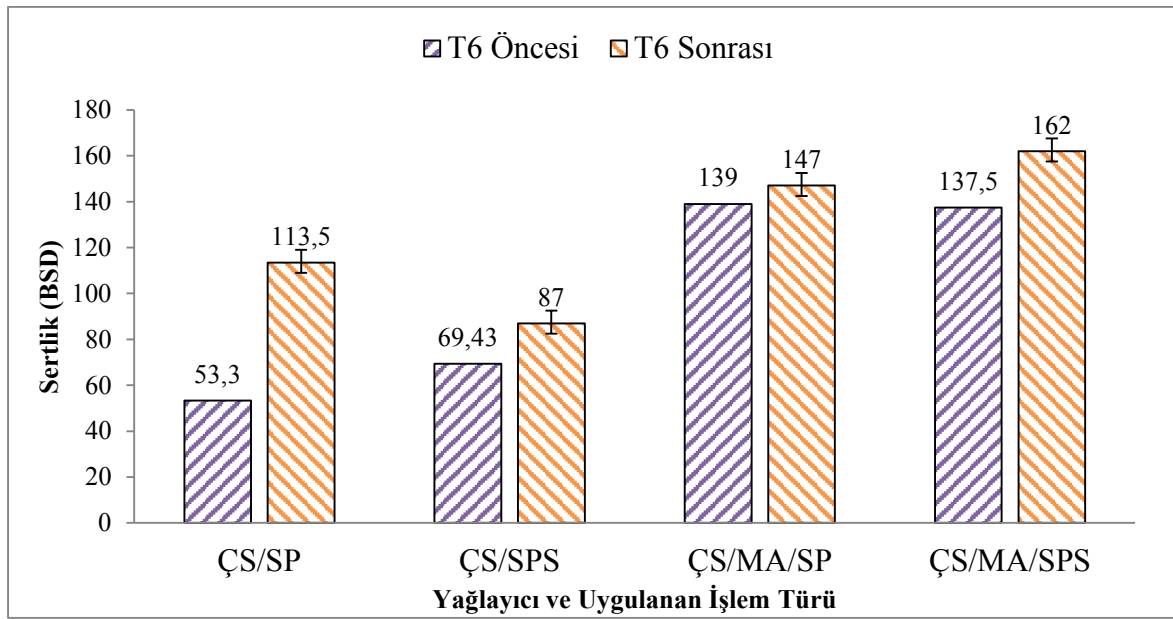
Şekil 6.11. SA/SP, SA/SPS/SA/MA/SP ve SA/MA/SPS numunelerinin ısıtılma işlem öncesi ve sonrası sertlik değişimleri (BSD)

Şekil 6.11’e bakıldığında, genel olarak ısıtılma işlem sonrasında sertlik değerlerinde artış söz konusudur. İşlem görmemiş tozlardan elde edilen numune olan SA/SP numunesinde ısıtılma işlemin etkisiyle aynı içerikteki SA/SPS numunesinden daha fazla artış söz konusudur.

Stearik asit yağlayıcısı kullanımı ile MA işlemi uygulanarak ve ardından T6 ısıtılma işlemi uygulanmasıyla elde edilen maksimum sertlik değerine SA/MA/SPS numunesi ile ulaşılmıştır. Bu değer ise 154,4 BSD’dir.

Çinko stearat içeren işlem uygulanmamış ve MA işlemi uygulanmış numunelerin T6 ısıtma işlem öncesi ve sonrası sertlik değerleri

Çinko stearat içeren tozlardan sıcak presleme ve spark plazma sinterleme işlemi uygulanmasıyla elde edilen numunelerin T6 ısıtma işlem öncesi ve sonrası sertlik değerleri aşağıdaki Şekil 6.12’de verilmiştir.



Şekil 6.12. ÇS/SP, ÇS/SPS, ÇS/MA/SP ve ÇS/MA/SPS numunelerinin ısıtma işlem öncesi ve sonrası sertlik değerleri(BSD)

Şekil 6.12’ye genel olarak bakıldığında, T6 ısıtma işleminin etkisiyle sertlik değerlerinde ÇS/MA/SPS numunesi haricinde yüksek artışlar söz konusu değildir. Fakat artışın diğer numunelere göre fazla olduğu bu ÇS/MA/SPS numunesi en yüksek sertlik değerine sahiptir.

Genel olarak bakıldığında, 162 BSD sertlik değerleriyle ÇS/MA/SPS numunesi T6 ısıtma işlemi sonrası her iki yağlayıcı türü içinde maksimum değere sahiptir.

Stearik asit içeren numunelerin sertlik değerleri, çinko stearat içeren numunelere göre daha yüksektir. Bunun sebebi, muhtemel daha ince taneli mikroyapıya sahip oluşudur.

T6 ısıtma işlemi sonrasındaki sertlik değerlerindeki artışlar genel olarak değerlendirildiğinde, ısıtma işlem sürecinde Al içerisinde daha fazla Cu çözünmesinin sebep olduğu

düşünülmektedir. Çünkü θ fazının oluşumunun sertlik değerlerini artırdığı bilinmektedir. Bu çözünmenin de ısı işlem öncesi her bir numunenin kendi mikroyapı görüntülerini de destekler şekilde konsantrasyon farkının kaybolması sonucunda olduğu düşünülmüştür.

7. SONUÇ VE ÖNERİLER

Al-Cu ön karışımli Alumix 123 metal tozunun mekanik alaşıma (MA) ile sentezlenmesine yağlayıcı türünün etkisini araştırmak amaçlı yapılan çalışma için aşağıdaki sonuçlar söylenebilir;

1. Stearik asit (SA) ve çinko stearat (ÇS) olmak üzere kullanılan iki farklı yağlayıcının mekanik alaşımlama sürecindeki tozların öğütölme aşamalarında belirgin etki farklılıkları olmuştur. Mekanik alaşımlama sürecinin 4 ve 8 saatlik süre sonunda, çinko stearatın aksine, stearik asit katkılı karışımın kaynaklanma ve parçacık irileşme süreci oluşturmaksızın sürekli öğütölme işlemi gerçekleşmiştir. Bu durumda stearik asidin, karışım toz parçacıkların kaynaklanmalarına engel olduğu ve MA işlemi boyunca sürekli öğütölmenin gerçekleştiği söylenebilir.
2. Uygulanabilen en uzun süre olan 10 saatlik MA işlemi sonunda stearik asit yağlayıcı katkılı öğütölmuş toz parçacıklar kaynaklanmış pulsu biçimlerde. Çinko stearat katkılı MA işlemi sonundaki parçacıkların ise yumrusal biçimlerde olduğu belirlenmiştir. Her iki yağlayıcı ile yapılan MA işlemi sonunda (10 sa) SA ve ÇS katkılı tozlarda ulaşılan ortalama parçacık boyutundaki küçölme oranı sırasıyla % 70 ve % 63 civarındadır.
3. Her iki yağlayıcı türü ile de yapılan 10 saatlik mekanik alaşımlama sonrası elde edilen toz karışımlarının XRD analizleri sonucu herhangi bir sentezlemenin olmadığı ve faz dönüşümünün meydana gelmediği belirlenmiştir.
4. Sıcak presleme (SP) aktif sinterleme ve spark plazma sinterleme (SPS) ile üretilen toz metal (T/M) numunelerden elde edilen en yüksek yüzde yoğunluk değerine, MA işlemsiz ve yağlayıcısız Alumix 123 tozu kullanılarak elde edilmiştir. Ancak her iki yağlayıcıyla ve sıcak presleme ile üretilen T/M parçaların yoğunlukları oldukça düşüktür.
5. Mekanik alaşımlama işlemi sonrası elde edilen toz metal numunelerin yüzde yoğunluk değerlerinde ise kısmi düşölş belirlenmiştir. Bu durumun ise MA işlemi sürecinde, özgül yoğunluğu yüksek bakır parçacıkların çevreye bulaşmasıyla oluşan bakır kütle kaybının, üretilen toz metal parçaların teorik yoğunluğuna göre ölçölven yoğunluklarını düşürdüğü söylenebilir.
6. MA işlemsiz yağlayıcı katkılı sıcak preslenmiş T/M numunelerin mikroyapılarında yağlayıcı türünden bağımsız alüminyum matris içinde tamamen çözölnmemiş belirgin

bakırca zengin parçacıklar mevcuttur. Bu durum, SPS yöntemiyle sinterlenmiş numunelerde meydana gelmiştir.

7. MA işlemi ile üretilen sıcak preslenmiş T/M numune mikroyapıları yağlayıcı türüne göre farklılık içermekte ve stearik asit katkılı mekanik alaşımlanmış tozların morfolojisinin yani pulsu biçiminin T/M parçaların mikroyapısına yansıdığı görülmüştür. Bununla birlikte sıcak presleme sürecindeki basınç ve deformasyonun etkisi ile presleme doğrultusuna dik tane yönlenmeleri belirlenmiştir. SPS yöntemiyle sinterlenmiş T/M numunelerde ise bu durum mevcut değildir. Çinko stearat yağlayıcı katkılı MA karışım tozun yumrusal formu T/M parçaların mikroyapısına da yansımıştır.
8. Ön karışıklı Alumix 123 tozlarının (Al-Cu) farklı yağlayıcılarla 10 saatlik MA işlemi sonunda elde edilen tozların SP ve SPS yöntemleriyle üretilmiş toz metal parçaların Al-Cu alaşımlanma oranlarında önemli bir farklılık meydana gelmemiştir. Her iki yöntemle de sinterlenmiş T/M parçaların EDS analizlerinden, Al matrisin yaklaşık % 1,5 - % 2 civarında Cu oranıyla alaşımlandığı kalan bakır oranının ise yağlayıcı türüne göre biçimlenmiş bakırca zengin parçacıklarda mevcut olduğu (yaklaşık %15 Cu içeren) görülmüştür.
9. Üretilen toz metal numunelerin XRD analizlerinde θ (CuAl_2) fazı oluştuğu sonucuna varılmış, fakat her iki yağlayıcı türünün ve sinter türünün faz dönüşüm oranlarına belirgin etkisi saptanmamıştır. Bununla birlikte, MA işlemsiz Alumix 123 tozundan elde edilen toz metal numunelerindeki θ (CuAl_2) fazı oranının spark plazma sinterleme ile artırılmış olduğu belirlenmiştir. Bu durum, spark plazma sinterleme yöntemiyle elde edilen numunenin sertliklerinde belirgin artışa sebep olmuştur.
10. Üretilen T/M numunelerin sertliklerine yağlayıcı türünün belirgin etkisi görülmemekle birlikte, MA işleminin üretilen T/M parçaların sertliklerini yaklaşık iki katı oranında arttırdığı belirlenmiştir.
11. T/M numunelere uygulanan suni yaşlandırma (T6) işlemi sonrası sertlik dağılımı değerlendirildiğinde, MA işlemlili T/M numunelerin sertlik değişimine yağlayıcı türünün ve hatta T6 ısıtma işleminin belirgin bir etkisi görülmemiştir. Ancak en yüksek sertlik değerlerine (162 BSD30) MA işlemlili ve SPS sinterleme ile üretilmiş numunelerde ulaşılmıştır.
12. Genel bir değerlendirme ile MA işlem sürecine ve üretilen T/M parçaların mekanik özelliklerine yağlayıcı türünün belirgin etkisi görülmezken spark plazma sinterleme ile üretilen T/M parçaların mekanik özelliklerinin daha yüksek olduğu söylenebilir.

13. Mekanik alaşımlama süresinin çok daha fazla arttırılmasıyla elde edilen tozlarda olabilecek sentezleme ile T/M parçaların özelliklerinde önemli avantajlar sağlanabilir.
14. Sinter parametrelerindeki değişkenlik (basınç, sıcaklık ve süre) ile yapılacak daha ileri çalışmalardan daha avantajlı sonuçlar elde edilebilir.

KAYNAKLAR

1. Demirci, K. M. (2011, 13-14 Ekim). *Dünya Alüminyum Ticaretinde Türkiye'nin Yeri*. 5. Alüminyum Sempozyumunda sunuldu, Ankara.
2. Dursun, T., and Soutis, C. (2014). Recent developments in advanced aircraft aluminium alloy. *Materials and Design*, 56, 862–871.
3. Callister W. D., and Rethwish, D. G. (2013). *Malzeme Bilimi ve Mühendisliği* (Sekizinci Basımdan Çeviri). Türkiye: Nobel Yayınevi, 420-439.
4. Suryanarayana, C. (2001). Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, 46(1-2), 1-184.
5. Upadhyaya, G. S. (2002). *Powder metallurgy technology* (Birinci Baskı). Hindistan: Cambridge International Science, 1-2, 106, 96, 19, 29.
6. German, R. M. (2007). *Toz Metalurjisi ve parçacıklı malzeme işlemleri*, (Birinci Basım). Türkiye: Türkiye Toz Metalurjisi Derneği, 315, 8-9, 59, 53, 74-80, 228, 193, 195, 225, 222.
7. Özer, S. Ç. (2015). *Bor karbür-tungsten esaslı kompozitlerin spark plazma sinterleme (sps) yöntemi ile üretimi ve karakterizasyonu*, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 30-31.
8. Şimşir, F. M. (2000). *Hot pressing studies in Al-Cu-Mg-SiC system*, Yüksek Lisans Tezi, Ortadoğu Teknik Üniversitesi, Ankara.
9. Lumley, R. N., and Schaffer, G. B. (1998). The effect of additive particle size on the mechanical properties of sintered aluminium-copper alloys. *Scripta Materialia*, Vol. 39(8), 1089-1094.
10. Aksenov, A. A., Samoshina, M.E., and Belov, N. A. (2006). Structure and properties of mechanically alloyed composite materials from scrap of al alloys. *Materials Science Forum*, 519-521, 1305-1310.
11. Fogagnolo, J. B., Amador, D., Ruiz-Navas, E.M., and Torralba, J.M. (2006). Solid solution in Al-4,5 wt% Cu produced by mechanical alloying. *Materials Science and Engineering: A*, 433, 45-49.
12. Melúch, L., (2009). *Warm compaction of aluminium alloy alumix 123*. Doctoral Dissertation, University of Birmingham, Birmingham, 3-4.
13. Devaraj, S., Sankaran, S., and Kumar, R. (2013). Influence of spark plasma sintering temperature on the densification, microstructure and mechanical properties of Al-4.5 wt.% Cu alloy. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 26(6), 761-771.
14. Yang, Y. and F., Qian, M. (Editörler). (2008). *Powder Metallurgy: Science, Technology and Applications*, Hindistan: PHI Learning Pvt. Ltd, Elsevier, 219-235.

15. Lonardelli, I., Zadra, M., Ischia, G., Barreiro, J. G., Bortolotti, M., and Molinari, A. (2009). In situ synchrotron X-ray diffraction experiments on Al-15% BN mechanically alloyed powder: Observation of AlN nanoparticles precipitation and enhanced thermal stability of nanostructured Al matrix. *Journal of Alloys and Compounds*, 486(1-2), 653-659.
16. Karabulut H. (2011). *Toz Metalurjisi yöntemiyle Al₂O₃, SiC ve B₄C takviyeli Al matrisli kompozit üretiminde mekanik alaşımlama süresinin kompozit özelliklerine etkisi*, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara. 11.
17. Thummler F., Oberacker R., (1993). *An Introduction to powder metallurgy* (Birinci Baskı). İngiltere: The Institute of Materials, 45-182.
18. Peter, W. L. (1998). *ASM Handbook: Powder Metal Technologies and Applications*, 7, 166-168, 740.
19. Çiftçi, N., Ellendt, N., Barreto E. S., Mädler, L., and Uhlenwinkel, V. (2018). Increasing the amorphous yield of {(Fe_{0.6}Co_{0.4})_{0.75}B_{0.2}Si_{0.05}}₉₆Nb₄ powders by hot gas atomization. *Advanced Powder Technology*, 29(2), 380-385.
20. Si, C., Tang, X., Zhang, X., Wang, J., and Wu, W. (2017). Characteristics of 7055Al alloy powders manufactured by gas-solid two-phase atomization: A comparison with gas atomization process. *Materials & Design*, 118, 66-74.
21. Slotwinski, J. A., Garboczi, E. J., Stutzman, P. E, Ferraris, C. F., Watson, S. S., and Peltz, M. A. (2014). Characterization of metal powders used for additive manufacturing. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 119, 460-493.
22. Blumenthal, W. R., Sheinberg, H., and Bingert, S. A. (1997). Compaction issues in powder metallurgy. *MRS Bulletin*, 22(12), 29-33.
23. İnternet: URL:
<http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.glenmills.com%2Fpowder-blending%2Fturbula-shaker-mixer%2Fturbula-t2f%2F&date=2018-10-01>, Son Erişim Tarihi: 01.10.2018.
24. Park, S. J., Han, H. N., Oh, K. H., and Lee, D. N. (1999). Model for compaction of metal powders. *International Journal of Mechanical Sciences*, 41(2), 121-141.
25. Rahman, M. M., and Nor, S. S. M. (2009). An experimental investigation of metal powder compaction at elevated temperature. *Mechanics of Materials*, 41(5), 553-560.
26. Şahin, T., Delibalta, C. G., Özçatalbaş, Y. (2017). *Sıcak presleme ile üretilen T/M parçaların fiziksel özelliklerine ve sıkıştırma basıncı ve yağlayıcı giderme parametrelerinin etkisi*. 2nd International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia.
27. Seetharaman S. (2005). *Fundamentals of Metallurgy*, (Brinci Baskı). İngiltere: Woodhead Publishing Limited Woodhead Publishing Limited, 492-494, 495.

28. Ögünç, H. (2006). *Sıcak presleme ile sinterlenmiş α -SiC matrisli B_4C kompozitlerinin özelliklerinin incelenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 34.
29. Poquillon, D., Lemaitre, J., Baco-Carles, V., Tailhades, P., and Lacaze, J. (2002). Cold compaction of iron powders—relations between powder morphology and mechanical properties: Part I: Powder preparation and compaction. *Powder Technology*, 126(1), 65-74.
30. İnternet: URL: <http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fxoomer.virgilio.it%2Fcartoc e%2Fenglish%2F03hybridpresses.html&date=2018-10-01>, Son Erişim Tarihi: 01.10.2018.
31. Timokhova, M. I. (2008). Production and Equipment Phenomenon of An Elastic After-Effect With Quasi-Isostatic Compaction and Compact Defects. *Refractories and Industrial Ceramics*, (49), 6.
32. Kumagai, T. (2018). Isostatic compaction behavior of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal powder granules. *Powder Technology*, 329, 345–352.
33. Karamış, M. B. (2012). *İmalat Yöntemleri*. (5. Baskı). Kayseri: Erciyes Üniversitesi Yayınları, 335.
34. İnternet: URL: http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fthelibraryofmanufacturing.co m%2Falt_powder_processes.html&date=2018-10-01, Son Erişim Tarihi: 01.10.2018.
35. Karataş, Ç., ve Sarıtaş, S., (1998). Toz enjeksiyon kalıplama: Bir yüksek teknoloji metodu. *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, 3(2), 193.
36. İnternet: URL: <https://www.muhendisakademisi.com/tozlarin-sinterlemesi/>.<http://www.webcitation.org/query?url=https%3A%2F%2Fwww.muhendi sakademisi.com%2Ftozlarin-sinterlemesi%2F&date=2018-11-22>, Son Erişim Tarihi: 22.11.2018.
37. İnternet: URL: <https://www.abbottfurnaceco.com/sintering-fundamentals/>.<http://www.webcitation.org/query?url=https%3A%2F%2Fwww.abbottf urnaceco.com%2Fsintering-fundamentals%2F&date=2018-11-22>, Son Erişim Tarihi: 22.11.2018.
38. İnternet: Kang, S. J. L. (2005). *Sintering: Densification, Grain Growth and Microstructure*. URL: http://www.academia.edu/8741786/Sintering_Densification_Grain_Growth_and_Micr ostructure_S_Kang.http://www.webcitation.org/query?url=http%3A%2F%2Fwww.aca demia.edu%2F8741786%2FSintering_Densification_Grain_Growth_and_Microstructu re_S_Kang&date=2018-12-12, Son Erişim Tarihi: 12.12.2018.
39. İnternet: URL: <https://www.pm-review.com/introduction-to-powder-metallurgy/si ntering-in-the-powder-metallurgy-process/>.<http://www.webcitation.org/query?url=https%3A%2F%2Fwww.pm->

review.com%2Fintroduction-to-powder-metallurgy%2Fsintering-in-the-powder-metallurgy-process%2F&date=2018-11-22, Son Eriřim Tarihi: 22.11.2018.

40. Addemir, O., and Cura M. E. (2002). *Sıcak Preslenmiş WC-Co/B₄C kompozitlerinin mekanik, manyetik ve mikroyapısal incelenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 18.
41. Seetharaman S. (2005). *Fundamentals of metallurgy*, (Birinci Baskı). İngiltere: Woodhead Publishing Limited, 492-494, 495.
42. Hong, S. H., and Ryu, H. J. (2003). Combination of mechanical alloying and two-stage sintering of a 93W–5.6 Ni–1.4 Fe tungsten heavy alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 344(1-2), 253-260.
43. Martín, J. M., and Castro, F. (2003). Liquid phase sintering of P/M aluminium alloys: effect of processing conditions. *Journal of Materials Processing Technology*, 143, 814-821.
44. Devaraj, S., Sankaran, S., and Kumar, R. (2013). Influence of spark plasma sintering temperature on the densification, microstructure and mechanical properties of Al-4.5 wt.% Cu alloy. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 26(6), 761-771.
45. Tokita, M. Mechanism of Spark Plasma Sintering. *Sumitomo Coal Mining Company*, Japonya.
46. Tünçay, M. M., Muñiz-Lerma, J. A., Bishop, D. P., and Brochu, M. (2017). Spark plasma sintering and spark plasma upsetting of an Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 704, 154-163.
47. Sağdıç, S. (2012). *ZrC-SiC kompozitlerinin spark plazma sinterleme (SPS) yöntemi ile üretimi ve karakterizasyonu*, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 18.
48. Molnárová, O., Málek, P., Lukác, F., and Chráska T. (2016). Spark plasma sintering of a gas atomized Al7075 Alloy: Microstructure and properties. *Materials*, 9, 1004.
49. Ayata, A. (2014). *Toz metal alüminyum malzemelerin mikrodalga enerjisi ile sinterlenebilirliğinin incelenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
50. Xu, C., De, S., Balu, A. M., Ojeda, M., and Luque, R. (2015). Mechanochemical synthesis of advanced nanomaterials for catalytic applications. *Chemical Communications*, 51(31), 6698-6713.
51. Farnoush, H., Fatmehsari, D. H., Mohandesi, J. A., and Abdoli, H. (2012). Evaluation of strengthening behavior of Al–AlN nanostructured composite by the use of modified Heckel model and response surface methodology. *Journal of Alloys and Compounds*, 517, 45-53.
52. Zhang, D. L., Massalski, T. B., and Paruchuri, M. R. (1994). Formation of metastable and equilibrium phases during mechanical alloying of Al and Mg powders. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 25(1), 73-79.

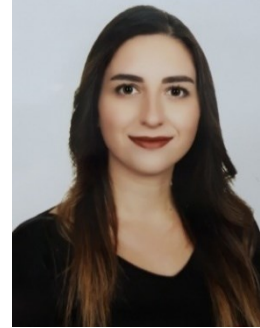
53. İnternet: Union process. URL:https://www.unionprocess.com/wet_lab_batch.html.
http://www.webcitation.org/query?url=https%3A%2F%2Fwww.unionprocess.com%2Fwet_lab_batch.html&date=2018-12-11, Son Erişim Tarihi: 11.12.2018.
54. Hacıfazlıoğlu, H. (2009). İnce ve Çok İnce Öğütme için Alternatif Değirmen Tiplerinin Tanıtılması. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 9(1), 17-30.
55. Smallman, R. E., and Ngan, A. H. W. (2014). *Modern Physical Metallurgy* (Sekizinci Baskı). İngiltere: Butterworth-Heinemann Yayınevi, 561, 562, 565.
56. Shaw, L., Villegas, J., Luo, H., Zawrah, M., and Miracle, D. (2003). Effects of process-control agents on mechanical alloying of nanostructured aluminum alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34(1), 159-170.
57. Alamolhoda, S. (2012). Role of Process Control Agents on Milling Behavior of Al and Tio₂ Powder Mixture To Synthesize TiAl/Al₂O₃ Nano Composite. *International Journal of Modern Physics: Conference Series*, Vol. 5, 638–645.
58. Neamtu, B. V., Chicinaş, H. F., Marinca, T. F., Isnard, O., Pană, O., and Chicinaş, I. (2016). Amorphisation of Fe-based alloy via wet mechanical alloying assisted by PCA decomposition. *Materials Chemistry and Physics*, 183, 83-92.
59. Soni, P.R. (2001). *Mechanical Alloying Fundamentals and Applications*, (Dijital Kitap). İngiltere: Cambridge International Science Publishing, 1-3.
60. Schultz, L., Wecker, J., and Hellstern, E. (1987). Formation and properties of NdFeB prepared by mechanical alloying and solid-state reaction. *Journal of Applied Physics*, 61(8), 3583-3585.
61. Sundaresan, R., and Froes, F. H. (1987). Mechanical alloying. *Journal of the Minerals*, 39(8), 22-27.
62. *American Society for Metals. (1998). Metals handbook. Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials. 17, 39.*
63. Al-Saadi, H. I. A., ve Tunay, R. F. (2017). Suni yaşlandırma işleminin alüminyum alaşımasının sertliği üzerine etkisi. *Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi*, 5(3), 525-532.
64. Kaku, S. M. Y., Khanra, A. K., and Davidson, M. J. (2018). Micro-structural Analysis and Densification Behavior of Al–ZrB₂ Powder Metallurgy Composite During Upsetting. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 71(7), 1663-1668.
65. Gürü, M., ve Yalçın, H. (2012). *Malzeme Bilgisi* (Üçüncü Baskı). Türkiye: PALME Yayıncılık, 145.
66. Starke, E. A. (1989). Heat-treatable aluminum alloys. *In Treatise on Materials Science & Technology*, 31, 35-63, 48-53.
67. *Volume 4: ASM Handbook. Heat Treating*, p 841-879.

68. Savaşkan, T. (1999). *Malzeme Bilgisi ve Muayenesi* (Birinci Baskı). Türkiye: Beta Yayınevi, 111, 115, 114.
69. Pázmán, J., Mádai, V., Tóth, J., and Gácsi, Z. (2010). Investigation of the electroless nickel plated SiC particles in metal matrix composites. *Powder Metallurgy Progress*, 10(2), 102-110.
70. Chua, K. Y., Hng, M. T., Lee, C. C., and Anand, T. (2013). XRD Analysis of Cu-Al Interconnect Intermetallic Compound in an Annealed Micro-Chip. *In Advanced Materials Research*, 620, 166-172.
71. U.S. Department of Commerce/National Bureau of Standards. (1981). *Standart X-Ray Diffraction Powder Patterns*. Washington: Monogr. 25, Section 18, 5.
72. Li, J., Luo, G., and Wei, F. (2012). Efficient production of Mg₂Si in a fluidized-bed reactor. *Powder Technology*, 229, 152-161.
73. Zhong, C., He, M. F., Liu, L., Chen, Y. J., Shen, B., Wu, Y. T., and Hu, W. B. (2010). Formation of an aluminum-alloyed coating on AZ91D magnesium alloy in molten salts at lower temperature. *Surface and Coatings Technology*, 205(7), 2412-2418.
74. Liu, T., Qin, C., Zhang, T., Cao, Y., Zhu, M., and Li, X. (2012). Synthesis of Mg@ Mg₁₇Al₁₂ ultrafine particles with superior hydrogen storage properties by hydrogen plasma-metal reaction. *Journal of Materials Chemistry*, 22(37), 19831-19838.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : DELİBALTA, Cankız Gizem
 Uyruğu : T.C.
 Doğum tarihi ve yeri : 04.07.1991, Gaziantep
 Medeni hali : Bekar
 Telefon : 0(312) 480 55 08
 e-mail : cankizdelibalta@gmail.com



Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	Gazi Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği	Devam ediyor
Lisans	Erciyes Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği	2015
Lise	Ortaca Anadolu Lisesi	2009

İş Deneyimi

--

Yabancı Dil

İngilizce

Yayınlar

1. Şahin, T., Delibalta, C. G., ve Özçatalbaş Y. (2017, 11-13 Kasım). *Sıcak Presleme ile üretilen T/M Parçaların fiziksel özelliklerine ve sıkıştırma basıncı ve yağlayıcı giderme parametrelerinin etkisi*. 2nd International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia. Konferansta sunuldu, Nevşehir, Türkiye.
2. Baykal, A. B., Delibalta, C. G., ve Özçatalbaş Y. (2017, 11-13 Kasım). *T/M Parçaların Fiziksel Özelliklerine Sıkıştırma Basıncı ve Yağlayıcı Giderme İşlemlerinin Etkisi*. 2nd International Conference on Material Science and Technology in Cappadocia. Konferansta sunuldu, Nevşehir, Türkiye.

3. Delibalta, C. G., ve Özçatalbaş, Y. (2018, 22-24 Mart). *Alumix 123 Ön Karışımli Tozların Mekanik Alaşımınma Sürecine Yağlayıcıların Etkisi*. 1st International Symposium on Light Alloys and Composite Materials (ISLAC'18), Sempozyumda sunuldu, Karabük, Türkiye.
4. Delibalta, C. G., ve Özçatalbaş, Y. (2018, 22-24 Mart). *Farklı Yağlayıcılarla Öğütülen Ön Karışımli Alumix 123 Tozların Sıcak Preslenmesiyle TM Parça Üretimi*. 1st International Symposium on Light Alloys and Composite Materials (ISLAC'18), Sempozyumda sunuldu, Karabük, Türkiye.

Hobiler

Yüzme, Dans.



GAZİ GELECEKTİR..