

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE
POROZ ALÜMİNYUM, TİTANYUM İNTERMETALİK
KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Aydın Burak BİÇER**

Anabilim Dalı : Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Programı : Malzeme Mühendisliği

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Eyüp Sabri KAYALI

HAZİRAN 2009

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE
POROZ ALÜMİNYUM, TİTANYUM İNTERMETALİK
KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Aydın Burak BİÇER
(506061402)**

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih: 04 Mayıs 2009

Tezin savunulduğu Tarih: 01 Haziran 2009

**Tez Danışmanı : Prof. Dr. Eyüp Sabri KAYALI (İTÜ)
Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENÖĞLU (İTÜ)
Prof. Dr. Mehmet KOZ (MÜ)**

HAZİRAN 2009

ÖNSÖZ

Yüksek lisans eğitimim boyunca yaptığım çalışmalarda büyük bir sabır ve özveriyle beni destekleyen tüm bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşarak karşılaştığım bütün zorlukları çözümlememe yardımcı olan ve bana her konuda destek olan tez danışman hocam Sn. Prof.Dr. Eyüp Sabri KAYALI'ya, yüksek lisans eğitimime başladığım ilk günden itibaren her zaman desteğini benden esirgemeyen, bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşarak her konuda bana yol gösteren, karşılaştığım sorunlarda bana pratik çözümler sunarak farklı bakış açıları kazanmamı sağlayan değerli hocam Sn. Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENOGU'na, çalışmalarım sırasında tecrübelerini ve desteklerini benden esirgemeyen Sn. Araş. Gör. Özgür ÇELİK'e, Sn. Araş.Gör. Mert GÜNYÜZ'e, Sn. Araş.Gör. Onur MEYDANOĞLU'na ve Met.Müh. S. Serkan BOZKUŞ'a teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Yüksek lisans eğitimim ve tez çalışmalarım süresince benimle her konuda paylaşımda bulunan, desteklerini benden esirgemeyen Mekanik Metalurji Laboratuvarında çalışmış/çalışmakta olan tüm arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Eğitim hayatım boyunca beni her yönden destekleyen, en zor anlarımda her zaman yanımda olan aileme teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Haziran 2009

Aydın Burak BİÇER

Metalurji ve Malzeme Mühendisi

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	iii
KISALTMALAR	vii
ÇİZELGE LİSTESİ.....	ix
ŞEKİL LİSTESİ.....	xi
SEMBOL LİSTESİ	xiii
ÖZET.....	xv
SUMMARY	xvii
ÇİZELGE LİSTESİ.....	ix
ŞEKİL LİSTESİ.....	xi
2.2.1.1 Başlangıç malzemeleri	11
2.2.1.2 Karıştırma.....	11
2.2.1.3 Presleme	11
2.2.1.4 Sinterleme	12
3.1 Mekanik Alaşımlamanın Tarihi ve Tanımı	17
3.2 Mekanik Alaşımlama Ekipmanları ve Değişkenler	18
3.3 Mekanik Alaşımlamanın Tekniği ve Mekanizması	22
4.1 Alüminyum	30
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	35
5.1.2 Mekanik Alaşımlama	36
6. DENEYSEL SONUÇLAR.....	45
6.2 Sinter Kompozitlerin Karakterizasyonu	50
6.2.2. Sinterleme Rejiminin Belirlenmesi	51
7. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER	72

KISALTMALAR

MMK	: Metal Matriksli Kompozit
AMK	: Alüminyum Matriksli Kompozit
TM	: Toz Metalurjisi
MA	: Mekanik Alaşımlama
TTO	: Top/Toz Oranı
PB	: Partikül Boyut
XRD	: X-ışını Difraksiyonu
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
EDS	: Enerji Dağılım Spektrometresi
OM	: Optik Mikroskop
HV	: Vickers Mikrosertlik

ÇİZELGE LİSTESİ

		<u>Sayfa No</u>
Çizelge 4.1	Aluminyumun Özellikleri.....	31
Çizelge 4.2	Titanyumun Özellikleri.....	32
Çizelge 4.3	Kullanılan uçucu polimer tozlarının fiziksel özellikleri.....	33
Çizelge 6.1	Çeşitli bileşimlerde hazırlanan numunelerin yoğunluk değerleri.....	54
Çizelge 6.2	En yüksek poroziteye sahip numuneler ile uçucu toz ilave edilmemiş başlangıç numunelerinin sinterleme sonrası basma dayanımı, porozite değerleri ve içerdiği fazlar.....	71
Çizelge A1	Deneysel çalışma sonucu elde edilen datalar.....	81
Çizelge A2	Deneysel çalışma sonucu elde edilen datalar.....	82

ŞEKİL LİSTESİ

		<u>Sayfa No</u>
Şekil 2.1	Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması.....	8
Şekil 2.2	Metal Matriksli Kompozitler.....	9
Şekil 2.3	Geleneksel Tek Yönlü Presleme İşleminin Şematik Gösterimi	12
Şekil 2.4	Boyun Bölgesinde Gerçekleşen Muhtemel Sinterleme Mekanizmaları: 1) Yüzey Difüzyonu, 2) Buharlaştırma ve Yoğunlaşma, 3) Kütle Difüzyonu, 4) Tane Sınır Difüzyonu.....	13
Şekil 3.1	a) Retsch™ MM400 Öğütücü, b) Çelik mekanik alaşımlama kabı ve çelik top.....	19
Şekil 3.2	Gezegen Tipi Öğütücüde Top Hareketlerinin Şematik Gösterimi.....	19
Şekil 3.3	Atritör öğütücünün şematik görünümü.....	20
Şekil 3.4	Partikül ve Tane Boyutlarının Öğütme Süresi ile Değişimi.....	22
Şekil 3.5	Top–Toz–Top Çarpışmasının Şematik Görünümü.....	23
Şekil 3.6	MA Prosesinde Kullanılan Başlangıç Tozlarının Deformasyon Karakteristiğini Gösteren Bileşenlerin Şekli.....	24
Şekil 3.7	Başlangıç Bileşen Partiküllerinin Kompozit Biçiminde Görüldüğü MA İşleminin Erken Dönemleri.....	24
Şekil 3.8	Azalan Lamel Kalınlığını, Ergiyik Çözünme ve Yeni Fazların Oluşumunu Gösteren MA İşleminin Ara Basamağı.....	25
Şekil 3.9	MA İşleminin ve Birleşmenin Son Basamağı.....	26
Şekil 3.10	Sünek–Sünek Sisteminde MA Süresince Gerçekleşen Basamaklar.....	27
Şekil 3.11	Sünek–Gevrek Toz Kombinasyonunun Öğütme Süresince Mikroyapısal Gelişimini Gösteren Şemalar.....	28
Şekil 5.1	Deneysel çalışmaların akış şeması.....	35
Şekil 5.2	a) Retsch™ MM400 Öğütücü, b) Çelik mekanik alaşımlama kabı ve çelik top, c) Pluslabs™ Kapalı Ortam Kutusu.....	36
Şekil 5.3	Hidromode™ hidrolik pres.....	37
Şekil 5.4	Nabertherm™ markalı atmosfere açık fırın.....	38
Şekil 5.5	a) Nabertherm™ Atmosfer Kontrollü Fırın, b) Sinter Rejimi.....	38
Şekil 5.6	Malvern™ Mastersizer 2000–S Partikül Boyut Ölçüm cihazı...	40
Şekil 5.7	Yoğunluk Ölçümlerinde Kullanılan Precisa™ XB220A Tartım Cihazı.....	41
Şekil 5.8	a) Leica™ Marka Stereo Mikroskop, b) Hitachi™ Marka Masaüstü Taramalı Elektron Mikroskobu.....	42
Şekil 5.9	X-ışınları Difraksiyon Ölçümü İçin Kullanılan GBC™ MMA027 XRD Cihazı.....	43
Şekil 5.10	Shimadzu™ Mikrosertlik Cihazı.....	44
Şekil 5.11	Dartec™ Universal Test Cihazı.....	44

Şekil 6.1	Çalışmada kullanılan (a) Ti, (b) Al tozlarının boyut analiz sonuçları.....	45
Şekil 6.2	Çalışmada Kullanılan (a) PMMA, (b) Üre, (c) PE, (d) PEG Uçucu Polimer Tozlarının Boyut Analiz Sonuçları.....	46
Şekil 6.3	Bu çalışmada kullanılan tozların X-Işını difraksiyon paternleri a)Ti ve b)Al-Ti kuru karıştırma sonrası.....	47
Şekil 6.4	a) 150, b) 300, c) 600, d) 1200 dakika MA sonrası X-ışını difraksiyon analizi.....	48
Şekil 6.5	a)150, b)300, c)600, d)1200 dakika mekanik alaşımlama sonrası partikül boyut dağılımı.....	50
Şekil 6.6	Alüminyum titanyum faz diyagramı.....	52
Şekil 6.7	Porozitenin presleme basıncı ile değişimi.....	55
Şekil 6.8	Porozite sinterleme atmosferi ilişkisi.....	56
Şekil 6.9	Porozite sinterleme sıcaklığı ilişkisi.....	57
Şekil 6.10	Porozite uçucu polimer tozu ilişkisi.....	58
Şekil 6.11	Porozitenin uçucu toz oranı ile değişimi.....	59
Şekil 6.12	Çeşitli bileşimlerde hazırlanan PEG içerikli numunelerin sinterlenme sonrası stereo optik mikroskop fotoğrafları.....	60
Şekil 6.13	Çeşitli bileşimlerde hazırlanan Üre içerikli numunelerin sinterlenme sonrası stereo optik mikroskop fotoğrafları.....	60
Şekil 6.14	Mekanik alaşımlanmış tozlardan üretilmiş numunelerin sinterleme sonrası stereo optik mikroskop fotoğrafları.....	61
Şekil 6.15	70Ti içeren numunelerin 100X büyütmede elektron mikroskop fotoğrafları.....	62
Şekil 6.16	50Ti içeren numunelerin 100x büyütmede elektron mikroskop fotoğrafları.....	62
Şekil 6.17	Bazı numunelerin EDS sonuçları.....	63
Şekil 6.18	a)30Ti, b)50Ti, c)70Ti titanyum oranlarında hazırlanmış 570°C Argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri	64
Şekil 6.19	a)PEG içermeyen, b)PEG içeren ağırlıkça %50 titanyum bileşenli 570°C Argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.....	65
Şekil 6.20	a)PEG içermeyen, b)PEG içeren ağırlıkça %70 titanyum bileşenli 570°C Argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.....	65
Şekil 6.21	a)PEG içermeyen, b)PEG içeren ağırlıkça %50 titanyum bileşenli 640°C Argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri	66
Şekil 6.22	a)PEG içermeyen, b)PEG içeren ağırlıkça %70 titanyum bileşenli 640°C Argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.....	66
Şekil 6.23	a)PEG içermeyen, b)PEG içeren ağırlıkça %50 titanyum bileşenli 700°C Argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.....	67
Şekil 6.24	a)PEG içermeyen, b)PEG içeren ağırlıkça %70 titanyum bileşenli 700°C Argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.....	67
Şekil 6.25	a)Hava, b)Argon, c)Vakum atmosferlerinde 570°C'de	

	sinterlenmiş %50 titanyum içeren numunelerin XRD görüntüleri.....	68
Şekil 6.26	a)PEG içeren, b)PMMA içeren ağırlıkça %50 titanyum bileşenli 570°C Argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.....	69
Şekil 6.27	a)PMMA içeren, b)PEG içeren ağırlıkça %70 titanyum bileşenli 570°C Argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.....	69
Şekil 6.28	Porozite – basma dayanımı ilişkisi.....	70
Şekil A1	Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen numunelerin mikroyapı fotoğrafları ve bilgileri.....	82
Şekil A2	Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen numunelerin mikroyapı fotoğrafları ve bilgileri.....	83
Şekil A3	Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen numunelerin mikroyapı fotoğrafları ve bilgileri.....	84
Şekil A4	Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen numunelerin mikroyapı fotoğrafları ve bilgileri.....	85
Şekil A5	Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen numunelerin mikroyapı fotoğrafları ve bilgileri.....	86

TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE POROZ ALÜMİNYUM, TİTANYUM İNTERMETALİK KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ

ÖZET

İntermetalikler, iki veya daha fazla metalin birbiriyle karıştırılıp farklı kombinasyonlarda şekillendiği, belli oranda katı fazda oluşumu gerçekleşen ve başlangıç elementlerinden farklı özellik gösteren bileşimlerdir. Poroz malzemeler ise yapılarında doğal ya da yapay yollarla düzenli boşlukların oluşturulduğu ve düşük yoğunlukları sebebiyle hafiflikleriyle bilinen malzemelerdir. Titanyum ve alüminyum, hafiflik, düşük yoğunluk ve göreceli olarak yüksek dayanım gibi özellikleri sebebiyle hem intermetaliklerde hem de poroz malzemelerde önemli yere sahip malzemelerdir. Bu çalışmada, titanyum ve alüminyum tozlarından, yüksek poroziteye ve bu poroziteyi karşılayabilecek basma dayanımına sahip intermetalik kompozitlerin üretimi amaçlanmaktadır.

Yapılan çalışmada titanyum ve alüminyum elemental tozları ile PMMA, PEG, Üre ve PE uçucu polimer tozları kullanılmıştır. Toz metalurjisi, metallerin toz halinde üretimi ve bu tozların pekiştirilerek sinterleme adı verilen bir pişirme işlemiyle üretimini içerir. Toz metalurjisi ile malzeme üretiminde öncelikle toz karışımları hazırlanır, tozlar preslenir ve belirlenen sıcaklığa ısıtılarak sinterleme işlemi yapılır ve istenilen malzeme elde edilir.

Yapılan çalışmada öncelikle kullanılacak olan tozların karakterizasyonu yapılmıştır. Daha sonra toz karışımları uygun bileşimlerde hazırlanmış, bu karışımlar kuru karıştırma yöntemi ile 2 saat ve mekanik alaşımlama yöntemi ile değişik zaman aralıklarında karıştırılmışlardır. Karıştırma işleminden sonra tozlar soğuk preslenmiş ve sinterlenmişlerdir. Sinterleme sonrasında numunelerin mikroyapısı ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Numunelerin optik mikroskop ve SEM görüntüleri çekilmiştir. XRD ve EDS ile faz analizi yapıldıktan sonra yoğunlukları ölçülmüş ve basma testi yapılmıştır.

MANUFACTURING OF POROUS ALUMINUM TITANIUM INTERMETALLIC COMPOSITES BY POWDER METALLURGY METHOD

SUMMARY

Intermetallics are compounds that form when certain combinations of two or more metals are mixed together in certain proportions and react to produce a solid phase that is distinctively different from the constituent elements. Porous media are well-known materials which regular voids are formed by natural or artificial methods, with their light-weight and low density. Titanium and aluminum are materials have respective place among intermetallics and porous materials both due to their relatively high strength, low density and light-weight. In this project, main purpose is manufacturing of intermetallic composites which have high porosity and high compressive strength that can compensate that porosity.

In this study, aluminum and titanium powders with different type of volatile polymer powders are used. Powder Metallurgy is consisting of production of metal powders, and also their press and sinter processes. In powder metallurgy process, mixture of powder is prepared; powders are compacted and finally sintered by heating to predefined temperatures.

In this study, firstly the characterization of powders is made. After that, powder mixtures are prepared according to appropriate compositions. These mixtures are blended for 2 hours and mechanically alloyed for variable time-scale. After mixing and alloying, powders are compacted and sintered. After sintering, microstructure and mechanical properties are examined. Specimens' optical microscope and SEM images are photographed. After phase analysis by XRD and EDS densities are calculated, compressive strength test is performed.

1.GİRİŞ

Bugünün mühendislik uygulamalarındaki yeni malzeme ihtiyacı, malzeme bilimi ve mühendisliği alanına dünya çapında gösterilen ilgi ve endüstriyel yatırımda, ulusal veya özel araştırma ve geliştirme programlarına yansısıyla ölçülebilmektedir. En büyük tasarım sınırlamalarından birinin, malzemenin kullanım sırasında gerekli yeterliliği göstermesi olduğu çok iyi bilinmektedir. Gerçekten de birçok gelişme, malzemenin daha iyi bir başkasıyla yer değiştirmesi sonucu ortaya çıkar. Sürekli olarak mükemmel malzemenin aranması, nihayet ‘kompozit’ olarak bilinen heyecan verici yeni bir sınıfın geliştirilmesi ile sonuçlanmıştır [1].

Günümüz modern teknolojilerinin çoğu geleneksel metal alaşımları, seramik veya polimerik malzemeler ile karşılanamayacak pek çok özelliği bir arada istemektedirler. Özel uygulamalar için yeni malzeme türlerinin üretimi konusunda eğilim her geçen gün artmaktadır, çünkü hiçbir basit malzeme türü son 20 yılda artan gereksinimleri karşılayamamaktadır [2,3]. Kompozit malzemelerin geliştirilmesi ile modern teknolojinin gereksinimi olan malzeme kombinasyonlarına ulaşılmıştır.

Bir kompozit malzeme, birbirinden farklı iki veya daha fazla malzemenin birleştirilmesi ile elde edilen yeni bir malzeme olup, bileşimindeki malzemelerin tek başına gösteremeyeceği pek çok özelliği gösterebilen ve kullanım için daha uygun olan malzemelerdir [4]. Genel olarak kompozitler, yüksek dayanım ve rijitlik gösteren bir malzemenin başka bir ana malzeme tarafından çevrenmesi sonucu elde edilen malzemeler olarak tanımlanabilir [5].

Kompozit malzemeler önemli mühendislik malzemeleri haline gelmiş, özellikle denizcilik, otomotiv ve uzay endüstrisinde kullanılmak üzere tasarlanmış ve üretilmişlerdir; yüksek dayanımları, rijitlik-yoğunluk oranları ve mükemmel fiziksel özellikleri ile tercih edilmektedirler. Sonuç olarak bu endüstri alanlarında kompozit malzemelerin kullanımı teknolojilerdeki ilerlemeye önderlik etmektedir [6]. Kompozit malzemelerin çoğunlukla tercih edilen çelik bileşenlerin yerini almakta ve onlardan daha iyi bir performans göstermektedir. Yerini aldıkları çelik bileşenlerde %60–80 ağırlık kazancı sağlamaktadır [7]. Bunun yanında, bu malzemelerdeki büyük

potansiyel kompozit malzemelerin mekanik özellikleri ile ilgili çalışmalara duyulan ihtiyacı arttırmıştır [8].

Kompozit malzemelerin sınıflandırılmasında basit bir yöntem, matriks fazı içeriklerini göz önüne alarak bunları değişik gruplara ayırmaktır. İlk sınıflandırma matriks bileşimine dayanır: Polimer Matriksli Kompozitler, Metal Matriksli kompozitler, Seramik Matriksli Kompozitler. Kompozit malzemeler ayrıca kullanılan takviye malzemesine bağlı olarak sınıflandırılabilir: Fiber takviyeli kompozitler (sürekli ve süreksiz), partikül takviyeli kompozitler (yapraksı, kesilmiş fiberler, şekilli partiküller, vb.) [4]. Fakat kompozitleri sınıflandırmada en iyi sınıflandırma yöntemi örneğin partikül takviyeli metal matriksli kompozitler (PTMMK) şeklindeki, hem matriks hem de takviye elemanını belirten sınıflandırmadır.

Metal matriksli kompozit (MMK), metal ana malzeme ve takviye elemanını tek bir malzemeye dönüştüren sistemdir. Bu tip bir kompozit genellikle metalik olmayan (seramik) bir takviye elemanı içerir. Bunun yanında refrakter malzemeler veya intermetalikler seramikler yerine takviye elemanı olarak kullanılabilirler [9]. Metaller seramik takviyesinin yüksek sertlik ve aşınma direnci kazandırma gibi pek çok etkisi vardır [10]. Bunun yanında MMK süneklik ve tokluk gibi metalik özellikleri, seramiklerin karakteristik özellikleri olan yüksek dayanım ile birleştirirler [11]. MMK' lerin mekanik özellikleri takviye elemanının ve bunun yanında matriks malzemesinin hacimsel oranına ve tipine bağlıdır [12]. Diğer yandan sürekli fiber takviyeleri takviye fiber yönünde daha etkili bir sertlik gösterirken, partikül takviyeler maliyet açısından avantajlıdır ve kompozit malzemeye izotropik özellik kazandırır. Ek olarak ikinci tip kompozitler monolitik malzemeler için kullanılan teknolojilere benzer yöntemlerle üretilebilirler [13]. Bunun yanında, süreksiz takviye elemanları içeren MMK' ler değişik şekillerde üretilebilmelerinden dolayı bu özellikleri ile çekici malzemelerdir [14].

Kullanılabilecek birçok matriks sistemi arasında alüminyum (Al) alaşımları sundukları fiziksel ve mekanik özelliklere ek olarak birçok uygulamada belirgin bir ağırlık kazancı sağlayarak özel bir ilgi çekmektedirler [15]. Düşük yoğunluk, yüksek dayanım/ağırlık oranı, özellikle hafif yapısal uygulamalarda önemli oluşu, üretim kolaylığı ve uygun fiyatı gibi önemli özellikleri göz önüne alındığında özellikle son

yılların en önemli malzemesi haline gelen alüminyum, bu çalışmada da matriks malzemesi olarak tercih edilmiştir [1].

Alüminyum matriks kompozitler (AMK) hafiflikleri, yüksek dayanım, yüksek özgül modülleri, düşük termal genleşme katsayıları ve iyi aşınma direnci özellikleri ile yeni ileri teknoloji malzemeleri olarak görülmektedirler [16]. Bu özelliklerin birarada bulunması geleneksel bir malzemede mümkün olmamaktadır [17]. AMK' lerin kullanımı yüksek üretim maliyetleri nedeniyle uzay ve askeri silah gibi çok özel uygulamalarla sınırlıdır. Günümüzde AMK' ler, otomobil ürünlerinde motor pistonu, silindir gömleği, fren diski/tamburu gibi parçalarda da kullanılmaktadır [18].

Poroz malzemeler karbon, ahşap, köpük, seramik, briket halinde hem doğada hem endüstride yaygınca bulunmaktadır. Bunları etkin bir şekilde kullanabilmek için, mekanik özelliklerini mikro yapısı ile ilişkisi dahilinde anlamak gerekmektedir [19].

Poroz toz metalurjisi ürünleri; henüz sorunsuzca karakterize edilememiş, çok yeni, düşük yoğunluklu, değişik fiziksel, mekanik, termal, elektrik ve akustik özelliklere sahip malzemelerdir. Bu özellikleriyle hafiflik, ısı yönetimi, enerji absorblama, akustik kontrol gibi potansiyele sahiptirler ve filtre malzemesi, kendinden yağlamalı ürün ve implant malzeme olarak oldukça yaygın kullanım alanı bulurlar. Özellikle alüminyum ve titanyum son zamanlarda ciddi araştırmalara konu olmuş poroz malzeme örnekleridir. Titanyum ve alaşımları mükemmel biyo uyumlulukları ve oldukça iyi seviyede denebilecek dayanımları ile ortopedik ve diş implantlarında yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Poroz alüminyum ise yüksek sünekliği sayesinde otomobil parçalarında özellikle çarpışma sırasında enerji absorblama amacıyla kullanılmaktadır [20].

Titanyum ve alüminyumun bu üstün özelliklerinin aynı üründe kompozit olarak varılması amacıyla literatürde çok farklı yöntemlerle intermetalik faz oluşumu ile üretimi araştırma konusu olmuştur. Göreceli yoğunluğu katıldığı orana göre değişen ve yüksek yoğunluklu, yüksek dayanıma sahip kompozit üretimi için sıcak izostatik pres yöntemi ile hem presleme hem sinterleme tek seferde tamamlanarak düşük poroziteye sahip ürünler elde edilmiştir. Bazı çalışmalarda ise farklı türde sinterleme prosesleri denenerek (Spark Plasma, sıvı faz vb.) yoğun alüminyum titanyum kompozit üretimi denenmiştir. Ancak bu ikilinin poroz medya üretimi için bir araya

getirilmesi ve bunun toz metalurjik yöntemlerle eldesi şimdiye kadar pek denenmemiştir.

Mekanik alaşımlama (MA), 1960' larda geliştirilen bir katı hal toz işleme metodudur ancak tam ticari konumuna 1980' lerde ulaşmıştır. MA, oksit dispersiyonuyla sertleştirilen malzemeler ile Ni-esaslı süper alaşımları üretebilmek amacıyla geliştirilmiştir. Ancak günümüzde uygulamaları alüminyum ve bakır (Cu) alaşımlarını, termoelektrik uygulama malzemelerini ve özellikle intermetalikleri kapsamaktadır. Elde edilen son tozların mikroyapıları genellikle atomizasyon ile elde edilenlerden daha incedir ve tane boyutları hızlı soğutma teknikleri ile elde edilenlere benzer [21]. MA uygulamalarında iki veya daha fazla elementel toz birbirleriyle karıştırılır ve bu karışım yüksek enerjili bir top öğütücüde gerçekleştirilir. Öğütülen tozlar arasındaki sentezleme MA veya sinterleme sırasında gerçekleşir. Sonuçta ortaya çıkan oksit, karbür veya nitritler normal oluşma şartlarındakinden daha kısa süre veya daha düşük sıcaklıkta oluşabilirler [22]. Bunun dışında toz partikülleri sürekli olarak toplan ve toprak arasında sıkışarak mikroyapısal gerinim seviyeleri yükselir, böylece mekanik özellikleri artar. MA ile imal edilen alüminyum alaşımları, atomizasyon ve geleneksel yöntemlerle elde edilmiş alaşımlardan özellikle daha yüksek sıcaklıklarda olmak üzere, daha iyi özellikler gösterirler. Tane boyutunun azalması yüksek derecede soğuk sertleşme ve çökeltilerin mikroyapıdaki düzgün dağılımı sayesinde gerçekleşir. MA diğer yöntemlerle üretilmeyen, daha iyi özelliklere sahip MMK' lerin üretimi için geliştirilmiş bir tekniktir. MA takviye partiküllerini aglomerasyondan kurtararak, matris içerisinde homojen dağılımını sağlar. Ayrıca sürekli çarpışmalar takviyenin içerebileceği hataları yok eder [21].

Alüminyum TM elemanlarında mükemmel mekanik ve yorulma özellikleri, düşük yoğunluk, korozyon direnci, yüksek termal ve elektrik iletkenliği, mükemmel işlenebilirlik, çeşitli son işlemlere iyi cevap verebilme ve birim hacim temelinde rekabetçi bir maliyet sunmaktadır. Yorulma dinamik gerilim tesiri altında kalan TM parçaları için önemli bir karar etkenidir [23]. Buna ek olarak alüminyum TM parçaları üstünlüklerinin karşılaştırıldığı, işlenmiş alüminyum ürünlerine göre bağ ve verim özelliklerinin geliştirilmesi, gözenekliliğin ortadan kaldırılması için daha fazla işleme tabi tutulabilirler [24].

Yukarıda anlatılan fikirler göz önüne alındığında; bu çalışmanın amacı, poroz yapıda alüminyum titanyum intermetalik kompozitler üretmek için Al-Ti karışımı sentezlemek, bunları preslemek, sinterlemek suretiyle bitmiş ürün haline getirerek, elde edilen ürünlerin mikroyapısal ve fiziksel karakterizasyonunu yapmaktır. Üretimi sırasındaki adımlarda fazların analizi yapılarak parametrelerin geliştirilmesi sağlanacaktır. Oldukça yüksek por oranına ve bunu karşılayabilecek basma dayanımına sahip ürün elde edilmeye çalışılacaktır. Ayrıca bu porların birbiriyle bağlanması hedeflenerek geçirgenliğin artırılması amaçlanmaktadır. Por oranının artmasıyla daha da hafif bir malzeme elde edilecektir.

2.KOMPOZİT MALZEMELER

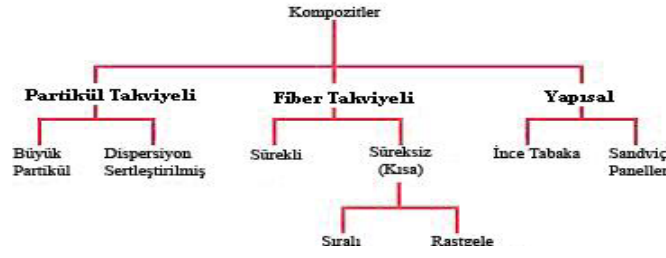
Kompozit malzemeler açıkça birbirinden farklı malzemelerin bir kombinasyon yapılarak karıştırılması ile her bir malzemenin en iyi özelliklerinin bir araya geldiği yeni malzemelerdir [25]. Kompozit malzeme bileşeni olarak iki kategori vardır: matriks ve takviye [4].

Matriks, kompozit malzemelerde çeşitli önemli fonksiyonlar sağlar. Örneğin matriks malzemesi takviye malzemelerini çevreler ve izafi pozisyonlarında kalmaları için onları destekler. Yükün takviyelere iletilmesini sağlar. Sünek matrikslerde kompozite oldukça büyük tokluk değerleri kazandırır ve çatlakların ilerlemesini engeller [26]. Takviye malzemeleri ise özel mekanik ve fiziksel özelliklerini, matriks özelliklerini geliştirmek amacıyla ortaya çıkartırlar. Bu sinerji, yalnız başına iken bulunmayan malzeme özellikleri üretir. Bulunabilecek matriks ve takviye malzemesinin çeşitliliği nedeniyle ortaya çıkartılabilecek tasarımlar inanılmazdır [27].

Kompozit malzeme üretimi ile bazı özellikler sağlanabilmektedir. Bunlar genel olarak şöyle sıralanabilir: yüksek dayanım, yüksek rijitlik, yüksek yorulma dayanımı, mükemmel aşınma direnci, yüksek sıcaklık kapasitesi, iyi korozyon direnci, iyi termal ve ısı iletkenliği, düşük ağırlık, çekicilik ve estetik görünüm, vb.. Bütün bu özellikler aynı zamanda oluşmaz ve herhangi bir uygulama için böyle bir gereksinime ihtiyaç da yoktur. Belirtilen bu özellikler için gerekli şartlar, uygun matriks ve takviye eleman çifti, üretim tekniği, optimizasyonu, bileşenlerin mukavemet özellikleri ve diğer faktörler göz önüne alınarak üretim yapılırsa istenilen özelliği elde etmek mümkündür [28].

Kompozit malzemelerin dezavantajları ise; yüksek hammadde ve işleme maliyeti, değişken özelliklerde olası zayıflıklar, düşük tokluk, geri dönüşümünün olmaması, birleştirmede görülen zorluklar, analiz ve yapımındaki zorluklardır [29].

Üç çeşit kompozit malzeme grubu bulunmaktadır. Bunlar takviye elemanlarına göre Şekil 2.1’ de görüldüğü gibi gruplanabilirler:



Şekil 2.1. Kompozit Malzemelerin Sınıflandırılması [30].

Bu üç tip takviye elemanlı kompozit plastik, metal veya seramik matriks içinde olabilir [28].

2.1 Metal Matriksli Kompozitler

Metal matriksli kompozitler (MMK) mevcut malzemelerin kullanıma uygun olmadığı yüksek sıcaklıklarda kullanılmak üzere tasarlanmış bir ileri malzeme grubudur [31]. Geliştirilmiş mukavemeti, direngenlik ve yüksek sıcaklık performansı nedeniyle MMK, monolitik metallerden daha fazla maliyetli olmalarına rağmen uzay endüstrisi uygulamaları için önemli malzemelerdir. MMK' nin levha şeklinde üretimi, döküm ve TM dahil olmak üzere birçok üretim yöntemi vardır [32].

Kompozitler değişik fazların ana özelliklerinin birleşimidir. Bu büyük gelişme sayesinde artık bir elementin istenilen avantajlı özelliklerini alıp başka elementin avantajlı özelliklerine ekleyebilmek, istenmeyen özellikleri dahil etmemek mümkündür [32]. Matriks olarak sünek bir metal kullanılırken, takviye olarak intermetalik bileşikler, oksit, karbür ve nitrürler gibi özgül rijitliği ve dayanımı, aşınma direnci, sürünme dayanımı ve boyutsal kararlılığı gibi özellikleri geliştirecek malzemeler kullanılır [7]. MMK metallerle karşılaştırıldığında birçok avantajı vardır; bu avantajlar yüksek mukavemet, elastik modül, elektriksel ve termal iletkenlik, korozyon direnci, yüksek sıcaklıklarda kararlılık, düşük yoğunluk, termal şok ve sıcaklık değişimlerine hassaslık olarak sıralanabilir [32,33]. Bu malzemelerin dezavantajları olarak ise düşük yorulma direnci, karmaşık ve pahalı üretim teknikleri sayılabilir [6]. Şekil 2.2' de MMK örnekleri görülmektedir.



Şekil 2.2. Metal Matricksli Kompozitler [31].

MMK' lerin uygulama alanları sadece uzay sanayi değildir, otomotiv sanayinde de oldukça yaygın olarak kullanılmaktadır. Makine tasarımı, spor malzemeleri ve diğer malzemeler yanında rijitlik ve hafiflik ile birlikte iyi yorulma direnci sağlaması için otomobil buji kolları, alüminyum oksit takviyeli alüminyum kompozitlerden basınçlı döküm tekniği ile yapılmış ve yüksek sıcaklık özelliklerinin çok iyi olduğu tespit edildiğinden otomotiv sanayinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Uçak kanatları panelleri içinde SiC_w takviyeli alüminyum kompozitten üretilmiş ve %20–40 arasında hafiflik sağlanmaktadır. MMK ile de uçak iskeletleri ve gövdenin yapımında benzer ağırlık azalmaları elde edilmektedir [28].

2.1.1 İntermetalik kompozitler

İntermetalikler, iki veya daha fazla metalin birbiriyle karıştırılıp farklı kombinasyonlarda şekillendiği, belli oranda katı fazda oluşumu gerçekleşen ve başlangıç elementlerinden farklı özellik gösteren bileşimlerdir [34].

Saf elementler ve katı eriyiklerde, atomlar birbirine metalik bağ ile bağlanır. İntermetalik bileşenlerde kimyasal bağlanma, atomların birbirine doğada kovalent olacak şekilde gerçekleşir. Bu da kristal yapıda, kimyasal, mekanik ve elektriksel özelliklerde yenilikler sunar[34].

İntermetalikler yeni ve önemli bir malzeme grubudur. Bunlar genellikle kristal yapıları başlangıç elementlerinden farklı olan metalik bileşimlerdir. Birbirine benzemeyen atomların (Ti-Al vs.) yaptığı bağlar, birbirine benzeyen atomların (Ti-Ti, Al-Al vs.) yaptığı bağlardan daha kuvvetlidir. Kristal yapılarında düzenli atom dizilişi gösterirler ve bu özelliklerine göre metaller ve seramikler arasında orta bir

kısımda yer alırlar. Bu konuda derinlemesine araştırmalar, yüksek sıcaklık uygulamalarında, özellikle de jet motorlarında servis sıcaklığını artırmak ve ağırlığı düşürmek amacıyla en önemli alternatif olacağı görüşüyle 1970’li yılların ortalarında başlamıştır [35].

En önemli intermetalik bileşenlerden biri yüksek sıcaklık dayanımı ve düşük yoğunluğu ile γ -Ti-Al bazlı alaşımlardır. Bu bileşenin kullanım yerine örnek NASA’nın uzay mekiğindeki motor parçaları ve türbin kanatlarıdır. Önemli özellikleri, düşük yoğunluk ($\sim 3.8\text{g/cm}^3$), yüksek dayanım, yüksek direngenlik ve yüksek sıcaklıkta iyi oksidasyon direnci ve sürünme dayanımı. Ancak düşük süneklik ve kırılma direnci Ti-Al intermetaliklerinin kullanım alanını daraltmaktadır. γ -Ti-Al; γ and $\alpha 2\text{-Ti}_3\text{Al}$ gibi iki fazın lamelar yapısından dolayı “mikrolaminat” olarak adlandırılırlar ve yapısal kompozitler gibi mekanik özellik gösterirler. Bunun yanı sıra seramik kompozitler ve intermetalikler aynı kategoriye alınabilirler [35].

İntermetalikler, süperalaşımlar ve yüksek sıcaklık uygulamaları için paslanmaz çeliğin yerini alabilecek çok yüksek potansiyele sahiptirler. Bunun yanı sıra en önemli özellikleri artan sıcaklıkla kullanılabilirlikleri ve düşük bakım harcamalarıdır [35].

2.2. İntermetalik Kompozitlerin Üretimi

2.2.1. Toz metalurjisi

Daha önce de bahsedildiği gibi, MMK üretimi için çoğunlukla kullanılan yöntem toz metalurjisidir [32,37]. Prosesin temelinde, karıştırılmış veya ön alaşımlanmış tozlar bir kalıba doldurulur, istenilen şekilde sıkıştırılır ve daha sonra preslenen bu tozlar atmosfer kontrollü bir fırında, toz partiküllerini bağlayan mekanik bağların metalurjik bağlara dönüşmesi için sinterlenir [40].

TM prosesinin birçok avantajı vardır. İlk olarak ergime ve döküm olmadığından diğer birçok yöntemle göre ekonomiktir. İkincisi ise MMK’lerin üretimi, TM karıştırma tekniği ile döküm yönteminde olduğundan genellikle daha kolaydır [33]. Ayrıca karmaşık şekilli ürünler son işleme prosesleri olmaksızın kolaylıkla üretilabilmektedir. Yatak ve filtre gibi gözenekli ürünler de TM yöntemiyle daha iyi

özelliklere sahip olabilmektedir. Bunlara ek olarak, uzay uygulamaları gibi kritik uygulamalarda kullanılan, mükemmel özelliklere sahip tam yoğunluk ürünleri de TM yöntemiyle üretilmişlerdir [29].

2.2.1.1 Başlangıç malzemeleri

TM başlangıç malzemesinin, prosesin başarısında çok önemli bir rolü vardır. Tozların kimyası ve saflığının yanısıra, partikül boyutu, boyut dağılımı, partiküllerin yüzey dokusu kadar partikül şekli gibi ilgili başka sorunlar da vardır [40]. MMK göz önüne alındığında mekanik davranış, kimyasal kararlılık, termal uyumsuzluk ve maliyet son ürünün başarısında belirgin rol oynayan diğer faktörlerdir [36].

2.2.1.2 Karıştırma

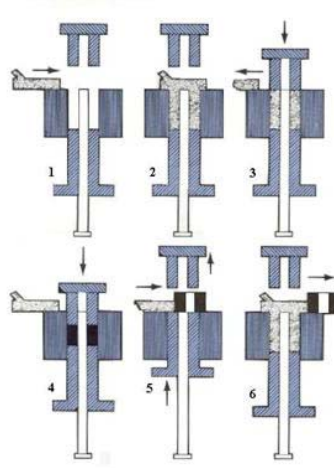
Uygun malzeme seçimi sağlandıktan sonraki aşama bu malzemeleri karıştırmaktır. Bu basamak çok önemlidir çünkü TM nihai ürünlerinin mekanik özelliklerini oldukça önemli biçimde etkiler, takviye partiküllerinin nihai dağılımını ve sıkıştırılmış toz numunelerin gözenekliliğini kontrol eder. Ancak segregasyon ve kümelenme gibi günümüzün karıştırma veya harmanlama metodlarıyla ilgili bazı problemler vardır. Bu problemlerin sebepleri metal tozu ve takviye partikülleri arasındaki farklı akış karakteristiklerini ve partiküllerin yüzey enerjilerini azaltmak amacıyla aglomere olma eğilimini içerir. Farklı boyuttaki partiküllerin segregasyon davranışları incelendiğinde büyük partiküllerin yukarı çıktıkları görülmektedir, çünkü küçük partiküller aralarındaki boşlukları doldururken büyük partiküller yukarı doğru hareket ederler. Ayrıca aynı boyuttaki partiküller ve metal tozları arasındaki farklı yoğunlukların etkisi de oldukça önemlidir. Ağır partiküller dibe çökerken hafif olanlar yukarı doğru hareket ederler. ‘Mekanik Alaşımlama (MA)’ tekniğiyle ise bu ayrılma ve kümelenme problemlerinin üstesinden gelmek mümkündür [36].

2.2.1.3 Presleme

Karıştırma işleminden sonraki basamak, toz karışımının sıkıştırılmış numuneler oluşturmak üzere preslenmesidir [36]. Bu aşama, TM prosesinde en kritik basamaklardan birisidir çünkü tozun yoğunluğunu ve yoğunluğun tüm üründe homojen dağılımını düzenler. Nihai özellikler yoğunlukla değişir, homojen özellikler de homojen yoğunluk gerektirir [40]. Presleme prosesi aşağıda listelenen ana görevlere sahiptir:

1. Tozları istenilen şekilde birleřtirmek,
2. Sinterlemeden kaynaklanan boyutsal deęiřimleri de gz nne alarak, mmkn olabildięince istenilen nihai boyutları gstermek,
3. İstenilen gzeneklilik miktarını vermek,
4. Bir sonraki kullanım iin yeterli gc saęlamak [41].

Geleneksel sıkıřtırma metodlarında basın genellikle tek ynde uygulanarak dzensiz bir daęılım hatta yetersiz yoęunluklarla sonulanmıřtır [39]. oęunlukla, mekanik ve hidrolik presler ve rijit kalıplar kullanılmıřtır [40].



řekil 2.3. Geleneksel Tek Ynl Presleme İřleminin řematik Gsterimi [42].

Sıkıřtırılmıř numunelerin kalitesini daha iyi kontrol edebilmek iin soęuk, ılık ve sıcak olmakzere izostatik presleme teknikleri geliřtirilmiřtir [39]. řekil 2.3’ te tek ynl izostatik presleme iřleminin basamakları řematik olarak grlmektedir.

2.2.1.4 Sinterleme

Sıkıřtırılmıř numuneler uygun řekilde hazırlandıktan sonra sinterlenirler. Sinterleme, termal enerji uygulanarak metal ve seramik tozlarından yoęunluk–kontroll malzemeler ve bileřenler elde edilmesinde kullanılan bir prosestir [43]. Bu proseste kılcal kuvvetlerin etkisindeki atomik difzyon sayesinde, taneli malzemedeki partikller arası gzenekler yok sayılırlar [44].

Temelde, sinterleme prosesi iki tipte incelenebilir;

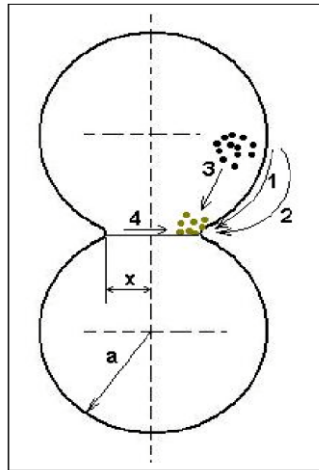
1. Katı hal sinterlemesi

2. Sıvı faz sinterlemesi

Sıvı faz sinterlemesi, sinterleme sırasında sıkıştırılmış tozun içerisinde bir sıvı faz bulunmasıyla gerçekleşirken katı hal sinterlemesi, sinterleme sıcaklığında sıkıştırılmış tozun tamamen katı halde yoğunlaşmasıyla meydana gelir [43].

Katı hal sinterlemesi ana metalin ergime noktasının altındaki bir sıcaklığa sahip fırın içerisinde, korumalı atmosfer altında gerçekleştirilir. Proses yüzey alanında azalmaya, sıkıştırılmış malzemenin dayanımında artışa ve genellikle sıkıştırılmış numunede büzülmeye neden olur. Yüksek sıcaklıkta uzun süre sinterleme, gözenek sayısını azaltırken gözenek şekillerini de daha düzgün bir hale getirir. Aynı zamanda, tane büyümesi de beklenebilir [41].

Sinterleme prosesi esas olarak yüksek sıcaklıkla harekete geçirilmiş atomik hareketin sonucudur. Başlangıç gerinimleri, yüzey alanı ve preslenmiş numunenin eğriliği sinterlemeden sorumlu atomik hareketleri tetikler. Şekil 2.4' te farklı atomik hareket paternleri görülmektedir.



Şekil 2.4. Boyun Bölgesinde Gerçekleşen Muhtemel Sinterleme Mekanizmaları:

1)Yüzey Difüzyonu, 2) Buharlaşma ve Yoğunlaşma, 3) Kütle Difüzyonu, 4) Tane Sınır Difüzyonu [45].

Sinterleme kinetikleri genellikle preslenmiş yoğunluk, malzeme, partikül boyutu, sinterleme atmosferi ve sıcaklığı kapsayan muhtelif parametrelerle belirlenir. Başarılı

yoğunlaştırma için doğru izotermal sinterleme sıcaklığının seçimi önemlidir. Yüksek sıcaklıklar hızlı yoğunlaşma sağlarken bununla birlikte kabalaşma hızının da artmasına neden olmaktadır. Bu artan kabalaşma hızı, büyük taneler arasına sıkıştırılmış gözeneklerle anormal tane büyümesine sebep olabilmektedir. Sonuç olarak yoğunlaşma daha hızlı ilerlemesine rağmen nihai yoğunluk sınırlanabilir [41].

Sinterlenebilirlik ve mikroyapıyı etkileyen değişkenler malzeme ve proses değişkenleri olmak üzere iki ana başlık altında sıralanabilirler. Ham malzemelere bağlı olan toz malzemenin şekli, boyutu, boyut dağılımı ve aglomerasyonu, malzemenin kimyasına bağlı kompozisyon, safsızlık, homojenlik, vb. özellikler ile sinterleme koşullarına bağlı olan proses değişkenleri olarak sıcaklık, süre, basınç, atmosfer, ısıtma ve soğutma hızı, vb. sayılabilmektedir [43]. Tüm bu nedenler düşünüldüğünde, sinterleme farklı değişkenleri olan karışık bir prosestir ve bir sinterleme prosesi tasarlanırken tüm değişkenler göz önüne alınmalıdır.

2.3. Poroz Malzemeler

Poroz malzemeler karbon, ahşap, köpük, seramik, briket halinde hem doğada hem endüstride yaygınca bulunmaktadır. Bunları etkin bir şekilde kullanabilmek için, mekanik özelliklerini mikro yapısı ile ilişkisi dahilinde anlamak gerekmektedir [19].

Poroz toz metalurjisi ürünleri; henüz sorunsuzca karakterize edilememiş, çok yeni, düşük yoğunluklu, değişik fiziksel, mekanik, termal, elektrik ve akustik özelliklere sahip malzemelerdir. Bu özellikleriyle hafiflik, ısıl yönetim, enerji absorblama, akustik kontrol gibi potansiyele sahiptirler ve filtre malzemesi, kendinden yağlamalı ürün ve implant malzeme olarak oldukça yaygın kullanım alanı bulurlar. Özellikle alüminyum ve titanyum son zamanlarda ciddi araştırmalara konu olmuş poroz malzeme örnekleridir. Titanyum ve alaşımları mükemmel biyo uyumlulukları ve oldukça iyi seviyede denebilecek dayanımları ile ortopedik ve diş implantlarında yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Poroz alüminyum ise yüksek sünekliği sayesinde otomobil parçalarında özellikle çarpışma sırasında enerji absorblama amacıyla kullanılmaktadır [20].

Titanyum ve alüminyumun bu üstün özelliklerinin aynı üründe kompozit olarak varolması amacıyla literatürde çok farklı yöntemlerle intermetalik faz oluşumu ile üretimi araştırma konusu olmuştur. Göreceli yoğunluğu katıldığı orana göre değişen

ve yüksek yoğunluklu, yüksek dayanıma sahip kompozit üretimi için sıcak izostatik pres yöntemi ile hem presleme hem sinterleme tek seferde tamamlanarak düşük poroziteye sahip ürünler elde edilmiştir. Bazı çalışmalarda ise farklı türde sinterleme prosesleri denenerek (Spark Plasma, sıvı faz vb.) yoğun alüminyum titanyum kompozit üretimi denenmiştir. Ancak bu ikilinin poroz medya üretimi için bir araya getirilmesi ve bunun toz metalurjik yöntemlerle eldesi şimdiye kadar pek denenmemiştir.

2.3.1. Üretimi

Poroz malzemelerin üretimi genel olarak toz metalurjisi ve metal ayrıştırma olarak iki grup ile özetlenebilir. Bunlardan toz metalurjisi yöntemi ile elemental tozları karıştırıp, presleyip, sinterleyerek tozlar arasında kalan hava boşlukları veya olası faz dönüşümleri sebebiyle oluşan mikroporlar %30 a kadar porozite elde edilebilir. Ancak toz karışımı sırasında bileşime porozite artırıcı bileşen (uçucu polimer tozu) eklenip, aynı işlemler yapıldığı takdirde yapıdan uçarak uzaklaşan polimer tozu yerini boşluğa bırakacaktır. Bu sebeple uçucu polimer tozunun partikül boyutuna yakın boyutta ve oranda por ilde edilir. Metal ayrıştırma yöntemi ile, yapıda bulunan metalik bileşen elektron ışını ya da elektrik rezistans kullanılarak yapıdan uzaklaştırılır ve bıraktığı yerde por meydana gelir [46].

2.3.2. Kullanım alanları

Poroz malzemeler mükemmel geçirgenlik özelliğe sahiptirler. Bu özellikleriyle filtre ve ayraç malzeme olarak kullanılırlar. Yapıda bulunan porlu kanallar, geçen gaz ya da sıvı medyanın içindeki katı parçacıkları tutarak çok iyi filtreleme ve ayırma görevi görür. Ayrıca bu özellikleriyle akışkan kontrolü ve dağılımı da gerçekleştirebilmektedirler. Malzeme içindeki porlu yapı aynı zamanda çok iyi bir enerji absorblayıcıdır. Araçların tamponlarında veya çarpışma kutusu olarak kullanılırlar. Gelen darbe, porların etkisiyle dağılmak ve farklı yönlerde ilerlemek zorunda kalır. Böylece çarpışma enerjisi absorblanarak etkisi azaltılır. Poroz yapıdaki bakır ve nikel alaşımları hafiflikleri ve porun etkisiyle metalik bağlantılara göre çok daha iyi elektromanyetik koruma sağlar. Hafiflikleri sebebiyle de taşınabilirler. Tıpkı elektromanyetik koruma kalkanında olduğu gibi poroz malzemelerin sağladığı geniş yüzey alanı sebebiyle ve por yapısıyla da alakalı olarak ısı değiştirici olarak görev

alrlar. Ayrıca yüksek enerji yoğunluđu, uzun kullanım ömrü ve düşük üretim maliyeti sebebiyle de nikel kadmiyum veya alkaline pillerde katot olarak kullanılırlar [46].

3. MEKANİK ALAŞIMLAMA

3.1 Mekanik Alaşımlamanın Tarihi ve Tanımı

Malzeme bilimciler sürekli olarak malzemelerin özelliklerini ve performanslarını arttırmak için çalışmaktadır. Kimyasal modifikasyonlar, geleneksel termal, mekanik ve termo–mekanik proses metotları ile birlikte malzemelerin kimyasal, mekanik ve fiziksel özelliklerinde artış sağlanmıştır. Ancak sürekli artan malzeme ihtiyacı, ileri malzemelerin tasarım ve geliştirilmesine bağlıdır. İleri teknoloji endüstrileri bu çalışmaları teşvik etmektedir [47]. Sonuç olarak, malzemelerin dengesiz prosesleri pek çok bilim adamı ve mühendisin geleneksel yöntemlere nazaran daha iyi ve gelişmiş malzeme elde edebilme olasılığı ile ilgisini çekmektedir [48].

İleri malzemelerin yapı ve bileşimi dengesiz (veya dengeden uzak) şartlarda çok daha iyi kontrol edilebilmektedir ve MA malzemelerin dengesiz durumda üretilebildiği bir yöntemdir [46]. MA, kompozit metal tozlarının yüksek enerji top değirmeninde tekrar eden soğuk kaynama, kırılma ve yeniden kaynama işlemleri ile kontrollü ince mikro yapıda üretilmesini sağlayan TM tekniği işlemi olarak tanımlanabilir [48–50]. Yüksek enerjili basınç kuvvetine maruz kalan farklı karışımlar için çeşitli öğütme cihazları mevcuttur [3].

MA prosesi ilk olarak Benjamin'in 1960' ların sonunda Nickel Co. Şirketi'nin Paul D. Merica Araştırma Laboratuvarı' nda yaptığı bir çalışma olarak bilinmektedir. Bu yöntem endüstriyel bir gereksinim olarak oksit yayılarak sertleştirilmiş nikel bazlı süper alaşımlarından üretilmiş gaz türbini motor parçalarının imalatında kullanılmıştır [48,49,50]. Fakat MA ile yarı kararlı fazların keşfi malzeme biliminde pek çok uygulamanın önünü açmıştır [51]. Yarı kararlı fazların yanında, ticari olarak kullanışlı ve bilimsel olarak ilginç malzemelerin denge fazları da MA ile sentezlenmektedir [48].

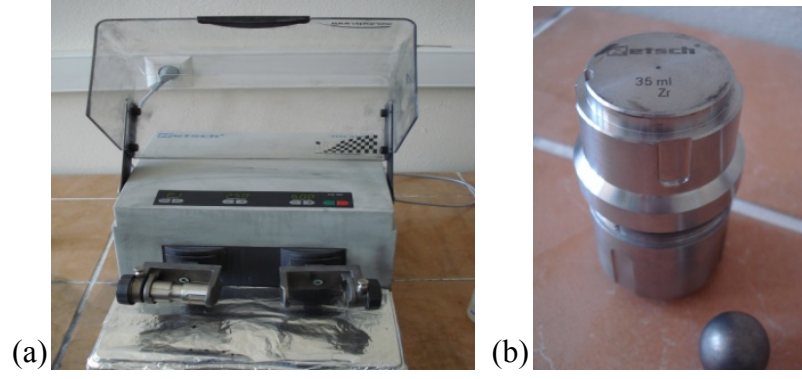
MA basit ve çok yönlü bir teknik olmakla birlikte pek çok teknik avantajı olan ekonomik açıdan uygun bir yöntemdir. MA' nın en önemli avantajlarından biri soy elementlerin sentezinde hiçbir teknik ile başarılamayan, normal koşullarda karışmaz

elementlerin alaşımlandırılmasıdır. Bunun nedeni MA' nın tamamen katı hal prosesi tekniği olması ve faz diyagramlarının bu işlemde geçersiz olması ile limitlerin ortadan kalkmasıdır [48]. Bunun yanında MA geleneksel öğütme prosesine göre başlangıç partikül boyutlarının homojenliği etkilemediği malzemelerin üretilmesidir. 50–100 µm ortalama başlangıç çaplarındaki toz boyutlarından 1 µm partiküller arası aralığa sahip mekanik alaşımlanmış dispersiyonların elde edilmesi bu şartlarda genel olmayan bir durum değildir [52].

3.2 Mekanik Alaşımlama Ekipmanları ve Değişkenler

Mekanik olarak alaşımlandırılmış tozların üretiminde yüksek enerjili Spex™ karıştırıcılı öğütücüler, gezegen top öğütücüler, atritör öğütücüler ve ticari öğütücüler kullanılmaktadır. Bunlar farklı kapasitelere, öğütme verimlerine, ek soğutma veya ısıtma düzeneklerine sahiplerdir [47,52].

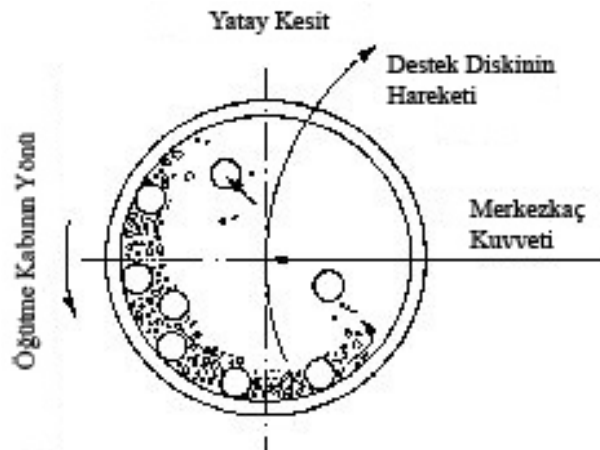
Spex™ karıştırıcılı öğütücüler laboratuvar araştırmalarında en genel kullanılan yöntemdir ve bu öğütücüler başlangıç bileşenlerinin yoğunluğuna bağlı olarak belli sürede 10 ± 20 gram toz öğütebilir [51]. Bu öğütücülerin genel farkı numuneyi ve topları içerisinde bulunduran bir kaba sahip olmasıdır. Bu kap sıkıca bağlanarak öğütücü kabı üç yönlü dikey hareket ile 1200 rpm ile sallayarak bu süre içerisinde toz mikroyapısının incelmesini sağlar [47,52]. Top–top ve top–kap çarpışmaları sürekli olarak toz yapıları yakalar ve küçülterek süre ile birlikte homojen bir mikroyapı oluşmasını sağlar [52]. Spex™ öğütücü kaplar için sertleştirilmiş çelik, alumina, tungsten karbür, zirkonya, paslanmaz çelik, silikon nitrit, akik, plastik ve metakrilat gibi değişik malzemeler kullanılabilir [47]. Şekil 3.1' de tipik bir Spex™ öğütücü ve kavanoz seti görülmektedir.



Şekil 3.1. a) RetschTM MM400 Öğütücü, b) Çelik mekanik alaşımlama kabı ve çelik top

MA deneylerinde sıkça kullanılan bir diğer öğütücü ise içerisinde bir seferde birkaç yüz gram toz öğütülebilen gezegen tipi öğütücülerdir. Gezegen tipi öğütücü olarak adlandırılması, kapların gezegen hareketlerine benzer bir harekette bulunmasından kaynaklanır. Kendi eksenleri etrafında dönen kapların meydana getirdiği merkezkaç kuvveti kap içerisindeki öğütme, toplar ve öğütülecek malzeme üzerinde etkilidir. Böylece tozlar dönen toplar ve kabın duvarları arasında kalarak incelirler. Bu tip öğütmede topların çizgisel hızı SpexTM öğütücülerdekinden yüksek ise de çarpışmaların frekansı SpexTM öğütücülerde çok daha yüksektir [47].

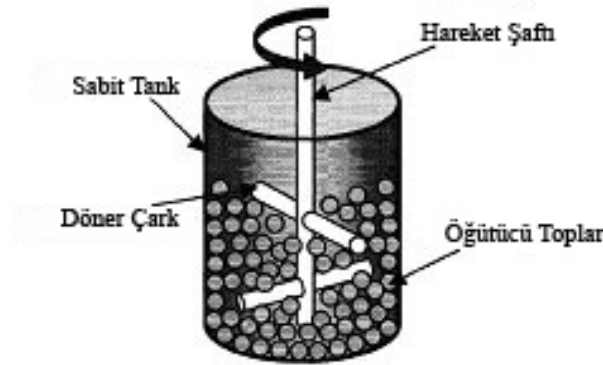
SpexTM öğütücüler ile karşılaştırıldığında gezegen tipi öğütücüler düşük enerjili öğütücülerdir [47]. Şekil 3.2’ de, gezegen tipi öğütücüde top hareketlerinin şematik görünümü gösterilmiştir.



Şekil 3.2. Gezegen Tipi Öğütücüde Top Hareketlerinin Şematik Gösterimi [47].

Diğer bir öğütücü tipi atritör öğütücülerdir. Atritör öğütücüler, içerisinde büyük miktarlarda (0,5–40 kg) toz öğütebilen cihazlardır [47]. Bu cihazlar, üzerinde pervaneler bulunan ve tank içinde 250 rpm hızla dönen dikey bir şafta sahiptir [52]. Şaft döndükçe, toprak ezilmekte olan metal tozlarının üzerlerine düşerler. Pervaneler toprakların enerjisini arttırarak toz boyutunun küçülmesine neden olurlar. Bunun nedeni topraklar arasında, topraklar ve kap duvarı arasında ve topraklar ile pervaneler ve şaft arasındaki çarpışmalardır. Öğütme oranı artan dönme hızı ile artar. Bunun yanında yüksek hızlarda topraklara etki eden merkezkaç kuvveti yerçekimi kuvvetini aşar ve topraklar kap duvarına yapışır. Bu noktada öğütme işlemi durur [47]. Şekil 3.3’ te atritör öğütücünün şematik bir görünümü verilmiştir.

Sonuç olarak MA için ticari öğütücüler, boyut olarak bu anlatılan öğütücülere göre çok daha büyüktür ve yüzlerce kilogram tozu öğütebilirler. Ticari üretimler için MA, top öğütücüler ile 1250 kg kapasitesine kadar çıkmaktadır [47].



Şekil 3.3. Atritör Öğütücünün Şematik Görünümü [53].

Öğütme süresi, artan öğütme enerjisi ile azalmaktadır. Diğer bir deyişle Spex™ öğütücü içerisinde birkaç dakika içerisinde gerçekleşen proses, bir atritörde birkaç saat, ticari bir öğütücüde birkaç gün sürebilir [47].

Öğütücü tipinin yanında, MA işleminin sonuçlarını etkileyen farklı değişkenler mevcuttur. Bunlar; öğütme kabının malzemesi, öğütme ortamı, top/güç oranı, öğütme atmosferi, öğütme süresi, PKA kullanımı, vs. olarak belirtilebilir [47].

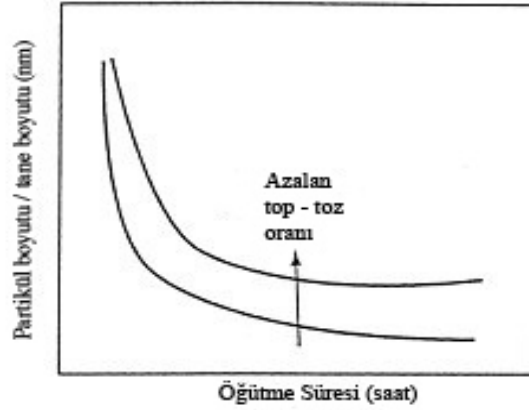
Öğütme kabı malzemesi önemli bir değişkendir çünkü öğütücü malzemenin iç duvarlara çarpması öğütücü kapta küçük kırılmalara neden olmakta ve bu parçacıklar kompozit toza karışmaktadır. Bu parçacıklar tozu kirletebilir veya tozun kimyasını değiştirebilir. Eğer öğütme kap malzemesi tozdan farklı ise toz, kabın malzemesi ile kirlenir. Diğer taraftan, eğer iki malzeme de aynı ise kimyası değişebilir [47,52]. MA prosesinin tipi dikkate alınmadan, uygun öğütme kabı ve öğütme araçları seçilmelidir. Genel olarak üretilecek malzeme ile aynı öğütme araçları seçilerek, işlem süresince kirlenmenin önlenmesi istenir [52]. Ek olarak, kullanılan öğütme araçlarının hacmi gerekli darbe kuvvetini toz üzerinde sağlayacak şekilde yüksek olmalıdır [47].

Diğer bir önemli konu top/toz oranıdır (TTO). Bu değer çoğu araştırmacılar için 1:1 ile 220:1 arasında değişmektedir. Genel olarak Spex™ öğütücüler gibi küçük kapasitelerde toz öğütme işlemlerinde 10:1 oranı kullanılmaktadır. TTO, öğütülen tozda kısmi fazların elde edilmesi için gerekli süreyi doğrudan etkilemektedir. TTO arttıkça, gerekli süre azalmaktadır [47].

Öğütme atmosferi, MA işleminde önemli bir değişkendir. Öğütme atmosferinin en önemli etkisi tozun kirlenmesi üzerinedir. Bu nedenle tozlar genellikle vakumlanmış, argon veya helyum gibi inert gazlar içeren kaplarda öğütülürler. Yüksek saflıktaki argon, oksitlenmeyi ve kirlenmeyi engellemek için en genel kullanılan gazdır [47]. Kap içerisinde kalan hava, özellikle tozlar doğada reaktif ise içeride oksit veya nitritlerin oluşmasına neden olur. Bu nedenle tozların kaba konması ve çıkarılması atmosfer kontrollü bir eldivenli kutu içerisinde yapılmalıdır [47,54].

Öğütme süresi en önemli parametredir. Çoğu durumda, iç yapının düzenlenmesi (partikül boyutu, kristalit boyutu, lamel dizilimi vs.) proses süresi ile logaritmik değişim gösterir ve burada partiküllerin başlangıç boyutları önemsizdir. Birkaç dakikadan bir saate, lamel yerleşimi genellikle küçüktür ve kristalit (veya tane) boyutları nanometre mertebesine inmiştir. Normal olarak süre, toz partiküllerinin kırılması ve soğuk kaynaması arasında denge durumunu sağlayacak şekilde seçilmelidir. Bunun yanında proses için gerekli süre; kullanılan öğütücünün tipine, öğütme şiddetine, top/güç oranına ve öğütme sıcaklığına bağlıdır. Süreler bu belirtilen parametrelerin kombinasyonları için kararlaştırılmalıdır. Fakat bilinmelidir ki eğer gerekenden uzun süre işlem devam ettirilirse kirlenme oranı artacak ve

beklenmeyen fazlar oluşacaktır. Sonuç olarak toz gerektiğinden fazla öğütülmemelidir [47]. Şekil 3.4’ te partikül boyut-öğütme süresi arasındaki ilişkiyi gösteren bir grafik görülmektedir. Bu grafikte boyut küçülmesi yüksek öğütme enerjisi, top/toz oranı, düşük sıcaklık vs. ile artmaktadır [47].



Şekil 3.4. Partikül ve Tane Boyutlarının Öğütme Süresi ile Değişimi [47].

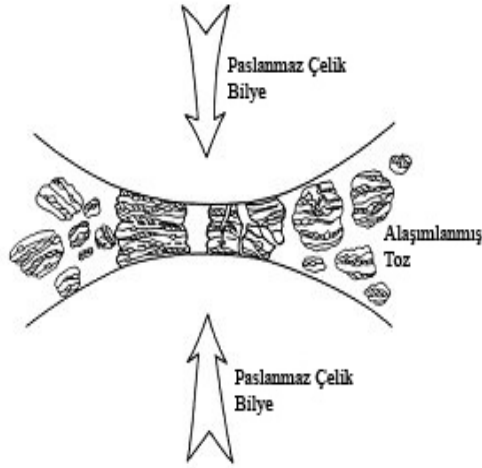
PKA kullanımı da MA işleminde ayrı bir özellikli durumdur. Genellikle sünek toz partikülleri öğütme işlemi sırasında yüksek plastik deformasyondan dolayı birbirlerine soğuk kaynama gösterirler. Aslında gerçek alaşımlandırma, soğuk kaynama ve parçaların kırılması denge haline geldiğinde gerçekleşir. Sonuç olarak PKA, toz karışımına soğuk kaynamayı azaltmak için katılır [47,49]. PKA katı, sıvı veya gaz olabilir. Genellikle organik bileşik olan PKA’ lar, toz partiküller üzerine yayınarak aktif yüzey ajanları olarak davranır ve toz partiküller arasındaki soğuk kaynamayı azaltırlar, böylece aglomerasyonu engellerler [47].

3.3 Mekanik Alaşımlamanın Tekniği ve Mekanizması

MA çok ufak ve homojen tozların üretilebildiği ileri bir fabrikasyon prosesidir [55]. Hatta nanokristal malzemeler (genellikle <100 nm boyutlarında) MA işlemi ile üretilebilir. Ayrıca anlaşılmıştır ki bu teknik sayesinde oda sıcaklığında veya saf metallerin sentezi için gerektiğinden daha düşük sıcaklıklarda toz karışımlarında kimyasal tepkime gerçekleşebilmektedir [47].

Tüm MA işlemlerinde verilen kompozit bileşiğin stokiyometrisine göre başlangıç tozları ilk olarak karıştırılır veya çırpılır. Daha sonra tozlar yeterli miktarda top yüklemesi ile birlikte öğütme kabına konarak homojen dağılım kararlı hale gelene kadar öğütülür [54]. MA işlemi süresince mikro yapının incelenmesi, top-top veya top-

kap darbeleri sonucu tekrarlanan kaynama, kırılma ve tekrar kaynama ile gerçekleşir. İki top çarpıştığında, 0.2 mg toplam kütleinde yaklaşık 1000 partikül araya sıkışır (Şekil 3.5). Bu darbe kuvveti, toz partiküllerini plastik olarak deforme ederek sertleşmeye ve ardından kırılmaya neden olur [47,54].

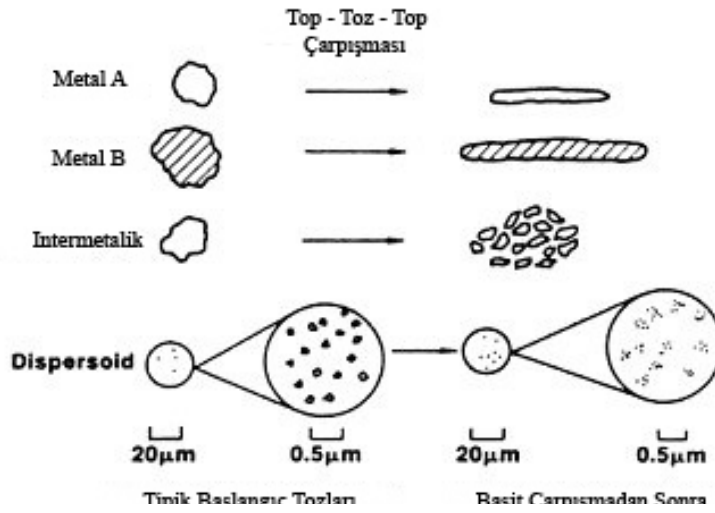


Şekil 3.5. Top-Toz-Top Çarpışmasının Şematik Görünümü [47,53].

Ayrıca tozların bu durumu çok küçük tane boyutu elde edilmesini sağlar ve bununla beraber alt tanelerin düzeni ile yüksek dislokasyon yoğunluğu yapısal sertliği beraberinde getirir. Sonuç olarak MA; oksit dispersiyonu sertleşmesi, karbür dispersiyonu sertleşmesi, tane küçülmesi sonucu sertleşme, alt yapısal sertleşme ve katı eriyik sertleşmesi gibi pek çok sertleşme mekanizmasına sahiptir [49].

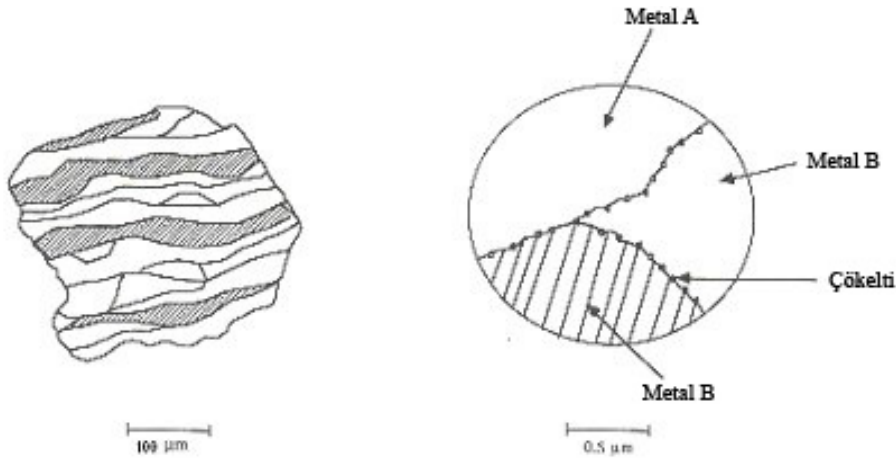
MA işlemi sırasında gerçekleşen fiziksel mekanizmayı anlayabilmek için, bu tip bir prosesi üç veya dört basamağa bölmek daha kullanışlı olmaktadır [49,52].

Sünek-sünek veya sünek-gevrek kombinasyonu kullanıyorsa, öğütmenin ilk basamaklarında partiküller yumuşaktır ve kaynama ile büyük partikül oluşturma ilgileri yüksektir [47]. Partikül boyutları geniş bir aralıkta büyür ve hatta başlangıç boyutlarından üç kat daha büyük partiküller oluşur [47,52]. Bu kademedeki kompozit partiküller Şekil 3.6' da şematik olarak görüldüğü gibi başlangıç bileşimini içeren karakteristik yayılmış bir yapıya sahiptir [49].



Şekil 3.6. MA Prosesinde Kullanılan Başlangıç Tozlarının Deformasyon Karakteristiğini Gösteren Bileşenlerin Şekli [47,56].

Metalik fazlar top çarpışmaları sırasında düzleşip üstüste bindiklerinden, temiz yüzeyler otomatik olarak birbirleri ile temas ederler ve birbirleri ile soğuk kaynarlar. Aynı anda gevrek bileşikler (intermetalikler ve dispersoidler) sünek bileşikler tarafından kapatılırlar ki bu, soğuk kaynamış arayüzeylerde kalmış olmalarından dolayıdır [52]. Şekil 3.7’ de, başlangıç bileşiklerinin kompozit biçimde dizildiği partiküllerin bulunduğu ilk basamağın görünümü verilmiştir.

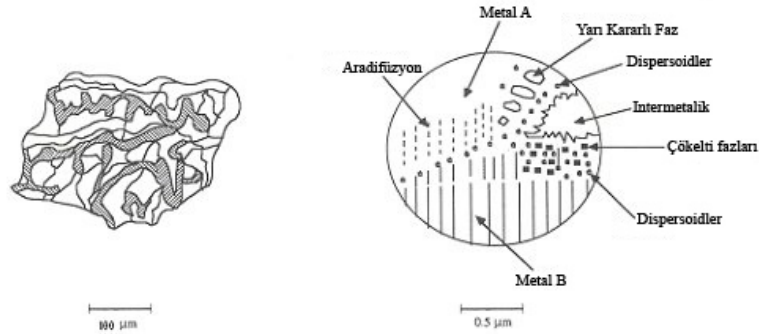


Şekil 3.7. Başlangıç Bileşen Partiküllerinin Kompozit Biçiminde Görüldüğü MA İşleminin Erken Dönemleri [49,56].

Orta basamakta, deformasyon sertleşmesi gerçekleşmiş metalik fazların, gevrek intermetaliklerin ve/veya dispersoidlerin parçalanması ve sürekli kaynaması ile kompozit toz partikülleri küçülürler [51]. Bu basamakta kırılmaya karşı olan eğilim aşırı soğuk kaynamanın üstesinden gelir [46]. Partiküller karışmış lamellerden

oluşturmuştur. Partikül boyutlarındaki küçülme, mikroyapısal karışımı artırır ve öğütücü toprakların absorbe ettiği kinetik enerjiye bağlı olarak toz bileşimlerinin sıcaklığını yükseltir. Tüm bu olaylar metalik toz matriksinde ergiyen çözünmüş alanların oluşumuna yardımcı olur [48]. Bu potansiyel olarak yeni fazların geliştiği bölgelere öncülük ederler. Bu fazların oluşumu bireysel fazlar arasındaki atomik difüzyon mesafelerinin azalmasından ve sıcaklıktaki artışla difüzyon için gerekli aktivasyon enerjisinin azalmasından kaynaklanmaktadır [49,52]. Sonuç olarak katmanlar arası yerleşim azalır ve partikül içindeki katman sayısı artar [47]. Azalan lamel kalınlığı, ergiyik çözünme ve yeni fazların ara basamakta oluşumu Şekil 3.8’ de gösterilmiştir.

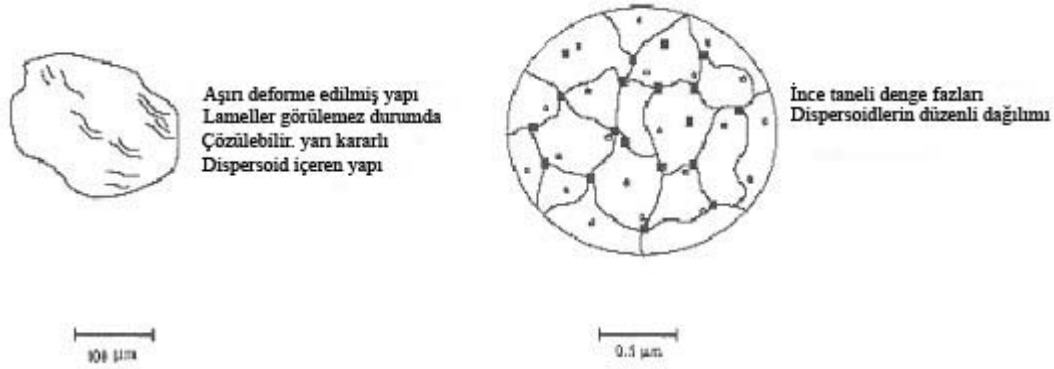
Şekil 3.9’ da görülen final basamağında, ortalama tane boyutunu büyütme eğiliminde olan kaynama oranı ve ortalama kompozit tane boyutunu küçültme eğiliminde olan kırılma oranı arasında denge yakalandığında kararlı bir denklige ulaşılmış olur. Sonuç olarak küçük partiküller kırılma olmadan deformasyona direnebilme kabiliyetine sahiptirler ve ortalamaya yakın hem düzgün hem çok büyük partiküller oluşturma eğilimi ile büyük partiküller oluşturacak şekilde kaynarlar [47].



Şekil 3.8. Azalan Lamel Kalınlığını, Ergiyik Çözünme ve Yeni Fazların Oluşumunu Gösteren MA İşleminin Ara Basamağı [49,56].

Buradan sonra bireysel partikül kompozisyonları başlangıç toz bileşimlerine eşit durumdadır; lameller optik olarak görünemez ve dispersoid yerleşimi kaynak arayüzeyleri arasındaki mesafeye eşittir [48]. Bu noktada, ileri işlemler hem dispersoid dağılımını geliştirmeyecek hem de kompozit mikroyapısının homojenliğini arttırmayacaktır [49,52]. Bu basamakta partikül boyut dağılımı dardır çünkü ortalamadan daha küçük parçaların, küçük partiküllerin aglomerasyonu ile

büyüme hızı ile ortalamadan büyük partiküllerin boyut olarak küçülme hızı aynıdır [47].



Şekil 3.9. MA İşleminin ve Birleşmenin Son Basamağı [49].

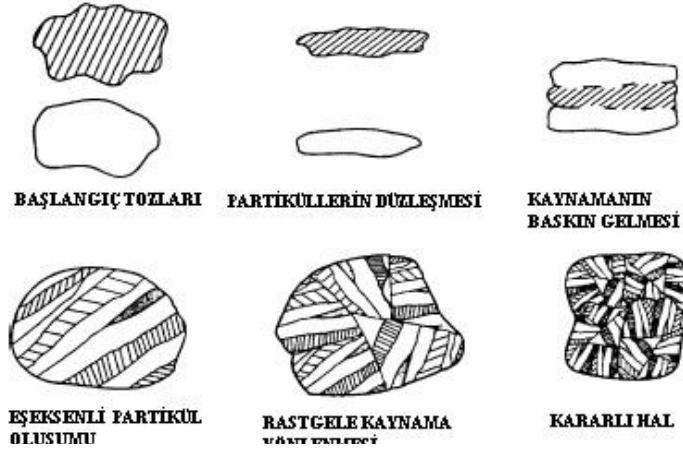
MA prosesinin tamamlanması ve kullanışlı bir kompozit formunun elde edilebilmesi için tozlar kompozitin erime sıcaklığının yarısına denk gelen değerden yukarı bir değere ısıtılır ve birleştirilirler. Bu mikroyapının daha homojen olmasını sağlar [52].

MA yöntemi, metal ve alaşımlarının üç farklı kombinasyonu ile gerçekleştirilebilir:

- (i) sünek – sünek
- (ii) sünek – gevrek
- (iii) gevrek – gevrek

Bu nedenle MA mekanizmasını bu kategoriler altında da tartışmak uygun olur [54].

Sünek–sünek kombinasyonu MA işlemi için en uygun olduğu düşünülen kompozisyonudur. Sünek bileşenin en az %15 oranında bulunması alaşımlamanın başarılı olması için gereken bir durumdur. Bu durum oldukça gerçekçi bir durumdur çünkü alaşımlama tekrar eden soğuk kaynama ve toz partiküllerinin kırılması olayı ile gerçekleşir ki soğuk kaynama eğer partiküller sünek değil ise gerçekleşmez [47]. Şekil 3.10' da sünek–sünek sisteminde MA sırasında gerçekleşen basamaklar şematik olarak gösterilmiştir.

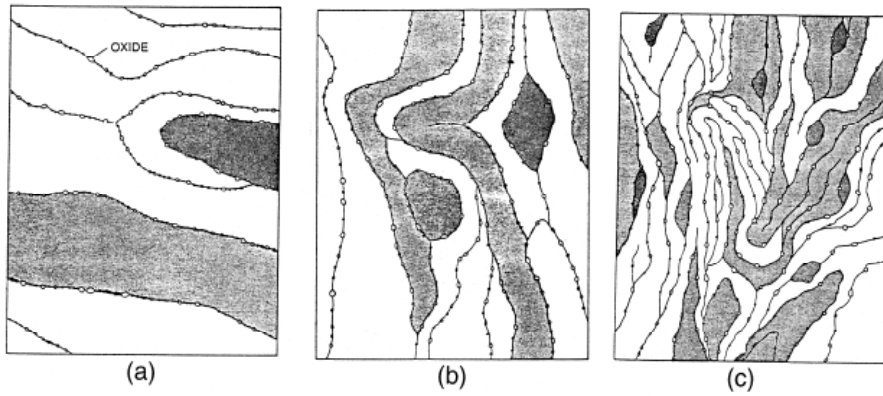


Şekil 3.10. Sünek-Sünek Sisteminde MA Süresince Gerçekleşen Basamaklar [56].

MA işleminin ilk basamaklarında sünek bileşikler plaket şeklinde düzleşirler. Bir veya iki partikül kalınlığında az bir toz kütlesi top yüzeyine kaynar. Öğütücü eleman üzerinde oluşan bu kaplama avantajlı bir durumdur çünkü bu öğütücü elemanın aşırı aşınmasını önler ve tozun kirlenmesi engellenmiş olur. Fakat top üzerinde oluşan katmanın kalınlığı minimumda tutularak heterojen bir ürün oluşmasının engellenmesi gerekir [47]. Bir sonraki basamakta bu düzleşmiş parçalar birbirleri ile soğuk kaynarlar ve bileşik metalden lamel yapıda kompozit oluştururlar [49]. Partikül boyutunda bir artış da bu basamakta görülür [47]. Örneğin Fe-Cu alaşımlarının MA işleminde aglomere olan katmanların, soğuk hadde ile oluşan mikroyapıya benzer bir mikroyapı oluşturduğu görülmüştür [54]. Artan MA süresi ile kompozit toz partikülleri deformasyon sertleşmesine uğrarlar. Sertlik ve buna bağlı olarak gevreklik artarken partiküller daha fazla eşeksenli boyutlara parçalanırlar [47]. İleri öğütmeler ile kaynamış katmanların elemental lamelleri ve hem kaba hem de ince tozlar lineer olmak yerine sarılmış hale gelirler. Azalan difüzyon mesafelerine, artan kafes hata yoğunluğuna ve öğütme işlemi sırasında oluşan ısıya bağlı olarak alaşımlama bu basamakta gerçekleşir [49]. Bu basamakta sertlik ve partikül boyutu kararlı hal proses basamağı olarak bilinen doymuş bir seviyeye ulaşmaya çalışır. İleri öğütmede katı eriyiklerin, intermetaliklerin ve hatta amorf fazların oluşumu sonucu gevrek alaşımlama atomik seviyede gerçekleşir. Düzlem yerleşimi bu basamakta çok düzgündür veya yok olur böylece optik mikroskop altında görülemez [47,49].

Sünek-gevrek kombinasyonunu incelediğimizde ilk basamakta sünek metal tozları top-toz-top sıkışması ile düzleşir, gevrek oksit veya intermetalik tozlar kırılırlar. Kırılan gevrek partiküller sünek bileşenler tarafından absorbe olmak istenir ve sünek

partiküllere yapışırlar. Gevrek bileşenler lameller arası boşluk boyunca yerleşirler (Şekil 3.11a) [49]. İleri öğütme ile sünek tozlar deformasyon sertleşmesine uğrar, lameller ikizlenir ve küçük boyutlara inerler (Şekil 3.11b). Devam eden öğütme ile lameller boyut olarak daha da küçülür, lameller arası boşluk artar ve gevrek partiküller eğer çözünebilir değil ise düzenli olarak sünek matrikse dağılırlar (Şekil 3.11c) [47,49]. Gevrek faz çözünebilir ise sünek ve gevrek bileşenler arasında alaşımlama meydana gelebilir ve kimyasal homojenlik sağlanır [47].



Şekil 3.11. Sünek–Gevrek Toz Kombinasyonunun Öğütme Süresince Mikroyapısal Gelişimini Gösteren Şemalar [46].

Eğer bir gevrek–gevrek kombinasyonu söz konusu ise alaşımlamanın iki veya daha fazla gevrek bileşik arasında gerçekleşmesi pek olası değildir. Bunun nedeni sünek bileşiğin eksikliğinin kaynama olayını engellemesidir ve alaşımlanmanın oluşması beklenmez. Buna rağmen Si–Ge, Mn–Bi, Fe_2O_3 – Cr_2O_3 ve ZrO_2 – Y_2O_3 gevrek–gevrek bileşik sistemlerinde alaşımlamanın gerçekleştiği bildirilmiştir [47,54]. Gevrek intermetalik karışımların öğütülmesi amorf fazların oluşumunu sağlar. Öğütme boyunca gevrek bileşikler kırılır ve partikül boyutları sürekli azalma gösterir. Fakat çok küçük boyutlara ulaşıldığında toz partikülleri sünek özellikle davranırlar ve boyutta aşırı bir azalma söz konusu olmaz. Bu parçalanma sınırı olarak bilinir. Bunun yanında gevrek–gevrek bileşimi sistemlerin öğütülmesi sırasında sert partiküllerin (daha gevrek olanlar) kırılmadığı ve yumuşak (daha az gevrek) bileşiğe gömüldüğü görülmüştür [47].

4. MALZEME SEÇİMİ

Başlangıçtan itibaren uygun matriks ve takviye kombinasyonunun seçimi, MMK' nin üretimi ve tasarımı için ana amaç olmuştur. MMK malzemelerin en önemli avantajı, metal matriks ve sert takviyenin farklı özelliklerinin mükemmel bir kombinasyonu olmalarıdır. Ancak bu özellikler yalnızca uygun matriks malzemesi ve takviye seçimi ile elde edilebilir [38].

Kompozitlerin matriksi iki önemli amaç için tasarlanır; ilk amaç takviye fazı bağlamak ve desteklemek, ikincisi ise kullanım sırasındaki gereksinimlerin getireceği olağandışı özelliklerin sağlanmasıdır. Asıl görevi yükü taşımak ve takviye elemanlarına dağıtmak olan matriks ve takviye arasındaki bağ kuvveti, matriks ve takviye tipine göre değişmektedir [23,38]. Matriks ve takviye arayüzeyi, bu bölge karakteristiğinin deformasyon sırasında kompozitin çatlak direnci ve yük transferini belirlemesi nedeniyle oldukça ilginçtir. Arayüzey bağ kuvvetinin maksimuma ulaşması için ıslatmanın geliştirilmesi (sıvı faz prosesi olması durumunda), kimyasal etkileşimlerin kontrol edilmesi ve oksit oluşumunun minimuma indirilmesi gerektiği artık yaygın biçimde bilinmektedir [33]. Diğer taraftan matriksin sertliği takviye fazın desteklenmesinde kilit noktadır. Ancak matriks malzemelerinin fiyat, ağırlık, üretilebilirlik ve ulaşılabilirlik gibi diğer etmenleri de göz önüne alınmalıdır [38]. Genel olarak Al, Ti, Mg, Ni, Cu, Pb, Fe, Ag, Zn, Sn ve Si matriks malzemesi olarak kullanılırlar [23].

Kompozitlerdeki takviye fazı asıl olarak mukavemet, sertlik, sıcaklık direnci ve yoğunluğun düşürülmesi amacıyla kullanılırlar. Genellikle takviye fazı olarak tipik bir oksit, karbür ve nitrür olan seramikler kullanılır [23]. Bunun yanı sıra seramikler ile aynı sertlik kategorisine konulabilecek intermetalikler de takviye malzemesi olarak kullanılmaktadır. İntermetalikler yapıya takviye malzemesi olarak ilave edilmez sinterleme sırasında doğal olarak yapıda oluşur. Bu takviyelerin seçilme kriterleri arasında elastisite modülü, çekme dayanımı, yoğunluk, ergime sıcaklığı, termal kararlılık, termal genleşme katsayısı, boyut ve şekil, matriks malzemesiyle uygunluk ve fiyat bulunmaktadır [33].

TM tekniđi ile MMK üretimi konusunda yapılan birçok çalışmada matriks malzemesi olarak alüminyum ve titanyum alaşımlarına yoğunlaşmıştır. Farklı birkaç çalışmada da belirtildiđi gibi, MMK üretiminde matriks olarak alüminyum veya titanyum kullanılması, kırılğan takviye fazından daha fazla yararlanmalarıyla açıklanmıştır [57]. Tüm bu bahsedilen noktalar dikkate alınarak, bu çalışmada metal matriks olarak alüminyum ve titanyum, takviye olarak ise aralarında oluşturmaları beklenen intermetalik fazlar tercih edilmiştir.

4.1 Alüminyum

Alüminyum kendine has özellikleri ile çok eski çağlardan beri bilinen ağaç, bakır, demir ve çelik gibi birçok malzemeden daha fazla önem kazanmıştır. 19. yüzyılın ikinci yarısından beri endüstriyel çapta üretilen çok genç bir metal olmasına rağmen, bugün bakır ve alaşımları, kurşun, kalay, çinko gibi tüm demir dışı metallerin toplam kullanımından daha çok miktarda kullanılmaktadır [28].

Alüminyum gümüşümsü beyaz renkte, altın gibi korozyona karşı yüksek dirençli ve yumuşaktır. Çelik, nikel, bakır ve pirinç gibi metallere nazaran 2.7 g/cm^3 yoğunluğu ile hafif bir metaldir. Kolaylıkla işlenebilir. İyi elektrik ve termal iletkenliğe sahiptir, yüksek derecede ısı ve ışığı yansıtır [58]. Tablo 4.1' de alüminyumun bazı özellikleri verilmiştir.

Çizelge 4.1. Alüminyumun Özellikleri [59].

Kristal Yapı	Yüzey Merkezli Kübik
Atom Numarası	13
Atom Kütlesi	26.98
Elektronegativite	1.61 pauling ölçeği
Yoğunluk	2.7 g/cm ³
Ergime Noktası	660.3°C
Kaynama Noktası	2519°C
Termal Genleşme	23.1 ·10 ⁻⁶ K ⁻¹ (25°C)
Çekme Dayanımı	230–570 MPa
Young Modülü	70–79 GPa
Poisson Oranı	0.33
Sertlik	167 MPa

Alüminyum üretilen birçok metal/seramik kompozit için düşük yoğunluk, arzu edilen yüksek dayanım/ağırlık oranı yada özgül dayanım, hafif yapısal uygulamalar için önemli olması, üretim kolaylığı ve düşük maliyeti sayesinde oldukça fazla tercih edilen bir malzemedir [1].

4.2 Titanyum

Titanyum metali hafif, dayanımı ve korozyon direnci yüksek, parlak yüzeye sahip gri renkte bir geçiş metalidir. Demir, alüminyum, vanadyum, molibden ve diğer metaller ile alaşımlandırılarak dayanımı yüksek hafif metal alaşımları elde edilebilir. Alaşımsız hali ile çoğu çelik ile aynı özelliği gösterirken %45 daha fazla hafiflik sağlar [60].

Titanyum oda sıcaklığında sıkı paket hegzagonal, yüksek sıcaklıklarda ise hacim merkezli kübik yapı gösteren allotropik bir malzemedir. Yaklaşık 885°C civarında sıkı paket hegzagonal yapıdaki α fazı, hacim merkezli kübik yapıdaki β fazına dönüşür. Saf titanyum için bu sıcaklık “ β titanyum sıcaklığı” olarak adlandırılır [61]. Tablo 4.2’ de titanyum metaline ait özellikler verilmiştir.

Çizelge 4.2. Titanyumun Özellikleri [61].

Kristal Yapısı	α Ti, β Ti
Latis Parametresi	α Ti: hsp ($a_0=0.2950$, $c_0=0.4686$), β Ti: hmk ($a_0=0.3307$)
Molekül Ağırlığı	47.867 g/mol
Yoğunluk	4.54 g/cm ³
Ergime Noktası	1660°C
Özgül Isı	25.05 J/mol.K (298 K)
Termal İletkenlik	21.9 W/m.K (20°C)
Termal Genleşme	$8.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ (20°C)
Vickers Sertlik	970 MPa
Elastisite Modülü	116 GPa
Kayma Modülü	44 GPa
Poisson Oranı	0.32
Elektriksel Direnç	43 $\mu\Omega$.cm (20°C)

Titanyum kullanımı uzay, uçak ve deniz sanayinde yoğun olarak görülmektedir. Titanyum ve alaşımları, mükemmel mekanik özellikleri ve biyouyumlulukları ile askeri alanda, havacılıkta, dental ve mekanik uygulamalarda geniş bir kullanım alanı bulmaktadır. Titanyumu böyle cazip bir malzeme olarak kılan metalin rijit yapısı, düşük yoğunluğu, yüksek sıcaklıklara dayanımı ve yüksek korozyon direncidir [61].

Ticari saflıktaki titanyum, %98.5–99.5 oranında titanyum içermektedir ve genellikle yüksek mukavemet gerektirmeyen ancak korozyon direncinin ön planda olduğu uygulamalarda tercih edilmektedir. İçindeki oksijen ve demir en önemli katkı elementleridir. Bu elementlerin miktarı arttıkça ticari saflıktaki titanyumun çekme ve akma mukavemeti de artar. Ticari saflıktaki titanyum yaklaşık 434 MPa çekme dayanımı gösterirken, bu değer çoğu çelik alaşımının gösterdiği çekme dayanımından daha yüksektir. Bu üstün özelliğine rağmen bu çelik türlerinin yarısı

ağırlığındadır. Alüminyumdan ise %60 daha ağırdır fakat alüminyuma göre iki kat daha fazla dayanım gösterir [61].

4.3. Uçucu Tozlar

Uçucu tozlar, literatürde “Foaming Agent” köpük yapıcı malzeme olarak da bilinirler, düşük buharlaşma sıcaklıklarına sahiptirler. Üretmek istenen malzemenin yapısına ilave edilip üretilmek istenen numunenin işlem sıcaklığına gelmeden yapıdan uzaklaştırılırlar. Böylece yapıdan ayrılan uçucu toz yerine boşluk kalarak poroz malzeme üretilir.

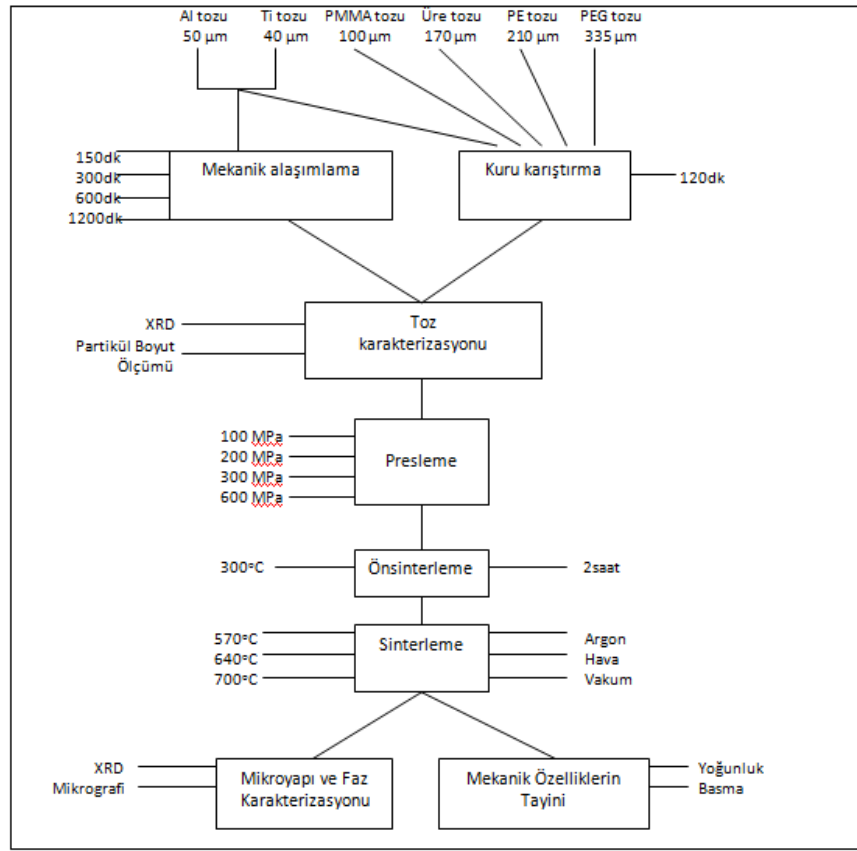
Bu çalışmada, çalışma grubu bünyesinde bulunan farklı partikül boyutuna sahip polimer tozları kullanılarak poroz malzeme üretmek amaçlanmıştır. Tablo 4.1’de, kullanılan uçucu polimer tozlarının üretim yöntemine etki edebilecek fiziksel özellikleri gösterilmiştir. Bu bilgiler her bir tozun güvenlik bilgi formundan alınmıştır.

Çizelge 4.3. Kullanılan uçucu polimer tozlarının fiziksel özellikleri [62,63,64,65]

Tozun cinsi	Kimyasal Bileşim	Partikül Boyutu	Buharlaşma Sıcaklığı
PMMA (Polimetil metakrilat)	$((C_5O_2H_8)_n)$	100 μm	$>280^\circ C$
Üre	(NH_2CONH_2)	170 μm	$300^\circ C$
PE (Poli etilen)	(C_2H_4)	210 μm	$210^\circ C$
PEG (Poli etilen glikol)	$(HO(C_2H_4O)_nH)$	335 μm	$250^\circ C$

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Yapılan çalışmada, hazırlanan titanyum tozları ile alüminyum tozları mekanik alaşımlama ve kuru karıştırma teknikleriyle karıştırılmış ve karışma sonrası preslenip sinterlenmiştir. Tozların partikül boyutu ve faz analizi ile sinterleme sonrası elde edilen numunelerin yoğunluğu, porozitesi, faz analizi ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Deneysel çalışmaların akış şeması şekil 5.1.'de görülmektedir.



Şekil 5.1. Deneysel çalışmaların akış şeması.

5.1 Deney Numunelerinin Hazırlanması

Öncelikle deneysel çalışmalarda kullanılacak tozların karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Ticari saf titanyum ve alüminyum tozları ile poroziteyi artırması amacıyla kullanılan uçucu tozların partikül boyut analizi yapılmıştır. Ayrıca titanyum ve alüminyum tozlarının ve X- ışınları difraksiyon çalışmaları ile faz analizi yapılmıştır. Tozlar ağırlıkça %30, %50, %70 titanyum içeren bileşimlerinde uçucu

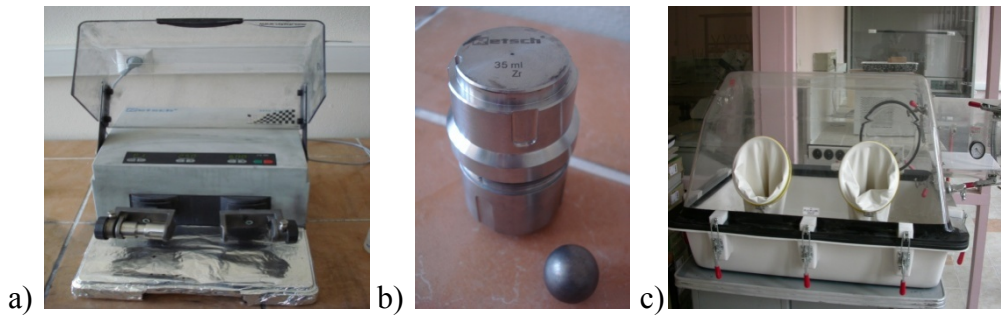
toz karışımı olmaksızın ve bunlara ek olarak %5, %10, %15, %25 uçucu toz içeren bileşimlerde hazırlanmışlardır.

5.1.1 Kuru Karıştırma

Kuru karıştırma işlemi, sabit hızla eksantrik dönme hareketi yapan kavanoz içinde, tozların homojen bir şekilde karışımını sağlamak amacıyla numunelerin iki saat karıştırılması ile gerçekleştirilmiştir.

5.1.2 Mekanik Alaşımlama

Hazırlanan karışımlar çelik mekanik alaşımlama kabı içerisine konularak, Şekil 5.2a' de görülen, 25 Hz frekans ile sadece yatay eksenle gidip gelme işlemi yapan Retsch™ MM400 öğütme cihazında mekanik alaşımlanmıştır. Bu hız eksantrik hareket yapan diğer öğütücülerle kıyaslandığında 1500 rpm hızında çalışmaktadır. Alaşımlamada kullanılan çelik top çapı 15 mm, alaşımlama ortamı kuru ve argon atmosferinde, TTO ise 7:1' dir. Mekanik alaşımlama için hazırlanan toz karışımları ağırlıkça %50 titanyum ve %50 alüminyum içermektedir ve 150, 300, 600, 1200 dakika olmak üzere dört farklı süre boyunca mekanik alaşımlanmıştır. Her bir karışımın mekanik alaşımlanmasının ardından, toz ile kaplanan çelik toplar ve kabın iç yüzeyi izopropil ve etil alkol kullanılarak temizlenmiştir.



Şekil 5.2. a) Retsch™ MM400 Öğütücü, b) Çelik mekanik alaşımlama kabı ve çelik top, c) Pluslabs™ Kapalı Ortam Kutusu.

Öğütme ortamı olarak yüksek saflıkta argon atmosferi tercih edilmiştir. Bunun nedeni kap içerisinde oksijen bulunması durumunda tozlarda meydana gelebilecek oksitlenmenin engellenmesidir. Bu durum özellikle doğada aktif olan metallerde görülmektedir. Bu nedenle tozların kap içerisine alınması ve çıkarılması işlemleri

Şekil 5.2c' de görülen Pluslabs™ atmosfer kontrollü eldivenli kapalı ortam kutusu içerisinde gerçekleştirilmiştir.

5.1.3 Presleme Çalışmaları

Mekanik alaşımlandırma ve kuru karıştırma yöntemleri ile hazırlanmış olan tozlar farklı kombinasyonlardaki (100, 200, 300 ve 600MPa) basınç altında oda sıcaklığında 20mm silindir şeklinde soğuk pres yöntemiyle preslenmişlerdir. Presleme işlemi Şekil 5.3.'te görülen 25 ton kapasiteli Hidromode™ marka hidrolik tek eksenli pres makinesi ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.3. Hidromode™ hidrolik pres.

5.1.4 Sinterleme Çalışmaları

5.1.4.1. Önsinterleme

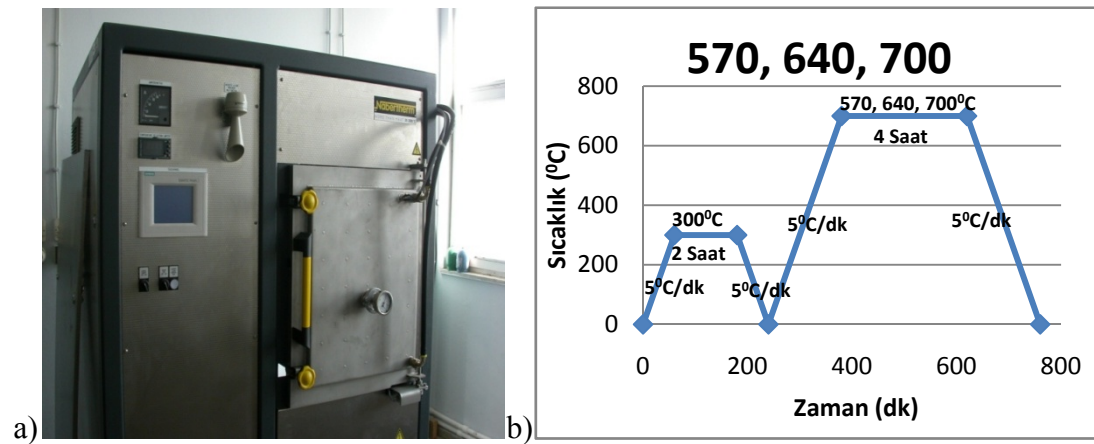
Önsinterlemede amaç poroziteyi artırması beklenen uçucu polimer tozlarının uçurularak yerlerinde boşluk bırakmasıdır. Bu sebeple numuneler şekil 5.4.'te görülen atmosfere açık Nabertherm™ markalı fırında 300 °C'de 2 saat bekletilerek önsinterleme işlemi tamamlanmıştır.



Şekil 5.4. NaberthermTM markalı atmosfere açık fırın.

5.1.4.2. Sinterleme

Numuneler 10^{-1} bar basınç altında farklı kombinasyonlardaki (570, 640, 700 °C) sıcaklıklara ısıtılmıştır ve 4 saat farklı kombinasyonlardaki (Argon, Vakum, Hava) atmosferlerinde sinterlenmiştir. Sinterleme işlemi için Şekil 5.5a'daki NaberthermTM atmosfer kontrollü fırın ile şekil 5.4'teki NaberthermTM markalı atmosfere açık fırın kullanılmıştır. Numuneler fırına yerleştirildikten sonra sinterleme sıcaklığına kadar 5 °C/dk hız ile ısıtılıp belirlenen sinterleme sıcaklığına gelindiğinde belirlenen sinterleme atmosferine alınıp 4 saat bekletilmiştir. Daha sonra yine 5 °C/dk hız ile soğutulurak oda sıcaklığında analiz için hazır hale getirilmiştir.



Şekil 5.5. a) NaberthermTM atmosfer kontrollü fırın, b) Sinter rejimi.

Alüminyum ve titanyum, yüksek sıcaklıklarda oksijene ve hidrojene afinitesi yüksek olan elementlerdir. Bundan dolayı, yüksek sıcaklık uygulamalarında inert bir

atmosfere gerek duyulur ya da vakumda çalışılır. Bu nedenle alüminyum-titanyum kompozit malzemesinin uygun sinterleme şartlarını seçmek önemlidir [1X]. Yapılan çalışmada, sinterleme işlemi üç farklı kombinasyonda (Argon, Vakum ve Hava) gerçekleştirilmiştir.

5.2. Karakterizasyon Çalışmaları

Tozların karıştırılması ya da mekanik alaşımlanması ve sonrasında sinterlenmesi ile hazırlanan numunelerin karakterizasyonuna yönelik yapılan çalışmalar; fazların analizi için XRD (X-Ray Diffraction), noktasal faz analizi için EDS, görünür porozite için IA (Image Analyzer), yoğunluk ölçümü ve poroziteyi hesaplamak için Archimed yoğunluk testi, porların dağılımı ve görünümü için SEM analizleri ve mekanik özelliklerin incelenmesi için basma testidir.

5.2.1 Partikül Boyut Ölçümü

Toz boyut dağılımı, lazer kırınımlı boyut analiz cihazı Malvern™ Mastersizer 2000–S kullanımıyla gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.6’ da görülen bu cihazda 20 nm ile 2 mm arasındaki tozların kuru ve yaş olarak boyut analizi yapılabilmektedir. Analiz tekniği hareketli bir sıvı içerisinde asılı halde duran parçacıkların kırınım prensibine dayanmaktadır. Analiz sırasında parçacıklar, devir daim yapan bir sıvı ırmağı içerisinde yerleştirilmiş lazer ışınından geçmektedirler. Etkileşim sonucunda saçılan ışık şiddeti, sisteme yerleştirilmiş dedektörler vasıtasıyla tespit edilmektedir. Bu saçılma parçacığın asılı durduğu ortam içerisindeki yansıma indeksine, ışığın dalga boyuna, parçacık büyüklüğüne ve şekline bağlıdır. Detektörler tarafından tespit edilen sinyal, matematiksel algoritmalar kullanılarak parça büyüklük dağılımına dönüştürülür. Bu uygulamada aglomerasyonun ve çökelmenin önüne geçmek için toz parçacıkları ölçüm sırasında sürekli mekanik ve ultrasonik olarak karıştırılmaktadır. Analizler sırasında arka arkaya yapılan üç ölçüm sonucunda standart sapmanın %5’ ten az olması esas teşkil etmiştir. Yapılan çalışmada sıvı ortam olarak metal tozları için saf su, suda çözünmeleri sebebiyle uçucu tozlar için etil alkol kullanılmıştır. Elde edilen mekanik alaşımlanmış karışımların ana matriksi olan alüminyum tozları, suda batmayıp yüzeyde yüzdüğünden, ölçüm öncesi cam beher içerisinde az miktarda saf su, ölçümü yapılacak toz malzeme eklenerek, ultrasonik banyo içerisinde

bekletilmiştir. Bu şekilde saf su içerisinde homojen şekilde dağılan tozlar, partikül boyut (PB) ölçümü için hazır hale getirilmiştir.



Şekil 5.6. Malvern™ Mastersizer 2000–S Partikül Boyut Ölçüm cihazı.

5.2.2. Yoğunluk Ölçümü

Arşimet prensibinde yoğunluğu bilinen bir sıvıdan yola çıkarak katı bir cismin yoğunluğu hesaplanır. Yoğunluk hesabı, ölçüm sırasında, suyun veya kullanılan sıvının kaldırma kuvvetinden yararlanılarak bulunur [66].

Sinterlenmiş numunelerin yoğunluk ölçümleri basit bir yöntem olan hacim–kütle arasındaki ilişki kullanılarak hesaplanmıştır. Bu yöntemle yoğunluk ölçümü, sıvının yer değiştirmesi ile Arşimet (Archimedes) prensibine dayanmaktadır. Numune ilk olarak havada, sonra sıvı içerisinde tartılmıştır. Daha sonra havadaki kütle, iki sonucun farkına bölünmüş ve sıvının yoğunluğu ile çarpılmıştır. Bu çalışmada numunelerin oksidasyon riski nedeniyle ölçüm yapılan sıvı olarak etil alkol kullanılmıştır. Şekil 5.7.’ de, yoğunluk ölçümünde kullanılan tartım cihazı görülmektedir.



Şekil 5.7. Yoğunluk Ölçümlerinde Kullanılan Precisa™ XB220A Tartım Cihazı.

Arşimet prensibine göre, kaldırma kuvveti $F = V (\text{cisim}) \times d (\text{sıvı})$ denkleminde bulunur. Yapılan ölçümde kullanılan etil alkolün yoğunluğu 0.79 g/cm^3 'tür. Bu nedenle,

$$F = V.d_1 \quad (5.1)$$

$$F = G_H - G_S \quad (5.2)$$

$$d_2 = \frac{m}{V} = \frac{G_H}{G_H - G_S} \times d_1 \quad (5.3)$$

Burada,

F: Kaldırma kuvveti

V: Hacim

d_1 : Etil alkolün yoğunluğu (0.79 gr/cm^3)

d_2 : Numune yoğunluğu

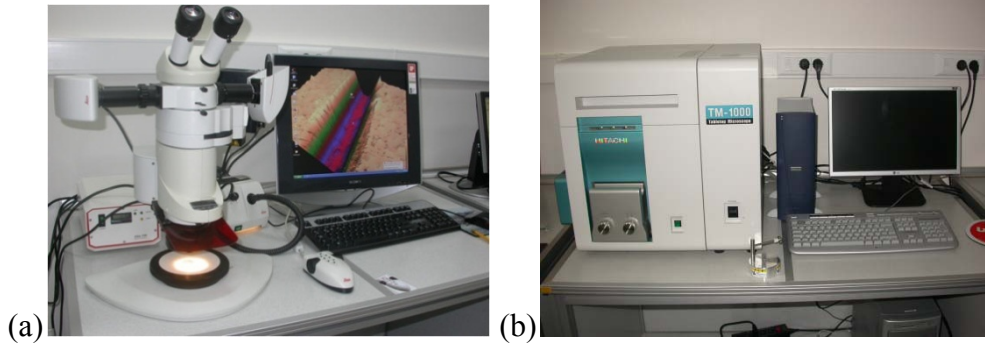
G_H : Cismin havadaki ağırlığı

G_S : Cismin sıvıdaki ağırlığı

5.2.3. Mikroyapı ve Faz Karakterizasyonu

5.2.3.1. Mikrografi

Yüzey incelemeleri Leica™ marka stereo optik mikroskop ve Hitachi™ marka masaüstü taramalı elektron mikroskobu ile gerçekleştirilmiştir. Mikroskop incelemelerinden önce, numuneler standart metalografik yöntemlerle zımparalanıp parlatıldıktan sonra etil alkol ile temizlenmiştir.



Şekil 5.8. a)Leica™ marka stereo mikroskop, b)Hitachi™ marka masaüstü taramalı elektron mikroskobu.

5.2.3.2. XRD Çalışmaları

Mikro yapısal gelişim X-ışınları difraksiyon tekniği (XRD) ile incelenmiştir. X-ışınları difraksiyon çalışmaları numune hazırlanmadan önce tozlarda ve orijinal durumdaki numunelerde GBC™ marka MMA 027 model cihazında yapılmıştır. XRD çalışmaları CuK_α (35kV, 28.8mA) ışınması altında $2^\circ/\text{dakika}$ hız ile $20\text{-}90^\circ$ aralığında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.9: X-ışınları difraksiyon ölçümü için kullanılan GBC™ MMA027 XRD cihazı.

5.2.4. Porozite Ölçümü

Porozite ölçümünde iki yol baz alınmıştır. Bunların ilkinde optik mikroskoptan alınan görüntüler Image Analyzer™ programı ile görüntüdeki her renk paletine bir malzeme atanarak belirtilen alandaki renk yoğunluğuna göre cihaz tarafından hesaplanmıştır. Diğerinde ise Arşimet yoğunluk ölçümünden yola çıkılarak, görünür yoğunluğun teorik yoğunluğa oranından hesaplanmıştır. Ancak por boyutunun giderek artması ile birlikte Image Analyzer™ programının sağlıklı sonuç vermemesi sebebiyle bu programdan vazgeçilerek sadece yoğunluğa dayalı porozite ölçümüne gidilmiştir.

5.2.5. Sertlik Ölçümü

Mekanik özelliklerin karakterizasyonu amacıyla, toz metalurjisinin son adımı olan sinterleme sonrasında uçucu toz eklenmemiş doğal poroz alüminyum titanyum kompozit malzemesinin sertliği ölçülmüştür. Üretilen malzemenin sertliğini belirlemek amacıyla, numunelerin yüzeyi standart metalografik yöntemlerle zımparalanıp parlatıldıktan sonra, sertlik ölçümüne hazır hale getirilmiştir. Sertlik testleri Shimadzu™ marka HMV-2 model mikro sertlik cihazında 500 gram yük altında Vickers cinsinden gerçekleştirilmiştir. Ancak batma ucunun pora denk geldiği yerlerde sertlik düşük, metale denk geldiği yerlerde sertlik yüksek çıkmasından dolayı sonraki numuneler için sertlik ölçümü iptal edilmiştir.



Şekil 5.10. Shimadzu™ Mikrosertlik Cihazı.

5.2.6. Basma Dayanımı Testi

Sinterleme sonrası karakterizasyonu tamamlanan ve optimum sonuçları olacağı düşünülen numuneler; porozitenin mekanik özelliklere etkisini görmek ve maksimum poroziteyi taşıyabilecek optimum basma dayanımına sahip olup olmadığını anlamak amacıyla, 25 ton kapasiteli Dartec™ universal test cihazında basma testine tabi tutularak mekanik özellikleri değerlendirilmiştir.



Şekil 5.11. Dartec™ Universal Test Cihazı.

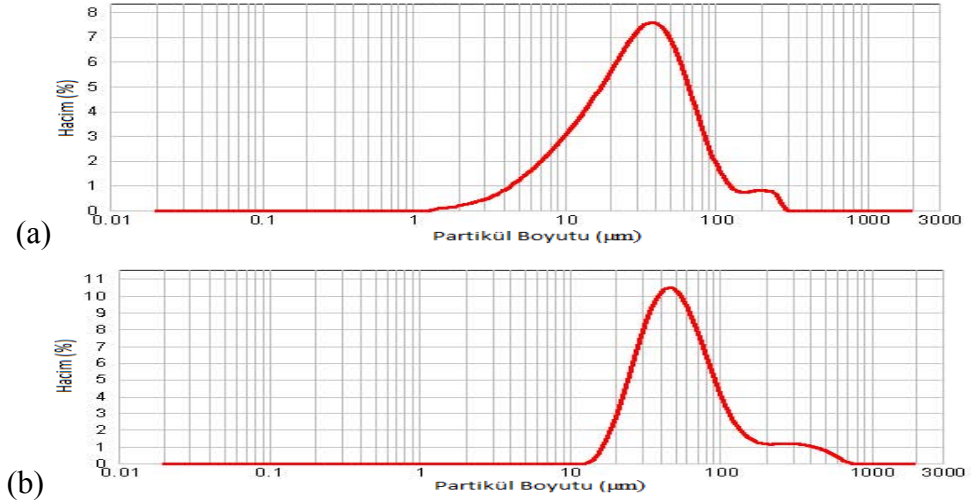
6. DENEYSEL SONUÇLAR

6.1. Tozların Karakterizasyon Sonuçları

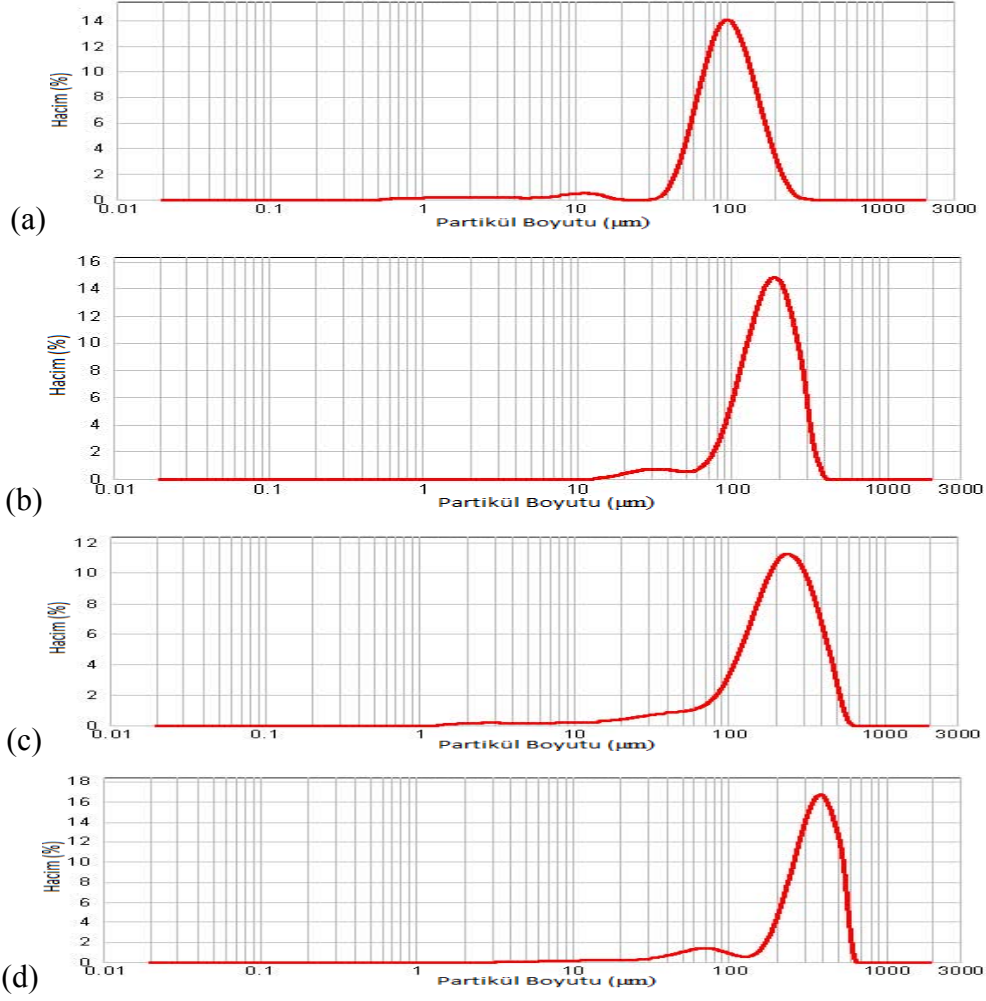
6.1.1. Elemental tozların karakterizasyonu

Şekil 6.1’de çalışmalarda kullanılan elemental titanyum ve alüminyum tozları ile uçucu polimer PMMA, Üre, PE ve PEG tozlarının boyut analiz sonucu verilmiştir. Deneysel çalışmalarda kullanılacak titanyum tozlarının ortalama boyutunun 40 μm , alüminyum tozlarının ortalama boyutunun 50 μm , PMMA tozlarının 100 μm , Üre tozlarının 170 μm , PE tozlarının 210 μm ve PEG tozlarının 335 μm olduğu görülmektedir.

Bu çalışmada, çalışmanın başında elde edilen yapısal mikroporları büyütüp, porozite oranını artırmak amaçlandığı için zamanla daha büyük partikül boyutuna sahip polimer tozları denenmiştir. Denenen polimer tozlarının partikül boyut analizi şekil 6.1.’de gösterilmiştir.

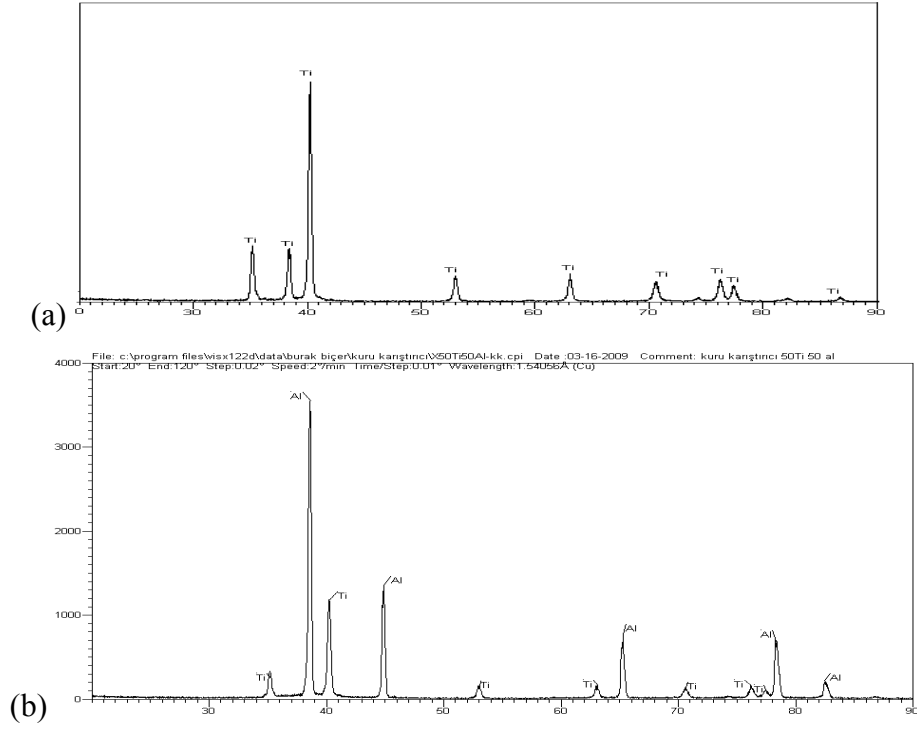


Şekil 6.1. Çalışmada kullanılan (a) Ti, (b) Al tozlarının boyut analiz sonuçları.



Şekil 6.2. Bu çalışmada kullanılan (a) PMMA, (b) Üre, (c) PE, (d) PEG uçucu polimer tozlarının boyut analiz sonuçları.

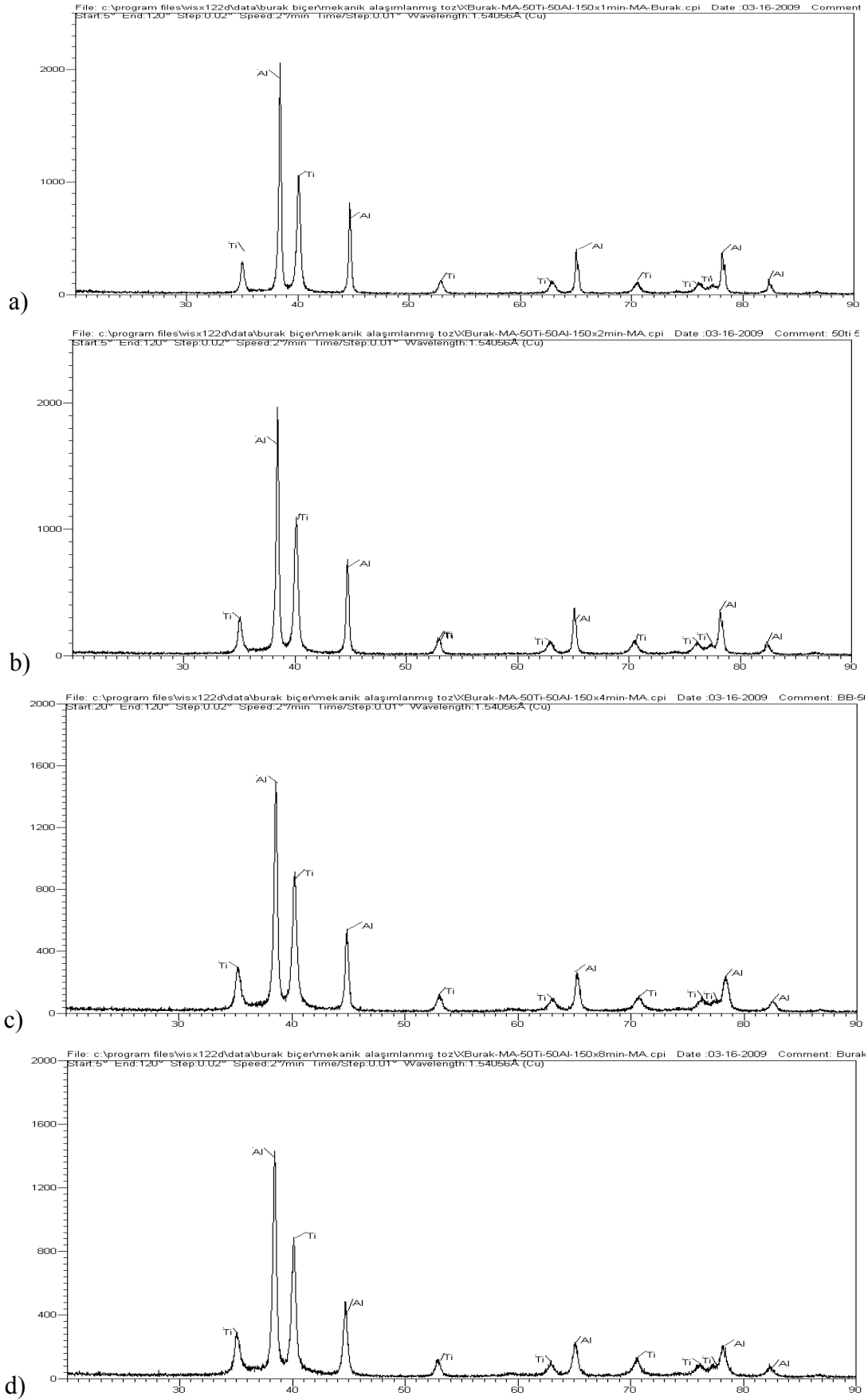
Tozların XRD çalışmaları sonucunda, deneysel çalışmalarda kullanılan titanyum ve alüminyum tozlarının saf oldukları görülmüştür. Şekil 6.3'te titanyum tozunun ve alüminyum titanyum toz karışımının kuru karıştırma işlemi sonrası yapılan X-ışınları difraksiyon analizi sonucu paternleri verilmiştir.



Şekil 6.3. Bu çalışmada kullanılan tozların X-Işını difraksiyon paternleri a)Ti ve b)Al-Ti kuru karıştırma sonrası.

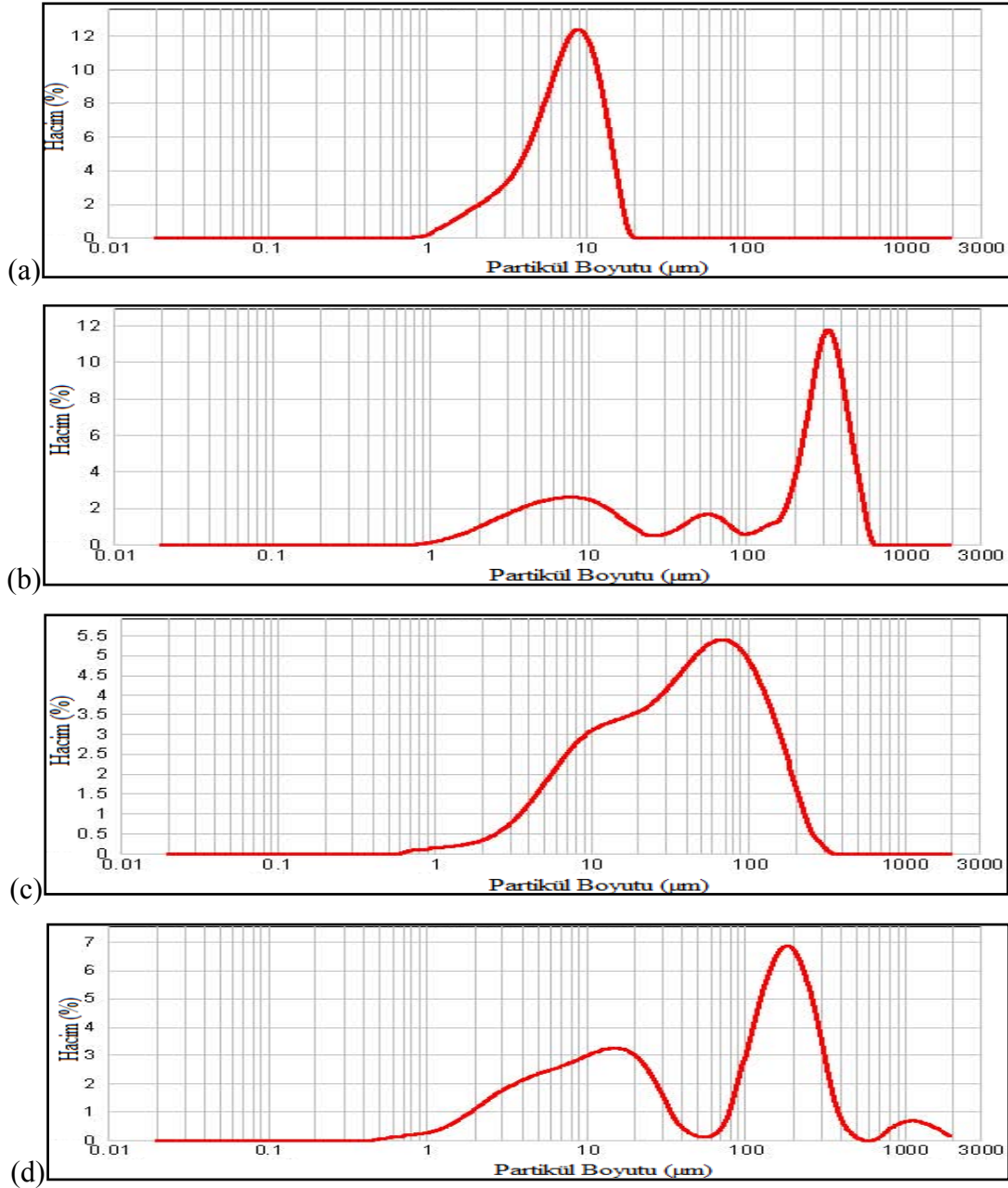
6.1.2. Mekanik alaşımlanmış tozların karakterizasyonu

MA süresi arttıkça iç gerilimlerin artmasına bağlı olarak pikler genişlemiş ve yükseklikleri azalmıştır. Üretilen tozların XRD paternlerinde, Arık ve Bağcı' nın [22] yaptıkları çalışmada olduğu gibi, kompoziti oluşturmak üzere başlangıç tozu olarak ilave edilen Al, Ti pikleri dışında pik görülmemiştir. Bu durum, MA sırasında alüminyum ve titanyum arasında bir kimyasal tepkime gerçekleşmediğini göstermektedir (Şekil 6.3). Dört farklı süre boyunca MA uygulanmış 50Ti-50Al toz kompozitlerin XRD paternleri Şekil 6.3' de görülmektedir.



Şekil 6.4. a) 150, b) 300, c) 600, d) 1200 dakika MA sonrası X-ışını difraksiyon analizi.

MA toz kompozitlerde top–toz–top arpışmaları, soğuk kaynama ve yeniden kırılmalar sırasında ortaya ıkan mekanik enerji sonucu, yüzey gerilimleri artmaktadır. Kısa süreli MA uygulamalarında, Arık ve Bağcı’ nın da [22] belirttikleri gibi, karışımlara tozların kavanoz ve top eperini yapışmasını engellemesi amacıyla ilave edilen stearik asit sayesinde partikül boyutlarında düşüş görülmesine rağmen MA süresi arttıka, tozlarda aglomerasyon oluşumu ile partikül boyutlarında kabalaşma meydana gelmektedir. Şekil 6.5.’te görülen toz boyut dağılım grafiklerinde, artan MA süresi ile boyut dağılım aralıklarının da genişlediğı görülmektedir.



Şekil 6.5. a)150, b)300, c)600, d)1200 dakika mekanik alaşımlama sonrası partikül boyut dağılımı.

6.2 Sinter Kompozitlerin Karakterizasyonu

6.2.1. Presleme ve Önsinterleme Sonuçları

Bu çalışmada 600, 300, 200 ve 100MPa basınç ile numuneler soğuk preslenmiştir. En düşük presleme basıncında dahi numuneler başarıyla kompaktlanmıştır. Presleme işlemi sonucunda 20mm çapında silindir şeklinde numuneler elde edilmiştir.

Uçucu polimer tozu ihtiva eden numuneler, por yapıcı bu tozların uçurulması amacıyla 300°C'de 2 saat önsinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlem öncesi ve sonrasında tartılan numunelerin ağırlıklarında uçucu toz oranı kadar azalma olmuş, yani önsinterleme başarıyla tamamlanmıştır.

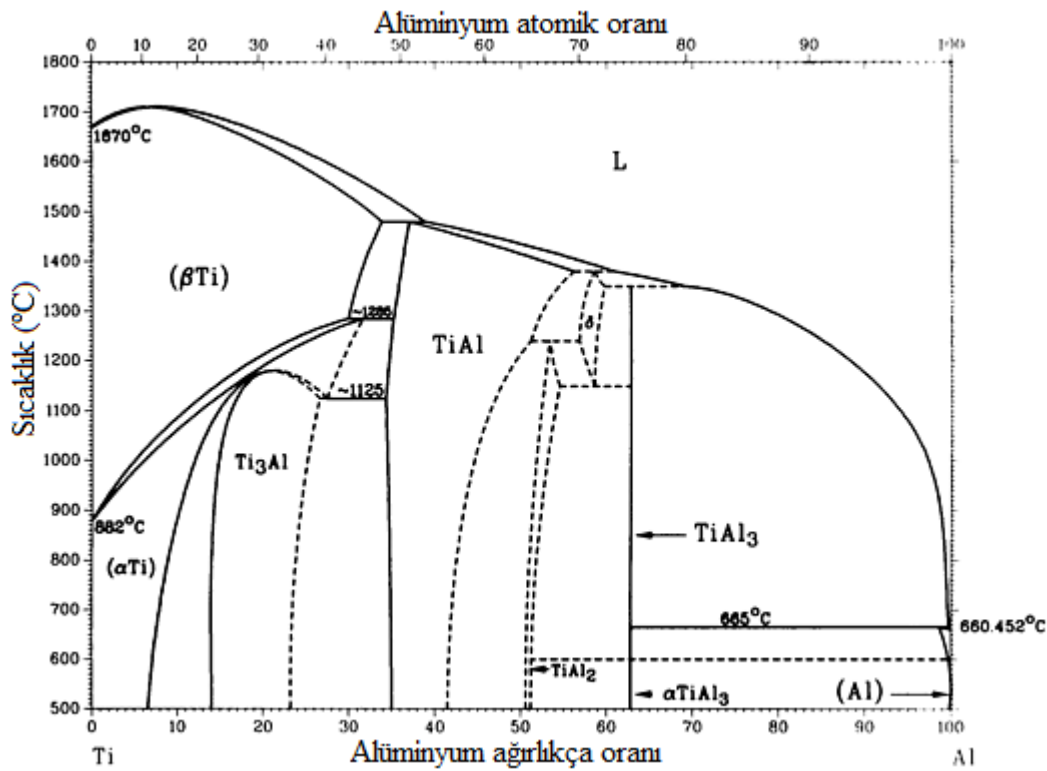
6.2.2. Sinterleme Rejiminin Belirlenmesi

Sinterleme rejiminin belirlenmesi amacıyla daha önce benzer konularda yapılan çalışmalar incelenmiştir. Bunların arasında Romanov ve arkadaşları [67] ağırlıkça % 20'e kadar titanyum ilave edilmiş alüminyum toz numuneleri, önce kompaktlama sonrası yapıda kalan gazı gidermek için 500°C'de 1 saat bekletmiş, 700°C, 800°C, 900°C'de 1'er saat sıvı faz sinterlemesi yaparak üretmiş ve XRD ile oluşan faz durumlarını incelemiştir. Numunelerde teorik olarak oluşması beklenen AlTi ve Al₃Ti intermetalik fazlarından sadece Al₃Ti fazının oluştuğu, bunun da sinterleme süresine ve titanyum içeriğine göre değiştiği gözlenmiştir. Titanyum oranının ve sinterleme sıcaklığının artmasıyla Al₃Ti intermetalik faz oluşumunun arttığı gözlenmiştir. Ayrıca faz oluşumundan kaynaklı mikroyapısal porozite oluşumunun da titanyum oranı ile doğru orantılı olduğu görülmüştür.

Peng ve arkadaşları [68] ağırlıkça % 55 titanyum içerikli alüminyum numunelerini 640°C'de 1 saatten başlayarak 700°C ve 800°C'de 2 saat sinterlenecek şekilde kademeli olarak sıcaklığı yükselterek üretmiş ve bu sıcaklık kademelerinde faz analizi yaparak yapının oluşumunu incelemiştir. Sıvı faz sinterleme aşamasına geçene kadar alüminyumun difüzyonu gerçekleştiren element olduğunu, bu sıcaklıktan sonra titanyumun sıvı alüminyum içine difüze olduğunu gözlemlemiştir. Hem sıvı faz sinterlemesi hem de katı hal sinterlemesi sırasında oluşan ve XRD'de belirlenen fazların Al₃Ti ve titanyum olduğu, ancak teorik olarak farklı kombinasyonlarda Al-Ti intermetalik çeşitlerinin de oluşabileceğini belirtmişlerdir.

Chianeh ve arkadaşları [69] toz metalurjisi yöntemiyle Al-Al₃Ti kompozitlerin mikroyapısal ve mekanik özelliklerini gözlemlemek amacıyla numunelerini 300°C - 600°C sıcaklıklar arasında 1-9 saate kadar sinterleyerek üretmiş ve XRD ile faz analizi, çekme testi ile de mekanik özelliklerini gözlemlemiştir. Sonuç olarak, 500°C'ye kadar 9 saat sinterlemede dahi herhangi bir intermetalik faz oluşumuna rastlanmamıştır. Ancak 500°C ile 600°C arasında titanyumun alüminyum üzerine

düşük difüzyon katsayısı sebebiyle intermetalik faz dönüşümü yavaşça başlamış, artan sinterleme sıcaklığı ve süresi ile birlikte Al_3Ti intermetalik fazının oluşumunun arttığını görmüşlerdir. Ayrıca kullanılan üç farklı partikül boyutuna sahip titanyum tozu ile (23 μm , 65 μm , 100 μm), titanyum partikül boyutu azaldıkça Al_3Ti intermetalik fazının oluşumun daha hızlı olduğunu saptamışlardır. Yapılan çekme testi sonucu ile daha düşük partikül boyutuna sahip numunelerin daha yüksek dayanıma sahip olduğunu görmüşlerdir. Daha büyük partikül boyutundaki titanyum tozlarından oluşan numunelerde de sinterleme sırasında yapıda mikrokılcal çatlakların oluştuğunu belirlemişlerdir.



Şekil 6.6. Alüminyum titanyum faz diyagramı.

Yukarıda bahsedilen bu çalışmalar ve sinterleme deneylerinin gerçekleştirileceği NaberthermTM atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık fırınının özellikleri göz önünde bulundurularak, sinterleme 640°C’de 4 saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Sıvı faz sinterlemenin ve sıcaklık farkının etkisini görmek amacıyla ilk belirlenen sinterleme sıcaklığının %10 altı ve üstü olan 570°C ve 700°C sıcaklıklar da eklenerek sinterleme için uygun görülmüştür. Sinterleme atmosferinin etkisini gözlemlemek için sinterleme argon, vakum ve hava olmak üzere üç farklı atmosferde yapılmıştır. 300°C’ de, karışımlara uçucu polimer tozu olarak ilave edilmiş olan PMMA, Üre,

PE, PEG ve yapıdaki nem gibi bileşenlerin uzaklaştırılmaları amacıyla 2 saat süreyle bekleme basamağı eklenmiştir.

6.2.3. Yoğunluk Ölçümü Sonuçları

Numunelerin yoğunluğunu belirlemek için önce havada, ardından etil alkol içinde tartımı yapılmış ve $d_C = m/V = G_H / (G_H - G_S)$ formülü ile yoğunlukları hesaplanmıştır. Hesaplanan yoğunluk değerlerinin teorik yoğunluklarına oranıyla da porozite hesaplanmıştır. Tablo 6.1.'de görüldüğü gibi uçucu toz ilavesi ile porozite 2 katına kadar çıkarılmıştır.

Çizelge 6.1. Çeşitli bileşimlerde hazırlanan numunelerin yoğunluk değerleri.

	Bileşen (Ağırlıkça %)	Uçucu Toz Oranı (Ağırlıkça %)	Yoğunluk (g\cm ³)	Teorik Yoğunluk (g\cm ³)	Göreceli Yoğunluk (*)	Porozite (%)
700 °C Argon Atmosferi	70Ti-30Al	25PEG	1,38	3,76	0,37	63,37
	70Ti-30Al	25ÜRE	1,36	3,76	0,37	63,90
	70Ti-30Al	0	2,47	3,76	0,63	37,35
	50Ti-50Al-MA	25PEG	1,46	3,38	0,39	61,24
	50Ti-50Al	25PEG	1,18	3,38	0,35	65,10
	50Ti-50Al	25ÜRE	1,14	3,38	0,34	66,28
	50Ti-50Al	0	2,14	3,38	0,56	44,10
	50Ti-50Al-MA	0	2,87	3,38	0,77	23,82
570 °C Hava Atmosferi	70Ti-30Al	25PEG	1,48	3,76	0,39	60,71
	70Ti-30Al	25ÜRE	1,76	3,76	0,46	53,28
	50Ti-50Al	25PEG	1,57	3,38	0,46	53,56
	50Ti-50Al	25ÜRE	1,99	3,38	0,58	41,14
	50Ti-50Al-MA	25PEG	1,62	3,38	0,43	57,00
	50Ti-50Al-MA	0	2,77	3,38	0,74	26,47

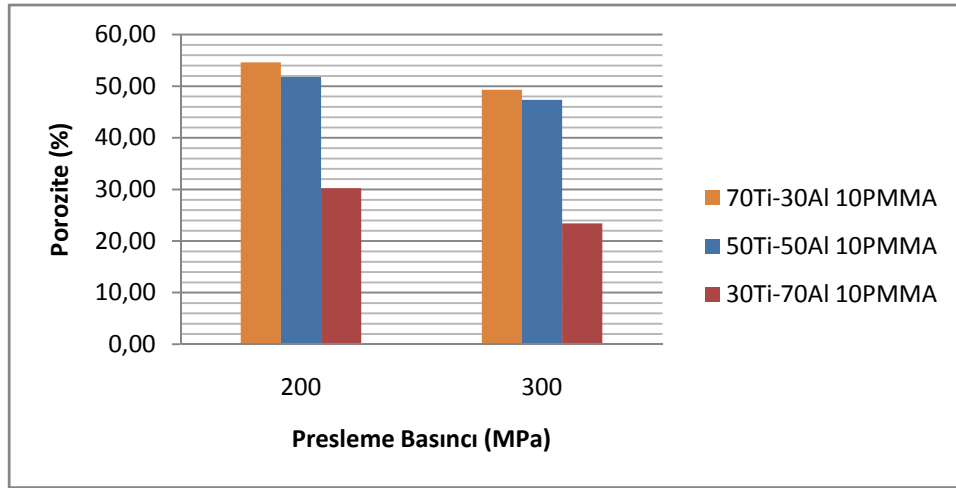
(*) Göreceli Yoğunluk = Hesaplanan Yoğunluk / Teorik Yoğunluk

6.2.4. Porozite

Bu çalışmanın amacı olan porozite, üretimleri sonrası numunelerin ölçülen yoğunlukları üzerinden teorik yoğunluklarına oranlanarak bulunmuştur. Çalışma sırasında elde edilen bilgilere ve yapılan ölçümlere göre poroziteye etki edebilecek unsurlar aşağıda kıyaslanarak değerlendirilmiştir.

Presleme basıncının poroziteye etkisi

Bu çalışmada, mümkün olan en düşük presleme basıncında tozların kompaktlanması ve numunelerin en yüksek poroziteye sahip olmaları amaçlanmaktadır. Bu nedenle 600 MPa'dan başlanarak presleme basıncı azaltılmıştır. Şekil 6.7.'de görüldüğü gibi, presleme basıncı azaldıkça porozitenin arttığı görülmüştür. Ayrıca numune bileşimindeki titanyum oranı arttıkça elde edilen porozitenin daha fazla olduğu gözlenmektedir.

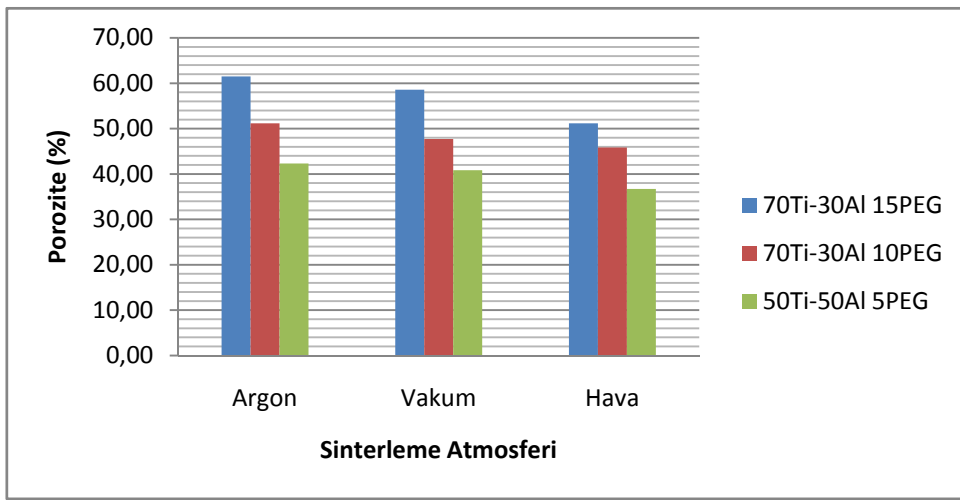


Şekil 6.7. Porozitenin presleme basıncı ile değişimi.

Sinterleme atmosferinin poroziteye etkisi

Şekil 6.8'te sinterleme atmosferinin poroziteye etkisi görülmektedir. Açık atmosferde yapılan sinterleme sonucu üretilen numunelerin yüzeyi oksit tabakası ile kaplanmıştır. Numuneyi çevreleyen bu rijit ve sert oksit tabakası bütün yüzey porlarını kapatarak havanın boşluklara nüfuziyetini engellediğinden, sinterleme sırasında sıcaklığın etkisiyle büzülme yönü iç kısımda porların bulunduğu kısma doğru gerçekleşmiştir. Böylece numunede beklenen porozite oranı düşük çıkmıştır.

Vakum atmosferinde ise vakumun etkisiyle numune oksijenden korunmuş, sıcaklığın etkisiyle gerçekleşen büzülme porlara doğru gerçekleşmiş ancak yüzeyi çevreleyen rijit bir oksit tabakası olmadığından homojen bir şekilde dağılabilmektedir. Argon atmosferinde ise inert ve yoğun bir gaz olan argon, numuneyi sadece oksijenden korumakla kalmayıp, porlara nüfuz ederek büzülmenin iç kısımdaki porlara doğru olmasını engelleyerek, yapıdaki bor boyutunu ve por oranını da korumuştur. Bunun bir sonucu olarak da büzülme dışı doğru gerçekleşmiş ve yüzey kılcalları ve çatlakları oluşmuştur. Tüm bu durumlar göz önüne alındığında şekil 6.8 gösteriyor ki, argon atmosferinde en yüksek porozite elde edilmiştir.

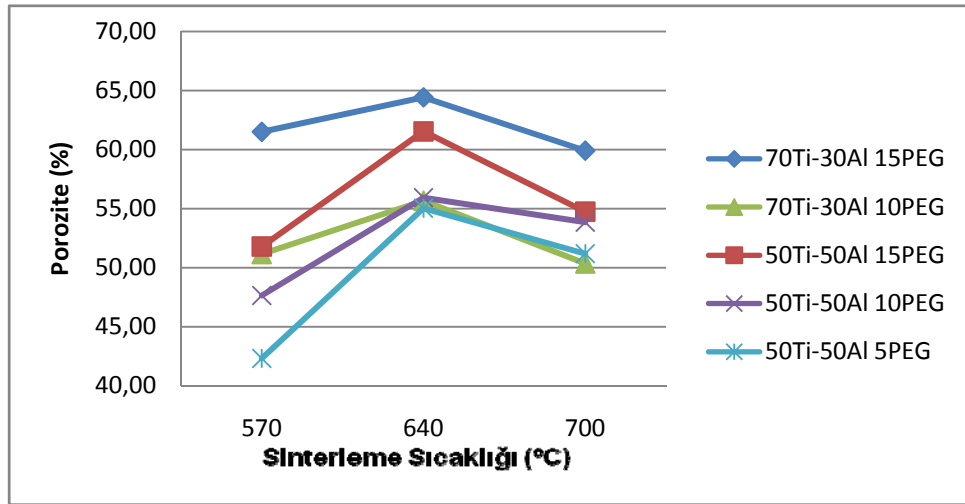


Şekil 6.8. Porozite – sinterleme atmosferi ilişkisi.

Sinterleme sıcaklığının poroziteye etkisi

Teorik bilgiye dayanarak sinterleme sıcaklığının artmasıyla porozitenin azalması, yoğunluğun ve mekanik özelliklerin artması beklenmektedir. Ancak şekil 6.9’da 640°C sıcaklıkta 570°C ve 700°C sıcaklıklara göre daha yüksek porozite elde edilmiştir. Bunun nedeni 640°C sıcaklıkta morfolojik olarak gerçekleşen intermetalik oluşumdur. Al₃Ti titanyum aluminat intermetalik fazı 500°C nin üzerinde oluşmaya başlar. 640°C’de 570°C’ye göre yapıda oluşan daha fazla enerji sebebiyle intermetalik oluşumu hızlanmış ve alüminyumun titanyuma nüfuziyeti ile yapıda mikroyapısal porların artışı gerçekleşmiştir. Mikroyapısal porların oluşumu uçucu porların bıraktığı boşluklardan bağımsız gerçekleştiğinden intermetalik oluşumunun poroziteye etkisi gözlenmektedir. 700°C’de, oluşan intermetalik fazların yapısı 640°C’den farklı olması sebebiyle yapısal porların farkından ve sıcaklığın etkisiyle

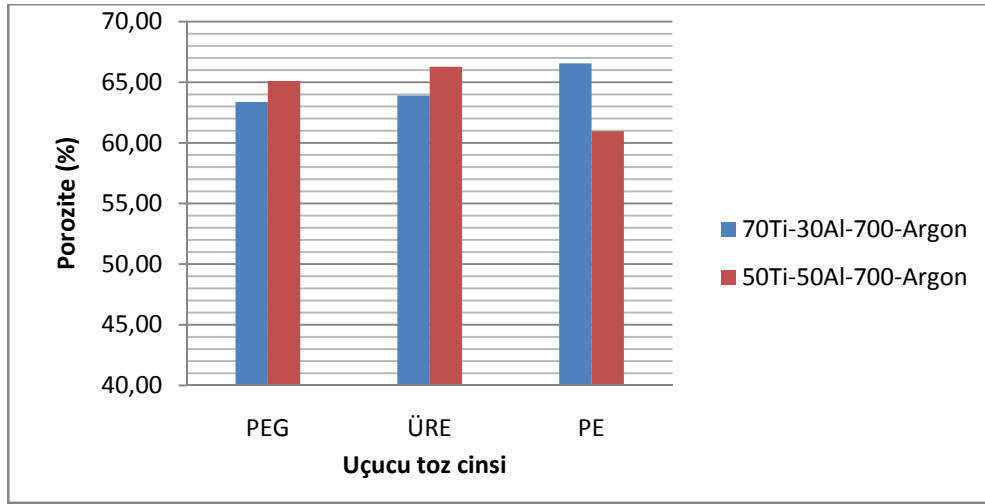
sıvı faz sinterlemesi gerçekleştiğinden içe doğru artan büzülme sebebiyle nispeten daha düşük porozite elde edilmiştir.



Şekil 6.9. Porozite sinterleme sıcaklığı ilişkisi.

Uçucu toz cinsinin poroziteye etkisi

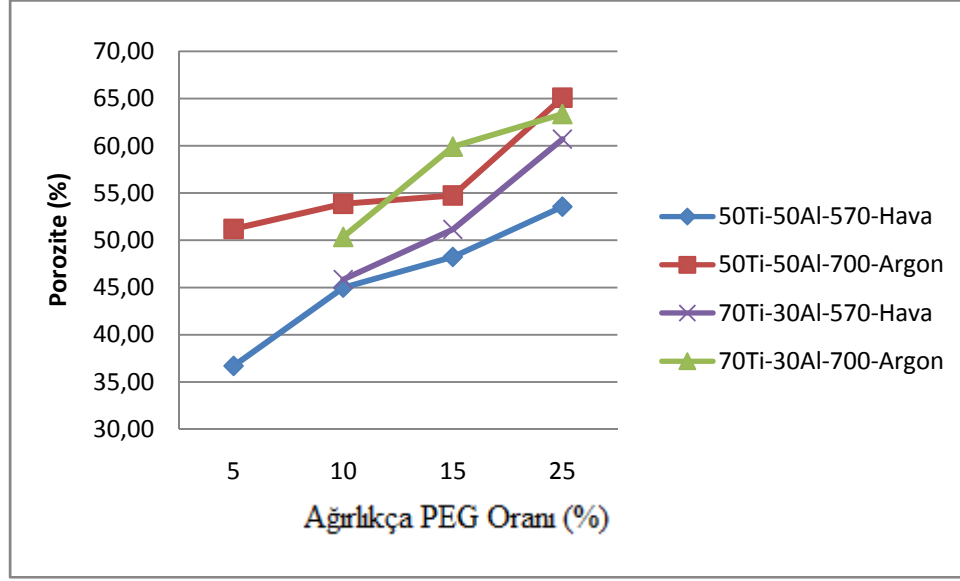
Bu çalışmada, makro por elde edilmesi ve mevcut poroziteyi artırması sebebiyle kullanılan uçucu polimer tozları önsinterleme sırasında 300°C’de 2 saat bekletilerek uçurulmuştur. Önsinterleme öncesinde ve sonrasında numunelerin ağırlıkları ölçülmüş ve eklenilen toz oranı ile aynı oranda ağırlıkta azalma gözlenmiştir. Uçucu polimer tozlarının yapıya morfolojik etkisi yoktur. Ancak farklı çeşit uçucu polimer tozlarının farklı partikül boyutuna sahip olmaları sebebiyle yapıdaki por boyutuna etkisi vardır. Şekil 6.10’da görüldüğü gibi uçucu polimer tozunun poroziteye etkisi olmadığı gözlenmiştir.



Şekil 6.10. Porozite – uçucu polimer tozu ilişkisi.

Uçucu toz oranının poroziteye etkisi

Çalışmanın amacı doğrultusunda porozite eldeinde kullanılan uçucu tozlardan en yüksek partikül boyutuna sahip olan PEG tozları ile planlandığı gibi en büyük por boyutu ve en yüksek porozite elde edilmiştir. Şekil 6.11.'de görüldüğü gibi, bileşime por yapma amacıyla eklenen uçucu tozların karışım oranı arttıkça porozite artmaktadır. Ancak uçucu tozlar, bileşime belli bir limit dahilinde konulabilmektedir. % 10'un üzerinde PMMA ilavesi sonucu numunelerin sinterleme kabiliyeti oldukça düştüğü için numunelerin dağılarak parçalara ayrılması sebebiyle uçucu toz cinsinin değişimine karar verilmiştir. Aynı zamanda daha büyük por boyutları hedeflendiğinden, daha büyük partikül boyutuna sahip uçucu polimer tozlarına geçilerek Üre, PE ve PEG kullanılmıştır.



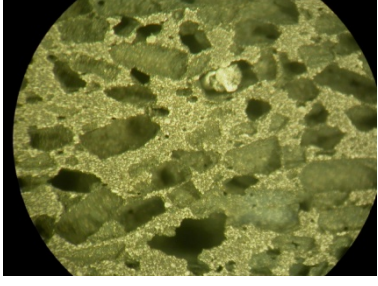
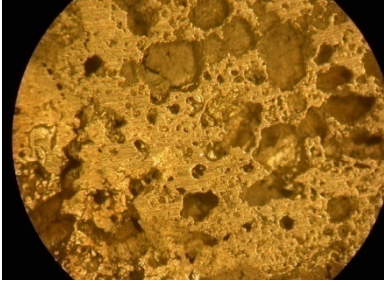
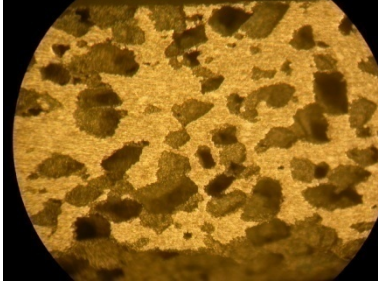
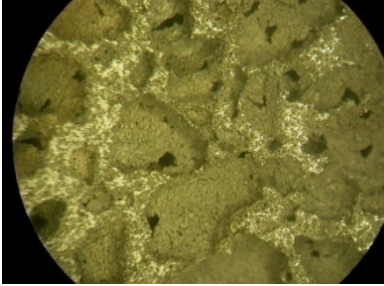
Şekil 6.11. Porozitenin uçucu toz oranı ile değişimi.

PMMA tozunun yapıya eklenebilme limitinin % 10 olması sebebiyle diğer polimer tozlarının ilave oranları ile kıyaslanamayacağı için grafiğe eklenmemiştir.

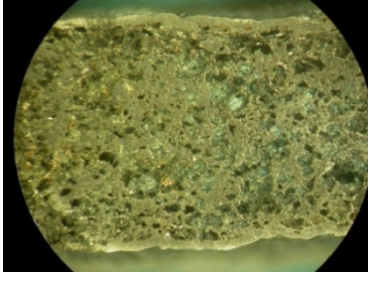
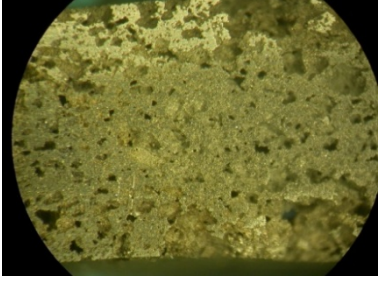
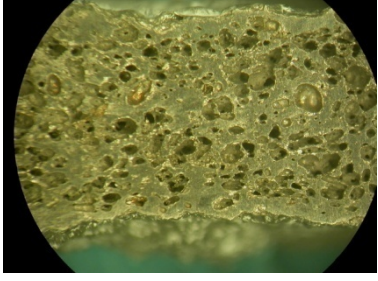
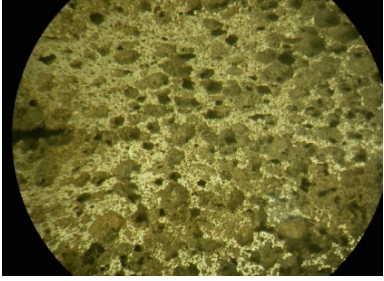
6.2.5. Mikroyapı Karakterizasyonu

6.2.5.1. Optik Mikroskop Sonuçları

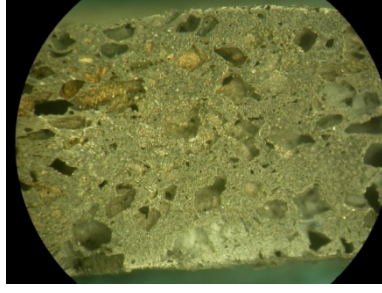
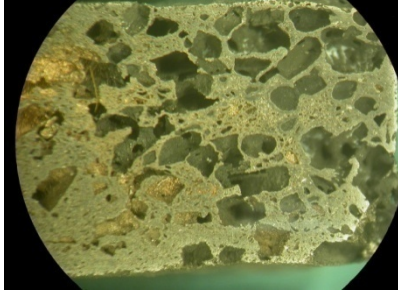
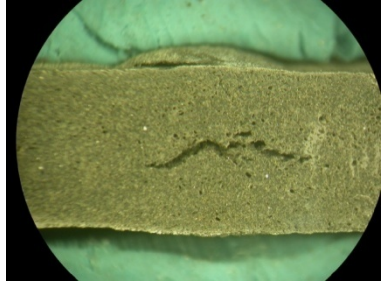
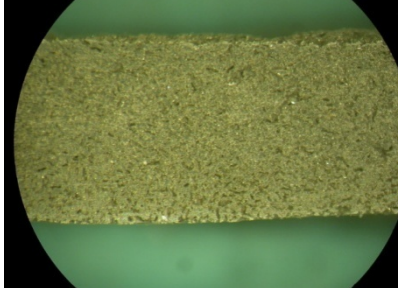
Çeşitli bileşimlerde hazırlanan numunelerin stereo optik mikroskop görüntüleri Şekil 6.12. ve 6.13.'de verilmiştir. Şekil 6.12. ve 6.13.'de de görüldüğü gibi uçucu tozların sahip olduğu partikül boyutlarına göre değişen por boyutları elde edilmiştir. 335 µm tane boyutuna sahip PEG uçucu tozunu barındıran bileşimdeki numunelerin por boyutları da, 170 µm tane boyutuna sahip Üre uçucu tozunu barındıran numunelerin por boyutuna göre yaklaşık iki kat daha büyüktür. Ayrıca argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin porları arasında nispeten çok daha küçük boyutlarda mikroyapısal porların bulunması, elde edilen porların birbirleri arasında bağlı olduğunu göstermektedir.

Bileşim	Sinterleme Sıcaklığı: 570°C Sinterleme Atmosferi: Hava	Sinterleme Sıcaklığı: 700°C Sinterleme Atmosferi: Argon
70Ti-30Al- 25PEG		
50Ti-50Al- 25PEG		

Şekil 6.12. Çeşitli bileşimlerde hazırlanan PEG içerikli numunelerin sinterlenme sonrası stereo optik mikroskop fotoğrafları.

Bileşim	Sinterleme Sıcaklığı: 570°C Sinterleme Atmosferi: Hava	Sinterleme Sıcaklığı: 700°C Sinterleme Atmosferi: Argon
70Ti-30Al- 25Üre		
50Ti-50Al- 25Üre		

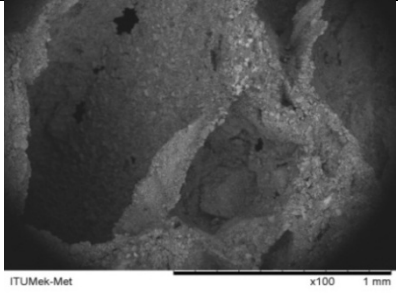
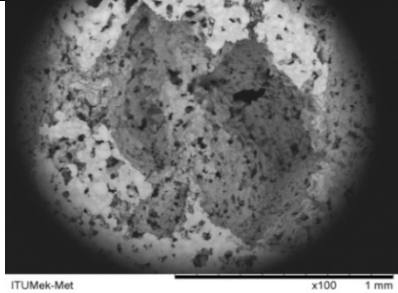
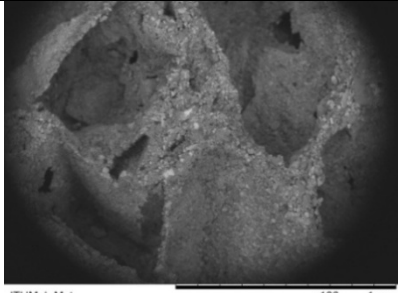
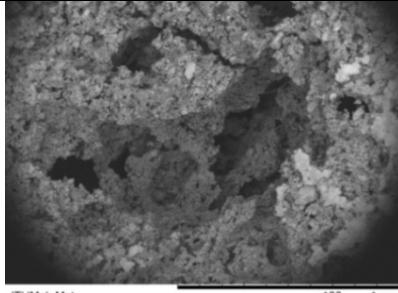
Şekil 6.13. Çeşitli bileşimlerde hazırlanan Üre içerikli numunelerin sinterleme sonrası stereo optik mikroskop fotoğrafları.

Bileşim	Sinterleme Sıcaklığı: 570°C Sinterleme Atmosferi: Hava	Sinterleme Sıcaklığı: 700°C Sinterleme Atmosferi: Argon
50Ti-50Al- 25PEG-MA		
50Ti-50Al- MA		

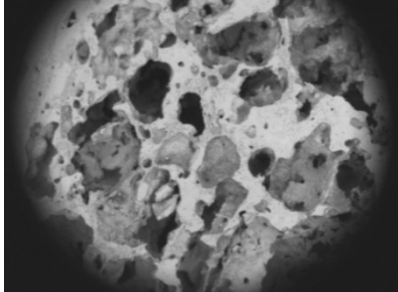
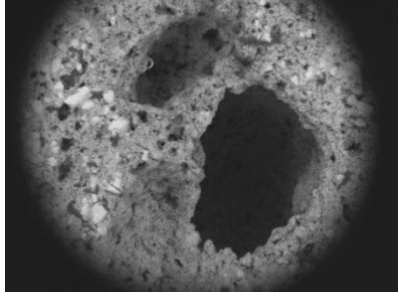
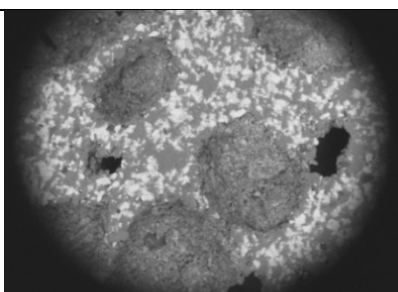
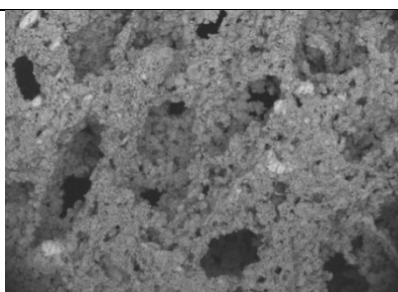
Şekil 6.14. Mekanik alaşımlanmış tozlardan üretilmiş numunelerin sinterleme sonrası stereo optik mikroskop fotoğrafları.

6.2.5.2 Taramalı Elektron Mikroskobu Sonuçları

Numuneler hazırlandıktan sonra uygun metalografik işlemler ile yüzeyi hazırlanan numunelerdeki porların şekli ve yapısını görmek amacıyla 15 kV gerilim ile taramalı elektron mikroskobunda görüntüleri çekilmiştir. Şekil 6.15. ve şekil 6.16.'d 100x büyütme ile çekilen numunelerin fotoğraflarına göre, argon atmosferinde sinterlenen numunelerdeki porların birbirleriyle mikro bağlantıları olduğu görülmektedir. Bu durum porların yapısını geliştirdiği gibi kullanım alanına göre avantaj da sağlamaktadır.

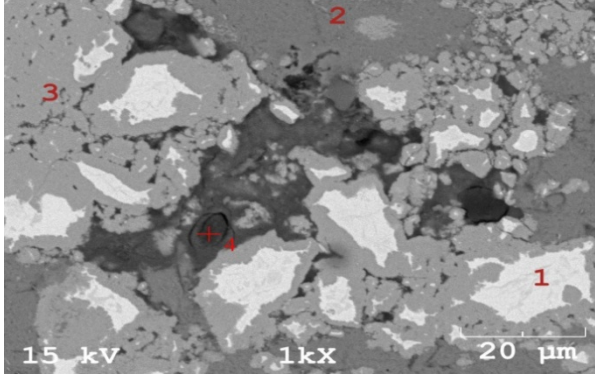
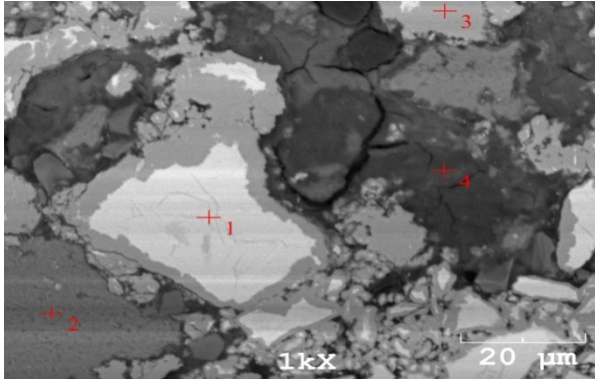
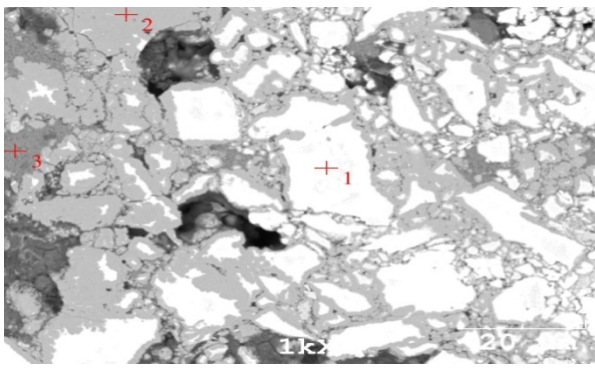
Bileşim	Sinterleme Sıcaklığı: 570°C Sinterleme Atmosferi: Hava	Sinterleme Sıcaklığı: 700°C Sinterleme Atmosferi: Argon
70Ti-30Al- 25PEG		
70Ti-30Al- 25Üre		

Şekil 6.15. Ağırlıkça %70Ti içeren numunelerin 100X büyütmede elektron mikroskop fotoğrafları.

Bileşim	Sinterleme Sıcaklığı: 570°C Sinterleme Atmosferi: Hava	Sinterleme Sıcaklığı: 700°C Sinterleme Atmosferi: Argon
50Ti-50Al- 25PEG		
50Ti-50Al- 25Üre		

Şekil 6.16. Ağırlıkça %50Ti içeren numunelerin 100x büyütmede elektron mikroskop fotoğrafları.

570°C’de sinterlenmiş numunelerin taramalı elektron mikroskopunda EDS analizi yapılmış ve yapısındaki elementler atomik oranları ile verilerek fazların analizi şekil 6.17’de gösterilmiştir.

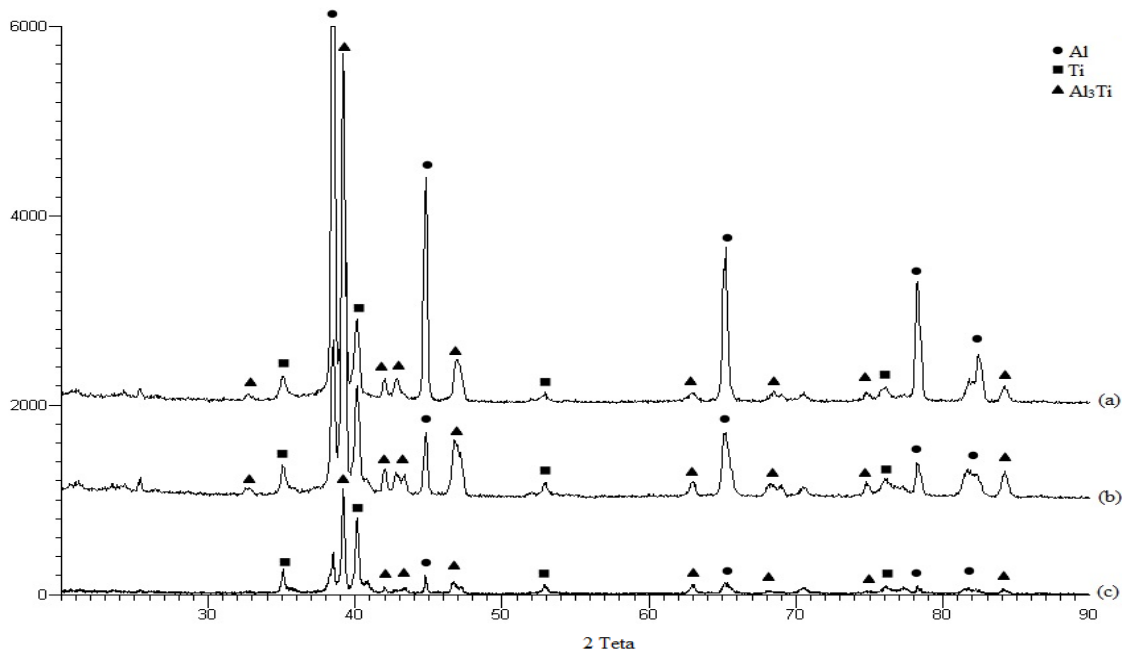
EDS Görüntüsü	Bölgeler ve fazları
	30Ti-70Al 570°C Argon atmosferi 1.Bölge Ti (Açık renk) 2.Bölge Al (Koyu Renk) 3. Bölge Al₃Ti (Orta Koyuluk)
	50Ti-50Al 570°C Argon atmosferi 1.Bölge Ti (Açık renk) 2.Bölge Al (Koyu Renk) 3. Bölge Al₃Ti (Orta Koyuluk)
	70Ti-30Al 570°C Argon atmosferi 1.Bölge Ti (Açık renk) 2.Bölge Al (Koyu Renk) 3. Bölge Al₃Ti (Orta Koyuluk)

Şekil 6.17. Bazı numunelerin EDS sonuçları.

6.2.6. XRD Sonuçları

6.2.6.1. Titanyum oranının etkisi

Aynı sıcaklık ve atmosferde sinterlenen farklı titanyum oranına sahip numunelerin XRD faz analizi şekil 6.17’de verilmiştir. Benzer konuda yapılan çalışmalar göz önüne alındığında, Chianeh ve arkadaşları [69], 500-600°C sıcaklık aralığında sadece Al_3Ti intermetalik fazını elde etmişlerdir. Bununla birlikte titanyum oranının artmasıyla Al_3Ti intermetalik fazının oluşumu artacaktır. Şekil 6.18’de de görüldüğü gibi 570°C sıcaklıkta argon atmosferinde sinterlenen numunelerin yapısında Al, Ti ve Al_3Ti fazları bulunmaktadır.

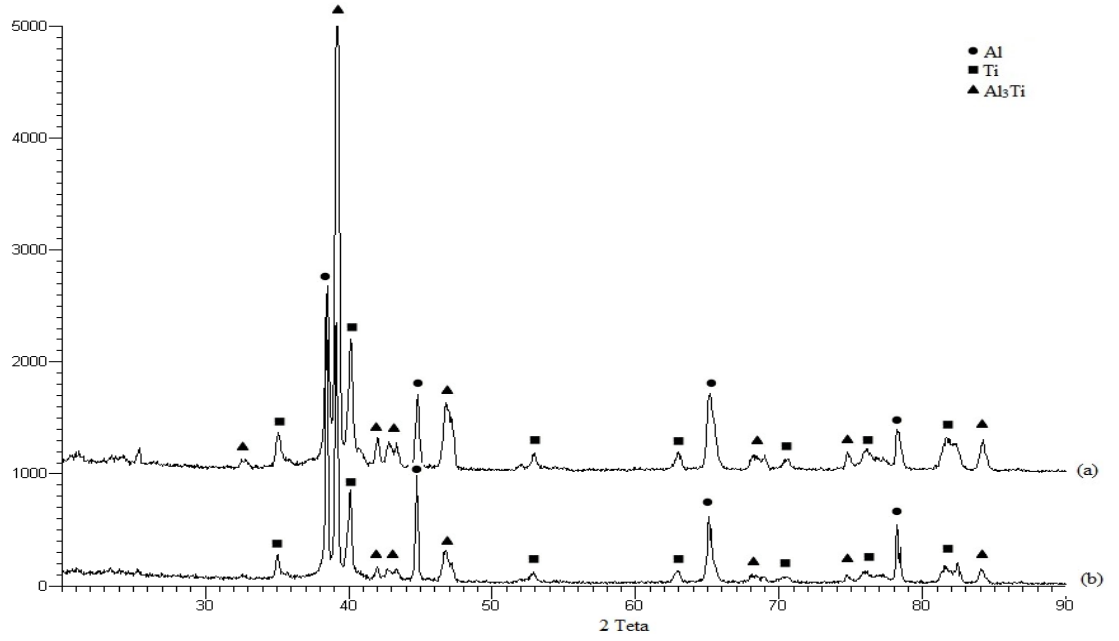


Şekil 6.18. a)30Ti, b)50Ti, c)70Ti titanyum oranlarında hazırlanmış 570°C Argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.

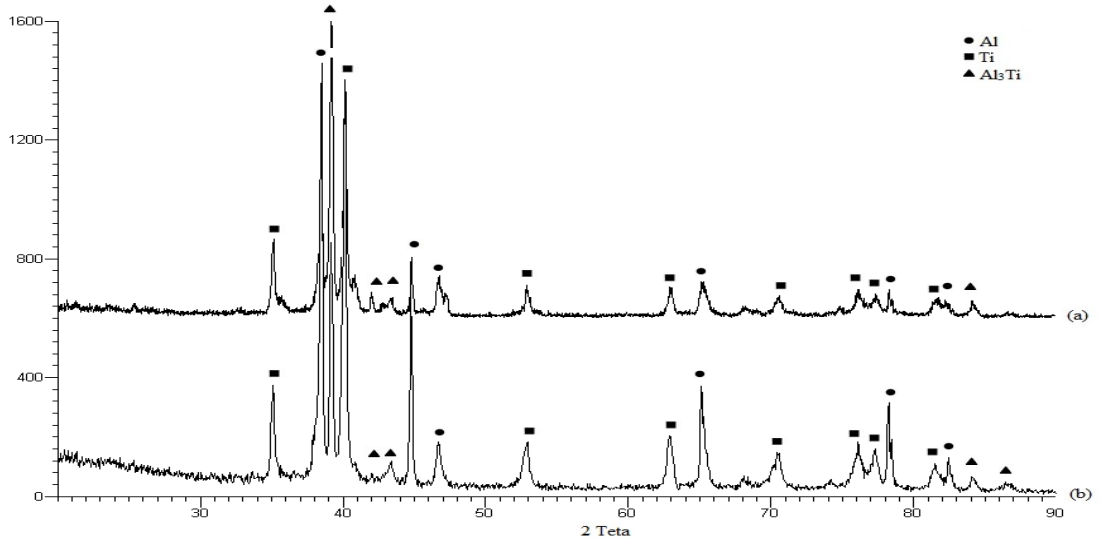
6.2.6.2. Önsinterleme işleminin farklı sıcaklıklardaki etkisi

Sinterleme öncesi, numune içinde por oluşumunu artırması amacıyla kullanılan uçucu polimer tozlarının 300°C’de 2 saat önsinterleme işlemine tabi tutularak yapıdan uzaklaştırılmasının daha yüksek sıcaklıkta gerçekleştirilen sinterleme işlemine olan etkisi yapılan bu XRD faz analizi ile incelenmiştir. Analizin sonuçlarına göre 300°C sıcaklıkta 2 saat önsinterleme işlemi yapılmasının sinterleme işlemine etkisinin olmadığı gözlenmiştir. Yapıda elde edilen fazlarda bir değişim olmamıştır.

570°C; uçucu toz (PEG) içeren ve içermeyen %50 ve %70 titanyum oranına sahip 570°C argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD faz analizi şekil 6.19 ve 6.20’de gösterilmiştir. Bu analizin sonuçlarına göre 300 °C’de önsinterleme işlemi yapılmasının 570 °C’de yapılan sinterleme işlemine etkisi olmamıştır. Yapıda Al, Ti fazları ile Al_3Ti intermetalik fazı bulunmaktadır.

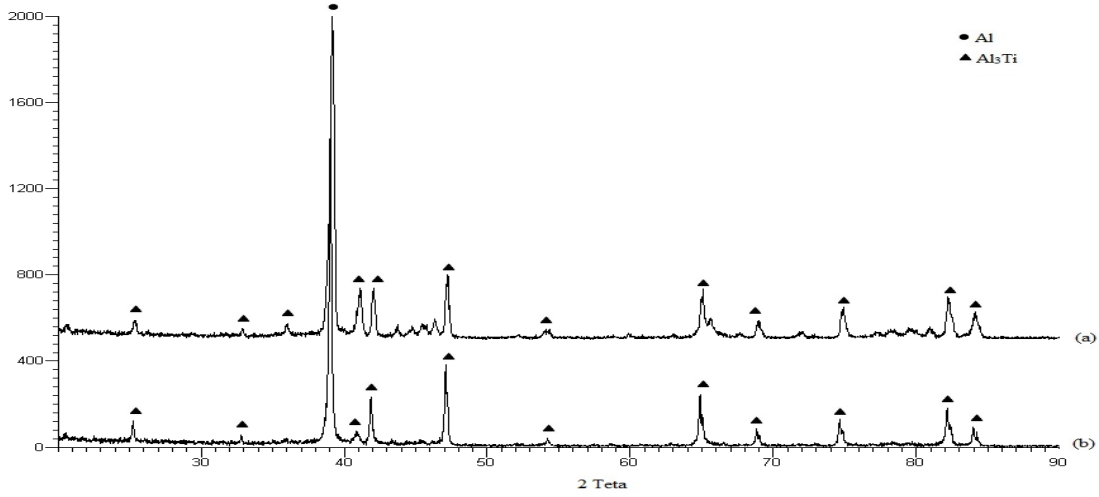


Şekil 6.19. a)PEG içermeyen, b)PEG içeren ağırlıkça %50 titanyum bileşenli 570°C argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.

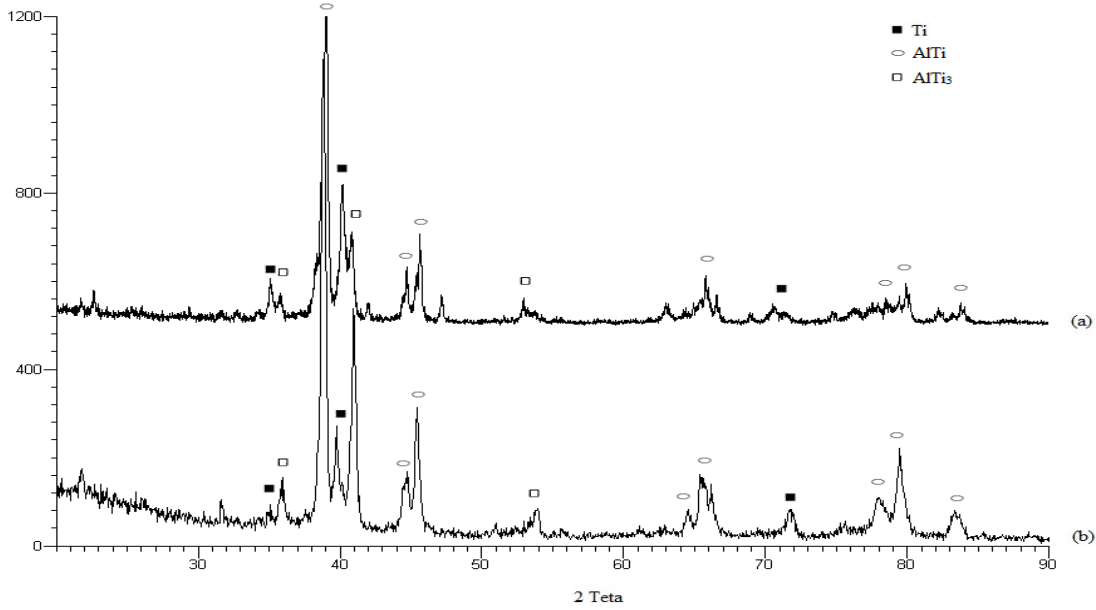


Şekil 6.20. a)PEG içermeyen, b)PEG içeren ağırlıkça %70 titanyum bileşenli 570°C Argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.

640°C; aynı koşullar altında 640°C sıcaklıkta yapılan sinterleme sonucunda önsinterleme yapılmış ve yapılmamış numuneler arasında faz farkı görülmemiştir. Şekil 6.21'de %50 titanyum oranına sahip numunelerin yapısında Al fazı ile Al_3Ti intermetalik fazı bulunmaktadır. Şekil 6.22'de %70titanyum oranına sahip numunelerin yapısında ise Ti fazı ile birlikte $AlTi$ ve $AlTi_3$ fazlarına rastlanmıştır.

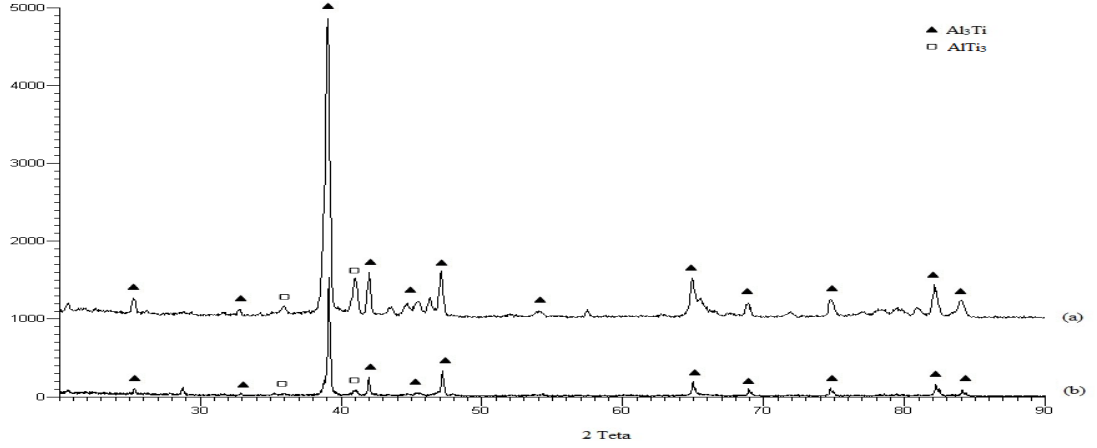


Şekil 6.21. a)PEG içermeyen, b)PEG içeren ağırlıkça %50 titanyum bileşenli 640°C argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.

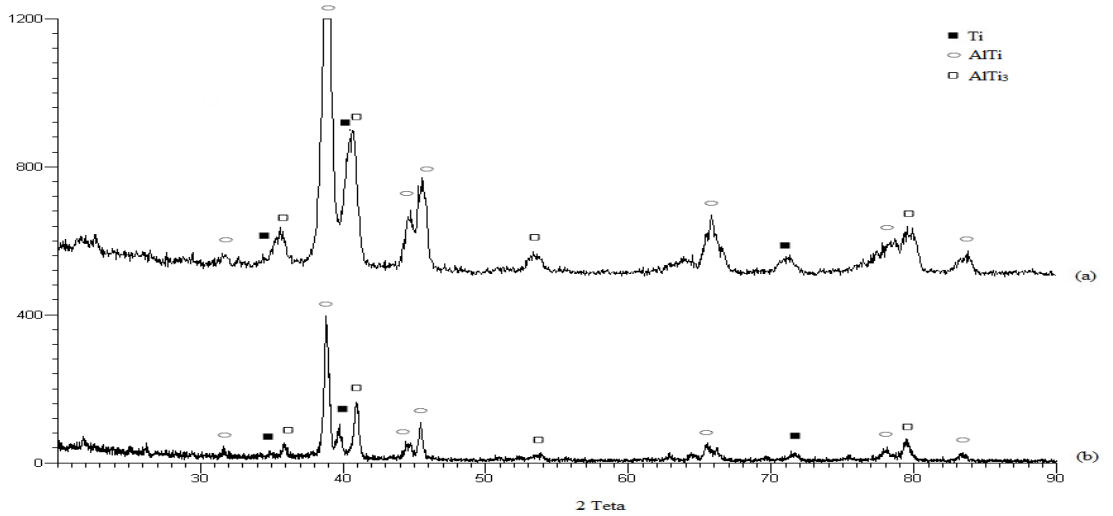


Şekil 6.22. a)PEG içermeyen, b)PEG içeren ağırlıkça %70 titanyum bileşenli 640°C argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.

700°C; bu sıcaklıkta yapılan sinterleme sonucunda da önsinterlemenin sinterlemeye etkisinin olmadığı gözlenmiştir. Şekil 6.23'te %50 titanyum oranına sahip numunelerin yapısında, yapının tamamının intermetalik Al_3Ti ve $AlTi_3$ fazına dönüştüğü görülmüştür. Şekil 6.24'de %70 titanyum oranına sahip numunelerin yapısında ise, Ti fazı ile birlikte $AlTi$ ve $AlTi_3$ intermetalik fazları bulunmaktadır.



Şekil 6.23. a)PEG içermeyen, b)PEG içeren ağırlıkça %50 titanyum bileşenli 700°C argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.

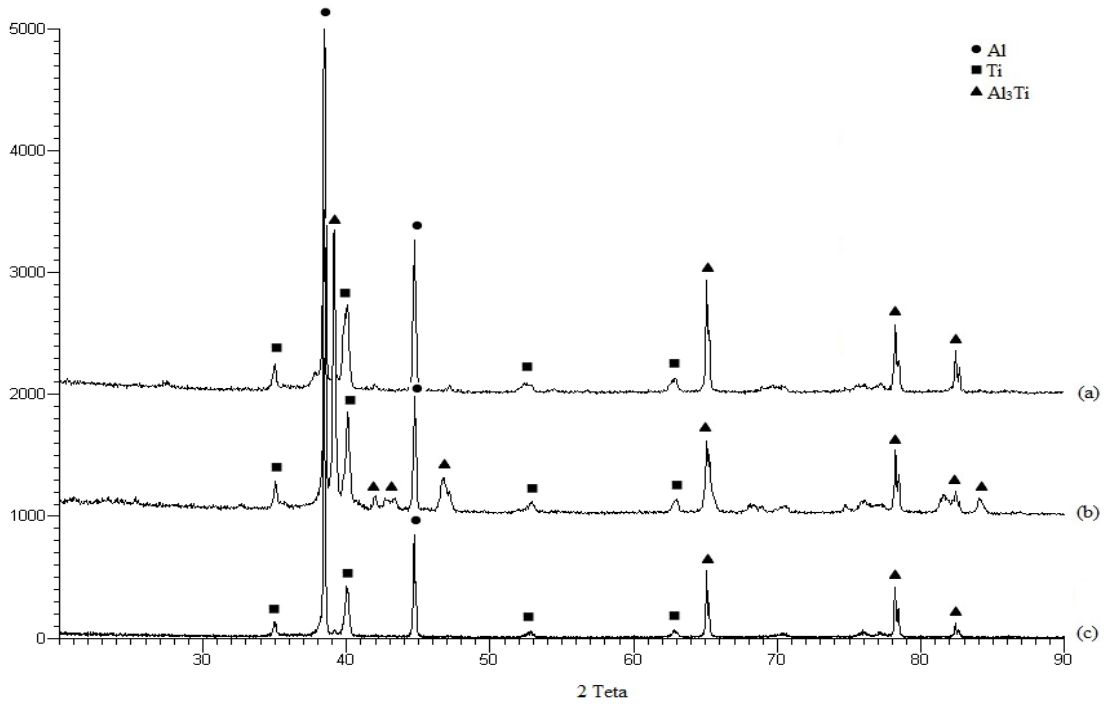


Şekil 6.24. a)PEG içermeyen, b)PEG içeren ağırlıkça %70 titanyum bileşenli 700°C argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.

6.2.6.3. Sinterleme atmosferinin etkisi

Önce 300°C'de önsinterlenmiş, sonrasında 570°C'de vakum, argon ve hava atmosferlerinde sinterleme işlemi yapılmış %50 titanyum oranına sahip numunelerin XRD faz analizleri şekil 6.25'te gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre sinterleme atmosferinin %50 titanyum oranına sahip numunelere in yapısındaki fazlara etkisi

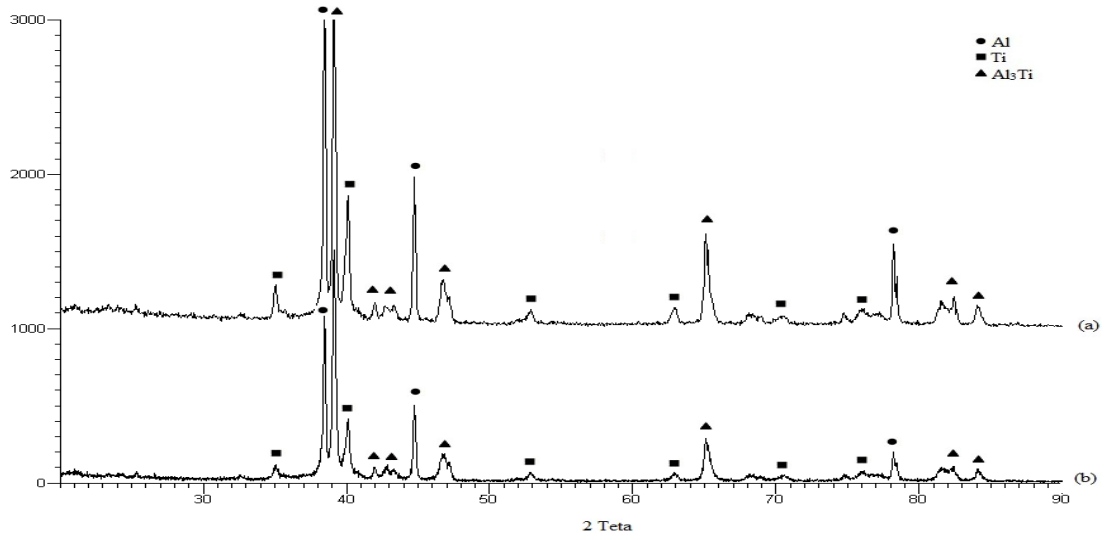
görülmemiştir. 3 farklı atmosferde yapılan sinterleme sonucu yapıda Al ve Ti fazları ile birlikte Al_3Ti intermetalik fazı bulunmaktadır.



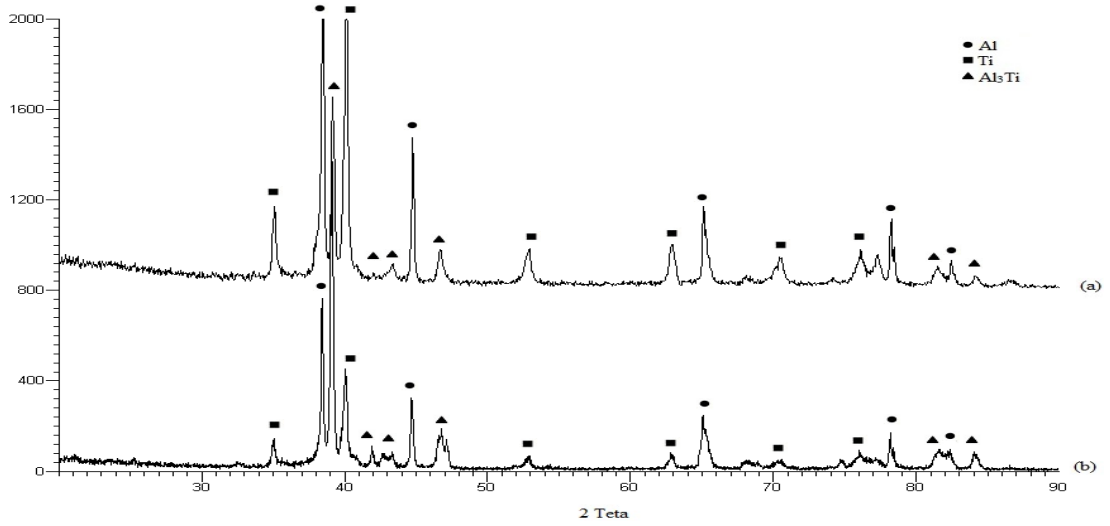
Şekil 6.25. a)Hava, b)Argon, c)Vakum atmosferlerinde 570°C’de sinterlenmiş %50 titanyum içeren numunelerin XRD görüntüleri.

6.2.6.4. Uçucu toz cinsinin etkisi

Şekil 6.26 ve 6.27’de 300°C’de 2 saat önsinterleme işlemi ile uçurulan iki farklı uçucu polimer toz bileşenin bulunduğu %50 ve %70 titanyum oranına sahip numunelerin 570°C sıcaklıkta argon atmosferinde sinterlenmesi sonucu elde edilen XRD faz analizi gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, uçucu toz cinsinin sinterlemeye ve yapıdaki faz oluşumuna etkisinin bulunmadığı gözlenmiştir. Önsinterleme öncesi ve sonrası tartılan numunelerde uçucu toz oranı kadar ağırlıkta kayıp meydana gelmiş, uçucu tozun tamamı uçurularak yapıdan uzaklaştırılmıştır.



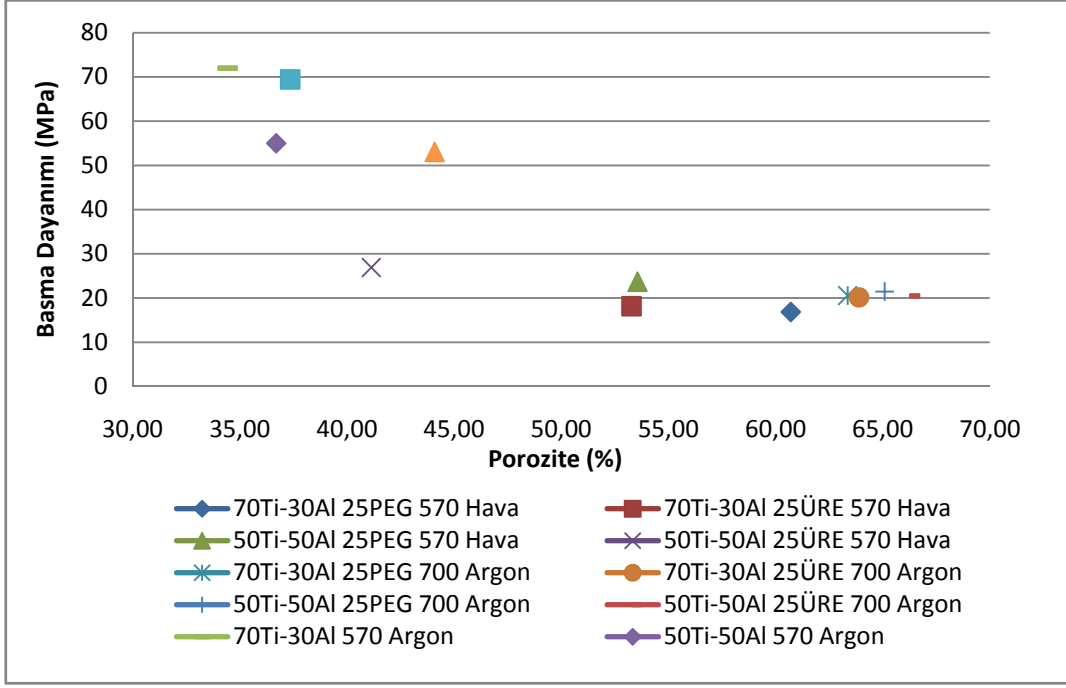
Şekil 6.26. a)PEG içeren, b)PMMA içeren ağırlıkça %50 titanyum bileşenli 570°C argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.



Şekil 6.27. a)PMMA içeren, b)PEG içeren ağırlıkça %70 titanyum bileşenli 570°C argon atmosferinde sinterlenmiş numunelerin XRD görüntüleri.

6.2.7. Basma dayanımı ölçüm sonuçları

Porozitenin mekanik özelliklere etkisinin ters orantılı olduğu bilinmektedir. Yapılan çalışmada şekil 6.28’de görüldüğü gibi, aynı bileşime ve sinterleme koşullarına sahip ikişer numune kıyaslandığında porozite ne kadar artarsa basma dayanımının o derece düştüğü gözlenmektedir. Aynı grafiğe göre, uçucu toz katılmadan üretilen, yapısal mikropora sahip numunelerin porozitelerinin oldukça düşük ve basma dayanımlarının ise bir o kadar yüksek olduğu görülmüştür.



Şekil 6.28. Porozite – basma dayanımı ilişkisi.

Zou ve arkadaşları [70], yaptıkları çalışmada, titanyum tozlarından geleneksel toz metalurjisi yöntemiyle %77 porozite ile 6Mpa basma dayanımına sahip poroz titanyum numune ve titanyum fiberlerinden sinterleme ile %72 poroziteye 60Mpa basma dayanımına sahip numune üretmişlerdir.

Ayrıca Michael F.Ashbey ve diğerlerinin yazdığı “Metal Foams: A Design Guide” isimli kitapta belirttikleri çalışmalara göre 0,1-0,35 göreceli yoğunluğa, yani %65-90 poroziteye sahip poroz alüminyum numuneler için 1,9-14,0MPa basma dayanımına ulaşmışlardır.

Bu çalışmada, XRD çalışmalarından elde edilen bilgiler ile birlikte elde edilen maksimum porozite ve bu poroziteyi karşılayabilecek maksimum basma dayanımı deperlerine sahip numuneler ile uçucu toz ilave edilmemiş başlangıç numunelerinin sinterleme sonrası porozite ve basma dayanımları ile içerdiği fazlar tablo 6.1’de gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, üretilmiş maksimum porozite ve optimum basma dayanımına sahip numune; %50 titanyum oranına sahip, %25 PEG uçucu toz kullanılarak 700°C sıcaklıkta argon atmosferinde sinterlenmiş numune olmuştur ve % 65 poroziteye karşılık 21,49Mpa basma dayanımına sahiptir. Bu numuneden sonra ikinci sayılabilecek en iyi numune; %70 titanyum oranına sahip, %25 PEG uçucu toz kullanılarak 700°C sıcaklıkta argon atmosferinde sinterlenmiş numune olmuştur ve %64 poroziteye karşılık 20,57 MPa basma dayanımına sahiptir.

Çizelge 6.2. En yüksek poroziteye sahip numuneler ile uçucu toz ilave edilmemiş başlangıç numunelerinin sinterleme sonrası basma dayanımı, porozite değerleri ve içerdiği fazlar.

	Bileşen	Uçucu Toz Oranı (Ağırlıkça %)	Yoğunluk (g/cm ³)	Teorik Yoğunluk (g/cm ³)	Göreceli Yoğunluk	Porozite (%)	Basma Dayanımı (MPa)	Spesifik Basma Dayanımı	İçerdiği Fazlar
700 °C Argon	70Ti-30Al	25PEG	1,38	3,76	0,37	63,37	20,57	14,90	Ti, AlTi, AlTi ₃
	70Ti-30Al	25ÜRE	1,36	3,76	0,37	63,90	20,17	14,83	Ti, AlTi, AlTi ₃
	50Ti-50Al	25PEG	1,18	3,38	0,35	65,10	21,49	18,21	Al ₃ Ti, AlTi ₃
	50Ti-50Al	25ÜRE	1,14	3,38	0,34	66,28	20,48	17,96	Al ₃ Ti, AlTi ₃
	50Ti-50Al (MA)	25PEG	1,46	3,38	0,43	56,82	28,03	19,19	Al ₃ Ti, AlTi ₃
	70Ti-30Al	0	2,36	3,76	0,63	37,35	69,44	29,42	Ti, AlTi, AlTi ₃
	50Ti-50Al	0	1,89	3,38	0,56	44,10	53,04	28,06	Al ₃ Ti, AlTi ₃
	50Ti-50Al (MA)	0	2,87	3,38	0,84	15,12	92,17	32,11	Al ₃ Ti, AlTi ₃
570 °C Hava	70Ti-30Al	25PEG	1,48	3,76	0,39	60,71	16,85	11,38	Ti, AlTi ₃
	70Ti-30Al	25ÜRE	1,76	3,76	0,46	53,28	18,17	10,32	Ti, AlTi ₃
	50Ti-50Al	25PEG	1,57	3,38	0,46	53,56	23,71	15,10	Al, Ti, Al ₃ Ti
	50Ti-50Al	25ÜRE	1,99	3,38	0,58	41,14	26,92	13,52	Al, Ti, Al ₃ Ti
	50Ti-50Al (MA)	25PEG	1,62	3,38	0,47	53,12	24,80	15,30	Al, Ti, Al ₃ Ti
	70Ti-30Al	0	2,47	3,76	0,65	35,35	71,99	29,14	Ti, AlTi ₃
	50Ti-50Al	0	2,14	3,38	0,56	44,10	55,01	25,70	Ti, AlTi ₃
	50Ti-50Al (MA)	0	2,77	3,38	0,82	17,05	84,42	30,47	Al, Ti, Al ₃ Ti

(*) Spesifik Basma Dayanımı, hesaplanan basma dayanımının yoğunluğa oranı olarak adlandırılmıştır.

7. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

1. Mekanik alaşımlama süresinin artışı, ağırlıkça %50Ti ve %50Al içeren toz kompozitlerde aglomerasyona neden olmuştur. Ticari saflıkta 50µm partikül boyutuna sahip alüminyum toz ile 40µm partikül boyutuna sahip titanyum tozları kullanılarak 150 dakika MA alaşımlama sonucunda 7 µm partikül boyutuna inilmiştir. 300 dakikadan başlayarak 1200 dakikaya kadar yapılan MA sürelerinde elde edilen tozların partikül boyutları ilk kullanılan elemental tozlardan da büyük hale gelmiştir. Bunun sonucunda partikül boyut dağılım aralıkları genişlemiştir.
2. 150-300-600-1200 dakika gibi 4 farklı sürede gerçekleştirilen MA alaşımlama sonucunda toz kompozitlerin X-ışını difraksiyon paternlerine göre yapıda kullanılan alüminyum ve titanyum tozları arasında tepkime olmamış ve herhangi bir intermetalik faz oluşumu gerçekleşmemiştir.
3. Ağırlıkça %50Ti ve %50Al elemental tozları içeren numunelerin 570°C sıcaklıkta 4 saat sinterlenmesi sonucunda yapısında Al_3Ti , 700°C sıcaklıkta ise Al_3Ti ve $AlTi_3$ intermetalik fazlarının oluşumu XRD faz analizi ile belirlenmiş ve EDS sonuçları ile de doğrulanmıştır. Ağırlıkça %70Ti ve %30Al içeren numunelerin aynı koşullarda sinterlenmesi sonucunda 570°C sıcaklıkta $AlTi_3$, 700°C sıcaklıkta ise $AlTi$ ve $AlTi_3$ intermetalik fazlarının oluşumu XRD faz analizi ile belirlenmiş ve EDS sonuçları ile de doğrulanmıştır.
4. Artan sinterleme sıcaklığı ile intermetalik faz oluşumunun artması sebebiyle porozitenin arttığı, alüminyumun ergime sıcaklığının üstüne çıkıldığında sıvı faz sinterlemesi gerçekleştiğinden 700°C sıcaklıkta ise porozitenin düşük bir oran ile azaldığı ancak sinterleme kabiliyetinin arttığı gözlenmiştir.
5. 600MPa, 300Mpa, 200MPa ve 100MPa basınçlar altında preslenen numunelerden elde edilen bilgiler ışığında tozların kompaktlanma işlemi başarılı olduğu sürece minimum basma yükü ile preslendiğinde porozitenin arttığı görülmüştür.

6. Al-Ti 570°C sıcaklıkta sinterlenmiş numunelerde Ti oranı arttıkça Al₃Ti oluşma ihtimalinin arttığı ve bu oluşum sayesinde mikroyapıda yapısal mikro porların oluştuğu ve ilave işlem yapmaksızın %44'e kadar por elde edildiği belirlenmiştir. Daha dar bir skalada daha fazla Ti oranı olacak şekilde (%60, %70, %80 gibi) toz karışımları denenmelidir.
7. Ağırlıkça % 30Al-70Ti bileşenlerine sahip numunenin yapısında 640°C ve 700°C sıcaklıklarda sinterleme sonucu uzun yarıklar ve büyük çatlaklar görülmüştür. Ayrıca 570°C sıcaklıkta da sahip olduğu porozite oranı, içeriğindeki düşük titanyum oranı sebebiyle yeteri miktarda intermetalik oluşumu gerçekleşmemesi ve alüminyumun yapıda büzüşmesi sebebiyle diğer 2 bileşenle kıyaslandığında oldukça düşük kalmıştır.
8. Tozların sinterleme mekanizması (boyun yapmak, birleşmek, büyümek gibi) etkilenmedikçe; artan uçucu polimer tozu kullanımı ile porozitenin arttığı belirlenmiştir. Daha fazla uçucu polimer tozu kullanarak daha yüksek porozite elde edilebilir.
9. Kullanılan uçucu polimer tozunun partikül boyutu arttıkça, oluşan por boyutunun da arttığı SEM fotoğraflarında gözlenmiştir. İstenilen por şekli ve boyutuna göre uçucu polimer tozu seçilmelidir.
10. Toz partikül boyutu arttıkça bileşime ilave edilebilme oranı artmaktadır. 100µm partikül boyutuna sahip PMMA tozundan verimli olacak şekilde ağırlıkça %10'a kadar konulabilirken, 335µm partikül boyutuna sahip PEG tozundan ağırlıkça %25 konularak verimli bir şekilde işlemler gerçekleştirilebilmiştir. %10'dan fazla ilave edilen PMMA içerikli numuneler sinterleme sonrasında dokunmaksızın partiküllerine ayrılmıştır. Bunun nedeni aynı hacimde boşluk bırakacağı bilinen iki yapısal durum göz önüne alındığında daha küçük boyuttaki porların oluşturacağı yüzey alanı daha büyük olacaktır. Bu durum elemental metal tozlarının sinterleme sırasında birleşimini ve kaynamasını engelleyeceği için fiziksel özelliklerini düşürecektir. Bu durumda istenilen en büyük partikül boyutuna sahip toz kullanılmalıdır ve daha yüksek oranda ilave edilebilir.
11. Önsinterleme öncesi ve sonrasında numunelerin ağırlık ölçümleri sonucunda kullanılan uçucu toz oranı kadar numunede ağırlık düşüşü tespit edilmiş ve uçucu polimer tozlarının tamamıyla yapıdan uzaklaştırıldığı tespit edilmiştir.

- Böylece uçucu polimer tozlarının sonraki işlemlerde yapıya etki etmesi engellendiği gibi maksimum verim ile porozite artırımı gerçekleştirilmiştir.
12. Artan porozite oranı ile basma dayanımının azaldığı görülmüştür. Sinterleme sıcaklığı sabit tutulup, sinterleme süresinin artırılması ile tozların bağlanması artacağından daha yüksek basma dayanımı elde edilebilir.
 13. Mekanik alaşımlama sonucu elde edilen daha düşük partikül boyutuna sahip tozlar ile yapılan üretim sonucunda; uçucu toz ilaveli numunelerde 700°C’de sinterlendiğinde porozitede %8,3 düşüş ve buna karşın basma dayanımında %30 artış, 570°C’de sinterlendiğinde ise porozite aynı kalırken basma dayanımında %5 artış gözlenmiştir. Uçucu toz ilavesi olmayan numunelerde ise porozite %27-29 oranında düşerek %15 seviyesine düşmüş ve buna karşın basma dayanımında %53-73 oranında artış gözlenmiştir. Bu da mekanik alaşımlamanın partikül boyutunu küçültmesi sebebiyle sinterleme kabiliyetini artırdığını göstermektedir.
 14. Uçucu polimer tozu cinsinin poroziteye doğrudan etkisinin olmadığı görülmüştür. Bu sebeple uçucu polimer tozu, partikül boyutuna göre seçilmelidir.
 15. XRD sonuçlarına göre, sinterleme işlemi sonrasında numunelerin yapısında en az 1 çeşit intermetalik faz oluştuğu gözlenmiştir. Böylece poroz alüminyum titanyum intermetalik kompozit üretimi başarıyla gerçekleşmiştir. Ancak 700°C’de sinterleme işlemine tabi tutulan %50 titanyum oranına sahip numunede bulunan alüminyumun ve titanyumun tamamının birleşerek yapının tamamıyla intermetalik olduğu tespit edilmiştir. Bu durumda bu numunenin kompozit değil intermetalikler arası alaşım ya da intermetalikler arası bileşik olarak nitelendirilmesi gerekmektedir.
 16. Toz metalurjisi yöntemiyle üretimde daha düşük partikül boyutunda tozların kullanımı, daha fazla yüzey alanı oluşturması sebebiyle sinter kabiliyetini artırmaktadır. Bu sebeple daha düşük partikül boyutuna ya da mikrofiber gibi daha farklı partikül şekline sahip toz malzemeler kullanılarak daha yüksek basma dayanımı elde edilebilir.
 17. Kullanılan elemental tozlarından farklı alaşım elementi eklenerek porozite ve mekanik özelliklerin iyileştirilmesi sağlanabilir.

18. Bu çalışmada geleneksel toz metalurjisi yöntemleri kullanılmıştır. SPS (Spark Plasma Sintering), HIP (Hot izostatik pres) gibi farklı sinterleme yöntemleri denenerek daha iyi özelliklere sahip numuneler üretilebilir.
19. Elde edilen en iyi özelliklere sahip numunelerin seri üretimi gerçekleştirilerek, anodik oksidasyon gibi çözelti ve ayrıştırma yöntemleri ile porozitenin artırımı sağlanabilir.
20. Elde edilen en iyi özelliklere sahip numunelerin seri üretiminin gerçekleştirilmesinin ardından mikroark oksidasyon yöntemi ile porların çeperleri kaplanarak farklı kullanım alanına sahip malzeme üretilebilir.

KAYNAKLAR

- [1] **Muscat, D.**, 1993. Titanium carbide/Aluminum composites by melt infiltration, *PhD Thesis*, McGill University, Montreal, Canada.
- [2] **Song, G.M., Zhou, Y. and Wang, Y.J.**, 2003. Effect of carbide articles on the ablation properties of tungsten composites, *Materials Characterization*, **50**, 293–303.
- [3] **Tang, H.G., Ma, X.F., Zhao, W., Yan, X.W., Yan, J.M. and Zhu, C.J.**, 2004, Crystallization of mechanically alloyed amorphous W-Mg alloy under high pressure, *Solid State Communications*, **129**, 147-150.
- [4] **Schwartz, M.M.**, 1984. Composite Materials Handbook, McGraw-Hill, Newyork.
- [5] **Schwartz, M.M.**, 1997. Composite Materials-Vol.2.
- [6] **Ahlatçı, H.**, 2003. Alüminyum-Silisyum Karbür Kompozitlerin Mekanik Özelliklerine ve Aşınma Davranışına Takviye Boyutunun ve Matriks Bileşiminin Etkisi, *Doktora Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [7] **Akbulut H.**, 2000. Alümina Fiber Takviyeli Al-Si Metal Matriksli Kompozitlerin Üretimi ve Mikroyapı-Özellik İlişkilerinin İncelenmesi, *Doktora Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [8] **Quinta da Fonseca, J., Cochrane, R.F., Daymond, M.R., Mummery, P.M. and Young, R.M.K.**, 2001. Microyielding effects in high-volume-fraction MMCs, *Advanced Engineering Materials*, **3**, 913-916.
- [9] **Clyne, T.W.**, 2001. Metal matrix composites: matrices and processing, in *Encyclopaedia of Materials: Science and Technology*, Ed. Mortensen, A., Elsevier.
- [10] **Miserez, A., Müller, R., Rossoll, A., Weber, L. and Mortensen, A.**, 2004. Particle reinforced metals of high ceramic content, *Materials Science and Engineering A*, **387-389**, 822-831.
- [11] **Tjong, S.C. and Ma, Z.Y.**, 2000. Microstructural and mechanical characteristics of in situ metal matrix composites, *Materials Science and Engineering*, **29**, 49-113.
- [12] **Stjernstoff, T.**, 2004. Machining of some difficult-to-cut materials with rotary cutting tools, *PhD Thesis*, K.T.H., Stockholm.
- [13] **Chawla, N. and Shen, Y.L.**, 2001. Mechanical behavior of particle reinforced metal matrix composites, *Advanced Engineering Materials*, **3**, 357-370.
- [14] **Chung, D.D.L.**, 2001. Materials for thermal conduction, *Applied Thermal Engineering*, **21**, 1593-1605.
- [15] **Rohatgi, P.**, 1991, Cast-aluminum-matrix composites for automotive applications, *Journal of Materials*, **43**, 10-15.
- [16] **Kainer, K.U.**, 2006. Metal matrix composites-custom made materials for automotive and aerospace engineering, Wiley VCH-Verlag GmbH, Weinheim.
- [17] **Hunt, W.H.**, 2000. Particulate Reinforced MMC's, *Comprehensive Composite Materials*, Amsterdam Elsevier, Editors: Kelly, A. And Zweben, C., **3**, 701-715.

- [18] **Chung, D.D.L., and Zweben, C.**, 2000. Composites for electronic packaging and thermal management comprehensive composite materials, Amsterdam: Elsevier, **6**, 701-725.
- [19] **Lu, G., (Max) Lu, G.Q., Xiao, Z.M.**, 1999. Mechanical Properties of Porous Materials, the Netherlands, Journal of Porous Materials **6**, **359-368**
- [20] **Ashby, M.F., Evans A., Fleck, N.A., Gibson L.J., Hutchinson, J.W., Wadley, H.N.G.**, 2000. Metal Foams: Design Guide, Elsevier, 2000.
- [21] **Ruiz-Navas, E.M., Fogagnolo, J.B., Velasco, J.M., Froyen, L.**, 2006. One Step Production of Aluminium Matrix Composite Powders by Mechanical Alloying, *Composites, A*, **37**, 2114-2120.
- [22] **Arık, H., Bağcı, C.**, 2003. Investigation of Influences of Pressing Pressure and Sintering Temperature on the Mechanical Properties of Al-Al₄C₃ Composite Materials, *Turkish J.Eng.Env.Sci.*, **27**, 53-58.
- [23] **Huda, M.D., Hashmi, M.S.J. and El-Baradie, M.A.**, 1995. MMCs: materials, manufacturing and mechanical properties. *Key Engineering Materials*, **104-107**, 37-64.
- [24] **Eliasson, J., ve Sandström, R.**, 1995. Applications of Aluminium Metal Matrix Composites; *Key Engineering Materials*, **104-107**, 3-36.
- [25] **Meier, M.**, 1994. University of California, Davis.
- [26] **Baron, R.P.**, 1998. The processing and characterization of sintered metal reinforced aluminum matrix composites.
- [27] **Mazumdar, S.**, 2001. Composites manufacturing: materials, product and process engineering, CRS press: Boca Raton, Florida.
- [28] **Şahin, Y.**, 2000. Kompozit malzemelere giriş, Gazi Kitabevi, Ankara.
- [29] **Büyükuncu, G.**, 2000. B₄C/SiC Kompozitlerinin Üretimi, *Y.Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [30] www.rocw.raifoundation.org
- [31] **Huda, M.D., ve Hashmi, M.S.J.**, 1995. Application of aluminium MMCs; *Key Engineering Materials*, **104-107**, 37-64.
- [32] **Subaşı, E.**, 2005. MA Yöntemiyle W esaslı toz malzemelerin sentezlenmesi ve sinterleme davranışları, *Y.Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [33] **Ibrahim, I.A., Mohamed, F.A. and Lavernia, E.J.**, 1991. Particulate reinforced MMCs-a review, *J. of Mat. Sc.*, **26**, 1137-1156.
- [34] <http://www.emtworldwide.com/article.aspx?ArticleID=8519>, Intermetallics, 10.09.2004
- [35] <http://www.kmm-vin.com/Research/Intermetallics/tabid/66/Default.aspx>, Intermetallics, 19.09.2008
- [36] **Liu, Y.B., Lim, S.C., Lu, L. and Lai, M.O.**, 1994. Recent development in the fabrication of metal matrix particulate composites using powder metallurgy techniques. *Journal of Materials Science*, **29**, 1999-2007.
- [37] **Askeland, D.R.**, 1984. The Science and Engineering of Materials, Brooks/Cole Engineering Division, CA.
- [38] **Lindroos, V.K., Hellman, J.T., Lou, D., Nowak, R., Pagounis, E., Liu, X.W. and Penttinen, I.M.**, 2004. Designing with metal matrix composites, in *Handbook of Mechanical Alloy Design*, Eds. Totten, G.E., Xie, L. and Funatani, K, M. Dekker, New York.
- [39] **Rodriguez, J.A., Gallardo, J.M., Herrera, E.J.**, 1997. *Journal of Materials Science*, **32**, 3535-3539.

- [40] **Newkirk, J.W. and Kosher, R.A.**, 2004. Designing with powder metallurgy alloys, in *Handbook of Mechanical Alloy Design*, Eds. Totten, G.E., Xie, L. and Funatani, K, M. Dekker, Newyork.
- [41] **Upadhyaya, G.S.**, 2000. Sintered Metallic and Ceramic Materials: Preparation, Properties, and Applications, Wiley, New York.
- [42] www.turktoz.gazi.edu.tr/en_makale_files/image018.jpg
- [43] **Kang, S.J.L.**, 2005. Sintering: Densification, Grain Growth and Microstructure, Elsevier.
- [44] **Chen, I.W. and Wang, X.H.**, 2000. Sintering dense nanocrystalline ceramics without final-stage grain growth, *Nature*, **404**, 168-171.
- [45] **Kurt, A.O.**, 2000. Toz Metalurjisi ders notları, Sakarya Üniversitesi, Sakarya.
- [46] **Liu, P.S., Liang, K.M.**, Functional materials of porous metals made by P/M, electroplating and some other techniques, Beijing, China.
- [47] **Suryanarayana, C.**, 2001. Mechanical alloying and milling, *Progress in Materials and Science*, **46**, 1-184.
- [48] **Suryanarayana, C., Ivanov, E. and Boldyrev, V.V.**, 2001. The science and technology of mechanical alloying, *Materials Science and Engineering A*, **304-306**, 151-158.
- [49] **Öveçoğlu, M.L.**, 1987. Development of a dispersion-strengthened Al-Fe-Ce alloy by mechanical alloying and related theoretical modeling of dislocations in composite materials. *PhD Thesis*, Stanford University, Los Angeles, CA .
- [50] **Benjamin, J.S.**, 1992. Fundamentals of mechanical alloying. *Materials Science Forum*, **88-90**, 1-18.
- [51] **Delogu, F., Orrù, R. and Cao, G.**, 2003. A novel macrokinetic approach for mechanochemical reactions, *Chemical Engineering Science*, **58**, 815-821.
- [52] **Goff, A.**, 2003. Modeling and synthesis of a piezoelectric ceramic-reinforced metal matrix composites. *MS Thesis*, Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, VA.
- [53] **Lee, Z.**, 2003. Deformation of bulk nanocrystalline aluminum alloys, *PhD Thesis*, University of Southern California, Los Angeles, CA.
- [54] **Fecht, H.J.**, 2002. Nanostructured materials and composites prepared by solid state processing, in *Nanostructured Materials: Processing, Properties and Potential Applications*, Ed. Koch, C.C., Noyes Publications, Newyork.
- [55] **Ryu, H.J., Hong, S.H. and Baek, W.H.**, 2000. Microstructure and mechanical properties of mechanically alloyed and solid-state sintered tungsten heavy alloys, *Materials Science and Engineering A*, **291**, 91-96.
- [56] **Wu, S.**, 1996. Synthesis of NiAl-AlN Composite by Mechanical Alloying, *PhD Thesis*, Illinois Institute of Technology, Chicago, Illinois.
- [57] **Abouelmagd, G.**, 2004. Hot deformation and wear resistance of P/M aluminium metal matrix composites, *J.of Mat.Pross. Techn.*, **155-156**, 1395-1401.
- [58] **Schröder, J. and Kainer, K.U.**, 1991. Magnesium-base hybrid composites prepared by liquid infiltration, *Mater.Sci.Eng. A*, **135**, 33-36.
- [59] www.world-aluminum.org/production/processing/properties.html, 24.09.2008
- [60] tr.wikipedia.org/wiki/Titanyum, 24.09.2008

- [61] **Günyüz, M.**, 2007. Titanyum alaşımlarının mikroark oksidasyonu, *Y.Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [62] <http://www.inchem.org/documents/icsc/icsc/eics1517.htm>, 07.10.2008
- [63] <http://msds.chem.ox.ac.uk/PO/polyethylene.html>, 07.10.2008
- [64] <http://www.solidstrip.co.uk/msds/MSDSUreaEurope.pdf>, 07.10.2008
- [65] <http://esales.lgmma.com:2104/upload/product/1219032135445.pdf>, 07.10.2008
- [66] http://egitek.meb.gov.tr/dersdesmer/son_deney/deneyler/deney63.htm, 28.12.2008.
- [67] **Romanov, G.N., Tarasov, P.P., D'yachkovskiy, P.K., Savitskü, A.P., Martsunova, L.S.**, Liquid-Phase Sintering of Al with Addition of Ti.
- [68] **Peng, L.M., Wang, J.H., Li, H., Zhao, J.H., He, L.H.**, Synthesis and microstructural characterization of Ti–Al₃Ti metal–intermetallic laminate (MIL) composites
- [69] **Chianeh, V.A., Hosseini, H.R., Nofar, M.**, Micro structural features and mechanical properties of Al–Al₃Ti composite fabricated by in-situ powder metallurgy route
- [70] **Zou, C., Zhang, E., Li, M., Zeng, S.**, Preparation, microstructure and mechanical properties of porous titanium sintered by Ti fibres

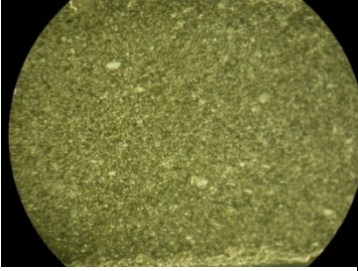
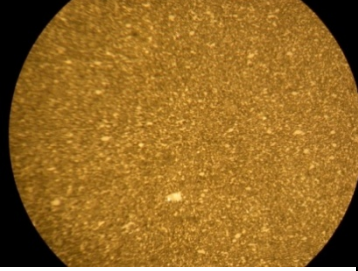
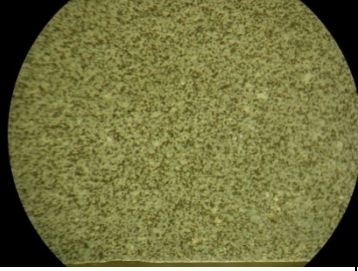
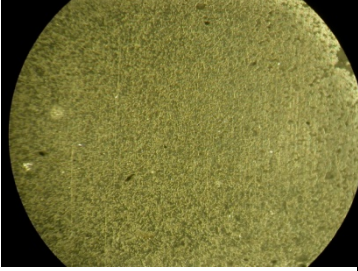
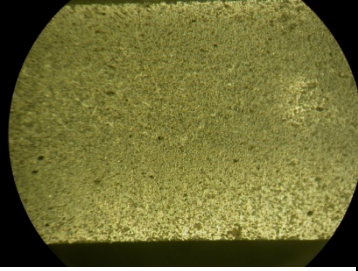
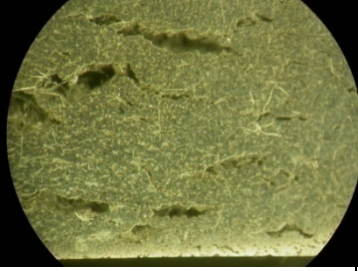
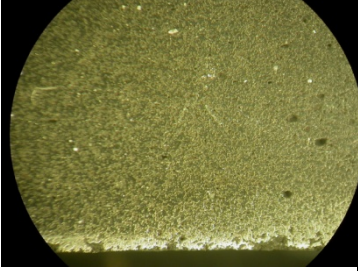
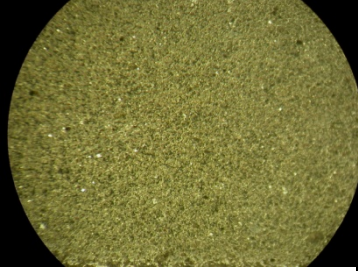
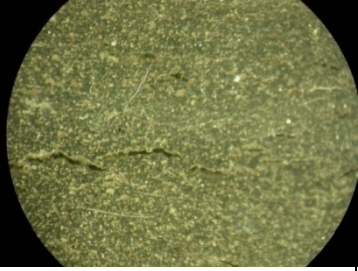
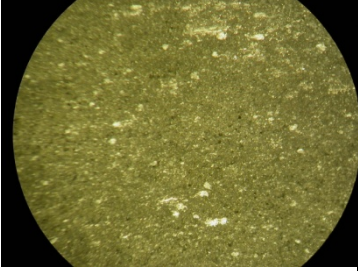
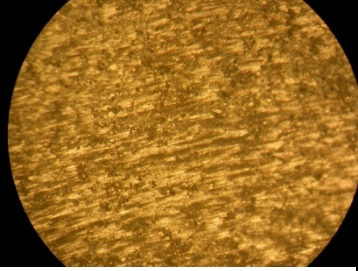
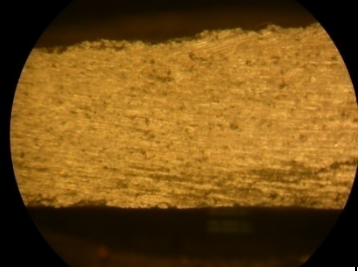
EKLER

Çizelge A1. Deneysel çalışma sonucu elde edilen datalar.

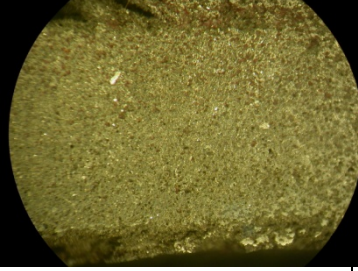
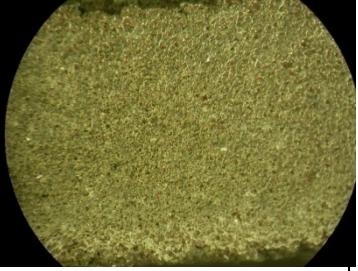
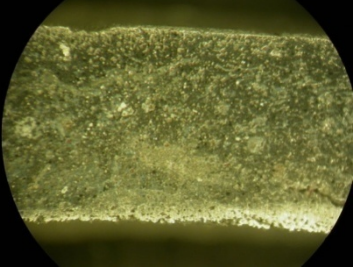
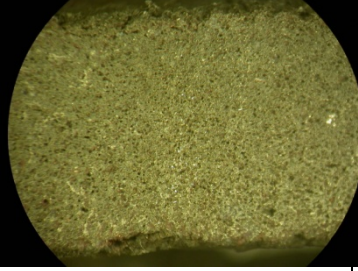
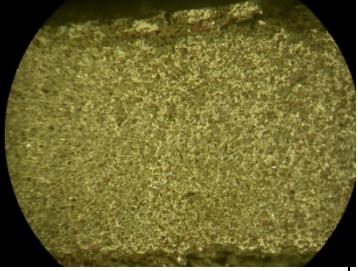
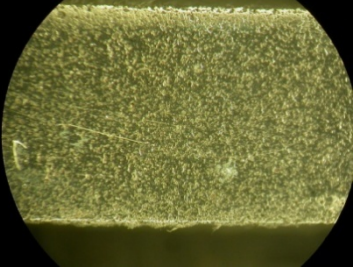
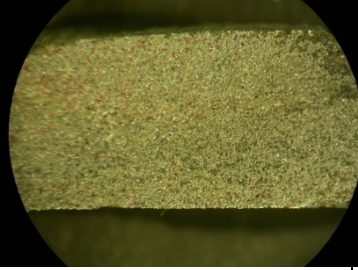
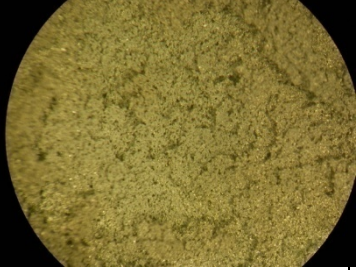
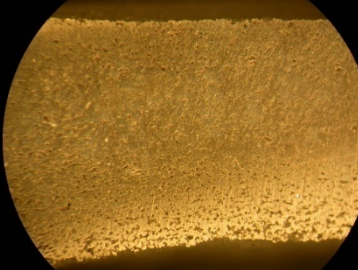
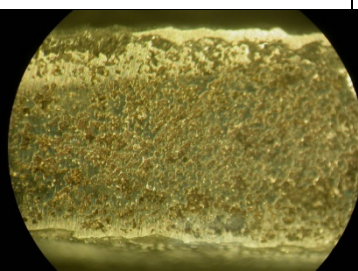
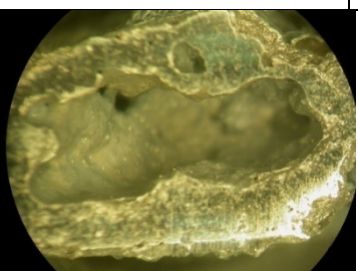
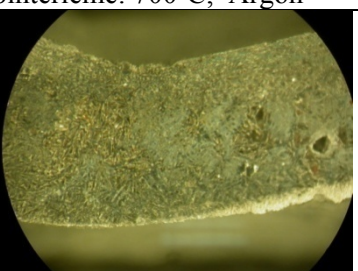
Bileşen (Ağırlıkça)	Uçucu Toz (Ağırlıkça)	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Sinterleme Atmosferi	Presleme Basıncı (MPa)	Yoğunluk (g/cm ³)	Porozite (%)
70Ti-30Al		570	Argon	600	2,47	34,43
50Ti-50Al		570	Argon	600	2,14	36,70
30Ti-70Al		570	Argon	600	2,3	25,03
70Ti-30Al		640	Argon	600	2,34	37,88
50Ti-50Al		640	Argon	600	1,76	47,94
30Ti-70Al		640	Argon	600	2,15	29,92
70Ti-30Al		700	Argon	600	2,36	37,35
50Ti-50Al		700	Argon	600	1,89	44,10
30Ti-70Al		700	Argon	600	Ölçülemedi	Ölçülemedi
70Ti-30Al	5PMMA	570	Argon	600	1,77	53,02
50Ti-50Al	5PMMA	570	Argon	600	1,78	47,35
30Ti-70Al	5PMMA	570	Argon	600	2,02	34,16
70Ti-30Al	10PMMA	640	Argon	300	1,91	49,30
50Ti-50Al	10PMMA	640	Argon	300	1,78	47,35
30Ti-70Al	10PMMA	640	Argon	300	2,35	23,40
70Ti-30Al	10PMMA	640	Argon	200	1,71	54,61
50Ti-50Al	10PMMA	640	Argon	200	1,63	51,79
30Ti-70Al	10PMMA	640	Argon	200	2,14	30,25
70Ti-30Al	10PMMA	640	Hava	100	2,47	34,43
50Ti-50Al	10PMMA	640	Hava	100	2,10	37,80
30Ti-70Al	10PMMA	640	Hava	100	2,21	27,97
70Ti-30Al	15PEG	640	Hava	100	2,42	35,76
70Ti-30Al	10PEG	640	Hava	100	2,29	39,21
50Ti-50Al	15PEG	640	Hava	100	2,14	36,70
50Ti-50Al	10PEG	640	Hava	100	1,87	44,69
50Ti-50Al	5PEG	640	Hava	100	1,79	47,05
70Ti-30Al	15PEG	700	Argon	100	1,51	59,92
70Ti-30Al	10PEG	700	Argon	100	1,87	50,36
50Ti-50Al	15PEG	700	Argon	100	1,53	54,74
50Ti-50Al	10PEG	700	Argon	100	1,56	53,86

Çizelge A2. Deneysel çalışma sonucu elde edilen datalar.

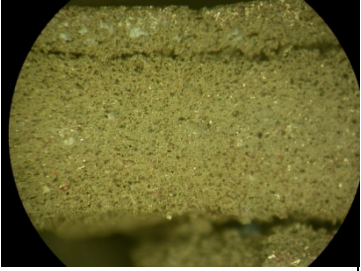
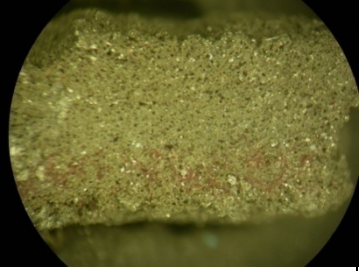
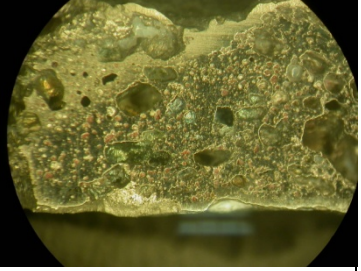
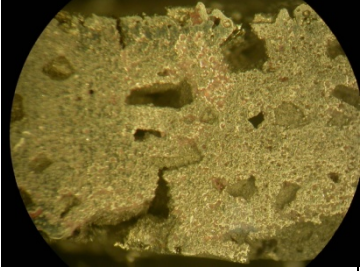
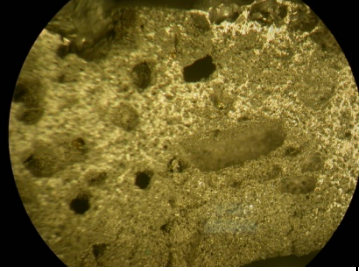
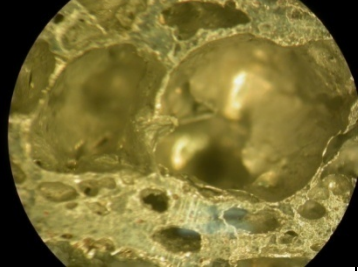
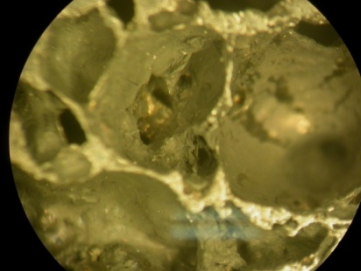
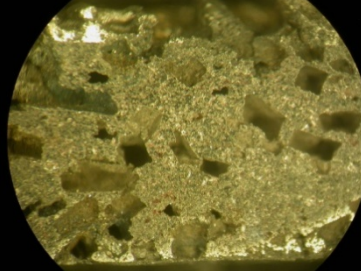
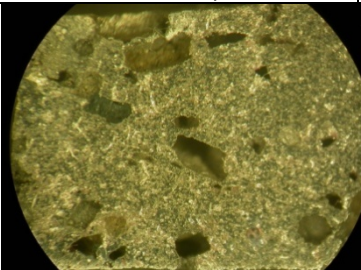
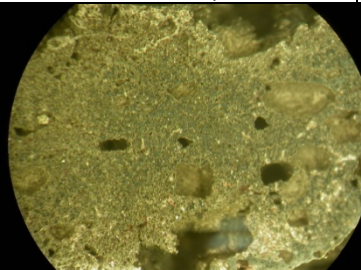
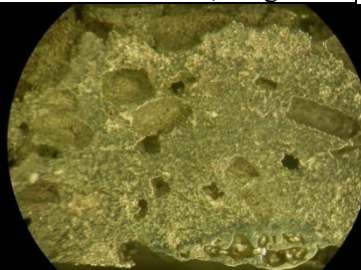
Bileşen (Ağırlıkça)	Uçucu Toz (Ağırlıkça)	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Sinterleme Atmosferi	Presleme Basıncı (MPa)	Yoğunluk (g/cm³)	Porozite (%)
50Ti-50Al	5PEG	700	Argon	100	1,65	51,19
70Ti-30Al	15PEG	640	Argon	100	1,34	64,43
70Ti-30Al	10PEG	640	Argon	100	1,67	55,67
50Ti-50Al	15PEG	640	Argon	100	1,30	61,55
50Ti-50Al	10PEG	640	Argon	100	1,49	55,93
50Ti-50Al	5PEG	640	Argon	100	1,52	55,04
70Ti-30Al	15PEG	570	Argon	100	1,45	61,51
70Ti-30Al	10PEG	570	Argon	100	1,84	51,16
50Ti-50Al	15PEG	570	Argon	100	1,63	51,79
50Ti-50Al	10PEG	570	Argon	100	1,77	47,65
50Ti-50Al	5PEG	570	Argon	100	1,95	42,32
70Ti-30Al	15PEG	570	Vakum	100	1,56	58,59
70Ti-30Al	10PEG	570	Vakum	100	1,97	47,71
50Ti-50Al	15PEG	570	Vakum	100	1,57	53,56
50Ti-50Al	10PEG	570	Vakum	100	1,74	48,53
50Ti-50Al	5PEG	570	Vakum	100	2,00	40,84
70Ti-30Al	15PEG	570	Hava	100	1,84	51,16
70Ti-30Al	10PEG	570	Hava	100	2,04	45,85
50Ti-50Al	15PEG	570	Hava	100	1,75	48,24
50Ti-50Al	10PEG	570	Hava	100	1,86	44,98
50Ti-50Al	5PEG	570	Hava	100	2,14	36,70
70Ti-30Al	25PEG	570	Hava	100	1,48	60,71
70Ti-30Al	25ÜRE	570	Hava	100	1,76	53,28
70Ti-30Al	25PE	570	Hava	100	Ölçülemedi	Ölçülemedi
50Ti-50Al	25PEG	570	Hava	100	1,57	53,56
50Ti-50Al	25ÜRE	570	Hava	100	1,99	41,14
50Ti-50Al	25PE	570	Hava	100	1,00	70,42
70Ti-30Al	25PEG	700	Argon	100	1,38	63,37
70Ti-30Al	25ÜRE	700	Argon	100	1,36	63,90
70Ti-30Al	25PE	700	Argon	100	1,26	66,55

		
Bileşen: 70Ti-30Al; Presleme: 600MPa Sinterleme: 570°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al; Presleme: 600MPa Sinterleme: 570°C, Argon	Bileşen: 30Ti-70Al; Presleme: 600MPa Sinterleme: 570°C, Argon
		
Bileşen: 70Ti-30Al; Presleme: 600MPa Sinterleme: 640°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al; Presleme: 600MPa Sinterleme: 640°C, Argon	Bileşen: 30Ti-70Al; Presleme: 600MPa Sinterleme: 640°C, Argon
		
Bileşen: 70Ti-30Al; Presleme: 600MPa Sinterleme: 700°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al; Presleme: 600MPa Sinterleme: 700°C, Argon	Bileşen: 30Ti-70Al; Presleme: 600MPa Sinterleme: 700°C, Argon
		
Bileşen: 70Ti-30Al-5PMMA; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al-5PMMA; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Argon	Bileşen: 30Ti-70Al-5PMMA; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Argon

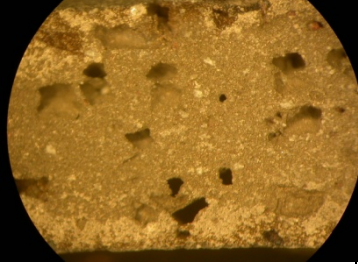
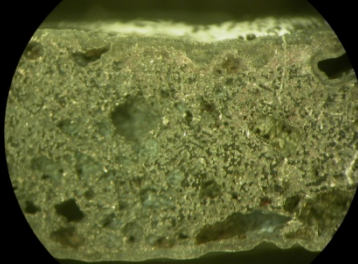
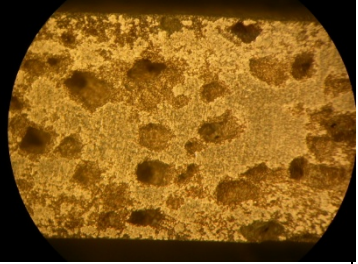
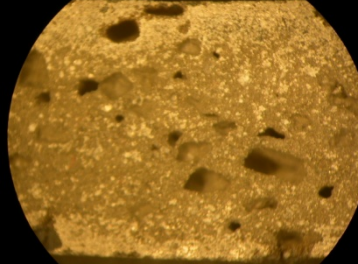
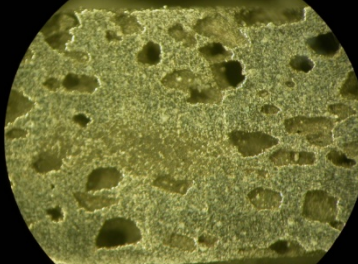
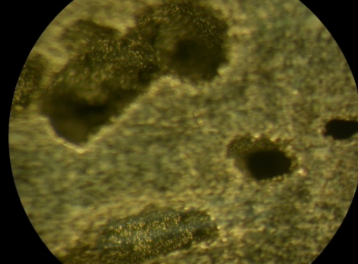
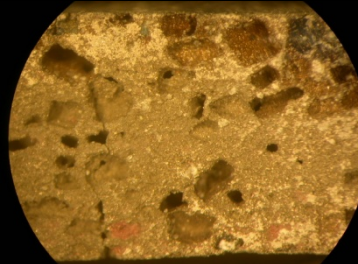
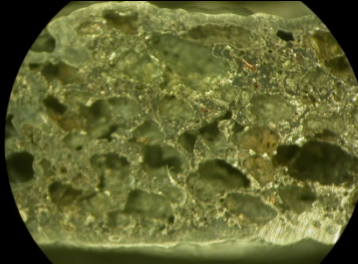
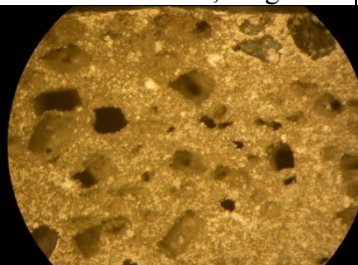
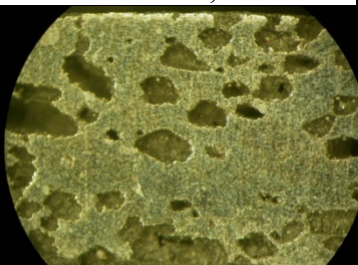
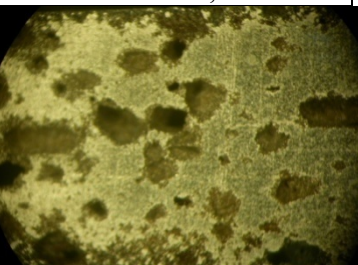
Şekil 1.1. Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen numunelerin mikroyapı fotoğrafları ve bilgileri.

		
Bileşen: 70Ti-30Al-10PMMA; Presleme: 300MPa Sinterleme: 640°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al-10PMMA; Presleme: 300MPa Sinterleme: 640°C, Argon	Bileşen: 30Ti-70Al-10PMMA; Presleme: 300MPa Sinterleme: 640°C, Argon
		
Bileşen: 70Ti-30Al-10PMMA; Presleme: 200MPa Sinterleme: 640°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al-10PMMA; Presleme: 200MPa Sinterleme: 640°C, Argon	Bileşen: 30Ti-70Al-10PMMA; Presleme: 200MPa Sinterleme: 640°C, Argon
		
Bileşen: 70Ti-30Al-10PMMA; Presleme: 100MPa Sinterleme: 700°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al-10PMMA; Presleme: 100MPa Sinterleme: 700°C, Argon	Bileşen: 30Ti-70Al-10PMMA; Presleme: 100MPa Sinterleme: 700°C, Argon
		
Bileşen: 70Ti-30Al-10PMMA; Presleme: 100MPa Sinterleme: 640°C, Hava	Bileşen: 50Ti-50Al-10PMMA; Presleme: 100MPa Sinterleme: 640°C, Hava	Bileşen: 30Ti-70Al-10PMMA; Presleme: 100MPa Sinterleme: 640°C, Hava

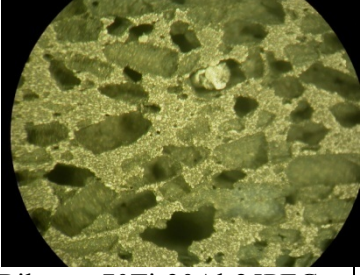
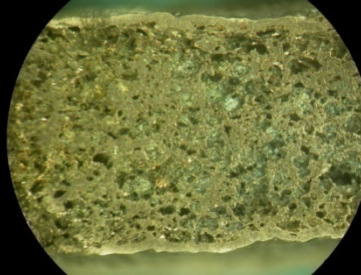
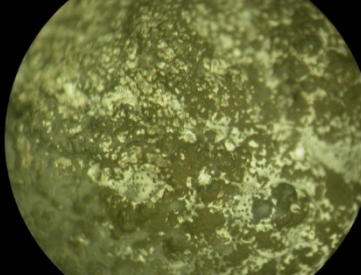
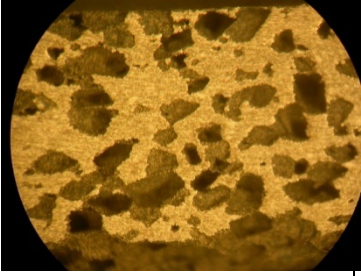
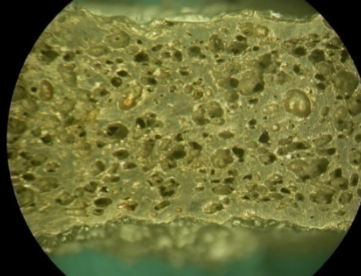
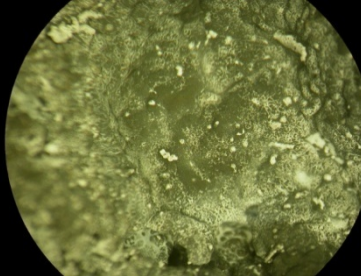
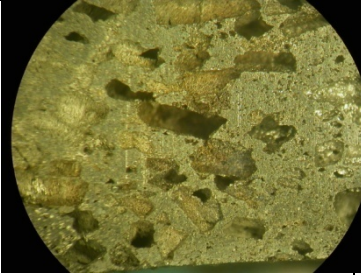
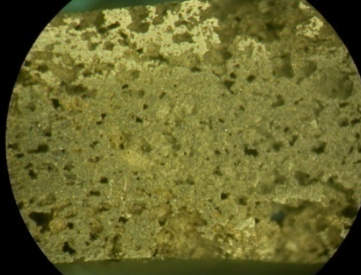
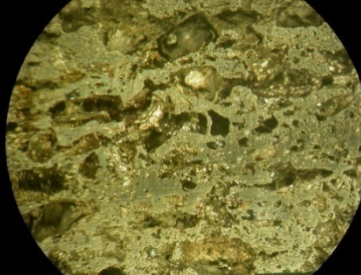
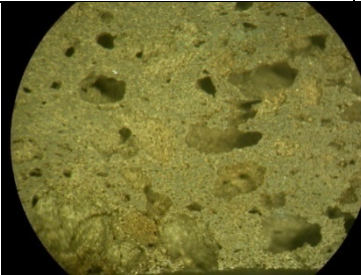
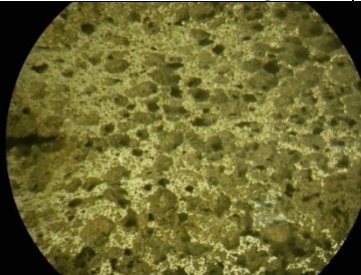
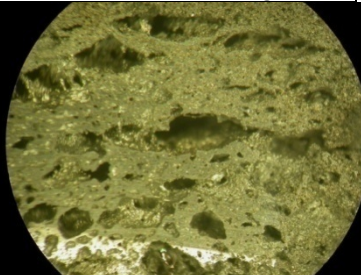
Şekil 1.2. Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen numunelerin mikroyapı fotoğrafları ve bilgileri.

		
Bileşen: 50Ti-50Al-15PMMA; Presleme: 300MPa Sinterleme: 640°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al-15PMMA; Presleme: 200MPa Sinterleme: 640°C, Argon	Bileşen: 70Ti-30Al-15PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 640°C, Hava
		
Bileşen: 70Ti-30Al-10PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 640°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al-10PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 640°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al-15PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 640°C, Hava
		
Bileşen: 70Ti-30Al-10PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 640°C, Hava	Bileşen: 50Ti-50Al-10PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 640°C, Hava	Bileşen: 70Ti-30Al-15PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 700°C, Argon
		
Bileşen: 70Ti-30Al-10PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 700°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al-10PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 700°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al-15PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 700°C, Argon

Şekil 1.3. Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen numunelerin mikroyapı fotoğrafları ve bilgileri

		
Bileşen: 70Ti-30Al-10PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Argon	Bileşen: 70Ti-30Al-10PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Hava	Bileşen: 70Ti-30Al-10PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Vakum
		
Bileşen: 50Ti-50Al-10PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al-10PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Hava	Bileşen: 50Ti-50Al-10PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Vakum
		
Bileşen: 70Ti-30Al-15PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Argon	Bileşen: 70Ti-30Al-15PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Hava	Bileşen: 70Ti-30Al-15PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Vakum
		
Bileşen: 50Ti-50Al-15PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al-15PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Hava	Bileşen: 50Ti-50Al-15PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Vakum

Şekil 1.4. Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen numunelerin mikroyapı fotoğrafları ve bilgileri.

		
Bileşen: 70Ti-30Al-25PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Hava	Bileşen: 70Ti-30Al-25Üre; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Hava	Bileşen: 70Ti-30Al-25PE; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Hava
		
Bileşen: 50Ti-50Al-25PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Hava	Bileşen: 50Ti-50Al-25Üre; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Hava	Bileşen: 50Ti-50Al-25PE; Presleme: 100MPa Sinterleme: 570°C, Hava
		
Bileşen: 70Ti-30Al-25PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 700°C, Argon	Bileşen: 70Ti-30Al-25Üre; Presleme: 100MPa Sinterleme: 700°C, Argon	Bileşen: 70Ti-30Al-25PE; Presleme: 100MPa Sinterleme: 700°C, Argon
		
Bileşen: 50Ti-50Al-25PEG; Presleme: 100MPa Sinterleme: 700°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al-25Üre; Presleme: 100MPa Sinterleme: 700°C, Argon	Bileşen: 50Ti-50Al-25PE; Presleme: 100MPa Sinterleme: 700°C, Argon

Şekil 1.5. Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen numunelerin mikroyapı fotoğrafları ve bilgileri.

ÖZGEÇMİŞ

Ad Soyad: Aydın Burak BİÇER

Doğum Yeri ve Tarihi: Çapa / İSTANBUL, 07.03.1983

Lisans Üniversitesi: Yıldız Teknik Üniversitesi, Kimya-Metalurji Fakültesi,
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Aydın Burak BİÇER, 07 Mart 1983’ de İstanbul’ da doğdu. 1997 yılında girdiği Hasan Polatkan Anadolu Lisesi’nden 2001 yılında mezun olduktan sonra Yıldız Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünde lisans eğitime başladı. Lisans eğitimini 2006 yılında tamamlamasının ardından aynı yıl İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Malzeme Mühendisliği bölümünde yüksek lisans eğitime başladı. Yüksek lisans eğitimi süresince İTÜ Partikül Malzemeler Laboratuvarı’nda ve İTÜ Mekanik Metalurji Laboratuvarı’nda araştırmacı olarak çalışmalarına devam etti.