

75047

aygırmı
2 AR 17
29-12-98
Zincirli
Zincirli

**GAZ ENJEKSİYON VE ELEMENTEL KARBON
İLAVESİ YÖNTEMLERİ İLE TiC TAKVİYELİ
ALÜMİNYUM MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRETİMİ**

DOKTORA TEZİ

Y. Müh. Işıl ÇEVİKER KERTİ

75047

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 29 Eylül 1998

Tezin Savunulduğu Tarih : 14 Aralık 1998

Tez Danışmanı : Prof. Dr. H. Erman TULGAR

Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Ahmet TOPUZ

Prof. Dr. İbrahim YUSUEOĞLU

Prof. Dr. Niyazi ERUSLU

Prof. Dr. Yılmaz TAPTIK

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KOMPOZİT ÜRETİMİ

ARALIK 1998

ÖNSÖZ

Doktora tezimin yönetimini üstlenen, sayın hocam Prof. Dr. H. Erman TULGAR'a, maddi ve manevi destek vererek çalışmalarımın tamamlanmasını sağlayan değerli hocam Prof. Dr. Ahmet TOPUZ'a ve çalışmalarım sırasında yardım ve önerilerini esirgemeyen hocam Prof. Dr. Müzeyyen MARŞOĞLU'na teşekkür ederim.

SEM çalışmalarına değerli katkılarıyla yardımcı olan hocam Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN'e, X-ışınları çalışmalarımı gerçekleştirmemi sağlayan hocam Doç Dr. Erdem DEMİRKESEN'e ve Tek. Hüseyin SEZER'e teşekkür ederim.

Tez çalışmalarım sırasında anlayış ve desteklerini gördüğüm Y.T.Ü. Metalurji Mühendisliği Bölümündeki tüm hocalarıma, araştırma görevlisi arkadaşlarıma, ve diğer çalışanlarına, kimyasal analizleri büyük bir titizlikle gerçekleştiren Kim. Müh. Uz. Menekşe AKIN'a ve fotoğraflarımın çekiminde yardımcı olan Öğ. Gör. Ömer AKDOĞAN'a teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmamda kullandığım malzemelerin temininde yardımcı olan ASSAN ALÜMİNYUM A.Ş'ye ve sayın Met. Müh. Erol ÖZDENE teşekkür ederim.

Çalışmalarım sırasında gösterdiği destek için değerli eşim Bilal KERTİ'ye ve gösterdiği sabır için biricik kızım Sevgi KERTİ'ye teşekkürlerimi sunarım.

Eylül 1998

Yük. Müh. Işıl ÇEVİKER KERTİ

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ	ii
SEMBOL LİSTESİ	vi
ŞEKİL LİSTESİ	vii
TABLO LİSTESİ	xi
ÖZET	xii
SUMMARY	
BÖLÜM 1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
BÖLÜM 2. METAL MATRİKSLİ KOMPOZİTLER	5
2.1 Metal Matrisli Kompozitlerin Özellikleri ve Kullanım Alanları	5
2.2 Metal Matrisli Kompozit Malzemelerde Kullanılan Takviye Fazlar	11
2.3 Metal Matrisli Kompozit Malzemelerde Matris-Takviye Faz Arayüzey İlişkisi	16
2.3.1 Arayüzey Bağ Çeşitleri	19
2.3.1.1 Mekanik Bağ	19
2.3.1.2 Kimyasal Bağ	20
2.3.1.2.1 Yeniden Çözünme ve Islatabilirlik Bağı	20
2.3.1.2.2 Reaksiyon Bağı	20
BÖLÜM 3. METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ	23
3.1-Tozmetalurjik Yöntem	23
3.2- Basınçlı İnfiltrasyon Yöntemi	24

3.3- Basınçsız İnfiltrasyon Yöntemi	24
3.4- Sprey Çöktürme Yöntemi	24
3.5- Ergiyik Metal Yöntemi (Vortex yöntemi)	24
3.6- Takviye Fazın Ergiyik Metal İçinde Çekirdeklendirildiği (In-situ Production) Yöntemler	25
3.6.1 Karışık Tuz Reaksiyonları Yöntemi	25
3.6.2 DIMAX (Yönlendirilmiş Metal Oksidasyonu/Nitrasyonu)	26
3.6.3- XD TM Yöntemi (Sıvı-Katı Reaksiyonları)	26
BÖLÜM 4. GAZ ENJEKSİYON YÖNTEMİ İLE TiC TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRETİMİ	28
4.1 Üretim Yöntemi	30
4.2 TiC Oluşumunun Kinetiği	34
BÖLÜM 5. ELEMENTEL KARBON İLAVESİ İLE TiC TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRETİMİ	37
5.1 Üretim Yöntemi	38
5.2 Termodinamik İnceleme	39
5.3 Elementel Karbonun Matris Malzemesi Tarafından İslatılabilirliği	45
BÖLÜM 6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	48
6.1 Deneylerde Kullanılan Malzemeler	48
6.2. Kullanılan Cihaz ve Aletler	52
6.3 Deneylerin Yapılışı	54
6.3.1. Gaz Enjeksiyon Yöntemi	54
6.3.2 Elementel Karbon İlavesi	55
BÖLÜM 7. DENEY SONUÇLARI	57
7.1 Gaz Enjeksiyon Yöntemi ile TiC Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompozit Üretimi Deney Sonuçları	57

7.2 Elementel Karbon İlavesi Yöntemi ile TiC Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompozit Üretimi Deney Sonuçları	64
7.3 Kırılma Yüzeylerinin İncelemesi	79
BÖLÜM 8. DENEY SONUÇLARININ İRDELENMESİ	82
8.1 Gaz Enjeksiyon Yöntemi ile TiC Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompozit Üretimi Deney Sonuçlarının İrdelenmesi	82
8.2 Elementel Karbon İlavesi İle TiC Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompozit Üretimi Deney Sonuçlarının İrdelenmesi	84
8.3 Kırılma Sonuçlarının İrdelenmesi	90
BÖLÜM 9. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	92
KAYNAKLAR	96
EKLER	98
ÖZGEÇMİŞ	105

SEMBOL LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
ε : Isıl uyumsuzluk gerinmesi	12
$\Delta\alpha$: Isıl genleşme katsayısı arasındaki fark	12
ΔT : Sıcaklık değişimi (K)	12
T_m : Ergime sıcaklığı (K)	12
ΔG : Gibbs standart serbest enerji değişimi (J/mol)	14
θ : Islatılabilirlik, temas açısı	17
γ_{ks} : Katı-sıvı 1 arayüzey kuvveti	17
γ_{sg} : Sıvı-gaz arayüzey kuvveti	17
γ_{kg} : Katı-gaz arayüzey kuvveti	17
W_{ks} : Adhezyon işi	17
R : Gaz sabiti (J/mol K)	30
T : Sıcaklık (K)	30
P_{CH_4} : Metanın kısmi basıncı (Pa)	31
P_{H_2} : Hidrojenin kısmi basıncı (Pa)	31
d_b : Kabarcık çapı	34
d_0 : Orifis çapı	34
ρ_l : Sıvının yoğunluğu (g/cm ³)	34
ρ_g : Kabarcık halindeki gazın yoğunluğu (g/cm ³)	34
σ : Sıvının yüzey enerjisi	34
Re : Reynolds sayısı	34

V_g	: Gaz akış hızı	34
δ	: Sınır tabakasının kalınlığı	35
(D_{Ti-Al})	: Sıvı alüminyum içindeki titanyumun difüzyon katsayısı	35
$C_{Ti,b}$	:Bulk halde titanyum konsantrasyonu	35
$C_{Ti,e}$	: Titanyumun arayüzey denge konsantrasyonu	35
k_B	: Boltzman sabiti	36
R	: Titanyum iyonunun çapı	36
η	: Sıvı ergiyiğin vizkozitesi	36
x	: Kabarcık çapı	36
t_r	: TiC reaksiyonunun oluşum süresi	36
γ_{Ti}^h	: Titanyumun aktivasyon sabiti	41
M_{Al}	: Alüminyumun atom ağırlığı (g/atom)	41
M_{Ti}	: Titanyum atom ağırlığı (g/atom)	41
ΔG^E	: Gibbs aşırı enerjisi (J/mol sol)	41
X_{Al}	: Alüminyumun mol kesri	41
X_{Ti}	: Titanyumun mol kesri	41
$\Delta \bar{G}_{Ti}^E$	: Titanyum elementinin Gibbs aşırı enerjisi (J/mol Ti)	41
C_C	: Karbonun ağırlık yüzdesi (%Ağ.)	43
X_C	: Karbonun mol kesri	43
M_C	: Karbonun atom ağırlığı (g/atom)	43
K	: Denge sabiti	44

ŞEKİL LİSTESİ

		<u>Sayfa No</u>
Şekil 2.1	Binek otomobillerde, yakıt tüketimi ile ilgili olarak ileriye dönük beklentiler.	8
Şekil 2.2	Binek otomobillerinde motor gücü ile ağırlığı arasındaki ilişki, A: gri dökme demir silindir gömleği, B: gri dökme demir gömlekli, alüminyum silindir bloğu, C: alüminyum matrisli silindir. bloğu.	9
Şekil 2.3	Gaz türbini ve motorunda ileriye dönük beklentiler. KTEK: Karbon takviyeli epoksi reçineler, MAK: Metal matrisli kompozitler, SAK: Seramik matrisli kompozitler .	10
Şekil 2.4	Karbür, borür, nitrür ve oksitlerin ergime sıcaklıkları.	13
Şekil 2.5	46 adet bileşiğin oluşum serbest enerjileri.	14
Şekil 2.6	Bileşiklerin ergime sıcaklığı ile oluşum serbest enerjileri arasındaki ilişki	16
Şekil 2.7	Sıvı, katı ve gaz fazları arasında oluşmuş temas açısı ve oluşan arayüzey kuvvetleri.	18
Şekil 3.1	XD TM yönteminin şematik gösterimi.	27
Şekil 4.1	Gaz enjeksiyon yönteminin şematik şekli.	31
Şekil 4.2	Gaz enjeksiyon yönteminde meydana gelen olayları gösteren akış şeması.	32
Şekil 4.3	CH ₄ ayrışmasının sıcaklık ile değişimi.	33
Şekil 4.4	Al+%10Ti ile C arasındaki denge diyagramı	34
Şekil 4.5	Sınır tabakasına ve babil yüzeyine doğru Ti difüzyonu.	35
Şekil 5.1	Al-Ti denge diyagramı.	38
Şekil 5.2	Elementel karbon ilavesi ile kompozit üretiminin şematik gösterimi.	39
Şekil 5.3	Al-Ti-C üçlü denge diyagramı.	40

Şekil 5.4	Sıcaklığın fonksiyonu olarak TiC ve Al ₄ C ₃ reaksiyonların dönüşüm serbest enerjileri.	45
Şekil 5.5	Sıcaklık ve titanyum miktarının grafit malzemesinin ıslatılabilirliğine etkisi.	46
Şekil 6.1	Al+%6Ti alaşımının X-ışınları difraktogramı.	49
Şekil 6.2	Etial-8'in X-ışınları difraktogramı.	49
Şekil 6.3	Al+%6Ti alaşımının ışık mikroskobu görüntüsü (1400X).	50
Şekil 6.4	Karbon siyahının tane boyut dağılımı.	51
Şekil 6.5	Gaz enjeksiyon yönteminin şematik gösterimi.	52
Şekil 6.6	Elementel karbon ilavesi ile TiC takviyeli alüminyum matrisli kompozit üretim işleminin gerçekleştirildiği deney düzeneği.	53
Şekil 6.7	Haddeleme işleminin yapıldığı hadde cihazı.	54
Şekil 7.1	330 gr Al+%1Ti alaşımına 0.4 lt/dak. gaz akış hızında 60 dak. süre ile 3 mm çapa sahip tüb ile gaz infiltre edilerek elde edilmiş malzemeye ait ışık mikroskobu görüntüsü (1000X).	58
Şekil 7.2	1200 °C'de 0.4 l/dak gaz akış hızlarında 90 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün X-ışınları difraktogramı.	59
Şekil 7.3	1200 °C'de 0.4 l/dak gaz akış hızlarında 120 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün X-ışınları difraktogramı.	60
Şekil 7.4	1200 °C'de 0.4 l/dak gaz akış hızlarında 90 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün ışık mikroskobu görüntüsü (525X).	61
Şekil 7.5	1200 °C'de 0.4 l/dak gaz akış hızlarında 90 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün tarama elektron mikroskobu görüntüsü	61
Şekil 7.6	1200 °C'de 0.4 l/dak gaz akış hızlarında 90 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün Al ₃ Ti iğneciğinin EDS analiz sonucu.	62
Şekil 7.7	1200 °C'de 0.4 l/dak gaz akış hızlarında 120 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün ışık mikroskobu görüntüsü (1100X).	62
Şekil 7.8	1200 °C'de 0.4 l/dak gaz akış hızlarında 120 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün tarama elektron mikroskobu görüntüsü.	63

Şekil 7.9	1200 °C'de 0.4 l/dak gaz akış hızlarında 120 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün mikroyapısında homojen olarak dağılmış ikinci fazın EDS analiz sonucu.	63
Şekil 7.10	Al+%4Ti alaşımının X-ışınları difraktogramı.	65
Şekil 7.11	Al+%5Ti alaşımının X-ışınları difraktogramı.	65
Şekil 7.12	Al+%4Ti alaşımının ışık mikroskobu görüntüsü (1400X).	66
Şekil 7.13	Al+%5Ti alaşımının ışık mikroskobu görüntüsü (1400X).	66
Şekil 7.14	Al+%4Ti alaşımının elektron mikroskobu görüntüsü.	67
Şekil 7.15	Al+%5Ti alaşımının elektron mikroskobu görüntüsü.	67
Şekil 7.16	Al+%4Ti alaşımı %20 fazla karbon ilave edilmiş 1200°C'da 15 dak.bekletilmiş numuneye ait X-ışınları dirfaktogramı.	68
Şekil 7.17	Al+%4Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1200°C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait X-ışınları dirfaktogramı.	69
Şekil 7.18	Al+%4Ti alaşımı %20 fazla karbon ilave edilmiş 1200°C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü.	69
Şekil 7.19	Al+%4Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1200°C'da 15 dak bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü.	70
Şelik 7.20	1µm ve altı boyuta sahip fazlar üzerinden alınan EDS analizi.	70
Şekil 7.21	10µm ve üzeri boyuta sahip faz üzerinden alınan EDS analizi.	71
Şekil 7.22	Al+%4Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300°C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait X-ışınları dirfaktogramı.	71
Şekil 7.23	Al+%4Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300°C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü.	72
Şekil 7.24	Al+%4Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300°C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü ve titanyum, karbon ve alüminyumun X-ışınları haritası.	73
Şekil 7.25	Al+%5Ti alaşımı %20 fazla karbon ilave edilmiş 1300°C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait X-ışınları dirfaktogramı.	74
Şekil 7.26	Al+%5Ti alaşımı %20 fazla karbon ilave edilmiş 1300°C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü.	74

Şekil 7.27	Al+%5Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300 ⁰ C'da 5 dak. bekletilmiş numuneye ait X-ışınları dirfaktogramı.	75
Şekil 7.28	Al+%5Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300 ⁰ C'da 5 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü.	75
Şekil 7.29	Al+%5Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300 ⁰ C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait X-ışınları dirfaktogramı.	76
Şekil 7.30	Al+%5Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300 ⁰ C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü.	76
Şekil 7.31	Al+%6Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300 ⁰ C'da 15 dak bekletilmiş numuneye ait X-ışınları dirfaktogramı.	78
Şekil 7.32	Al+%6Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300 ⁰ C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü.	78
Şekil 7.33	Karbon ilave edilmemiş Al+%4Ti alşımına ait kırılma yüzeyi görüntüsü (SEM).	79
Şekil 7.34	TiC ile Al ₃ Ti fazlarının birlikte bulunduğu 2 nolu numuneye ait kırılma yüzeyi görüntüsü (SEM).	80
Şekil 7.35	Karbon ilavesi sonucu TiC oluşumunun tamamen gerçekleştiği 3 nolu numunenin kırılma yüzeyi görüntüsü (SEM).	80
Şekil 7.36	Karbon ilavesi sonucu TiC oluşumunun tamamen gerçekleştiği 3 nolu numunenin kırılma yüzeyi görüntüsü (SEM).	81
Şekil 8.1	1, 2 ve 3 nolu numunelere ait X-ışınları difraktogramları (a): Al+%4Ti mastır alaşımı, (b): 1 nolu numune, (c): 2 nolu numune, (d): 3 nolu numuneye ait difraktogramlar.	86
Şekil 8.2	4, 5, ve 6 nolu numunelere ait X-ışınları difraktogramları (a): Al+%5Ti mastır alaşımı, (b): 4 nolu numune, (c): 5 nolu numune, (d): 6 nolu numuneye ait difraktogramlar.	87
Şekil 8.3	Karbon ilave edilmemiş Al+%6Ti alaşımı ve 7 nolu numunelere ait X-ışınları difraktogramları (a): Al+%6Ti mastır alaşımı, (b): 7 nolu numuneye ait difraktogramlar.	88
Şekil 8.4	% 15 hacim oranında TiC içeren Al-Ti alaşımının haddeleme sonrası mikroyapısı.	89

TABLO LİSTESİ

		<u>Sayfa No</u>
Tablo 2.1	Metal matrisli kompozitlerin tipik kullanım alanları.	7
Tablo 2.2	Otomotiv endüstrisinde metal matrisli kompozitlerin potansiyel uygulamalarına bazı örnekler.	10
Tablo 2.3	Takviye malzemeler ve uygulama alanları.	11
Tablo 2.4	Metal matrisli kompozit malzemelerde kullanılan takviye malzemelere ait özellikleri.	15
Tablo 6.1	Deneyde kullanılan malzemelerin kimyasal bileşimi.	48
Tablo 6.2	Deneylerde kullanılan karbon siyahının fiziksel ve kimyasal özellikleri.	50
Tablo 6.3	Karbon siyahının tane boyut dağılım değerleri.	51
Tablo 6.4	Elementel karbon ilavesi ile gerçekleştirilen deney şartları.	56
Tablo 7.1	3 nolu numuneye ait sayım değerleri.	77

ÖZET

Otomotiv ve havacılık sektöründeki gelişmeler, düşük yoğunluklu, yüksek mukavemetli aşınmaya karşı dirençli ve bu özelliklerini yüksek sıcaklıkta koruyan malzemelere ihtiyaç duyulacağını göstermektedir. Bu düşünceden yola çıkılarak, bu çalışmada Al-Ti mastır alaşımı kullanılarak TiC takviyeli alüminyum matrisli kompozit malzemenin üretimi gerçekleştirilmiştir. Diğer klasik kompozit üretim proseslerine göre üstün yanları bulunan, takviye fazın ergiyik metal içerisinde çekirdeklendiği (In-Situ Production) yöntemlerden gaz enjeksiyon ve elementel karbon ilavesi üretim yöntemleri olarak seçilmiştir.

Gaz enjeksiyon yöntemi ile TiC takviyeli alüminyum matrisli kompozit üretiminde, karbonlu gazın (CH_4) infiltrasyon reaksiyonu vakum indüksiyon fırınında gerçekleştirilmiştir. Alaşım saf alümina pota içerisinde ergitildikten sonra taşıyıcı argon gazı ile karbon kaynağı olan metan gazı Al-Ti ergiyiği içine gönderilmiştir.

Elementel karbon ilavesi ile TiC takviyeli alüminyum matrisli kompozit üretiminde Al-Ti alaşımının ergitme işlemi içerisi saf alümina ile sıvanmış grafit potada indüksiyon fırını kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ergiyik sıcaklığı Al_3Ti fazının tamamen çözünmesine imkan veren 1200°C olarak seçilmiştir. Bu sıcaklıkta, ergiyik içinde bulunan Al_3Ti 'un tamamen çözünmesi için yaklaşık 30 dakika beklenmiştir. Daha sonra nemi uçurulmak için 850°C da 1 saat ön ısıtılmış ortalama tane boyutu 10-20 μm olan karbon 1'er gramlık paketler halinde alüminyum folyoya sarılarak ergiyik içerisine ilave edilmiştir. Karbon ilavesinden sonra titanyum ile elementel karbon arasındaki reaksiyonu gerçekleştirebilmesi için uygun sıcaklıklara çıkılmış ve bu sıcaklıklarda reaksiyonun tamamlanması için yeterli süre beklenmiştir.

1200°C sıcaklık, 0.4 l/dak. gaz akış hızında 90 dakikalık reaksiyon süresi sonucu elde edilen üründe yapı içerisinde TiC'ün yanısıra Al_3Ti fazıda bulunduğu tesbit edilmiştir. 1200°C sıcaklık, 0.4 l/dak. gaz akış hızında 120 dakikalık reaksiyon süresi sonucu elde edilen üründe yapı içerisinde Al_3Ti iğneciklerinin tamamen yok olduğu ve boyutu $\sim 1 \mu\text{m}$ olan TiC partiküllerinin bulunduğu saptanmıştır.

$\text{Al}+\%4\text{Ti}$, $\text{Al}+\%5\text{Ti}$ ve $\text{Al}+\%6\text{Ti}$ alaşımlarında yapılan inceleme sonucunda 1300°C sıcaklıkta ve %30 fazla karbon ilavesinde ve 15 dak.'lık bekleme süresinde Al_3Ti fazının tamamının 1 μm ve altı boyuta sahip TiC'e dönüştüğü tesbit edilmiştir.

TiC takviyeli alüminyum matrisli kompozitlerin kırılma özelliklerini belirlemek amacı ile kırılma yüzeylerinde metalografik inceleme yapılmıştır. Karbon ilave edilmemiş $\text{Al}+\%4\text{Ti}$ alaşımında gevrek kırılma meydana geldiği tesbit edilmiştir. Al_3Ti ve TiC fazlarının birlikte bulunduğu numunede yapılan metalografik inceleme sonucunda bazı bölgelerin sünek bazı bölgelerin ise gevrek davranış gösterdiği tesbit edilmiştir. Sünek kırılmanın olduğu bölgelerde TiC fazı bulunurken gevrek kırılmanın olduğu bölgelerde TiC fazına rastlanmamıştır. TiC oluşumunun tamamlandığı numunelerde sünek kırılmanın meydana geldiğini tesbit edilmiştir. 1 μm ve altı boyuta sahip TiC partikülleri ve matris arasında ayrılma gözlenmemiştir. Matris ile TiC partikülleri arasında çok iyi arayüzey bağlanması olduğu belirlenmiştir. 2 μm ve üzeri boyuta sahip partiller ile matris arasında ayrılma olduğu tesbit edilmiştir.

SUMMARY

THE PRODUCTION OF TiC REINFORCED ALUMINIUM MATRIX COMPOSITES BY GAS INJECTION AND ELEMENTAL CARBON ADDITION.

During the past decade, specific materials property requirements for advanced aerospace, automotive and other structural applications have escalated where conventional alloy systems are no longer suitable. The development of materials with minimum specific gravity, high structural strength at the highest possible temperature and the capability of withstanding oxidative hot corrosion is a major goal of materials science for high technology engine and aerospace applications. Therefore attempts have been made to enhance the material properties via a reinforcing ceramic second phase of higher strength and stiffness. Various materials such as oxides carbides, and nitrides have been investigated for improving the properties of the monolithic metals.

The reinforcing phase and the metal matrix are combined by various processing techniques such as powder metallurgy, preform infiltration, spray deposition, casting technologies, *i.e* squeeze casting, rheocasting and compocasting. These artificial composites have resulted in the realisation of strength and modulus goals, however rarely have the composites been economically viable. Additionally these processes also have problems such as interface reactions leading to undesirable products, thermodynamic and mechanical incompatibility, internal stresses owing to the mismatch of coefficients of thermal expansion of the various phases.

In the last decade, new in situ fabrication technologies have been developed for processing metal and ceramic matrix composites. Simply stated, in situ processes involve a chemical reaction resulting in the formation of a thermodynamically stable

reinforcing ceramic phase. Some of these technologies include DIMOXTM, XDTM, SHS and reactive gas infiltration.

In-situ production of metal matrix composites (MMCs) can produce a new class of naturally stable composites for advanced structural and wear applications. Conventional mechanical mixtures of whiskers, fibers, or particles and matrices (i.e., synthetic MMCs) are often not thermodynamically stable. The in-situ processes for nonferrous and intermetallic systems eliminate interface incompatibility of matrices with reinforcements by creating more thermodynamically stable reinforcements based on their nucleation and growth from the parent matrix phase. By controlling the melt (i.e., matrix alloy design) and reaction gas chemistry, a hierarchical range of carbides, nitrides, oxides, borides, and even silicides can be generated. Using knowledge of local mixing characteristics and by suitable selection of the two reacting phases, their concentrations, and their reactivities, the size and size distribution of the carbide and nitride phases can be controlled. Dual-phase reinforcements and graded reinforcements also may be produced via multicomponent gas chemistry and novel processing routes. The reactions can be categorised generically, in terms of the starting phases, as gas-liquid, liquid-solid, liquid-liquid, etc. One of the major, fundamental scientific challenges lies in controlling the materials synthesis through optimised reaction kinetics and interfacial design.

Commercial application of these technologies requires an understanding of several key processing steps. It is important to be able to control the microstructure and consider processing and near-net-shape production capabilities. The incorporation of these in-situ formed reinforcements into an ambient -and elevated- temperature alloy system offers the advantage of increasing the modulus and strength of the base alloy while still maintaining a relatively low volume fraction to preserve the fracture toughness and elongation. Another benefit is improved elevated temperature performance.

Materials property requirements for advanced aerospace, land transportation, and wear application have escalated such that conventional nonferrous alloy systems and synthetic MMCs may not be suitable or cost-effective in some applications.

Therefore, cost-effective enhancement of the performance of monolithic metallic materials by in-situ or natural reinforcements with a high-strength/high-stiffness second phase is required.

The processing microstructure mechanical properties of artificial particulate reinforced MMCs have been evaluated for more than two decades, but the concept of in-situ MMCs has only recently been exploited for commercial wear and high-performance applications.

Refractory metals, stable carbides (eg. SiC, B₄C), nitrides (Si₃N₄), AlN), borides, oxides (Al₂O₃, SiO₂), sulphides, intermetallics, silicide, and silicates are all possible candidates for reinforcing phases in a range of engineered composite materials. Since refractory metal compounds such as carbides, nitrides, borides, silicide and oxides are known to be extremely hard and to keep their strength at elevated temperatures, in addition to their high melting point. The formation kinetics and the compatibility of these compounds with candidate matrix alloys must be considered. Potential reinforcing particulates include TiC, TaC, B₄C, SiC, Si₃N₄, and BN in several conventional alloys or higher-temperature intermetallic-matrix systems.

Liquid-gas reaction processing involves the formation of thermodynamically stable refractory compounds in a nonferrous alloy matrix (eg. Al, Cu, Mg, Ni, or Ti). The reinforcing phase is the product of a gas-liquid reaction caused by the injection of gas into a reactive liquid metal. The rapid reaction between the solute alloying elements and the nonmetal-bearing gas refractory dispersion in the matrix alloy.

The flow diagram given in Fig.1 illustrates the chronological sequence of events occurring during the gas injection process. Step A is the initial stage in which the carbonaceous gas, ie. CH₄, undergoes decomposition within the liquid met. Step B indicates the various reaction paths and products that may form. Depending on alloy chemistry, either Al₄C₃ or TiC or a mixture of both may form. Step C outlines the possible (solute state or liquid solution-precipitation process) reaction paths for the formation of TiC.

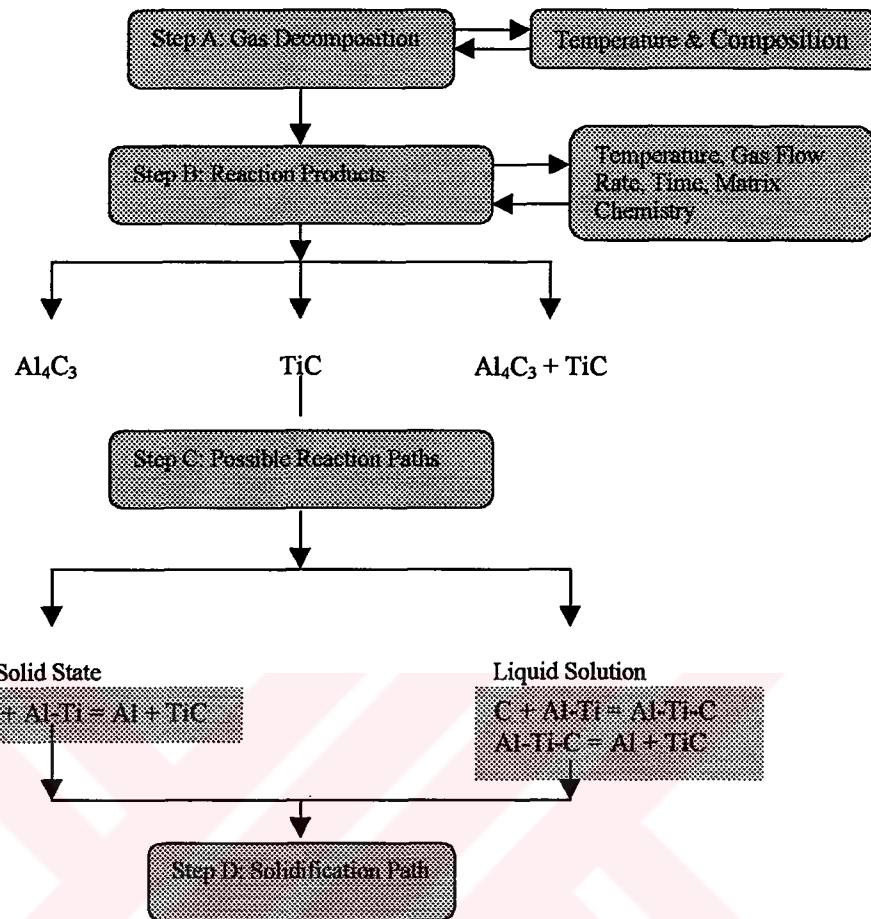


Figure 1. Illustration of the chronological sequence of events occurring during processing.

The developments in the automotive and aerospace applications, point to the importance of materials which have high strength, low density and wear resistance properties which are also protected at high temperatures ($>250^{\circ}\text{C}$). In this study, TiC reinforced aluminium matrix composite material was produced by using Al-Ti master alloy. Gas injection and addition of elemental carbon methods are used in preference to other classical composite production methods among the in-situ production processes. In the production of TiC reinforced aluminium matrix composites by gas injection, infiltration reaction of CH_4 was let to take place in vacuum induction furnace. After the melting of aluminium alloy, metan gas as source of carbon together with argon gas was injected in the Al-Ti solution.

In the production of TiC reinforced aluminium matrix composites by the elemental carbon addition, Al-Ti alloys were melted in graphite crucible cover with pure alumina by using induction furnace. The melting temperature was 1200 °C which was an ideal solving temperature for Al₃Ti phases. At this temperature, in order to solve Al₃Ti, after duration of 30 min carbon which was wrapped by an aluminium foil was dried at 850°C for 1 hour and added in to the solution in the form of packages containing 1 gram carbon having 10- 20 µm particle size. After the addition of carbon, in order the reaction to take place between titanium and elemental carbon the reaction temperature was increased to an appropriate level and reaction time was chosen accordingly.

At the end of the reaction which took place at 1200 °C, both of TiC and Al₃Ti phases were identified at 0.4 l/sec flow rate for 90 seconds reaction time. However, Al₃Ti needles disappeared and TiC particles were observed at the end of 120 sec reaction time at the same reaction temperature and flow rate.

At the end of the investigation with Al+4%Ti, Al+5%Ti and Al+6%Ti alloys conducted at 1300°C with 30% extra carbon addition Al₃Ti phase was completely changed to TiC with grain size 1 µm or below.

The cracking surface of the TiC reinforced aluminium matrix composites was inspected by metallographic studies to determine the cracking behaviour. A brittle cracking character was observed for the sample of Al+4%Ti alloy without carbon addition. The samples containing Al₃Ti and TiC phases together showed a brittle cracking behaviour in some areas and ductile cracking behaviour in others. TiC phase was present in the ductile cracking areas and not present in the brittle cracking areas. When TiC formation was completed the cracking surface showed ductile cracking behaviour. Disconnection between the phases of Ti particle and matrix was not visible for the particles having 1µm or below grain size. Otherwise, the disconnection between the TiC particles and the matrix was visible for the particles having grain size of 2 µm or above.

BÖLÜM 1

GİRİŞ VE AMAÇ

Kompozit, en az iki farklı malzemenin bir ara yüzey oluşturacak şekilde bir araya gelmesiyle, bu malzemelerin farklı özelliklerini belirli oranda taşıyan yeni malzemedir. Kendisini oluşturan malzemelerin iyi özelliklerini taşıması kompozitin bileşenlerinden daha yüksek performans göstermesini sağlar.

Uzay, havacılık ve otomotiv sanayiinde yüksek dayanımlı fakat hafif malzeme ihtiyacı kompozitlerin doğması ve gelişmesinde itici kuvveti oluşturmuştur. Özellikle Dayanç/Ağırlık ve Rijitlik/Ağırlık oranlarının yüksek olması [1] bu malzemelerin kullanımını yaygınlaştırmaktadır.

Kompozit malzemelerin yapısı matriks ve takviye olmak üzere iki ana bölümden oluşur. Matriks, yapı içindeki sürekli faz olup takviyeleri bir arada tutar. Takviye ise matriks içine gömülmüş süreksiz fazdır. Matriks ve takviye malzemesi metal, plastik, seramik ve cam olabilir. Genel olarak, kompozit malzemelerde matriks sünek, hafif ve düşük mekanik özellikli, takviye ise sert, rijit ve yüksek dayanımlı, tok ve hafiftir. Kompozit malzemelerin dayanım özelliklerinin belirlenmesinde takviye malzemesinin özelliklerinin yanında, yapı içindeki oranı, matriks içindeki dağılımı, geometrisi ve boyutlarının çok büyük rolü vardır.

Bir malzemenin kompozit sayılabilmesi için genel olarak aşağıda verilen özellikleri taşıması gerekmektedir:

a) İnsan tarafından üretilmelidir,

- b) Kimyasal olarak birbirinden farklı en az iki malzemenin kombinasyonundan oluşmalıdır,
- c) Kompozit malzemeyi oluşturan malzemeler üç boyutlu olarak birleşmelidir,
- d) Kompozit malzeme, kendini meydana getiren bileşenlerin tek başına sahip olamayacakları özellikler göstermelidir.

Kompozit malzemeler, kullanılan matriks malzemesine göre üç ana sınıfa ayrılmaktadır. Bunlar polimerler, seramikler ve metal matriksli kompozitlerdir.

Metal matriksli kompozit malzemeler yüksek elastik modülüne, yüksek çekme-basma ve kayma modülüne, yüksek kullanım sıcaklığına sahiptir. Ayrıca, metallerin süneklik ve tokluk özellikleri ile seramiklerin yüksek dayanım ve yüksek elastik modül özelliklerini birleştirmelerinden dolayı son derece önemli mühendislik malzemeleridir [2]. Bu üstünlüklerinin yanında tekrar üretilebilir olmaları, yüksek mekanik özellikler ve düşük yoğunluk değerlerine sahip olmaları açısından da önem kazanmışlardır.

Metal matriksli kompozit malzemelerin üretiminde kullanılan matriks alaşımları çok çeşitli olabilmektedir. Fakat alüminyum ve alaşımları bu konuda ilk sırayı almaktadır. Bu alaşımların tercih edilmelerinin nedeni, düşük yoğunluk ve ergime derecelerine sahip olmaları ve birçok seramik takviye malzemesini kolay ıslatabilmeleridir. Alüminyum matriksli kompozit malzemelerin en belirgin üstünlükleri aşınma mukavemetlerinin ve ısı iletkenliklerinin yüksek, sürtünme katsayılarının, ısı genleşmelerinin düşük ve bunların yanında rijitlik ve dayanç/ağırlık oranlarının yüksek olmasıdır.

Metal matriksli kompozit malzemelerin üretimi için çok sayıda değişik yöntem mevcuttur. Ancak, bu yöntemlerin birçoğunda kompozit malzeme üretiminin en önemli sorunu olan ıslatılabilirlik problemi ile karşılaşmaktadır. Ayrıca matriks-takviye faz arayüzeyinde istenmeyen fazlar oluşmaktadır. Bu problemlere, takviye fazın ergiyik metal içine dışarıdan ilave edildiği tüm kompozit üretim yöntemlerinde

rastlanmaktadır ve mekanik özellikler bu problemlerin varlığından dolayı olumsuz yönde etkilenmektedir.

Takviye fazın ergiyik metal içinde çekirdeklendirildiği (in-situ production) kompozit üretim yöntemlerinde ıslatılabilirlik problemi yoktur. Bunun nedeni, bu yöntemlerde takviye fazın ergiyik metal içinde çekirdeklenmesi ve diğer yöntemlerde görülen arayüzeylerdeki kirlenmelerin oluşmamasıdır.

Takviye fazın ergiyik metal içinde çekirdeklendiği yöntemlere (**In-situ production**) örnek olarak;

- a) Karışık tuz reaksiyonları,
- b) DIMAX (Yönlendirilmiş metal oksidasyonu/nitrasyonu),
- c) XD™ yöntemi (Sıvı-katı reaksiyonları),
- d) Gaz enjeksiyon yöntemi (Sıvı-gaz reaksiyonları),

verilebilir. Yukarıda sözü edilen takviye fazın matriks içinde çekirdeklendirildiği (in-situ production) yöntemlere ilave olarak, bu çalışmanın konusu olan *Al-Ti alaşımına elementel karbon ilave etmek sureti ile de TiC takviyeli alüminyum matriksli kompozit üretimini* gerçekleştirmek mümkündür. Bu yöntemin diğer takviye fazın matriks içinde çekirdeklendiği üretim yöntemlerine göre üstün yanları, üretimin kolay olması, çok yüksek üretim teknolojisine ihtiyaç duyulmaması, üretim maliyetinin düşük olması, klasik kompozit üretim yöntemlerinde görülen ıslatılabilirlik probleminin olmaması, mekanik özellikleri olumsuz yönde etkileyen matriks-takviye faz arasındaki kirlenmelerin görülmemesi ve en önemlisi ise üretim süresinin kısa olmasıdır.

Türkiyede, otomotiv sektöründeki gelişmeler, düşük yoğunluklu, yüksek dayanımlı, aşınmaya karşı dirençli ve bu özelliklerini yüksek sıcaklıkta koruyan malzemelere ihtiyaç duyulacağını göstermektedir. Bu düşünceden yola çıkılarak, diğer üretim yöntemlerine göre üstün özelliklere sahip elementel karbon ilavesi ile TiC takviyeli, alüminyum matriksli kompozit malzeme üretimi üzerine çalışma yapılması gerekliliği ortaya çıkmıştır. Ülkemizde bu yöntem üzerine her hangi bir çalışma yapılmamıştır.

Bu çalışmada Al-Ti alaşıımı olarak London Scandinavian Metallurgy Comp. (LSM) firmasından temin edilen Al+%6Ti alaşıımı kullanılmıştır. Çalışmanın teorik kısmında TiC, Al₄C₃ oluşum reaksiyonları ve bu fazların termodinamik kararlılıkları incelenmiştir.

Bu çalışma iki aşamada gerçekleştirilmiş olup, birinci aşamada iki değişik yöntem kullanılarak farklı bileşimlerde TiC takviyeli alüminyum matriksli kompozit üretimi gerçekleştirilmiştir. İkinci aşama üretimi gerçekleştirilen bu malzemelerin mikroyapısal olarak incelenmesidir.



BÖLÜM 2

METAL MATRİKSİLİ KOMPOZİTLER

2.1 METAL MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN ÖZELLİKLERİ VE KULLANIM ALANLARI

Günümüzde hızla gelişen modern teknolojinin, ihtiyaçlarını karşılayacak, konvansiyonel malzemelere oranla daha üstün özelliklere sahip yeni malzemelerin arayışı içinde metal matriksli kompozit malzemeler yoğun ilgi görmekte ve spesifik uygulama alanlarında kullanımları hızla artmaktadır. Metal matriksli kompozitlerin konvansiyonel malzemelere olan üstünlükleri; sahip oldukları yüksek mukavemet, elastik modül, tokluk, mükemmel sürünme, yorulma ve aşınma mukavemetleri ve düşük ısı genleşme özellikleridir [2].

Metal matriksli kompozitler ilk olarak 1960'lı yıllarda geliştirilmiştir. İlk çalışmalar paslanmaz çelik teller ve silika fiberler ile takviye edilmiş alüminyumda yapılmıştır. WC-Co esaslı kesici uçlar metal matriksli kompozitlerin en eski ve en yaygın kullanılan türüdür. Ancak, son yıllarda gerek uçak sanayii, gerekse otomotiv sanayiinde kullanılan türler üretilmeye başlamıştır.

Kompozitler üzerine yapılan ilk çalışmalarda takviye malzemesi olarak sürekli fiberler seçilmiştir. Daha sonraları sürekli fiberlerin pahalı olması, kompleks fabrikasyon işlemleri ve sınırlı imalatı bu malzemelerin kullanımını sınırlamıştır. Sürekli fiberlerle takviye edilmiş kompozitlerin bu olumsuz özellikleri süreksiz takviyeli kompozitlerin gelişimine öncülük etmiştir.

Partikül takviyeli metal matriksli kompozitler; yüksek elastik modülüne, yüksek çekme-basma ve kayma dayanımına, yüksek kullanım sıcaklığına sahip olmaları, üretimlerinin kolay olması ayrıca, metallerin süneklik ve tokluğunu, seramiklerin yüksek dayanım ve yüksek elastik modül özelliklerini birleştirmelerinden dolayı son derece önemli mühendislik malzemeleri olmuşlardır [2]. Bu üstünlüklerinin yanında tekrar üretilebilir olmaları ve düşük yoğunluk değerlerine sahip olmaları açısından da önem kazanmışlardır.

Metal matriksli kompozitlerin üretiminde kullanılan matriks alaşımları (Al, Ti, Mg, Ni, Cu, Co, vb.) çok çeşitli olabilmektedir. Fakat alüminyum ve alaşımları yüksek dayanım, aşınma ve korozyon direnci, yorulma ömrünün uzun olması, düşük ergime derecesine sahip olmaları, düşük yoğunluk ve bu özelliklerini yüksek sıcaklıklarda korumalarından dolayı havacılık ve otomotiv sektöründe geleneksel malzemelere oranla üstünlük sağlamışlardır [3-5]. Bu özelliklerinin yanında ısı işlem kabiliyetinin iyi olması, ısı genleşmesinin düşük, elektriksel ve ısı iletkenliğinin yüksek olması alüminyum matriksli kompozitten üretilmiş malzemelerin kullanımını avantajlı hale getirmiştir. Otomotiv sektöründe Toyoto firmasının otomotiv pistonlarında kısa fiber takviyeli alüminyum matriksli kompozit kullanarak piston ağırlığını ve yakıt tüketimini düşürdüğü bir örnek olarak verilmektedir.

Metal matriksli kompozitler yüksek mekanik özelliklere sahip olmalarından ve bu özelliklerini yüksek sıcaklıkta korumalarından dolayı, birçok uygulama alanı bulmuşlardır.

Son yıllarda metal matriksli kompozitlerin ticari kullanım alanlarına aşağıdaki örnekler sıralanabilir:

- Otomotiv sanayiinde kullanılan çelik şaftların yerine %20 Al_2O_3 elyaf ile güçlendirilmiş alüminyum matriksli kompozit. Ağırlıktan tasarrufun yanı sıra, titreşimlerin azalması ve kritik hız nedeni ile çelikten parçalı olarak üretilebilen uzun şaftların tek parça olarak üretimi sağlanmıştır.

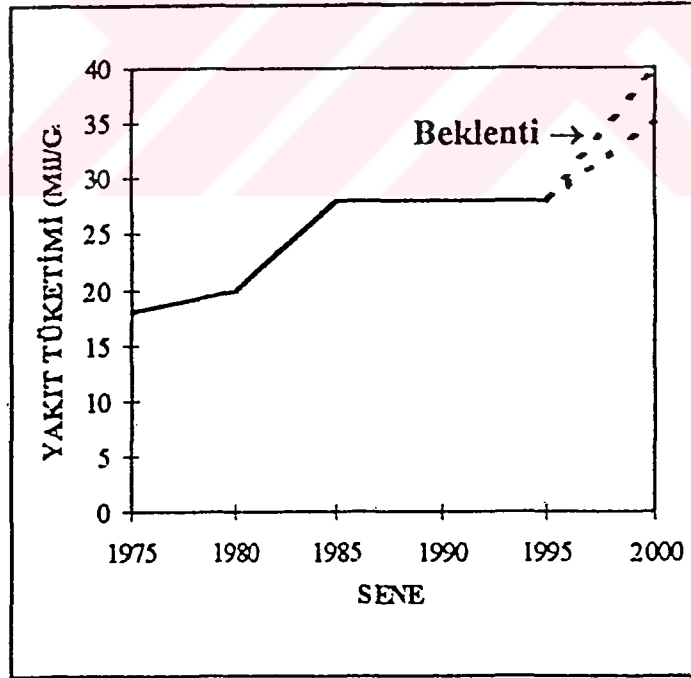
- Yine otomotiv sanayiinde kullanılan dökme demir fren kampanalarının %20-%30 SiC içeren alüminyum matriksli kompozitler ile yer değişimi. Böylece fren sisteminde %60'a varan ağırlık tasarrufu sağlanmıştır.
- Motor bloklarındaki silindir gömleklerinin grafit- Al_2O_3 parçacık katkılı alüminyum matriksli kompozitten üretimi. Isı iletimi artarken, kompozitin ısıl genleşme katsayısı çok düşük olduğundan piston ile gömlek arasındaki toleranslar en aza indirgenebilmiş, dolayısı ile motor verimi arttırılarak yakıttan tasarruf sağlanmıştır.
- Uçak sanayiinde henüz denenme safhasında olmasına karşın, grafit elyaf katkılı alüminyum matriksli kompozitler roket ve helikopter yapılarında, Al_2O_3 elyaf katkılı alüminyum matriksli kompozitler helikopter dişli kutularının yapımında, Bor-SiC karışımı elyaflarla desteklenen alüminyum matriksli kompozitler ise düşük sıcaklık içeren jet motoru kanatçıklarında kullanılabilmektedir.
- Aşınma dayançlı uygulamalarda da arayışlar sürmektedir. Klasik WC-Co kompozitlerinin yerini $\text{TiC-Mo}_2\text{C-Ni/Mo}$ ve Ti(CN)/Ni-Fe-Mo kesici uçlar almıştır.
- Elektrik sanayiinde ise süperiletken kabloların yapımında metal matriksli kompozitler görülmektedir. Kırılgan bir yapıya sahip olan NbTi, V_3Ga gibi süperiletken bileşikler, matriks malzemesi içine gömülerek dış etkenlerden korunmaktadır [6].

Metal matriksli kompozitlerin tipik kullanım alanları tablo 2.1'de verilmiştir.

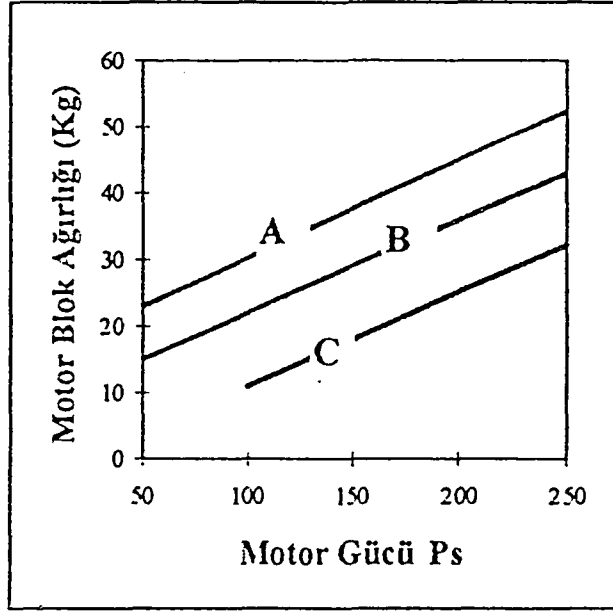
Tablo 2.1 Metal matriksli kompozitlerin tipik kullanım alanları.

Uzay	Uzay yapıları ve antenler
Hava araçları	Uçak motor kutuları, ana krişler, kapılar, kanat boşlukları,
Otomobil	Motor gövdesi, ana gövde, piston ve biyel kolu, şaft, fren diski, vb.
Elektrik	Motor fırçaları, pil plakaları
Tıp	Protezler, tekerlekli sandalyeler, ortopedik araçlar
Spor	Tenis raketleri, olta çubukları, bisiklet ve motorsiklet gövdeleri
Tekstil	Mekikler

Günümüzde metal matrisli kompozit malzemelerin, otomobillerin çok değişik parçalarında kullanıldığını ifade eden araştırmalar mevcuttur [3,7]. Enerjinin her geçen gün pahalılaşması ve çevre koruma yönetmeliklerinin sıkılaştırılması, günlük kullanımda kompozit malzemelere olan gereksinimi artırmaktadır. Örneğin taşıtlar 15 yıl öncesine göre eksoz gazı açısından %96 daha temiz ve yakıt tasarrufu açısından %100 daha ekonomik olmasına karşın, yönetmelikler ileriye dönük olarak sıkılaştırılmaktadır. 1995 yılında üretilen taşıtlardaki hidrokarbon (HC) gaz çıkışı 1 l/km ile sınırlandırılırken 1997 yılında bu miktar 0.20 l/km'e düşürülmüştür ve bu otomotiv sanayiini zorlamaktadır. Bunun yanında sanayiide boş durmamakta, yakıt tasarrufu açısından ileriye yönelik programlar yapmaktadır. Bu hedefler şekil 2.1'de özetlenmiştir. Bu hedeflere ulaşmada kompozitlerin yeri çok önemli olacaktır. Motor bloğunu gri dökme demirden yapmak yerine, metal matrisli kompozit kullanımı ile ağırlıktan sağlanacak tasarruf şekil 2.2'de görülebilir [6].



Şekil 2.1 Binek otomobillerde, yakıt tüketimi ile ilgili olarak ileriye dönük beklentiler [3].



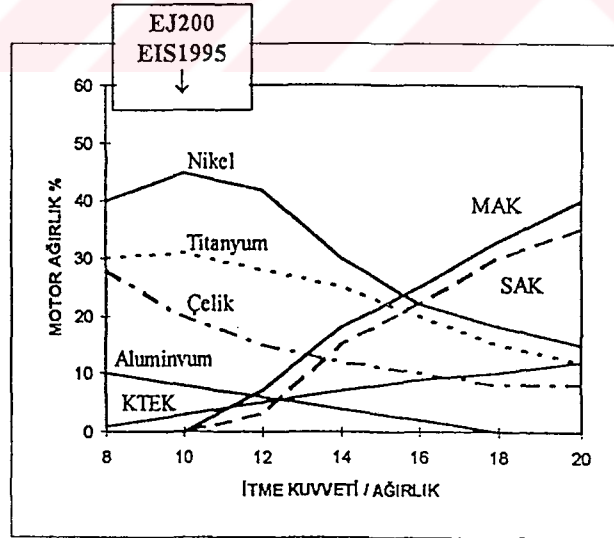
Şekil 2.2 Binek otomobillerinde motor gücü ile ağırlığı arasındaki ilişki, A: gri dökme demir silindir gömleği, B: gri dökme demir gömlekli, alüminyum silindir bloğu, C: alüminyum matrisli silindir bloğu [6].

Uçak sanayii ve gaz türbini üretiminde de durum pek farklı değildir. Uçak motoru da bir çeşit gaz türbini olarak kabul edildiğinden, her iki üretim sektöründe geleceğe yönelik verim ve malzeme kullanım planları şekil 2.3'de verilmiştir. EJ200 ve EJ1995 hala Rolls Royce firması tarafından üretilen uçak motorlarıdır. Ancak, 2000 yılı sonrasında üretilmesi planlanan motorlarda metal matrisli kompozit ve seramik matrisli kompozit ağırlığının toplam motor ağırlığına oranının %10'larda %40'lara çıkarılması planlanmaktadır.

Tablo 2.2'de başarılı olarak kullanılan ve uygulama alanlarının daha da yaygınlaşacağı ifade edilen metal matrisli kompozitler ve avantajları özetlenmektedir

Tablo 2.2 Otomotiv endüstrisinde metal matrisli kompozitlerin potansiyel uygulamalarına bazı örnekler [3,7,8].

Takviye	Parça	Özellik	Avantaj	Üretici
SiC _(p)	Piston	Aşınma direnci	Ağırlıkta azalma	Dural, Martin Marietta, Lanxide
Al ₂ O ₃ (f)	Segman yatağı, Piston kapağı	Aşınma direnci, yorulma ve sürünme	Yüksek çalışma sıcaklığı,	Toyota, T&N, JPL, Mahle
SiC _(p)	Fren diski, kampana ve aksamı	Aşınma direnci	Ağırlıkta azalma	Dural, Lanxide
SiC _(p)	Aktarma şaftı	Özel rijitlik	Ağırlıkta azalma	GKN, Dural
SiC _(w)	Biyel kolu	Özel rijitlik ve dayanım, ısı genleşme	Ağırlıkta azalma	Nissan
Al ₂ O ₃ (f)	Biyel kolu	Özel rijitlik ve dayanım, ısı genleşme	Ağırlıkta azalma	Du-Pont, Chrysler
Al ₂ O ₃ -SiC-C	Silindir gömleği	Aşınma direnci, genleşme	Uzun ömür, boyutta azalma	Honda
Gr _(p)	Silindir gömleği, piston, yataklar	Aşınma ve sürtünmede azalma	Motor gücünde artış	Assoc. Eng. CSIR
TiC _(p)	Piston, biyel kolu	Aşınma, yorulma	Ağırlıkta ve aşınmada azalma	Martin Marietta



Şekil 2.3 Gaz türbini ve motorunda ileriye dönük beklentiler. KTEK: Karbon takviyeli epoksi reçineler, MAK: Metal matrisli kompozitler, SAK: Seramik matrisli kompozitler [6].

2.2 METAL MATRİKSİLİ KOMPOZİT MALZEMELERDE KULLANILAN TAKVİYE FAZLAR

Metal matriksli kompozit malzemelerde takviye fazı olarak yüksek ergime sıcaklıkları ve sertlikleri, düşük kimyasal reaktivitelerinden dolayı seramik malzemeler (örn: kararlı karbürler, oksitler, nitrürler, silikatlar ve borürler) kullanılmaktadır. Geçiş metallerinin (IV-VI) karbürleri yüksek sertliklerinden dolayı ticari olarak önem taşımaktadır. Mükemmel yüksek sıcaklık dayanımı ve modülleri bu karbürleri yüksek sıcaklıkta (250 °C'nin üzerinde) çalışan malzemelerde (havacılık ve otomotiv endüstrisinde) kullanılır hale getirmiştir [9, 2].

Tablo 2.3'de bazı takviye malzemeler ve onların uygulama alanları verilmiştir [10].

Tablo 2.3 Takviye malzemeler ve uygulama alanları .

Metal	Karbürler	Nitrürler	Borürler	Oksitler	Uygulama alanları
Bor	B ₄ C	BN	-	-	Havacılık, nükleer
Tantalyum	TaC	TaN	TaB ₂	-	Havacılık
Zirkonyum	ZrC	ZrN	ZrB ₂	ZrO ₂	Havacılık, otomotiv, nükleer
Hafniyum	HfC	HfN	HfB	HfO ₂	Havacılık, nükleer
Alüminyum	-	AlN	-	Al ₂ O ₃	Otomotiv, metal çalışmaları
Silisyum	SiC	Si ₃ N ₄	-	-	Otomotiv, havacılık, metal çalışmaları
Titanyum	TiC	TiN	TiB ₂	-	Havacılık
Krom	CrC	-	CrB ₂	CrO ₂	Havacılık, otomotiv
Molibden	MoC	-	MoB	-	Havacılık, otomotiv
Tungsten	WC	-	WB	-	Metal çalışmaları
Toryum	ThC ₂	ThN	-	ThO ₂	Havacılık

Kompozit üretim yöntemlerinin birçoğunda takviye fazı viskır (SiC), fiber (SiC, Al₂O₃, grafit), veya partikül (SiC, Al₂O₃) olarak matriks malzemesine ilave edilmektedir [11, 12].

Partikül takviyeli metal matriksli kompozit malzemelerin yapısal verimi kullanılan takviye fazın yoğunluğuna, elastik modülüne ve çekme dayanımına bağlıdır. Takviye malzemelerin kimyasal kararlılığı ve matriks malzemesi ile uyumu üretim ve kullanım aşamasında önemlidir.

Takviye malzemelerin seçim kriterleri olarak aşağıda verilen özellikler sıralanabilir:

- a) elastik modül,
- b) çekme dayanımı,
- c) yoğunluk,
- d) ergime sıcaklığı,
- e) ısı kararlılık,
- f) ısı genleşme katsayısı,
- g) boyut ve şekil,
- h) matriks malzemesi ile uyum,
- i) fiyat,
- j) kimyasal bileşim,
- k) kristal yapı ve
- l) oluşum serbest enerjisi [10, 2].

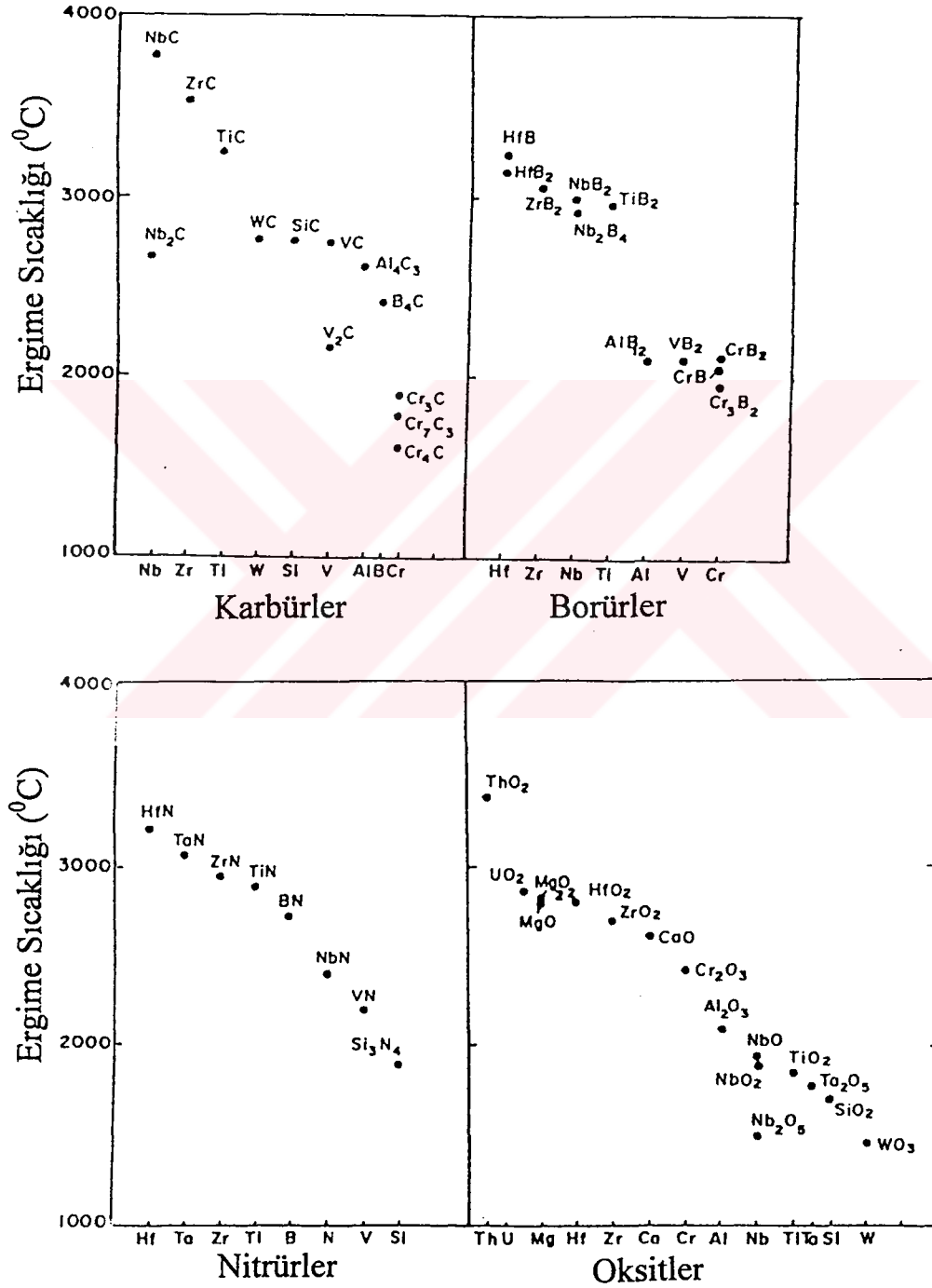
Kompozit malzemelerde, takviye fazı ile matriks malzemesi arasındaki ısı uyumsuzluk gerinmesi (ϵ) çok önemlidir. ϵ , takviye ve matriksin ısı genleşme katsayısı arasındaki farklılığın ($\Delta\alpha$) fonksiyonudur ve aşağıda verilen eşitlik kullanılarak hesaplanmaktadır:

$$\epsilon = \Delta\alpha \Delta T \quad (2.1)$$

ΔT , sıcaklık değişimidir. Eşitlikten de görüldüğü gibi gerinimi azaltabilmek için $\Delta\alpha$ minimum olmalıdır [2].

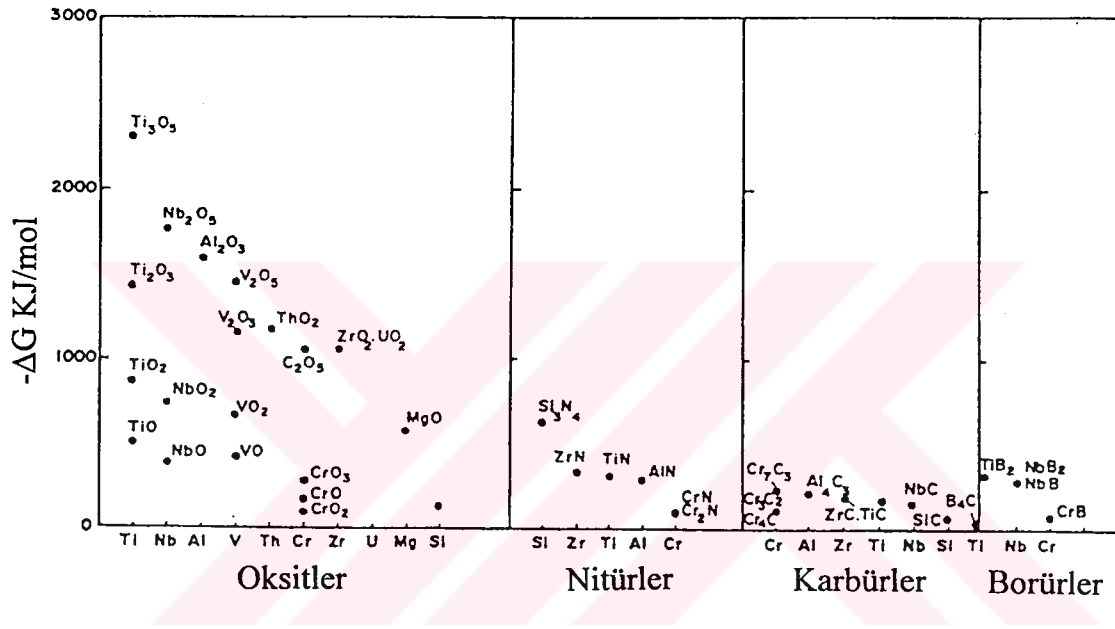
Takviye fazın ergime sıcaklığı (T_m) yüksek sıcaklık kompozitlerinde kullanılabilirliklerini belirlemektedir. Ergime sıcaklığının artması ile birlikte

mekanik özelliklerde iyileşmeler meydana gelmektedir. Örneğin rijitlik ve gerilme değeri artan ergime sıcaklığı ile birlikte artmaktadır. Ayrıca ısıl genleşme katsayısı ergime sıcaklığı ile ters orantılıdır. Şekil 2.4'de karbür, borür, nitrür ve oksitlerin ergime sıcaklığı görülmektedir [10]. Şekilden de görüldüğü gibi en yüksek ergime sıcaklığına karbürler sahiptir. Bunları nitrürler, borürler ve oksitler izlemektedir.



Şekil 2.4 Karbür, borür, nitrür ve oksitlerin ergime sıcaklıkları [10].

Isıl olarak kararlı olan bileşikler yüksek sıcaklıkta kullanılabilir. Oluşum serbest enerjileri ne kadar negatif ise bileşik o kadar karardır. Şekil 2.5'de 46 adet bileşimin oluşum serbest enerjisi görülmektedir. Şekilden de görüldüğü gibi oksitler en kararlı bileşiklerdir. Bunları karbürler izlemektedir. Oksitler arasında en düşük serbest enerjiye sahip olanlar Ti, Nb, V, ve Cr oksittir.



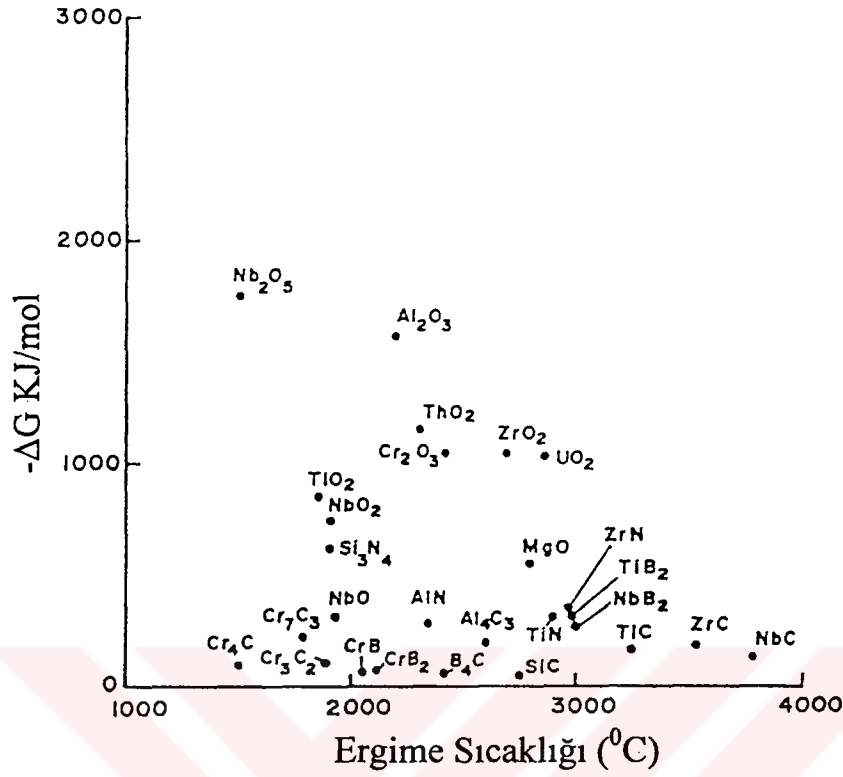
Şekil 2.5 46 adet bileşimin oluşum serbest enerjileri

Tablo 2.4 de metal martisli kompozit malzemelerde kullanılan takviye malzemelere ait bazı özellikleri verilmiştir.

Şekil 2.6'da ergime sıcaklığı ile oluşum serbest enerjileri arasındaki ilişki verilmiştir. Şekilden'de görüldüğü gibi en yüksek ergime sıcaklığına sahip olan bileşikler en yüksek oluşum serbest enerjisine sahiptir. Buradan da en kararlı bileşiklerin düşük ergime sıcaklığına sahip Nb₂O₅ ve Al₂O₃ gibi bileşikler olduğu görülmektedir [10].

Tablo 2.4 Metal matrisli kompozit malzemelerde kullanılan takviye malzemelere ait özellikleri [2, 13].

Takviye malzeme	Yoğunluk ($\times 10^3 \text{kgm}^{-3}$)	Isıl genleşme katsayısı (10^{-6}C^{-1})	Dayanım (Mpa)	Ergime Sıcaklığı (°C)	Elastik modül (Gpa)
Al_2O_3	3.98	7.92	221(1090 °C)	2100	379 (1090 °C)
AlN	3.26	4.84	2069 (24 °C)	2375	310 (1090 °C)
BeO	3.01	7.38	24 (1090 °C)		190 (1090 °C)
B_4C	2.52	6.08	2759 (24 °C)	2420	448 (24 °C)
C	2.18	-1.44	-		690
CeO_2	7.13	12.42	589 (24 °C)		185 (24 °C)
HfC	12.20	6.66	-		317 (24 °C)
MgO	3.58	11.61	41 (1090 °C)	2800	317 (1090 °C)
MoSi_2	6.31	8.91	276 (1090 °C)		276 (1260 °C)
Mo_3C	8.90	5.81	-		228 (24 °C)
NbC	7.60	6.84	-	3775	338 (24 °C)
Si	2.33	3.06	-		112
SiC	3.21	5.40	-	2750	324 (1090 °C)
Si_3N_4	3.18	1.44	-	1900	207
SiO_2	2.66	<1.08	-	1710	73
TaC	13.90	6.46	-		366 (24 °C)
TaSi_2	-	10.80	-		338 (1260 °C)
ThO_2	9.86	9.54	198 (1090 °C)	3390	200 (1090 °C)
TiB_2	4.50	8.28	-	2980	414 (1090 °C)
TiC	4.20	7.60	55 (1090 °C)	3250	269 (24 °C)
UO_2	10.96	9.54	-	2875	172 (1090 °C)
VC	5.77	7.16	-	2750	434 (24 °C)
WC	15.63	5.09	-	2777	669 (24 °C)
WSi_2	9.40	9.00	-	2180	248 (1090 °C)
ZrB_2	6.09	8.28	-	3060	503 (24 °C)
ZrC	6.73	6.66	90 (1090 °C)	3525	359 (24 °C)
ZrO_2	5.89	12.01	83 (1090 °C)	2700	132 (1090 °C)



Şekil 2.6 Bileşiklerin ergime sıcaklığı ile oluşum serbest enerjileri arasındaki ilişki.

2.3 METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELERDE MATRİKS-TAKVİYE FAZ ARAYÜZEY İLİŞKİSİ

Metal matrisli kompozit malzemelerde arayüzey bağ mukavemetinin yüksek olması ve dolayısı ile nihai kompozit malzemedeki üstün özellikler elde edebilmek için aşağıda verilen özellikler gözönünde bulundurulmalıdır. Bunlar;

- ıslatılabilirliği arttırmak,
- kimyasal etkileşimleri kontrol etmek ve
- oksit oluşumunu minimuma indirmekdir [2].

Metal-seramik sistemlerinde, kompozitin tüm özellikleri önemli ölçüde metal-seramik takviye fazın arayüzeyinin özelliklerine bağlıdır. Genelde arayüzey, element konsantrasyonlarının, kristal yapısının, atomik düzenin, elastik modülün, yoğunluğun ve ısı genleşme katsayısının bir taraftan diğerine değiştiği iki boyutlu bir süreksiz alandır.

Islatılabilirlik engeli, kompozit üretiminde mutlaka aşılması gereken bir engeldir. Islatmanın meydana gelebilmesi için arayüzey bağ mukavemetinin sıvının yüzey gerilimine galip gelmesi gerekmektedir. Islatılabilirlik, temas açısı θ ölçülerek anlaşılmaktadır. Şekil 2.7'de sıvı, katı ve gaz fazları arasında oluşmuş temas açısı ve oluşan arayüzey kuvvetleri görülmektedir. Şekildeki sistemde katı-sıvı (γ_{ks}), sıvı-gaz (γ_{sg}) ve katı-gaz (γ_{kg}) arasında farklı arayüzey kuvvetleri birbirine etki etmektedir. İdeal bir ıslanma için, temas açısının (θ) sıfır olması, yani yüzeyi tamamen kaplaması gerekmektedir. Etkin bir ıslanma için ise katı-sıvı arayüzey enerjisinin düşük olması, sıvı-metal yüzey geriliminin düşmesi ve temas açısının 90 dereceden düşük olması gerekmektedir. Temas açısı Thomas-Young eşitliği kullanılarak hesap edilebilir [2]:

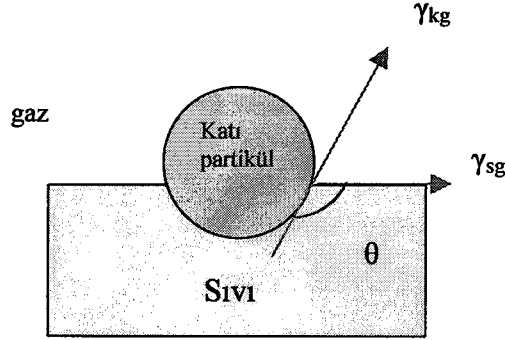
$$\gamma_{kg} = \gamma_{ks} + \gamma_{sg} \cos \theta \quad (2.2)$$

Eşitliktende anlaşılabacağı gibi temas açısı θ 'nın 90 dereceden düşük olmasını sağlamak için $\gamma_{kg} - \gamma_{ks}$ değeri pozitif olmalıdır. Gaz fazı içinde katının yüzey geriliminin ölçülmesi çok zor olduğundan, bir katının herhangi bir sıvı ile adhezyon (yapışma) işi (W_{ks}) aşağıda verilen eşitlik kullanılarak hesaplanmaktadır.

$$W_{ks} = \gamma_{kg} + \gamma_{sg} - \gamma_{ks} \quad (2.3)$$

Kararlı bir katı-sıvı arayüzeyi için W_{ks} değerinin yüksek olması gerektiği bilinmektedir. Sistemin katı-katı durumuna soğutulması durumunda yukarıdaki (2.3) eşitliğinin modifiye edilmesi gerekmektedir. Böylece arayüzeyde, ısı genleşmeler de gözönüne alınmalıdır.

$$W_{kk} = \gamma_{kg} + \gamma_{sg} - \gamma_{ks} - f(\Delta\alpha) \quad (2.4)$$



Şekil 2.7 Sıvı, kırtı ve gaz fazları arasında oluřmuř temas açıısı ve oluřan arayüzey kuvvetleri.

(2.4) denklemindeki W_{kk} , sistemin soğutulması sonucunda arayüzeydeki adhezyon işi, $f(\Delta\alpha)$ ise genleşmelerinin de gözönüne alındığı sistemlerde, matris/takviye fazı arasındaki ısı genleşme farklılıklarının bir fonksiyonudur. Eşitlik (2.2) ve (2.3)'ün birleştirilmesi ile adhezyon işi basit olarak;

$$W_{ks} = \gamma_{sg} (1 + \cos \theta) \quad (2.5)$$

denklemini ile temsil edilmektedir. Eşitlik (2.5) 'den açıkça görüleceği gibi bir sıvının bir kırtı fazı ıslatabilmesi için, kısacası temas açısının 90 dereceden küçük olabilmesi için $W_{ks} > 2\gamma_{kg}$ şartının sağlanması gerekmektedir.

Temas açısının düşürülmesi ise:

- katının yüzey enerjisinin yükseltilmesi,
- katı-sıvı arayüzey enerjisinin düşürülmesi ve/veya
- sıvı metalin yüzey enerjisinin düşürülmesiyle mümkün olmaktadır.

Kompozit malzemelerde nihai özellikler açısından arayüzeyin karakteristiği, sıcaklığı, difüzyon, kalıntı gerilmeler gibi etkilerin, arayüzeyi ne derecede etkilediği de göz önüne alınmalıdır. Arayüzeyde oluşan kompozisyona bağlı metaller arası bileşikler, karşılıklı difüzyon etkileşimleri sonucu değişen arayüzey geometrisi ve boyutları, morfolojisi, fiziksel, kimyasal, mekanik ve ısı özellikler de kompozit malzemenin kalitesini önemli derecede etkilemektedir.

2.3.1 Arayüzey Bağ Çeşitleri

Matriks ve takviye faz arasındaki bağın özelliğini ve seviyesini kontrol edebilmek çok önemlidir. Bu kontrolü gerçekleştirebilmek için herhangi bir kompozit sisteminde mümkün bağ tipi veya tiplerinden hangisinin veya hangilerinin sistemi kontrol ettiğini anlamak şarttır. Temel olarak bağ çeşitlerini iki ana gruba ayırmak mümkündür. Bu bağ tipleri;

- a) Mekanik bağ,
- b) Kimyasal bağdır.

2.3.1.1 Mekanik Bağ

İki yüzey arasındaki mekanik kilitlenme ile oluşan bağın, kompozit özelliklerini önemli derecede iyileştirdiği bilinmektedir. Takviye fazın yüzeyinde matriks fazının çekirdeklenmesi, takviye fazın matriks fazı ile çevrelenmesine neden olur. Bunun anlamı, arayüzeyde yük transferinden ziyade kütle transferinin gerçekleşmiş olmasıdır. Mühendislik özellikleri açısından uygun bir kompozit elde edebilmek için çoğu zaman sadece mekanik bağın kendi başına yeterli olmadığı saptanmıştır. Mekanik bağın kontrollü kimyasal reaksiyonlarla oluşan bağlarla desteklenmesi durumunda çok daha iyi özelliklerin ortaya çıktığı kaydedilmiştir.

2.3.1.2 Kimyasal Bağ

2.3.1.2.1 Yeniden Çözünme ve Islatabilirlik Bağı: Takviye fazı ve matriks arasındaki yüzeyler göz önüne alındığında, bu etkileşim çok küçük seviyede meydana gelmekte ve bileşenlerin birbirleriyle etkileşimleri atomik seviyede olmaktadır. Etkileşimin bu seviyede olmasından dolayı kalıntı ve safsızlıkların ortamdan uzaklaştırılması için takviye fazın yüzeylerinin uygun bir şekilde ön işleme tabi tutulması gerekmektedir. Takviye faz yüzeylerinin herhangi bir şekilde kirlenmesi veya gaz kabarcıkları, yağ, hava gibi safsızlıkların bulunması, takviye ve matriksin birbiriyle temasını zorlaştırmakta ve oluşan bağın zayıflamasına sebebiyet vermektedir.

2.3.1.2.2 Reaksiyon Bağı: Bağlanmanın kimyasal reaksiyonlarla meydana gelmesi durumunda atom transferi bir bileşenden diğerine ve bileşenlerden birbirine olmakta ve bu transferden dolayı meydana gelen etkileşim, arayüzeyi ortaya çıkarmaktadır. Bileşenler arasındaki bu atomik transfer difüzyon prosesi ile kontrol edilir. Takviye-matriks arayüzeyinde oluşan bileşiklere en tipik örnekler; Al-Li-Al₂O₃ alaşımlarında Li₂O ve LiAlO₂ arabileşiklerinin, Al-B₄C sisteminde B₂O₃ fazının ve Al-SiC alaşımlarında Al₄C₃ fazlarının oluşmuş olmasıdır [2].

Yukarıda bahsedildiği gibi arayüzeyin özellikle kimyasal reaksiyonlarla kontrol edilmesi halinde takviye fazın yüzeylerinin safsızlıklardan arındırılmasının yanında arayüzeyin doğasının da büyük önem arz ettiği tesbit edilmiştir. Takviye fazı ile matriks alaşımları arasındaki ısı genleşme farklılıkları ve arayüzey enerjileri farklılıkları dolayısı ile iki faz arasındaki uyumun desteklenmesi gerekmektedir. Arayüzey bağ dayanımını arttırabilmek için kompozit üretim işleminden önce genel olarak üç değişik ön işlem yapılmaktadır. Bunlar;

- A) Takviye fazın metalik malzeme ile kaplanması,
- B) Metalik matriksin reaktif bir element ile alaşımlanması,
- C) Takviye fazların ısıl işlemidir.

A) Takviye Fazın Metalik Malzeme ile Kaplanması:

Seramik partiküllerin yüzeylerinin kaplanması işlemi iki amaç için yapılmaktadır. Bunlar, takviye-matriks arayüzeyinde yapışma ve ıslatılabilirliği arttırmak ve yüksek sıcaklıklarda takviye matriks arasında oluşumu arzulanmayan kimyasal reaksiyonları önlemektir. Kaplama işleminin ıslatılabilirliği arttırmasındaki ana prensip, metal ve seramik arasındaki atom transferini kolaylaştırmak veya metal-seramik etkileşim sistemini metal-metal'e çevirmektir [13]. Al-Al₂O₃ sisteminde Al₂O₃'ün Ni ve Ti-Ni ile kaplanması örnek verilebilir .

B) Metalik Matriksin Reaktif Bir Element ile Alaşımlanması:

Metal matriksli kompozit malzemelerin üretimindeki başarı, matriks-seramik arasındaki bağın kuvvetli olmasına bağlıdır. Bu sistemlerde üretim sırasında arayüzey mukavemetinin yüksek olması için proses parametrelerinin iyi kontrol edilmesi gerekmektedir. Metal ve seramik arasında tercih edilen bağ mekanik bağlanmadır. Metal matriksli kompozit sistemlerinde seramik ve metal arasındaki ıslanmayı arttırmak için sıvı metal Li, Mg, Ca, Ti, Zr ve P gibi bazı reaktif elementlerle alaşımlandırılmaktadır [2]. Bu reaktif elementlerin ilavesinin amacı; ergiyiğin yüzey gerilimini düşürmek, ergiyiğin katı-sıvı arayüzey enerjisini azaltmak ve kimyasal reaksiyonlar sonucu metal ve seramik malzeme arayüzeyinde bir metaller arası bileşik veya spinel oluşturup atomik ölçüde bağlanmayı sağlamaktır. Alüminyum alaşımlarında en çok kullanılan elementler oksijene karşı afinitesi yüksek olan Li ve Mg'dur. Ağırlıkça %3 Mg ilavesi saf alüminyumun yüzey enerjisini 0.760 Nm⁻¹ den 0.620 Nm⁻¹'e düşürmektedir [14]. Bu elementler arayüzeyde oluşturdukları fazlar ile kimyasal bağ oluşumunu teşvik etmektedir. Reaksiyon süresi ve sıcaklığının yüksek olduğu bazı durumlarda oluşan arayüzey fazları izole kararsız tabakalar olarak davranarak, kompozitin deformasyonu sırasında çatlak oluşturan bölgeler olarak davranırlar.

C) Takviye Fazının Isıl İşlemi:

Takviye fazın kimyasal durumunu değiştirmenin bir diğer yolu ısıtma işlemidir. Takviye fazların yüzeylerinden istenmeyen gaz veya yağ gibi safsızlıkların uzaklaştırılması, ısıtmayı arttırmaktadır. Üretim öncesi ısıtma işlemi ile oksit olmayan seramik partikül veya fiberlerin yüzeyleri oksitlenerek matris malzemesi ile kimyasal reaksiyona girmesinin sağlanması amaçlanmaktadır.

Yukarıda verilen açıklamalardan anlaşılacağı gibi kompozit üretiminde en önemli problem ıslatılabilirliktir. Islatılabilirlik mekanizması sıvı metal ile seramik partikülleri arasında meydana gelen kimyasal bir reaksiyondur. Oluşan reaksiyon ürünleri genellikle kırılmalıdır ve mekanik özellikleri olumsuz yönde etkilemektedir (Örneğin oda sıcaklığındaki süneklik ve kırılma tokluğu). Bu olumsuzluklar, takviye fazın ergiyik içine dışarıdan ilave edildiği tüm kompozit üretim yöntemlerinde mevcuttur. Oysaki, son on yıldır üzerinde çalışmaların devam ettiği takviye fazın ergiyik metal içinde çekirdeklendiği (in-situ production) kompozit üretim yöntemlerinde ıslatılabilirlik problemi yoktur. Bunun nedeni, bu üretim yöntemlerinde takviye fazın ergiyik metal içerisinde çekirdeklenmesi ve arayüzeylerde diğer yöntemlerde görülen kirlenmelerin olmamasıdır. R. Mitra tarafından geliştirilmiş XD Al-TiC kompozitlerde [15] arayüzeylerde safsızlıkların bulunmadığı tesbit edilmiştir. Partikül yüzeylerinde oksidasyon olmadığı, yüzeylerin aktif olduğu ve kirlenmenin olmadığı belirtilmiştir.

BÖLÜM 3

METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ

Metal matrisli kompozitlerin çeşitli üretim yöntemleri bulunmakla birlikte temel üretim yöntemleri aşağıda verilmiştir:

- 1- Toz metalurjik yöntem,
- 2- Basıncılı infiltrasyon yöntemi,
- 3- Basıncısız infiltrasyon yöntemi,
- 4- Sprey çöktürme yöntemi,
- 5- Ergiyik metal yöntemi (Vorteks yöntemi),
- 6- Takviye fazın ergiyik metal içinde çekirdeklendiği yöntemler (**In-situ production**)
 - a) Karışık tuz reaksiyonları,
 - b) DIMAX (Yönlendirilmiş metal oksidasyonu/nitrasyonu),
 - c) XDTM yöntemi (Sıvı-katı reaksiyonları),
 - d) Gaz enjeksiyon yöntemi (Sıvı-gaz reaksiyonları),

3.1-Tozmetalurjik Yöntem: Kompozit üretimi için geliştirilmiş ilk yöntemdir. Bu yöntemde metal tozu ön alaşımlanmış ~20-40 µm boyutunda atomize tozdur. Toz metalurjik yöntemin başlıca avantajları; matris malzemesi olarak herhangi bir alaşım rahatlıkla kullanılabilir. Katı durumda üretim yapılması nedeniyle matris ile takviye faz arasındaki reaksiyon minimuma indirildiği için herhangi bir takviye faz

kullanılabilir. Yüksek hacim oranında takviye kullanımı mümkündür. Bu da kompozitin elastik modülünü arttırmakta ve ısı genleşme katsayısını düşürmektedir. Bu avantajların yanında toz metalurjik yöntemin pahalı olması en büyük dezavantajdır. D. J. LOYD tarafından fiyatının 100US\$/kg üzerinde olduğu belirtilmiştir [16].

3.2- Basıncılı İnfiltrasyon Yöntemi: Bu prosede, ön şekillendirilmiş seramik partiküller vakuma alınır ve daha sonra basınçla ergiyik infiltre edilerek ön kompozit üretilir. Ön kompozit yaklaşık %50 hacim oranında takviye malzemesi içerir. Bu master kompozit daha sonra takviyesiz ergiyik ilave edilerek seyreltilir. Bu yöntemde, ön alaşımın vizkozitesinin yüksek olması nedeniyle takviye fazın yapı içinde dağılımı oldukça güçtür. Bu yöntemin avantajı ise istenilen hacim oranında takviye faz içeren kompozit üretiminin mümkün olmasıdır.

3.3- Basıncsız İnfiltrasyon Yöntemi: Lanxide Corp. Primex™ tarafında geliştirilen bu yöntemde, ön şekillendirilmiş seramik partiküller ergiyik Al-Mg alaşımının azot atmosferi altında basınç uygulanmadan infiltrasyonuna dayanır. Takviye faz oranı yaklaşık %55 civarındadır. Arzu edilirse ön alaşım ile seyreltilebilir.

3.4- Sprey Çöktürme Yöntemi: Bu proseste, sıvı metal inert ortamda atomize edilirken takviye faz 180° açı ile kenarlardan atomize toz üzerine püskürtülmektedir. Çökeltme hızı 6-10 kg/dak. dır. Alcan firmasının bu prosesi kullanarak 200 kg'lık ingotları ticari amaçla ürettiği belirtilmiştir [16].

3.5- Ergiyik Metal Yöntemi (Vortex yöntemi): Bu yöntem, metal ergiyik içerisine seramik partiküllerin katılması sonucu metal matriksli kompozit üretimini içerir. Burada karşılaşılan başlıca problem, metallerin çoğunun takviye fazı ıslatmamasıdır. Yeterli ıslatmanın olmadığı durumda ise takviye faz ergiyik metal tarafından dışarı itilmektedir. Karıştırılmalı metod Surappa ve Rogathi tarafından geliştirilmiştir [17]. Mekanik bir karıştırıcı ile takviye fazın ergiyik içine karıştırılması ile metal matriksli kompozit üretilmektedir. Bu proseste, 50 µm den kaba taneli takviye fazın kullanımı tavsiye edilmemektedir. Ayrıca % 10'un altında takviye faz hacim oranı elde etmenin

zor olduğu belirtilmektedir. Duralcan Corp. tarafından geliştirilen bir diğer karıştırma yöntemi ile kaplamasız 10 µm'den büyük boyutta partiküller kullanılarak % 25 hacim oranında takviye faz içeren metal matriksli kompozit malzeme üretimi başarılmıştır.

3.6- Takviye Fazın Ergiyik Metal İçinde Çekirdeklendirildiği (In-situ Production) Yöntemler: Metal matriksli kompozit malzemelerin üretim yöntemleri içinde, takviye fazın ergiyik metal içerisinde çekirdeklendirilmesine izin veren üretim yöntemleri ekonomik ve teknik açıdan önemli avantajlar sağlamaktadır. Takviye fazın ergiyik metal içinde çekirdeklendiği yöntemlerde partikül miktarının ve şeklinin kontrol edilmesi mümkündür. Bu ise kompozit malzemelerin özelliklerinin iyileşmesine neden olur. Diğer üretim yöntemlerinde görülen ıslatılabilirlik problemi ve matriksle takviye faz arasındaki arayüzey uyumsuzluğu bu yöntemde görülmemektedir. Ergiyik bileşimi ve reaksiyon kimyası kontrol edilerek karbürler, nitrürler, oksitler, borürler ve silikatlar oluşturulabilmektedir. Başlangıç fazlarına bağlı olarak genellikle reaksiyonlar gaz-sıvı, sıvı-katı ve sıvı-sıvı olarak kategorize edilebilir. Düşük ve yüksek sıcaklık alaşım sistemlerinde ergiyik faz içinde çekirdeklenecek oluşan takviye fazın bulunması ana alaşım malzemesinin dayanımını ve elastik modülünü olumlu yönde etkilemektedir. Diğer bir faydası ise yüksek sıcaklık performansının artmış olmasıdır [1].

Günümüzde, ileri havacılık, kara taşımacılığı ve aşınma çalışmalarında kullanılan malzemelerden üstün özellikler istenmektedir. Geleneksel metal dışı malzemeler ve klasik yöntemlerle üretilmiş metal matriksli kompozitler bu çalışmalar için uygun değildir.

3.6.1 Karışık Tuz Reaksiyonları Yöntemi: London Scandinavian Metallurgical Comp. (LSM) alüminyum endüstrisi için tane boyutu küçültülmüş alaşımlar üretmek için mevcut teknolojik imkanlarını kullanarak alüminyum metal matriksli kompozit üretimini geliştirmiştir. Bu yöntemde, titanyum ve borun karıştırılmış tuzları TiB_2 partikülleri oluşturmak için ergiyik alüminyum içinde reaksiyona sokulmuştur. Borürleri içeren alüminyum ergiyiği daha sonra külçe ve ingot olarak dökülmüştür.

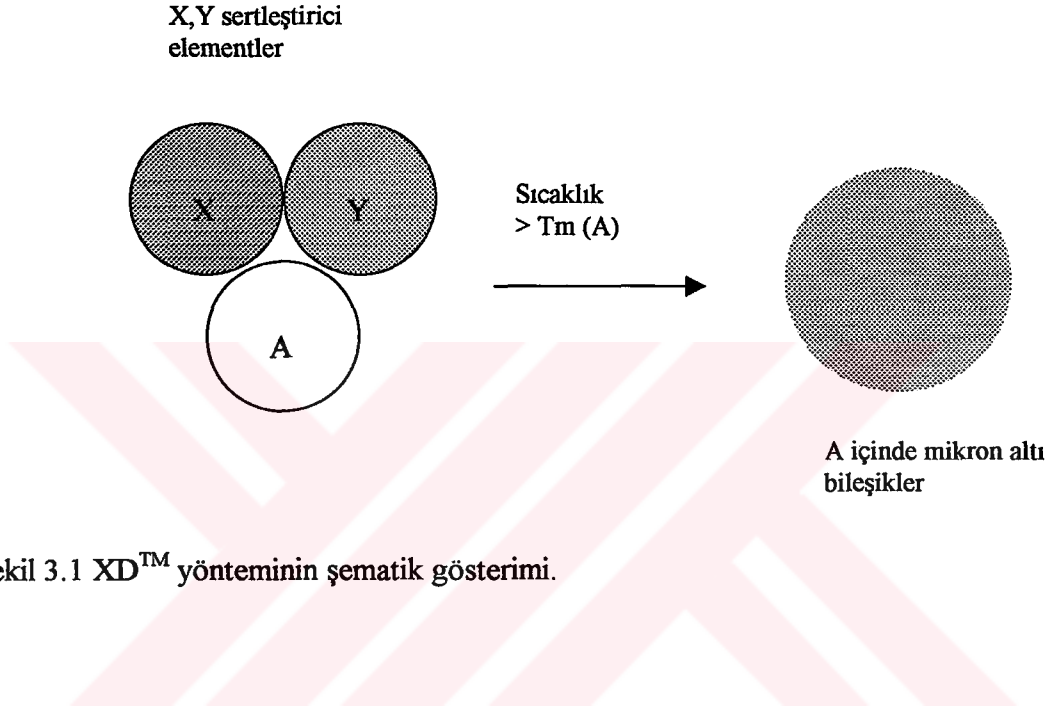
Bu prosesle üretilen TiB_2 partiküllerinin boyutları 1-2 μm arasındadır. Reaksiyon prosesinde tuzların bulunmasından dolayı, TiB_2 'nin bazı istenmeyen reaksiyon ürünleri ile kaplandığı düşünülmektedir [1].

3.6.2 DIMAX (Yönlendirilmiş Metal Oksidasyonu/Nitrasyonu) : Yönlendirilmiş oksidasyon yöntemi Lenxide tarafından geliştirilmiş bir tekniktir. Bu yöntemde, ergiyik metal ($>1173K$) yüksek sıcaklıklarda oksitleyici atmosfere maruz bırakılmaktadır. Son ürün üç boyutlu, birbirine bağlı, oksit ve mikro kanallı metal alaşımıdır. Reaksiyon ürünü oksidasyon atmosferine doğru büyür. Reaksiyon kapiler kuvvetlerle ergiyik alaşımın yüzeye iletilmesi ile desteklenir. Ana alaşım okside olarak takviye fazı (örn: Al_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2) oluşturmaktadır. Mg ve Zn gibi alaşım elementlerini küçük miktarlarda ($>10\%$) ergiyikte bulunmasının nedeni oksidasyon reaksiyonunun başlamasına yardımcı olmak ve böylece normalde saf alüminyum yüzeyinde oluşan pasif oksit filminin oluşumunu engellemektir. Aynı zamanda alaşım elementleri ergiyiğin yüzey enerjisini değiştirerek oksitlerin ıslatılmalarını sağlarlar.

3.6.3- XDTM Yöntemi (Sıvı-Katı Reaksiyonları): Sıvı-katı reaksiyonlarının kullanıldığı XDTM prosesi Martin Marietta tarafından geliştirilmiş bir yöntemdir. Bu yöntemde, elementel seramik tozlar (X, Y) üçüncü bir metal faz (A) içerisinde ısıtılmaktadır. A metali matriks malzemesini oluşturmaktadır. A fazının ergime sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklarda X ve Y elementleri ekzotermik olarak reaksiyona girerek XY seramik fazı oluşmakta ve mikron altı boyutlarda matriks malzemesi içinde dağılmaktadır. Şekil 3.1'de bu yöntemin şematik gösterimi verilmiştir.

Bu yöntemle üretilen metal matriksli kompozitlerde matriks malzemesi olarak Al, Fe, Cu, Pb, Ni, Ti ve takviye faz olarakta borürler, karbürler, nitrürler ve bunların karışımı kullanılabilmektedir [18]. Bu yöntem kullanılarak üretilen kompozitlerde matriks-takviye faz arayüzeyi temizdir ve %40 hacim oranında takviye faz içeren kompozitin üretimi mümkündür. Alüminyum matriks içinde %40 hacim oranında TiB_2 partikülleri içeren alaşım bu yöntemle üretilmiştir [18]. Alaşımda bulunan

partiküllerin boyutlarının 0.1-3 μm arasında değiştiği belirtilmiştir [1], bu değer döküm veya toz metalurjik olarak üretilmiş metal matriksli kompozitlerde görülen 12-15 μm 'lik partikül boyutundan oldukça küçüktür. XDTM yöntemi ile üretilen bu malzemelerin havacılık, otomotiv ve aşınma direncinin önemli olduğu çalışmalarda kullanım alanı bulacağı düşünülmektedir.



Şekil 3.1 XDTM yönteminin şematik gösterimi.

BÖLÜM 4

GAZ ENJEKSİYON YÖNTEMİ İLE TiC TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRETİMİ

Gaz enjeksiyon yöntemi (in situ processing) ile metal matriksli kompozit üretimi Koczak ve Kumar tarafından geliştirilmiştir [19]. Bu proseste karbonlu bir gaz (CO, CO₂, CO+ CO₂ karışımı, CCl₄ veya CH₄) yüksek sıcaklıklarda (1150-1400° C) sıvı alüminyum içinde bulunan titanyum ile reaksiyona girerek TiC'ü oluşturmaktadır. Matriks malzemesi olarak demir dışı alaşımlar (Ör. Al, Cu, Mg, Ni ve Ti) kullanılabilir. Takviye fazı gaz-katı reaksiyonunun neden olduğu buhar-sıvı-katı reaksiyonu yolu ile oluşmaktadır. Demir dışı sistemlerde gaz-sıvı reaksiyonlarına bazı örnekler aşağıda verilmiştir [1].

Termodinamik olarak kararlı karbür oluşumu

Gaz ayrışması:



Karbon ile reaksiyon ve karbür oluşumu:

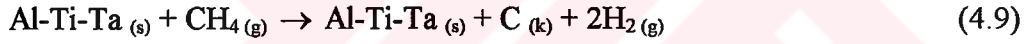


veya

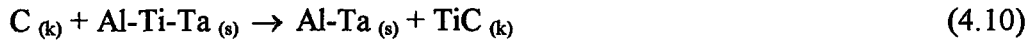


Termodinamik olarak kararsız karbür oluşumu:**Çift takviye oluşumu:**

ve/veya

**Dublex karbür oluşumu:**

Alternatif reaksiyon basamakları,



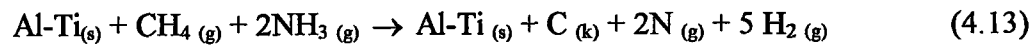
veya



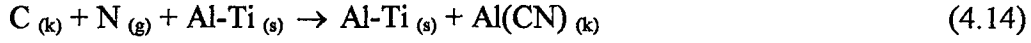
veya

**Karışık (karbür-nitrür) takviye oluşumu:**

Gaz ayrışması:



Karbür ve nitrür reaksiyonları,



veya



veya



4.1 Üretim Yöntemi

Al-Ti alaşımlarında katı alaşım elementi ve metal içermeyen gaz arasında meydana gelen reaksiyon sonucunda ergiyik haldeki matriks alaşımında ince takviye faz oluşmaktadır. Şekil 4.1’de gaz enjeksiyon yönteminin şematik şekli [19] ve şekil 4.2’de işlem sırasında meydana gelen olayları kronolojik olarak gösteren akış diyagramı verilmiştir [9].

- 1. aşama karbonlu gazın (CH_4) sıvı ergiyik içinde ayrışmasını,
- 2. aşama oluşabilecek değişik reaksiyon yolları ve ürünlerini,
- 3. aşama (katı ve sıvı durumda) TiC oluşumu için mümkün olan reaksiyon yollarını,
- 4. aşama ise katılaşma sırasındaki olayları göstermektedir.

1. Aşama: Gaz Ayrışması

$Ar-CH_4$ gaz karışımı değişik akış hızlarında ergiyik içine yollanır. Yüksek sıcaklıklarda CH_4 aniden ayrışır. Ayrışma oranı sıcaklığın fonksiyonu olarak belirlenir. CH_4 oluşumunun serbest enerji değişimi aşağıdaki reaksiyonla verilir:



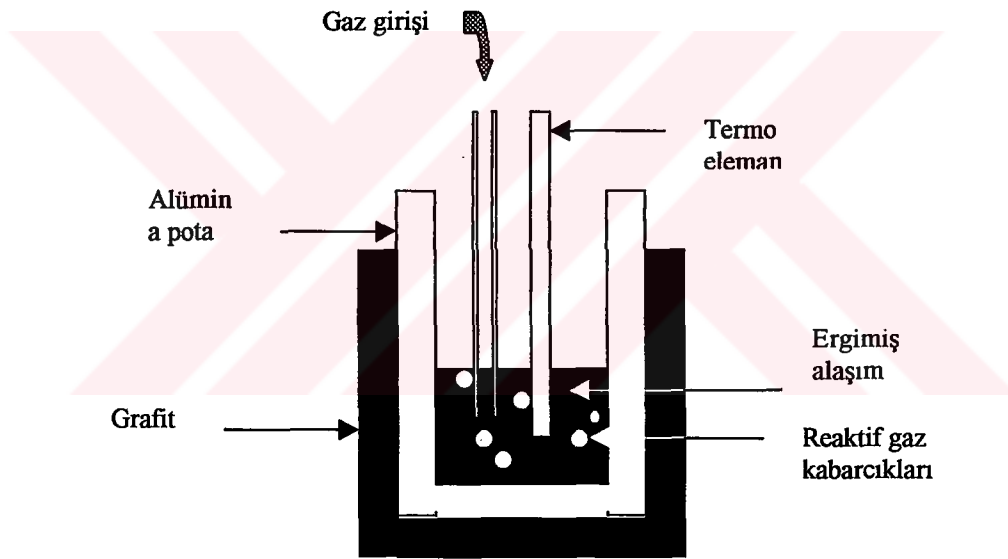
$$\Delta G^0 = -RT \ln K = -91863 + 111.2 T \text{ Jmol}^{-1} \quad (4.18)$$

$$\text{Denge sabiti } K = P_{\text{CH}_4} / P_{\text{H}_2}^2 \quad (4.19)$$

CH₄ 'ın ayrışma yüzdesi şekil 4.3'de grafik olarak verilmiştir. Grafikten görüldüğü gibi 1300 K'in üzerinde CH₄ kolaylıkla ayrışmaktadır.

2. Aşama: TiC ve Al₄C₃ Oluşumu

Karbonlu gazın ayrışması sonucu, karbon Ar/H₂ kabarcıklarında serbest kalır ve gaz-metal arayüzeyinde karbon-metal reaksiyonu oluşur [9]. Al₄C₃ atmosferik su buharından etkilendiği için oluşumu kesinlikle engellenmelidir [19, 9].

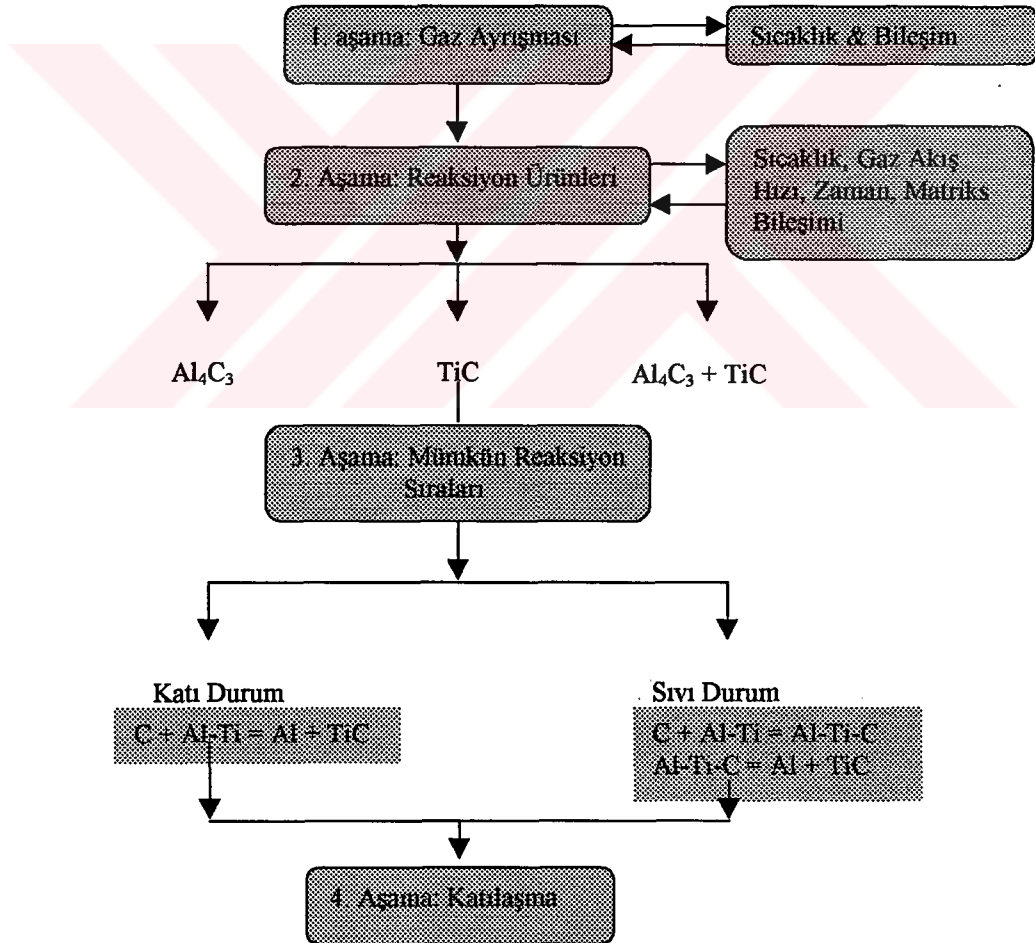


Şekil 4.1 Gaz enjeksiyon yönteminin şematik şekli [12].

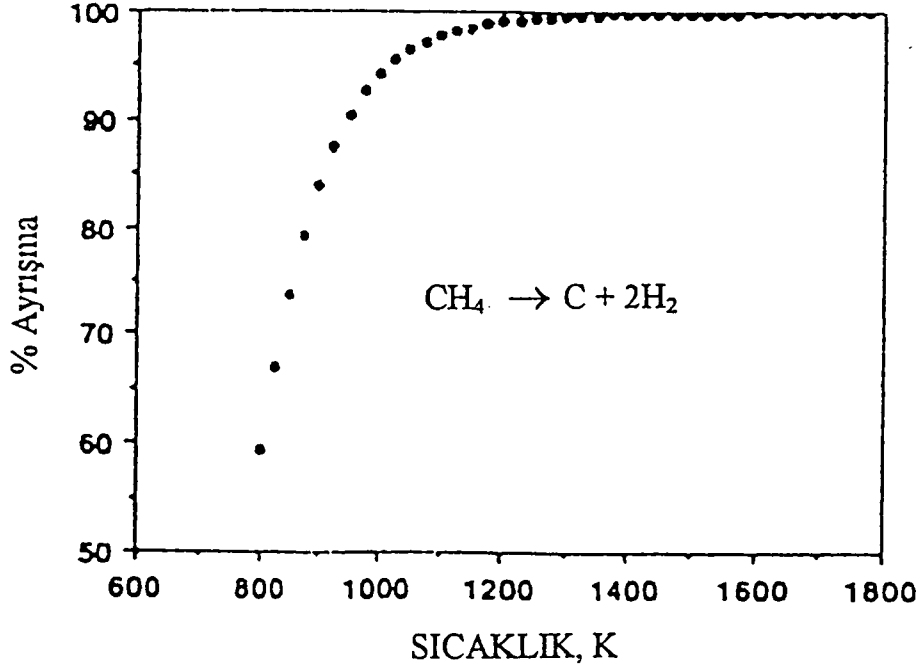
3. Aşama: TiC Oluşumu ve Reaksiyon Sırası

TiC oluşumunda Al-Ti alaşımı ve karbon arasındaki sıvı katı reaksiyonu kısa sürede gerçekleşen bir reaksiyon değildir. TiC oluşumu katı durumda veya sıvı çözeltiliden çökeltme yoluyla gerçekleşebilir. Katı durumda Al₃Ti iğneleri karbon ile reaksiyona girerek kararsız olan Ti₃AlC fazını oluşturur. Yeterli süre ve karbon verildiğinde

Ti_3AlC fazı termodinamik olarak kararlı olan TiC 'ü oluşturur. Sıvı durumda termodinamik olarak öncelikle TiC oluşumu beklenmesine rağmen alüminyumun ergiyik içindeki aktivitesinin (~ 0.99) titanyumun aktivitesinden (~ 0.01) yüksek olmasından dolayı TiC 'den önce Al_4C_3 ve Ti_3AlC ara ürünleri oluşmaktadır [20]. Sıvı durumda reaksiyon sırası aşağıda verildiği gibidir:



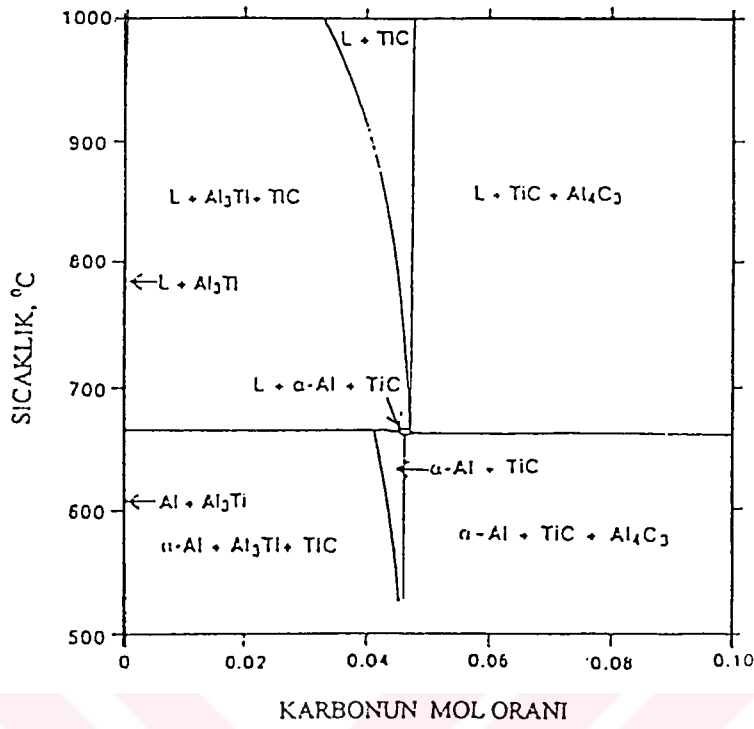
Şekil 4.2. Gaz enjeksiyon yönteminde meydana gelen olayları gösteren akış şeması [9].



Şekil 4.3 CH₄ ayrışmasının sıcaklık ile değişimi [9].

4. Aşama: Katılaşma

Karbon miktarına bağlı olarak düşük sıcaklıklarda diğer kararlı fazların oluşabileceği deneysel ve teorik çalışmalarda belirlenmiştir. Şekil 4.4'da Al+%10Ti ile C arasında hesaplanmış faz diyagramı görülmektedir. 0.04 mol oranının altında C bulunması durumunda, oda sıcaklığında alüminyum matriste sadece Al₃Ti ve TiC dengededir.



Şekil 4.4 Al+%10 Ti ile C arasındaki denge diyagramı

4.2 TiC Oluşumunun Kinetiği

Buhar-sıvı-katı (VLS) reaksiyonu sıvı-buhar arayüzeyinde oluşmaktadır [9]. Oldukça hızlı ve ekzotermik reaksiyonun olduğu tahmin edilmektedir. Bu reaksiyonun oluşumu kabarcıkların boyutuna, kabarcıkların ergiyik içinde kalış süresine, reaksiyon süresine ve sıvı içerisindeki karbon ve titanyumun miktarına bağlıdır.

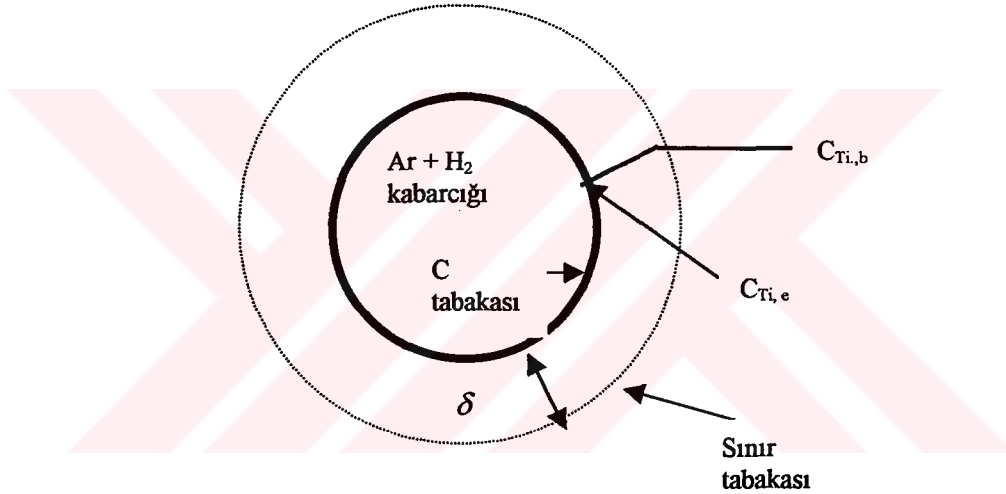
M. J. Koczak ve arkadaşları [9] seramik nozuldan infiltre edilen gaz kabarcıklarının boyutunun aşağıda verilen iki basit eşitlik ile hesaplanabileceğini göstermişlerdir.

$$\frac{\pi}{6} d_b^3 g(\rho_l - \rho_g) = \pi d_0 \sigma \quad \text{Re} < 500 \quad (4.23)$$

$$d_b = 0.54 (V_g d_0^{0.5})^{0.289} \quad (4.24)$$

d_b kabarcık çapını, d_0 orifis çapını, ρ_l sıvının yoğunluğunu, ρ_g kabarcık halindeki gazın yoğunluğunu, σ sıvının yüzey enerjisini, Re Reynolds numarasını ve V_g 'de gaz akış hızını göstermektedir. Eşitliklerden görüldüğü gibi oluşacak kabarcıkların boyutu orifis çapına ve gaz akış hızına bağlı olarak değişmektedir.

Metan gazının ayrışması sonucu karbon, argon-hidrojen kabarcıklarının yüzeyinde bulunmaktadır. Ergiyik içerisinde bulunan titanyum kabarcıklarının yüzeyindeki karbon ile birleşerek yeterli süre sonucunda TiC'ü oluşturmaktadır. Bu oluşumun şematik şekli şekil 4.5'de verilmiştir.



Şekil 4.5 Sınır tabakasına ve kabarcık yüzeyine doğru Ti difüzyonu.

Reaksiyondan önce kabarcık yüzeyine ulaşmış titanyum miktarı δ kalınlığındaki sınır tabakasına doğru titanyum difüzyonuyla hesaplanabilir. Sınır tabakasının dış kısmında konveksiyondan dolayı hızlı titanyum difüzyonu oluşmaktadır. Bu tabakadaki titanyum difüzyonu sıvı alüminyum içindeki titanyum difüzyonu (D_{Ti-Al}) ile verilebilir. Yüzeye titanyum akışı aşağıda verilen eşitlikten hesaplanabilir:

$$J_{Ti} = -D_{Ti-Al} \frac{dc}{dx} \approx D_{Ti-Al} \frac{C_{Ti,b} - C_{Ti,e}}{\delta} \quad (4.25)$$

$C_{Ti, b}$ ve $C_{Ti, e}$ titanyumun bulk ve arayüzey denge konsantrasyonudur.

Sıvı ergiyik içindeki titanyumun difüzyonu Stokes-Einstein formülasyonunun modifiye edilmiş versiyonu ile hesaplanabilir:

$$D = \frac{k_B T}{4\pi R \eta} \quad (4.26)$$

k_B Boltzman sabiti (1.38044×10^{-16}), T (K) sıcaklık, R titanyum iyonunun çapı ve (0.76×10^{-8}), η sıvı ergiyiğin vizkozitesidir (0.01 P).

Sınır tabakasının kalınlığı ise aşağıda verilen eşitlikten hesaplanabilmektedir:

$$\delta = \frac{4.64x}{Re_x^{1/2}} \quad (4.27)$$

x kabarcık çapıdır.

TiC oluşum reaksiyon süresi t_r , aşağıdaki eşitlikten hesaplanabilir:

$$t_r = \frac{\text{kabarcık yüzeyindeki karbon (g)}}{\text{kabarcık yüzeyine akan titanyum (g cm}^{-2} \text{ s}^{-1})} \times \frac{1}{\text{Kabarcık yüzey alanı (cm}^2\text{)}} \quad (4.28)$$

Yukarıdaki reaksiyona göre kabarcık yüzey alanının artması yani boyutunun küçülmesi TiC oluşum reaksiyon süresini kısaltmaktadır. TiC oluşumunun gerçekleşebilmesi için reaksiyon süresinin kabarcıkların ergiyik içerisinde kaldığı süreden daha kısa olması gerekmektedir.

BÖLÜM 5

ELEMENTEL KARBON İLAVESİ İLE TiC TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRETİMİ

Bölüm 3 ve 4'de bahsedilen takviye fazın matriks içinde çekirdeklendirildiği (in-situ production) yöntemlere ilave olarak, Al-Ti alaşımına elementel karbon ilave etmek sureti ile de TiC takviyeli alüminyum matriksli kompozit üretimini gerçekleştirmek mümkündür. Elementel karbon olarak grafit veya amorf karbon kullanılabilir. Bu yöntemin diğer takviye fazın matriks içinde çekirdeklendiği üretim yöntemlerine göre üstün yanları:

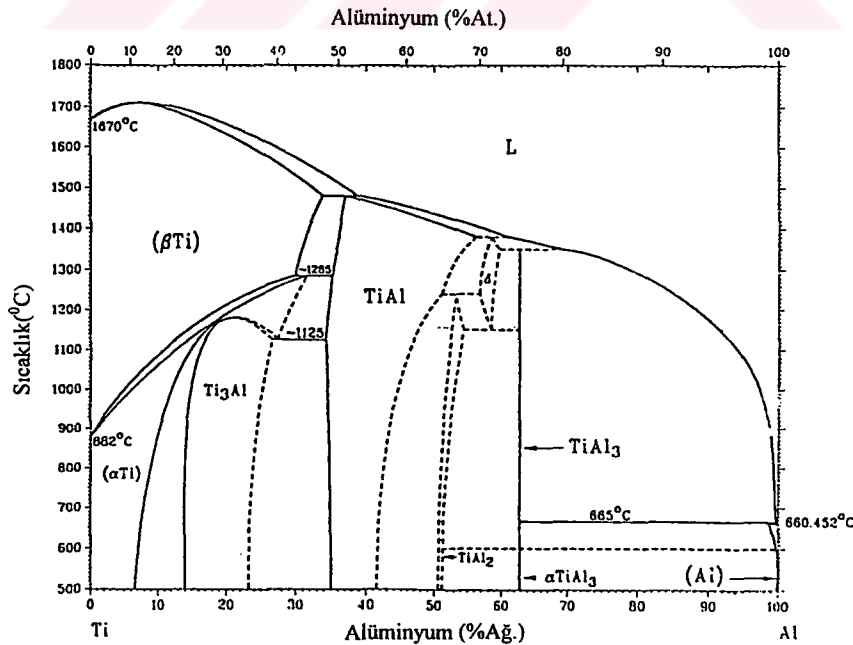
- üretimin kolay olması,
- çok yüksek üretim teknolojisine ihtiyaç duyulmaması,
- üretim maliyetinin düşük olması,
- klasik kompozit üretim yöntemlerinde görülen ıslatılabilirlik probleminin olmaması,
- mekanik özellikleri olumsuz yönde etkileyen matriks-takviye faz arasındaki kirlenmelerin görülmemesi ve
- en önemlisi ise üretim süresinin kısa olmasıdır.

1980'li yıllarda A. Banerji tane küçültücü TiC içeren alüminyum alaşımları üzerine çalışmalar yapmıştır [21]. TiC içeren alüminyum alaşımının üretimi Al-Ti alaşımına uygun sıcaklıklarda grafit tozu ilave edilerek gerçekleştirilmiştir [23]. Aynı zamanda, M. J. Koczak'da gaz enjeksiyon yöntemi ile metal matriksli kompozit üretimi üzerine yaptığı çalışmalarda, katı karbonun Al-Ti ergisiye ilavesine ilave

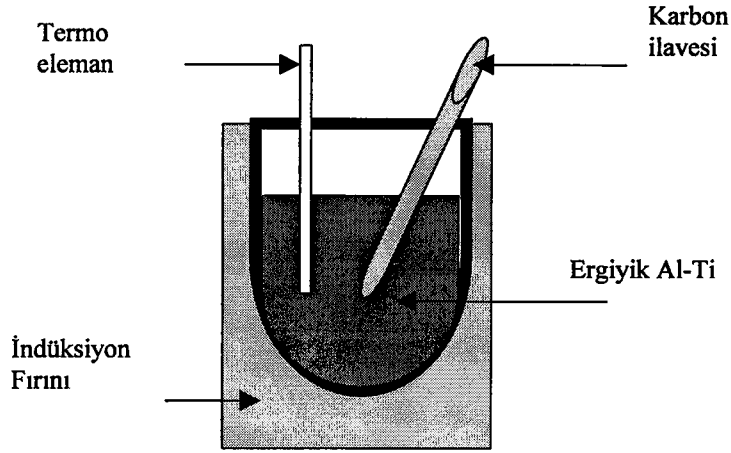
edilmesi ile TiC takviyeli alüminyum matrisli kompozitin üretiminin mümkün olabileceğini söylemiştir [19]. Bu çalışmalardan yola çıkılarak katı karbon ilavesi ile TiC takviyeli alüminyum matrisli kompozitlerin üretimi gerçekleştirilmiştir.

5.1 ÜRETİM YÖNTEMİ

Al-Ti alaışımının ergitme işlemi orta frekanslı indüksiyon fırını kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Bonyo sıcaklığı Al_3Ti fazının tamamen çözünmesine imkan veren sıcaklıklara ($>1273\text{ K}$) kadar yükseltilmelidir. Bu sıcaklık ise şekil 5.1'de verilen Al-Ti denge diyagramından tesbit edilebilmektedir [23]. Bu sıcaklıkta ergiyik faz içinde bulunan Al_3Ti fazının tamamen çözünmesi için yaklaşık 30 dakika beklenmektedir. Daha sonra, nemi uçurulmak için ön ısıtılmış elementel karbon stokiometrik orandan %20-30 fazla olarak banyoya yavaş yavaş ilave edilmektedir. İlave işlemi gerçekleştirildikten sonra titanyum ile elementel karbon arasındaki reaksiyonun tamamlanması için yeterli süre bu sıcaklıkta beklenmelidir. Şekil 5.2'de bu yöntemin şematik çizimi verilmiştir. İlave işlemi tamamlandıktan sonraki bekleme süresi ergiyiğin kimyasal bileşimine, elementel karbonun boyutuna ve çıkılan sıcaklığa göre değişmektedir.



Şekil 5.1 Al-Ti denge diyagramı [23].



Şekil 5.2 Elementel karbon ilavesi ile kompozit üretiminin şematik gösterimi.

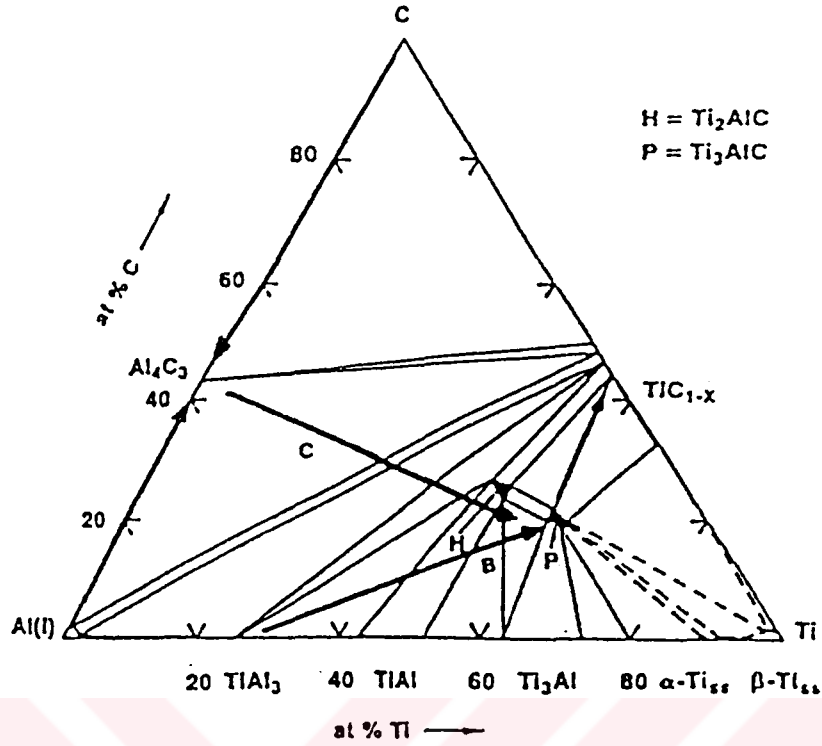
Bu yöntemin iyi bir şekilde anlaşılıp başarılı olarak uygulanabilmesi için TiC oluşum termodinamiğinin ve elementel karbonun matris tarafından ıslatılabilirliğinin belirlenmesi gerekmektedir.

5.2 TERMODİNAMİK İNCELEME

Alüminyum ergiyiği içindeki Al_4C_3 ve TiC fazlarının kararlılığı bu fazların dönüşüm serbest enerjilerine bağlıdır. Bu yüzden Al-Ti-C üçlü sisteminde oluşabilecek reaksiyonlar ve sıcaklığın fonksiyonu olarak dönüşüm serbest enerjilerinin belirlenmesi gerekmektedir. Al-Ti-C denge diyagramı Şekil 5.3 de görülmektedir.

Al-Ti-C üçlü sistemde oluşabilecek reaksiyonlar ve dönüşüm serbest enerjileri aşağıda verilmiştir.

Alüminyum ergiyiği içerisine küçük miktarlarda katı Ti ve C ilave edilmesi durumunda, çözünmüş titanyum ve çözünmüş karbon reaksiyona girerek TiC'ü oluşturmaktadır (Eşitlik 5.1). Bu reaksiyonun Gibbs serbest enerji değişimi $\Delta G_f^0(TiC)$ aşağıdaki prosedür izlenerek hesaplanabilir [24, 9].



Şekil 5.3 Al-Ti-C üçlü denge diyagramı.



$$\begin{aligned} \Delta G_f^0 (\text{J/mol TiC}) = & 4.184(-45200 - 0.23T \ln T \\ & + 0.11 \times 10^{-3}T^2 + 0.74 \\ & \times 10^5/T + 4.96T) \end{aligned} \quad (5.2)$$

Alüminyum sıvısı içerisinde, titanyumun katı durumdan çözelti duruma geçmektedir.



Bu dönüşüm aşağıda verilen iki kademedeyi gerçekleştirmektedir. Birinci kademedeyi titanyum katı durumdan sıvı duruma ikinci kademedeyi ise sıvı durumdan çözelti durumuna geçmektedir.



ve



(5.4) ve (5.5) nolu reaksiyonların 1155 1900 K sıcaklıkları arasındaki Gibbs serbest enerji değişimleri aşağıda verilmiştir.

$$\Delta G_4^0 \text{ (J/mol Ti)} = 16234 - 8.368T \quad (5.6)$$

ve

$$\begin{aligned} \Delta G_5^0 \text{ (J/mol Ti)} &= -RT \ln \frac{100M_{Ti}}{\gamma_{Ti}^h M_{Al}} \\ &= -43.056T + RT \ln \gamma_{Ti}^h \end{aligned} \quad (5.7)$$

γ_{Ti}^h titanyumun aktivasyon sabiti, M_i ise i elementinin atom ağırlığıdır. Hayes ve arkadaşlarına göre, Al-Ti ikili sisteminde karışımın Gibbs aşırı enerjisi aşağıdaki gibidir:

$$\Delta G^E \text{ (J/mol sol)} = X_{Al}X_{Ti}(-113400 + 37.800T) \quad (5.8)$$

X_i i elementinin mol hacmidir.

Al-Ti çözeltisinde, titanyumun kısmi aşırı molar Gibbs enerjisi;

$$\begin{aligned} \Delta \bar{G}_{Ti}^E \text{ (J/mol Ti)} &= \Delta G^E + X_{Al} \frac{\partial \Delta G^E}{\partial X_{Ti}} \\ &= (1-X_{Ti})^2 (-113400 + 37800T) \end{aligned} \quad (5.9)$$

γ_{Ti}^h aşağıdaki eşitlikten hesaplanabilir,

$$\begin{aligned}
 RT \ln \gamma_{Ti}^h &= RT \ln \gamma_{Ti} \big|_{x_{Ti}=0} = \overline{\Delta G_{Ti}^E} \big|_{x_{Ti}=0} \\
 &= -113400 + 37.800T
 \end{aligned}
 \quad (5.10)$$

Eşitlik (5.10) (5.7) de yerine konduğunda,

$$\Delta G_3^0 \text{ (J/mol Ti)} = -113400 - 5.256T \text{ olur} \quad (5.11)$$

Daha sonra ΔG_3^0 aşağıdaki gösterildiği gibi elde edilir:

$$\begin{aligned}
 \Delta G_3^0 \text{ (J/mol Ti)} &= \Delta G_4^0 + \Delta G_5^0 \\
 &= -97166 - 13.624T
 \end{aligned}
 \quad (5.12)$$

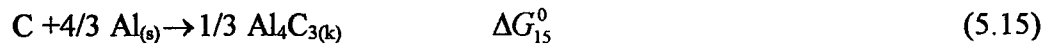
Alüminyum sıvısı içerisinde, karbon da katı durumdan çözelti duruma geçmektedir.



Karbonun Gibbs serbest enerji değişimi aşağıda verilen reaksiyonlardan hesaplanabilir,



ve



$$\begin{aligned}
 \Delta G_{15}^0 \text{ (J/mol C)} &= 1/3 \Delta G_f^0 (Al_4C_3) \\
 &= -89611 + 32.841T
 \end{aligned}
 \quad (5.16)$$

Al_4C_3 'ün alüminyum sıvısı içinde çözünübilirliği,

$$X_{\underline{C}} = 294 \exp (-19.370/T) \quad (5.17)$$

Bu eşitlik aşağıdaki gibi tekrar yazılabilir,

$$RT \ln X_{\underline{C}} (\text{J/mol } \underline{C}) = -161042 + 47.253T \quad (5.18)$$

R , gaz sabitidir (8.314J/mol K). Daha sonra ΔG_{15}^0 aşağıda verildiği gibi elde edilebilir:

$$\begin{aligned} \Delta G_{15}^0 (\text{J/mol } \underline{C}) &= RT \ln c_{\underline{C}} = RT \ln \frac{c_{\underline{C}}}{X_{\underline{C}}} + RT \ln X_{\underline{C}} \\ &= RT \ln \frac{100M_{\underline{C}}}{M_{Al}} \\ &= -161042 + 78.81T \end{aligned} \quad (5.19)$$

$c_{\underline{C}}$ ve $X_{\underline{C}}$ karbonun ağırlık yüzdesi ve mol kesridir. Reaksiyon (5.13)'ün Gibbs serbest enerji değişimi aşağıda verildiği gibidir;

$$\begin{aligned} \Delta G_{13}^0 (\text{J/mol } \underline{C}) &= \Delta G_{14}^0 - \Delta G_{15}^0 \\ &= 71431 - 45.970T \end{aligned} \quad (5.20)$$



Yukarıda verilen reaksiyonun Gibbs serbest enerjisi ise

$$\begin{aligned} \Delta G_{22}^0 (\text{J/mol TiC}) &= \Delta G_1^0 - \Delta G_3^0 - \Delta G_{13}^0 \\ &= -163832 + 80.347T \\ &\quad + 0.460 \times 10^{-3}T^2 \\ &\quad + 3.096 \times 10^5/T - 0.962 \ln T \end{aligned} \quad (5.22)$$

Sıvı alüminyum içinde TiC'ün bulunması durumunda reaksiyon (5.21)'in denge sabiti aşağıdaki gibi hesaplanır:

$$K_{21} = \frac{1}{c_{Ti} c_C} = \exp (-\Delta G_{22}^0 / RT) \quad (5.23)$$

Eşitlik (5.22) ve (5.23)'ün birleştirilmesi sonucu

$$\begin{aligned} C_C(\% \text{ ag}) = \frac{1}{c_{Ti}} \exp (9664 + 5.533 \times 10^{-5} T \\ - 1.965 \times 10^4 / T + 3.724 \\ \times 10^4 / T^2 - 0.116 \ln T) \end{aligned} \quad (5.24)$$

Banerji ve Raif [22] 1450 K'in üzerindeki sıcaklıklarda Al_4C_3 'ün termodinamik olarak TiC'den daha kararlı olduğunu söylemişlerdir. Oysaki bu sonucun doğru olmadığı Gibbs oluşum serbest enerjileri incelenerek tesbit edilebilir.

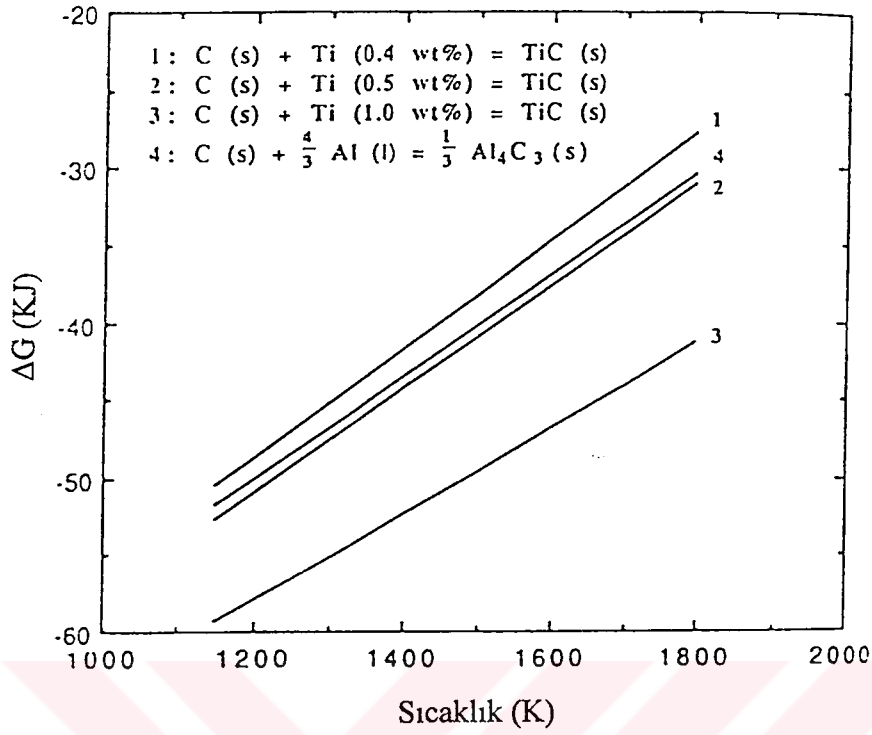
Al-Ti sıvısında çözünmüş veya katı durumdaki karbon çözünmüş durumdaki titanyumla reaksiyona girerek TiC'ü oluşturmaktadır.



Bu reaksiyonun Gibbs serbest enerji değişimi aşağıdaki gibidir,

$$\begin{aligned} \Delta G_{25}^0 (\text{J/mol } C) &= \Delta G_1^0 - \Delta G_3^0 \\ &= -91951 + 34.377T \\ &\quad + 0.460 \times 10^{-3} T^2 \\ &\quad + 3.096 \times 10^5 / T - 0.962T \ln T \end{aligned} \quad (5.26)$$

Eşitlik (5.16) ve (5.26) kullanılarak hesaplanan ΔG değerleri sıcaklığın fonksiyonu olarak şekil 5.4'de verilmiştir [24, 9].



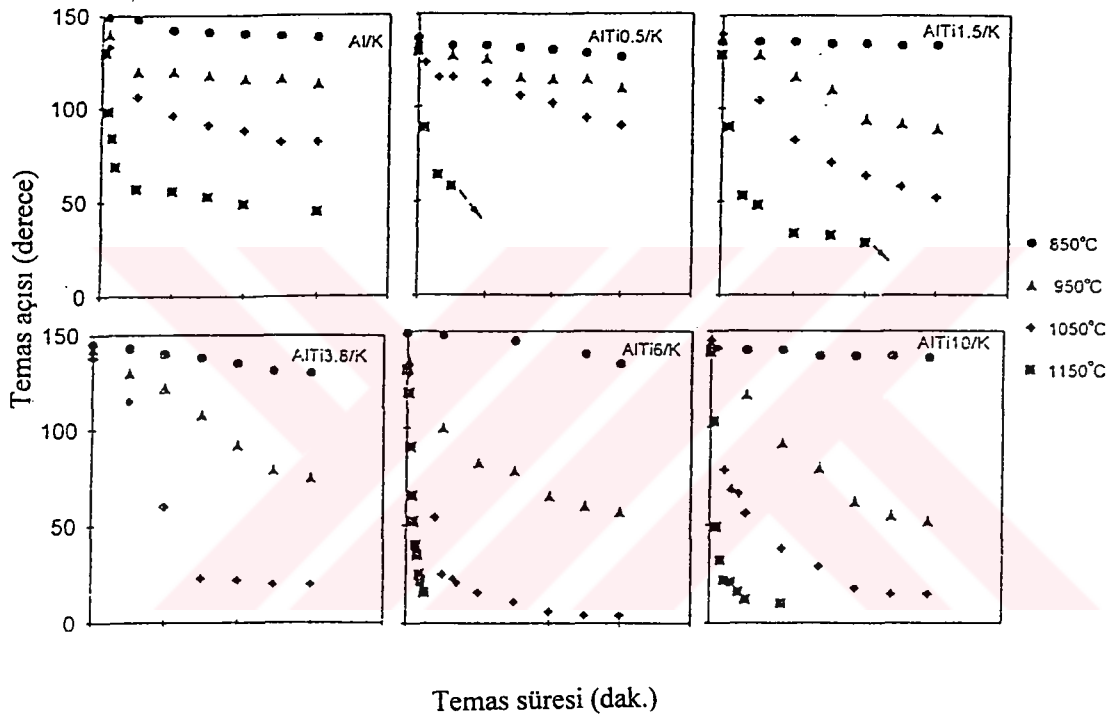
Şekil 5.4 Sıcaklığın fonksiyonu olarak TiC ve Al_4C_3 reaksiyonların dönüşüm serbest enerjileri.

Şekilden'de görüldüğü gibi bir mol karbon için TiC'ün dönüşüm serbest enerjisi Al_4C_3 'den daha düşüktür. Bu da termodinamik olarak TiC'ün Al_4C_3 'den daha kararlı olduğunu göstermektedir. 1150-1800 K sıcaklıkları arasında sadece çok düşük titanyum konsantrasyonlarında termodinamik olarak Al_4C_3 TiC'den daha kararlı hale gelmektedir.

5.3 ELEMENTEL KARBONUN MATRİS MALZEMESİ TARAFINDAN ISLATILABİLİRLİĞİ

1273 K'in altındaki sıcaklıklarda karbonun alüminyum tarafından ıslatılmadığı, 1273 K'in üzerindeki sıcaklıklarda temas açısının artan sıcaklıkla azaldığı ve 1373 K'in

üzerindeki sıcaklıklarda ise temas açısının 90° 'nin altına düştüğü A. Baneji tarafından ifade edilmiştir [22]. N. Sobczak ve arkadaşları [25] Al-Ti alaşımları ve grafit arasındaki ıslatılabilirlik üzerine yaptıkları çalışmada sıcaklığa, süreye ve Al-Ti bileşimine bağlı olarak katı/sıvı arasındaki temas açısı ölçümlerini gerçekleştirmişlerdir. Bu çalışma sonucu elde ettikleri deney sonuçları şekil 5.5'de görülmektedir.



Şekil 5.5 Sıcaklık ve titanyum miktarının grafit malzemesinin ıslatılabilirliğine etkisi.

Şekilden de görüldüğü gibi grafitin saf alüminyum tarafından ıslatılması (ıslatma açısı $\theta < 90^\circ$) 1323 K'in üzerindeki sıcaklıklarda mümkün olmaktadır. Al-Ti alaşımlarında temas açısı saf alüminyuma göre daha küçüktür. Sıcaklık ve titanyum miktarının artması ile temas açısı daha da küçükmektedir. Al+%1.5 Ti alaşımında 1173 K'in üzerindeki sıcaklıklarda grafit alüminyum tarafından ıslatılabilmektedir. Al+%6Ti

alařımında grafitin alüminyum tarafından ıslatılması 1223 K'de 7 dakikada gerekleřirken 1323 K'de 1 dakikada ve 1423 K'de hemen gerekleřmektedir.



BÖLÜM 6

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

TiC takviyeli alüminyum matriksli kompozit malzemelerin üretimi iki farklı yöntem kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bunlar gaz enjeksiyon yöntemi ve elementel karbon ilavesi ile TiC takviyeli alüminyum matriksli kompozit üretim yöntemidir.

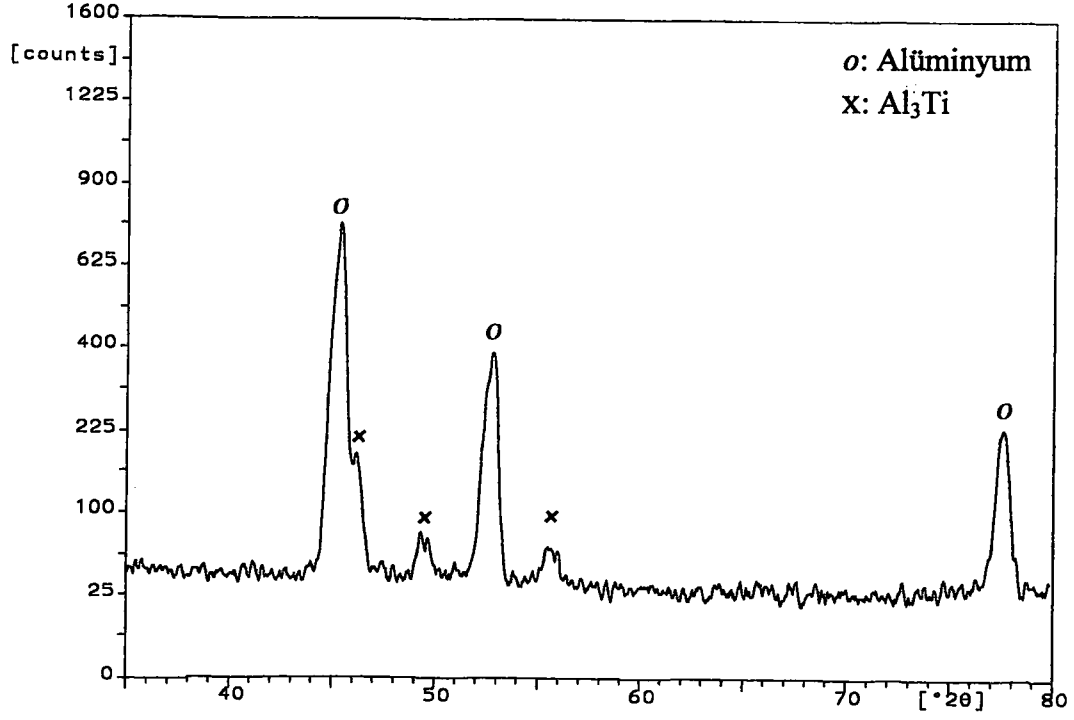
6.1 DENEYLERDE KULLANILAN MALZEMELER

Deneylerde kullanılan malzemelerden Al+%6Ti ön alaşımı LSM firmasından ve ticari saflıktaki alüminyum (Etial 8-[1080]) Seydişehir Etibank Alüminyum tesislerinden temin edilmiştir. Al+%6Ti alaşımı ve Etial 8'in kimyasal bileşimi tablo 6.1'de verilmiştir. Bu malzemelere ait X-ışınları difraktogramları şekil 6.1 ve 6.2'de gösterildiği gibidir (Difraktogramlara ait d ve 2θ değerleri ekler kısmında verilmiştir). Şekil 6.3'de ise Al+%6Ti alaşımının ışık mikroskobu görüntüsü verilmiştir.

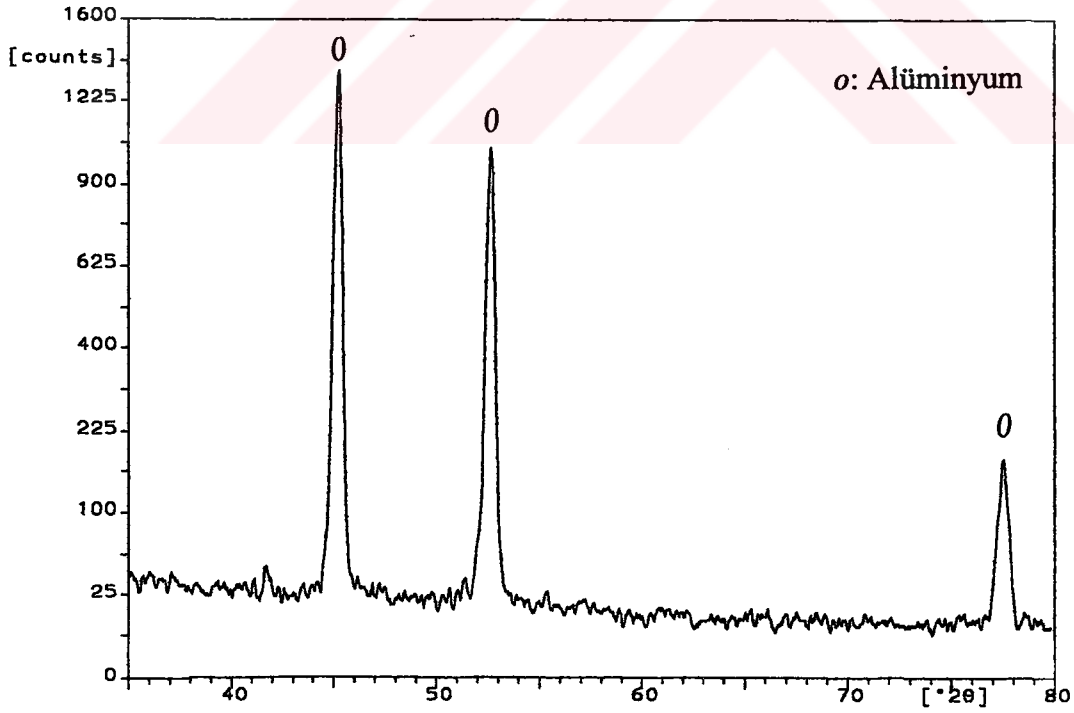
Tablo 6.1 Deneyde kullanılan malzemelerin kimyasal bileşimi.

Alaşım	% Al	% Fe	% Si	% Cu	% Ti	% Zn	Diğerleri
Al+%6Ti**	92.88	0.157	0.148	0.003	6.35	0.097	0.10
Etial 8*	99.80	0.15	0.10	0.03	0.02	0.03	0.10
Etial8 **	99.80	0.101	0.64	0.001	0.008	0.008	0.10

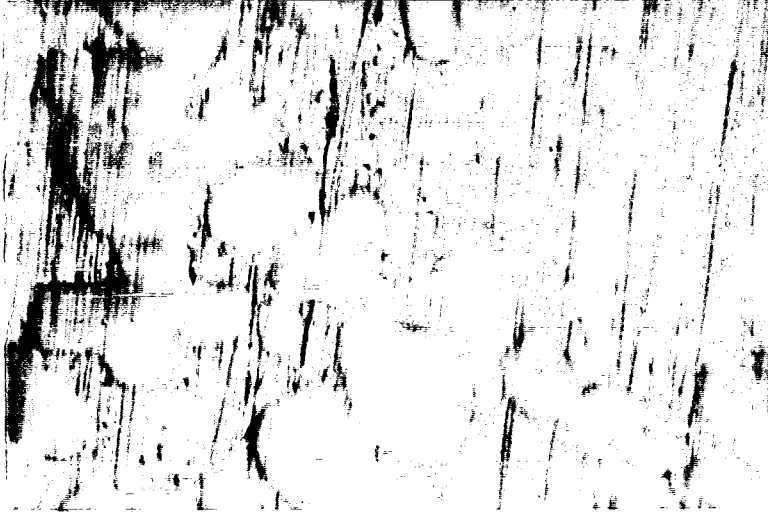
- * Seydişehir Alüminyum tesislerinin verdiği değerler
- ** Yıldız üniversitesinde yapılan kimyasal analiz sonuçları



Şekil 6.1 Al+%6Ti alaşıminın X-ışınları difraktogramı.



Şekil 6.2' Etial-8'in X-ışınları difraktogramı.



Şekil 6.3 Al+6%Ti alaşımasının ışık mikroskobu görüntüsü(1400X).

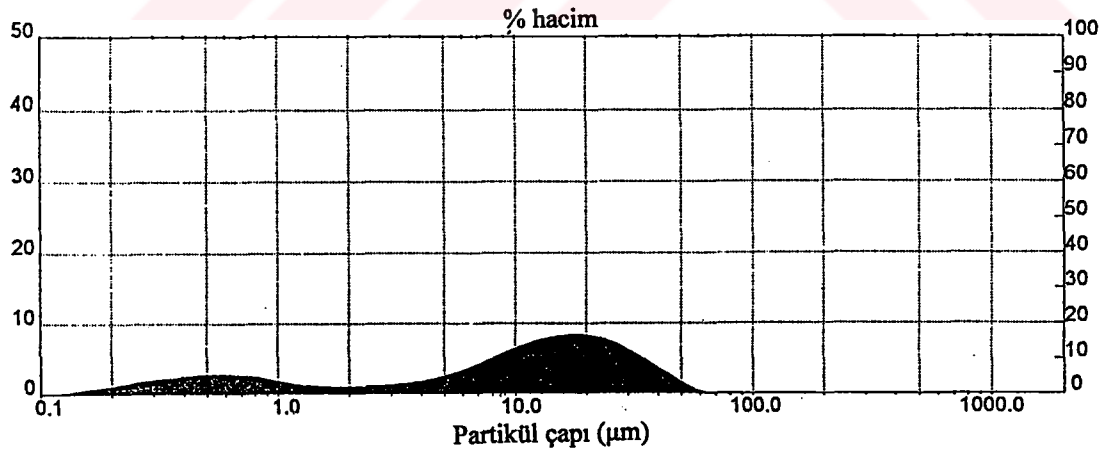
Gaz enjeksiyon yönteminde kullanılan Ar+%10 CH₄ gazı BOS Birleşik Oksijen San. A.Ş.'den temin edilmiştir. Elementel karbon olarak kullanılan karbon siyahının (Elftex 125-Cabot, İspanya) kimyasal ve fiziksel özellikleri tablo 6.2'de verilmiştir. Tablo 6.3'de tane boyut dağılım değerleri görülmektedir. Karbon siyahının tane boyut dağılımı ise şekil 6.4'de görülmektedir.

Tablo 6.2 Deneylerde kullanılan karbon siyahının fiziksel ve kimyasal özellikleri.

	C (%)	BET (m ² /g)	Tane Boyutu (µm)	Yoğunluk (g/cm ³)	A.K. (%Ağ.)
Elftex 125	>98	27	10-30	2.3	<0.1

Tablo 6.3 Karbon siyahının tane boyut dağılım değerleri.

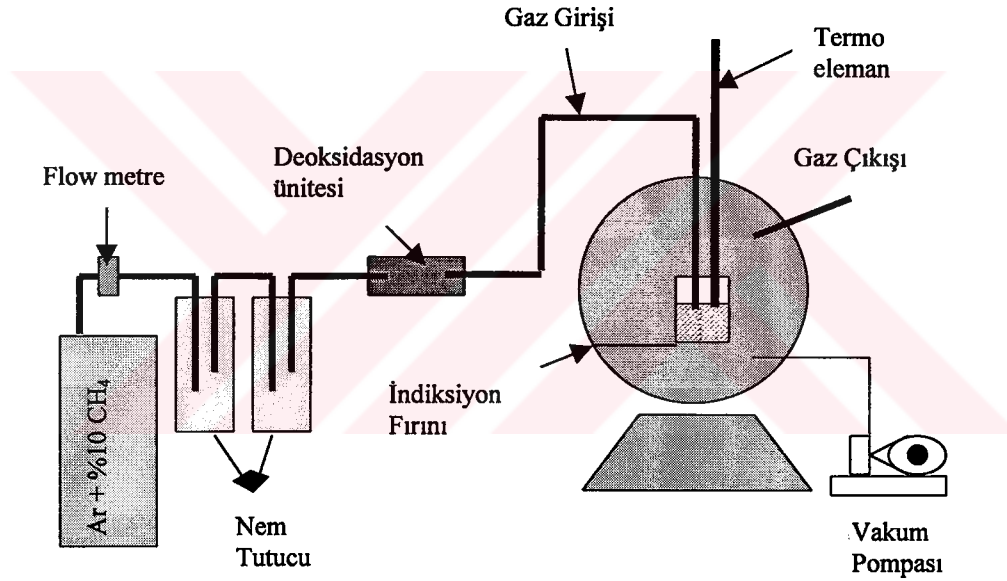
Boyut (μm)	Hacim (%)	Boyut (μm)	Hacim (%)
0.05	0.01	2.83	1.54
0.12	0.47	3.49	1.90
0.15	0.94	4.30	2.50
0.19	1.39	5.29	3.40
0.23	1.84	6.52	4.58
0.28	2.25	8.04	5.91
0.35	2.59	9.91	7.15
0.43	2.83	12.21	8.11
0.53	2.90	15.04	8.57
0.65	2.73	18.54	8.45
0.81	2.30	22.84	7.61
1.00	1.75	28.15	6.08
1.23	1.34	34.69	4.18
1.51	1.21	42.75	2.30
1.86	1.23	52.68	0.64
2.30	1.33	64.92	0.00



Şekil 6.4 Karbon siyahının tane boyut dağılımı.

6.2. KULLANILAN CİHAZ VE ALETLER

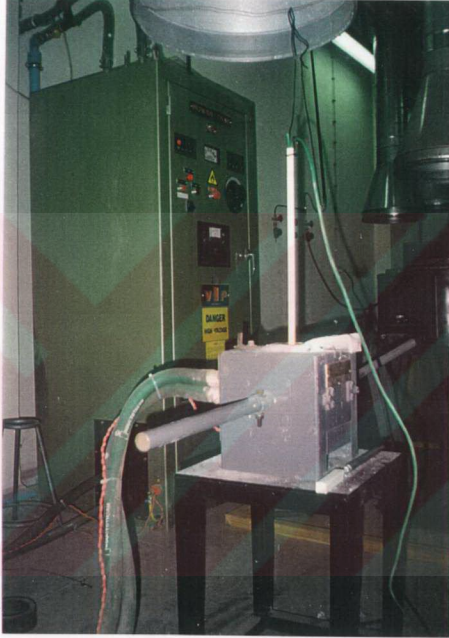
Gaz enjeksiyon yönteminde karbonlu gazın (CH_4) infiltrasyon reaksiyonu vakum indüksiyon fırınında (BALZERS VSG 002) gerçekleştirilmiştir. Alaşım saf alümina pota içerisinde ergitilmiştir. Taşıyıcı argon gazı ile karbon kaynağı olan metan gazı Al-Ti ergiğine gönderilmeden önce deoksidasyon ve nem tutucu ünitelerden geçirilerek temizlenmiş ve gaz diffüzer sistemi kullanılarak Ar- CH_4 gaz karışımı ergiyik içine gönderilmiştir. Ergiyik sıcaklığı Pt-PtRh10 termoeleman kullanılarak ölçülmüştür. Bu yöntemin şematik çizimi şekil 6.5 'de verilmiştir.



Şekil 6.5. Gaz enjeksiyon yönteminin şematik gösterimi.

Elementel karbon ilavesi ile TiC takviyeli alüminyum matrisli kompozit üretimi şekil 6.6'da görülen düzenek kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Al-Ti alaşımının ergitme işlemi INDUCTOTHERM tarafından imalatı gerçekleştirilen indüksiyon fırınında yapılmıştır. Alaşım içerisi saf alümina ile sıvanmış grafit pota da ergitilmiştir. Al-Ti

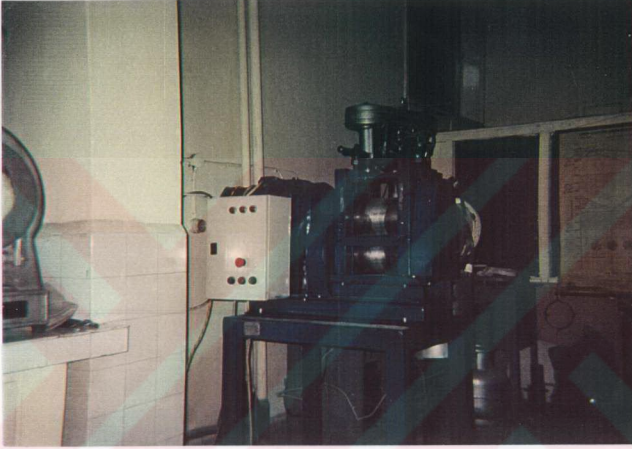
ergiyiğinin sıcaklığı Pt-PtRh10 termoeleman ile ölçülmüştür. Karbon siyahının ön ısıtma işlemi mufl fırında yapılmıştır.



Şekil 6.6 Elementel karbon ilavesi ile TiC takviyeli alüminyum matrisli kompozit üretim işleminin gerçekleştirildiği deney düzeneği.

Başlangıç hammaddeleri ve ürünlerin faz analizleri Philips PW 1820 X-ışınları difraktometresi ile $\text{CuK}\alpha$ ($1.54\text{\AA}$) ve $\text{CoK}\alpha$ ($\lambda = 1.79\text{\AA}$) radyasyonu kullanılarak $2\theta = 35\text{-}80^\circ$ ’lik difraksiyon açısı aralığında yapılmıştır. Difraktogramlara ait d ve 2θ değerleri ekler kısmında verilmiştir. Karbon siyahının tane boyut dağılımı Malvern marka mastersizer kullanılarak ölçülmüştür. Mikroyapısal inceleme için Jeol JSM

5410LV taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. Üretimi gerçekleştirilen kompozitlerdeki TiC hacim oranı LEICA MPS 60 model görüntü analiz cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Haddeleme işlemi şekil 6.7'de görülen hadde ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.7 Haddeleme işleminin yapıldığı hadde cihazı.

6.3 DENEYLERİN YAPILIŞI

6.3.1. Gaz Enjeksiyon Yöntemi:

Al-Ti alaşımının ergitme işlemi vakum indüksiyon fırınında alümina potada gerçekleştirilmiştir. Al+%6Ti alaşımına ticari saflıktaki alüminyum ilave edilerek Al+%3Ti alaşımı hazırlanmıştır. Fırın vakuma alındıktan sonra 300°C'ye kadar ısıtılmış ve bu sıcaklıkta argon gazı ile doldurulmuştur. Daha sonra fırının sıcaklığı 1200 °C'ye kadar çıkarılmış ve bu sıcaklıkta Al₃Ti fazının tamamen çözünmesi için

30 dakika beklenmiştir. Taşıyıcı argon gazı ile karbon kaynağı olan metan gazı ($\text{Ar}+\%10\text{CH}_4$) Al-Ti ergiyiğine gönderilmeden önce deoksidasyon ve nem tutucu ünitelerden geçirilerek temizlenmiştir. Ucunda yüzeyi seramik ile kaplanmış grafit filtre bulunan seramik tüp ergiyik metal içine daldırılarak, temizlenmiş gaz karışımı 0.4 l/dak. akış hızında ergiyik içerisine gönderilmiştir. Gaz infiltrasyonu tamamlandıktan sonra ergiyik metal vakum altında kokil kalıba dökülerek katılaştırılmıştır. $\text{Al}+\%3\text{Ti}$ alaşımına değişik sürelerde gaz gönderilerek reaksiyonların gelişimi izlenmiştir.

Deney numuneleri zımparalama, parlatma ve dağlama işlemine tabi tutulduktan sonra mikroyapı karakterizasyonu ışık ve tarama elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak yapılmıştır. Faz analizleri ise X-ışınları difraktometresi ile gerçekleştirilmiştir.

6.3.2 Elementel Karbon İlavesi:

Değişik bileşimlere sahip Al-Ti alaşımlarının ergitme işlemi içerisi saf alümina ile sıvanmış grafit potada indüksiyon fırını kullanılarak gerçekleştirmiştir. Ergiyik sıcaklığı Al_3Ti fazının tamamen çözünmesine imkan veren $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye yükseltilmiş ve bu sıcaklıkta, ergiyik içinde bulunan Al_3Ti 'un tamamen çözünmesi için yaklaşık 30 dakika beklenmiştir. Ortalama tane boyutu $10\text{-}20\text{ }\mu\text{m}$ olan karbon nemi uçurulmak için $850\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 1 saat ön ısıtılmıştır. Ön ısıtılmış karbon tozları alüminyum folyoya sarılarak 1'er gramlık paketler halinde ergiyik içerisine ilave edilmiştir. İlave işlemi tamamlandıktan sonra titanyum ile elementel karbon arasındaki reaksiyonun gerçekleşebilmesi için uygun sıcaklıklara çıkılmış ve bu sıcaklıklarda reaksiyonun tamamlanması için yeterli süre beklenmiştir. İlave işlemi tamamlandıktan sonraki bekleme süresi ergiyiğin kimyasal bileşimine, elementel karbonun boyutuna ve çıkan sıcaklığa göre değişmektedir.

Tablo 6.4'de gösterilen deney şartları uygulanarak elementel karbon ilavesi gerçekleştirilmiştir. Deney şartlarının bu şekilde seçilmesinin nedeni; stokiometrik oranın üzerinde ilave edilen karbon miktarının (% Ağ.), sıcaklığın ve karbon ilavesinden sonraki bekleme süresinin TiC oluşumuna etkisini belirlemektir.

Tablo 6.4 Elementel karbon ilavesi ile gerçekleştirilen deney şartları.

Numune No	Bileşim	Fazla C (% Ağ.)	Sıcaklık (°C)	Bekleme Süre (dak.)
1	Al+%4Ti	20	1200	15
2	Al+%4Ti	30	1200	15
3	Al+%4Ti	30	1300	15
4	Al+%5Ti	20	1200	15
5	Al+%5Ti	30	1300	5
6	Al+%5Ti	30	1300	15
7	Al+%6Ti	30	1300	15

Üretimi gerçekleştirilen alüminyum matriksli TiC takviyeli kompozit malzemeler daha sonra 400°C'da haddeleme işlemine tabi tutulmuşlardır. Bu sıcaklıkta tüm numuneler 30 dak. bekletilmiştir. Haddeleme işlemi üç pasoda gerçekleştirilmiş olup toplam deformasyon oranı %80 dir

Haddelenmiş malzemelerden mikroyapı incelemesi için numuneler alınarak numune hazırlama işlemine tabi tutulmuştur. Keller ayırıcı ile dağlanmış olan numuneler daha sonra ışık ve elektron mikroskobu kullanılarak mikroyapısal olarak incelenmiştir. Üretim sonucu elde edilen malzemelerin içerdiği fazlar X-ışınları difraktometresi ile belirlenmiştir.

BÖLÜM 7

DENEY SONUÇLARI

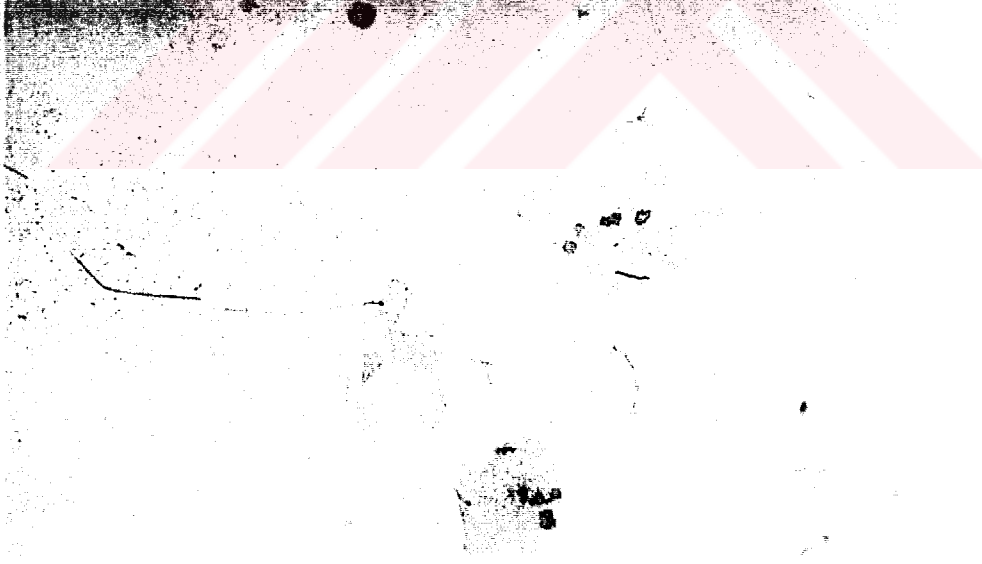
7.1 GAZ ENJEKSİYON YÖNTEMİ İLE TiC TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRETİMİ DENEY SONUÇLARI

Gaz enjeksiyon yöntemi ile TiC takviyeli alüminyum matriksli kompozit üretimi laboratuvar ölçekli vakum indüksiyon fırınında çeşitli bileşimlere sahip Al-Ti alaşımları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Yapılan ilk denemelerde gaz karışımı 3 mm çapa sahip alümina tüp kullanılarak Al+%1Ti alaşımına infiltre edilmiştir. 330 gr Al+%1Ti alaşımına 0.4 l/dak. gaz akış hızında 60 dak. süre ile gaz infiltre edilerek elde edilmiş üründe yapılan X-ışınları ve metalografik inceleme sonucunda TiC fazına rastlanmamıştır. Bu numuneye ait ışık mikroskobu görüntüsü şekil 7.1'de verilmiştir. Bu sonuç, kullanılan tüp çapının uygun olmadığını ve gönderilen gaz kabarcıklarının çok büyük olduğunu göstermektedir. Kabarcıkların boyutlarını küçültmek amacıyla seramik tüp ucuna filtre takılarak deneysel çalışmalara devam edilmiştir.

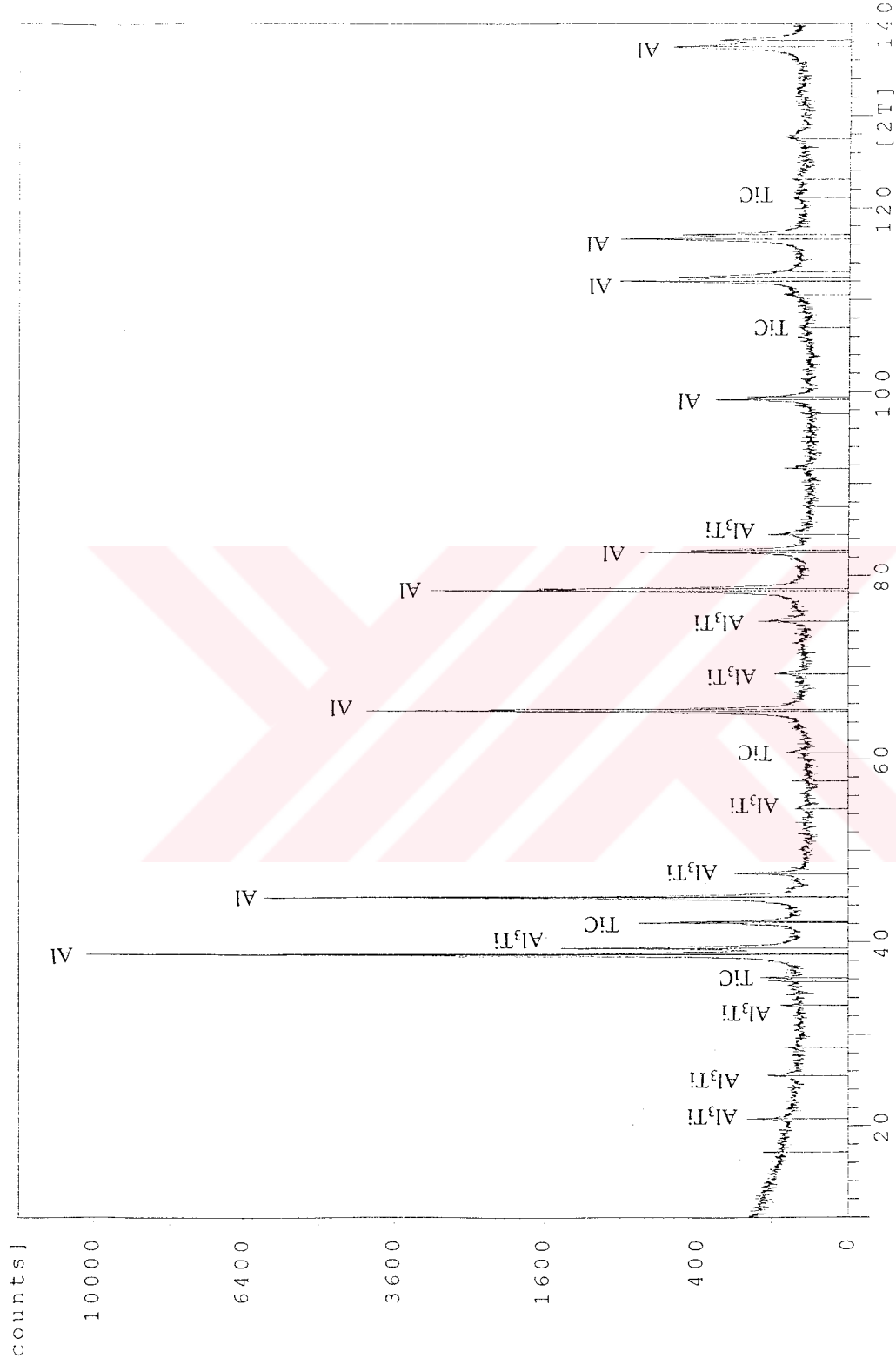
Gaz infiltrasyonu için uygun şartların elde edilmesinden sonra TiC takviyeli alüminyum matriksli kompozit üretimi 200 g Al+%3Ti alaşımı indüksiyon fırınına şarj edilerek 1200 °C 'de 90, 120 dak süre ile 0.4 l/dak. gaz akış hızında yapılan deneylerle incelenmiştir. Bu yöntemle üretimi gerçekleştirilmiş malzemelere ait X-ışınları difraktogramları şekil 7.2 ve 7.3'de verilmiştir. 1200 °C 'de 0.4 l/dak. gaz akış hızlarında 90 dak reaksiyon süresi sonucu elde edilen ürün ile yapılan mikroyapısal inceleme sonucu elde edilmiş ışık mikroskobu görüntüsü şekil 7.4, tarama elektron mikroskobu görüntüsü şekil 7.5'de ve yapıda bulunan iğnesel faz

üzerinden alınan EDS analizi ise şekil 7.6'da verilmiştir. 1200 °C 'de 0.4 l/dak. gaz akış hızlarında 120 dak reaksiyon süresi sonucu elde edilen ürün ile yapılan mikroyapısal inceleme sonucu elde edilmiş ışık mikroskobu görüntüsü şekil 7.7 tarama elektron mikroskobu görüntüsü şekil 7.8'de ve yapıda homojen olarak dağılmış faz üzerinden alınan EDS analizi ise şekil 7.9'de verilmiştir.

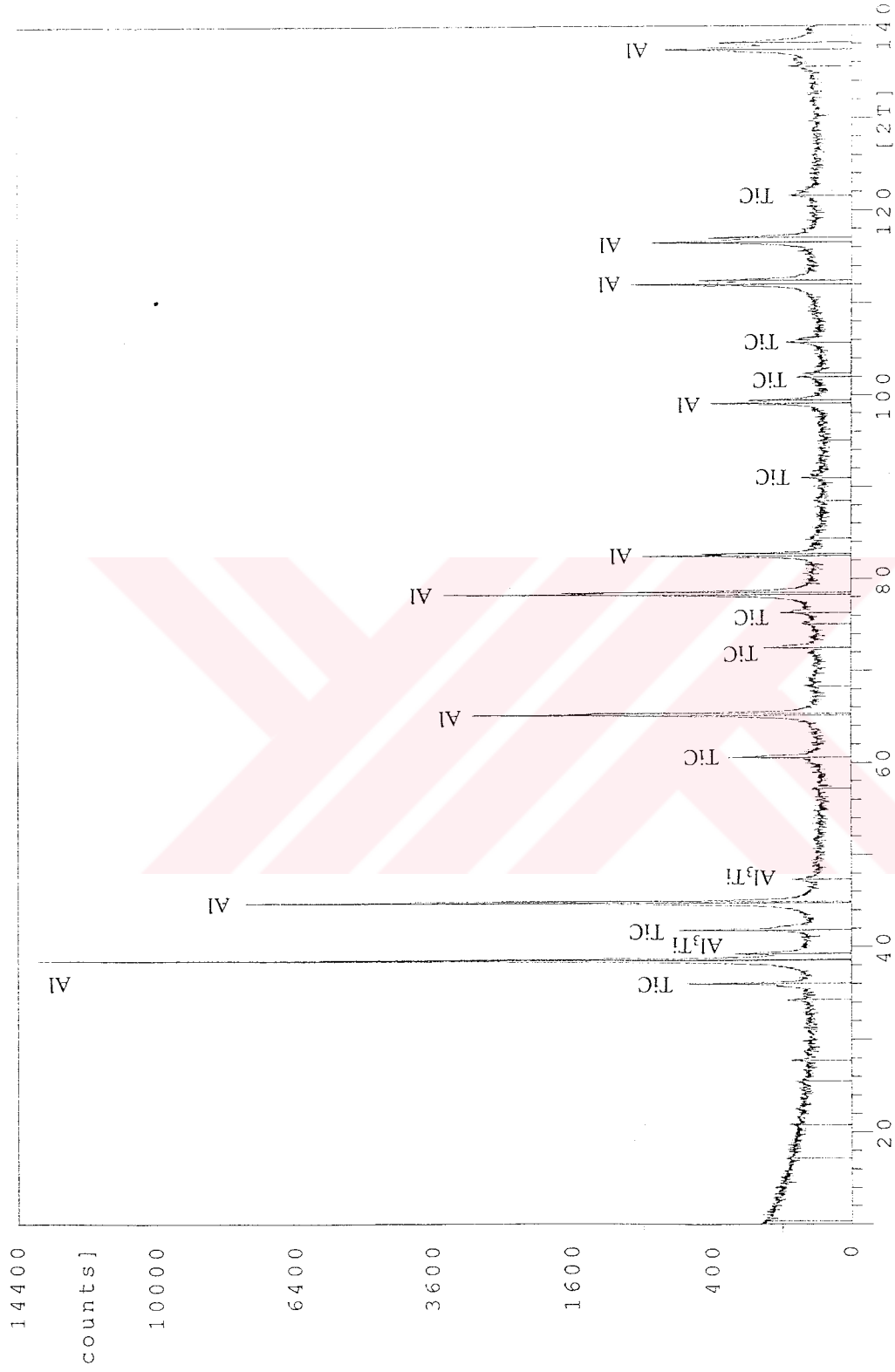
1200°C sıcaklık, 0.4 l/dak. gaz akış hızında 90 dakikalık reaksiyon süresi sonucu elde edilen üründe yapı içerisinde TiC'ün yanısıra Al_3Ti fazıda bulunmaktadır. Al_3Ti iğneciklerinin yapıda mevcut olması reaksiyonun tamamlanmamış olduğunu göstermektedir. Şekil 7.6'de verilmiş olan EDS analizi sonuçlarında bu iğnesel fazın Al_3Ti olduğunu göstermektedir. 1200°C sıcaklık, 0.4 l/dak. gaz akış hızında 120 dakikalık reaksiyon süresi sonucu elde edilen üründe mikroyapı görüntüsü incelendiğinde yapı içerisinde Al_3Ti iğneciklerinin miktarının azaldığı ve boyutu ~ 1 µm olan ikinci fazın bulunduğu saptanmıştır. Fazlar üzerinden alınan EDS analiz sonuçları (Şekil 7.9) ikinci fazın TiC olduğunu göstermektedir.



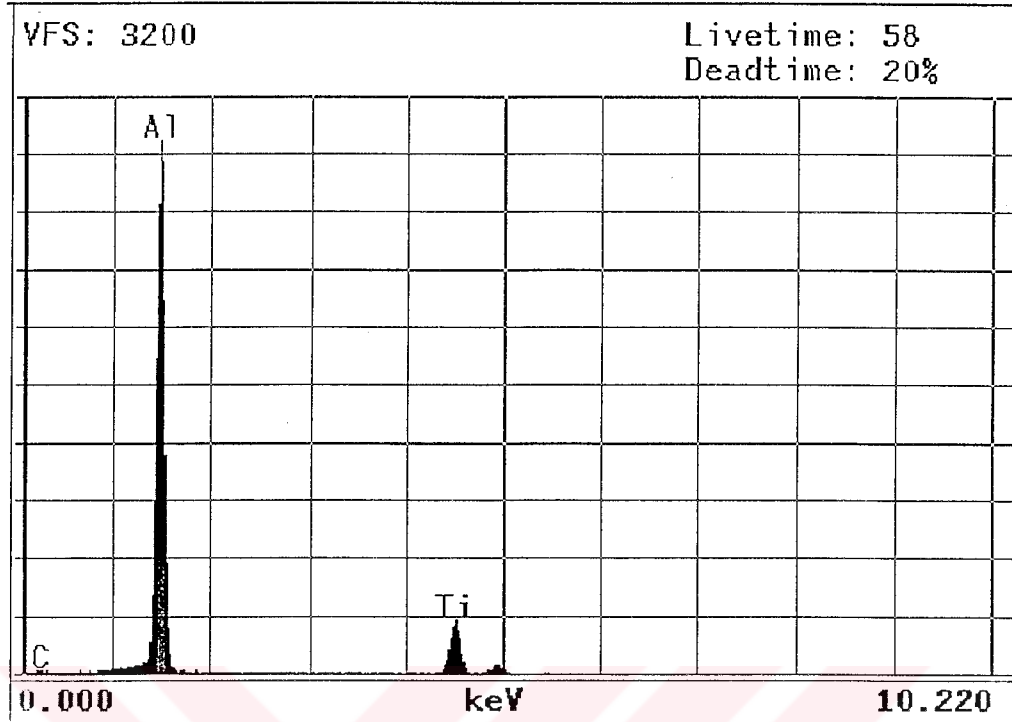
Şekil 7.1 330 gr Al+%1Ti alaşımına 0.4 l/dak. gaz akış hızında 60 dak. süre ile 3 mm çapa sahip tüp ile gaz infiltre edilerek elde edilmiş malzemeye ait ışık mikroskobu görüntüsü (1000X).



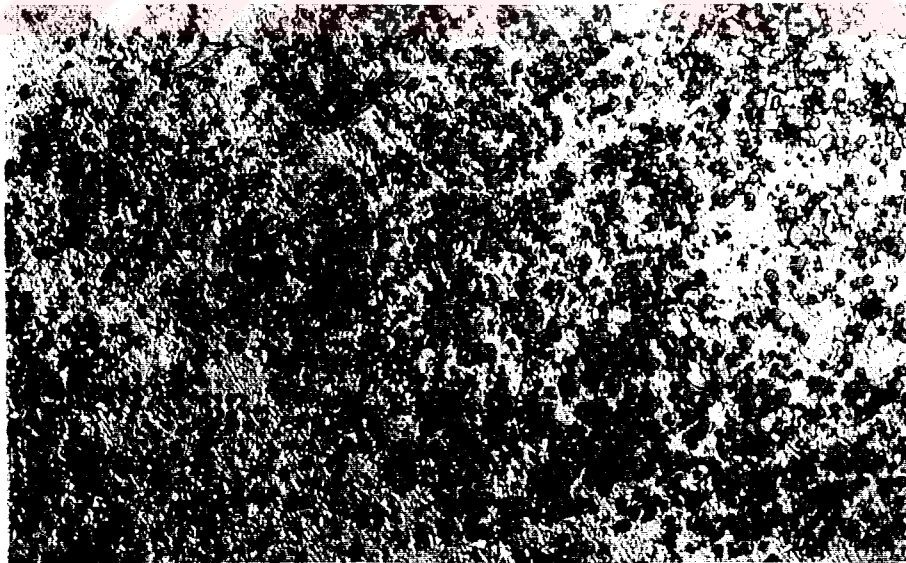
Şekil 7.2 1200 °C'de 0.4 l/dak. gaz akış hızlarında 90 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün X-ışınları difraktoqramı.



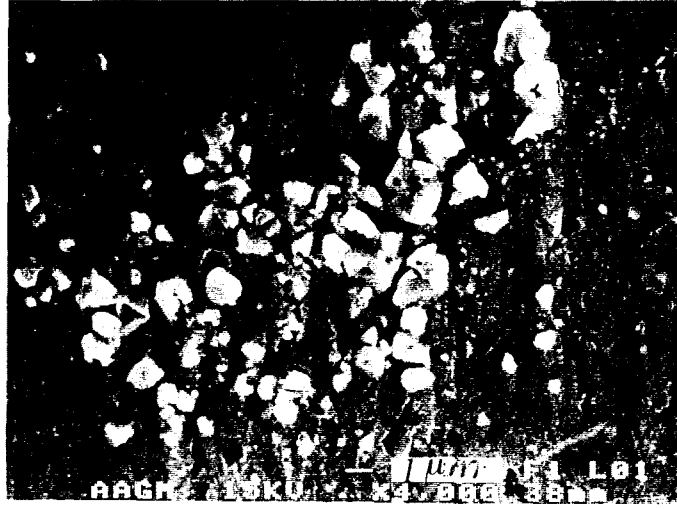
Şekil 7.3 1200 °C'de 0.4 l/dak. gaz akış hızlarında 120 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün X-ışınları difraktoqramı.



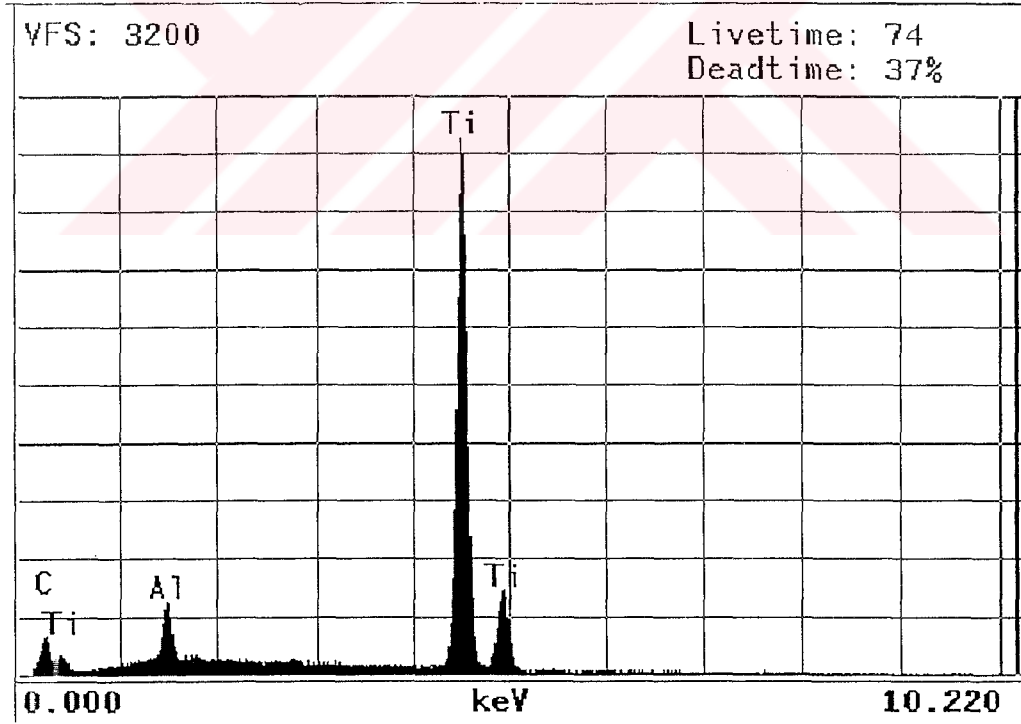
Şekil 7.6 1200 °C'de 0.4 l/dak. gaz akış hızlarında 90 dakikalık süre sonucu elde edilen üründe bulunan Al_3Ti iğneciğinin EDS analiz sonucu.



Şekil 7.7 1200 °C'de 0.4 l/dak. gaz akış hızlarında 120 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün ışık mikroskobu görüntüsü (1100X).



Şekil 7.8 1200 °C'de 0.4 l/dak. gaz akış hızlarında 120 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün tarama elektron mikroskobu görüntüsü.



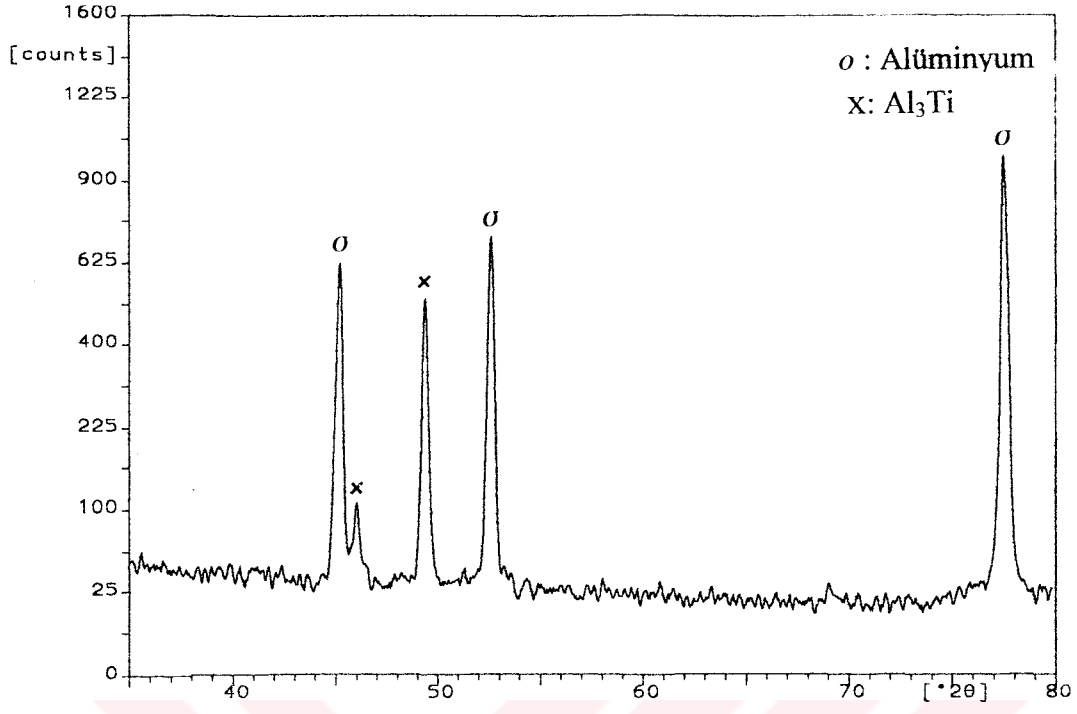
Şekil 7.9 1200 °C'de 0.4 l/dak. gaz akış hızlarında 120 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün mikroyapısında homojen olarak dağılmış ikinci fazın EDS analiz sonucu.

7.2 ELEMENTEL KARBON İLAVESİ YÖNTEMİ İLE TiC TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRETİMİ DENEY SONUÇLARI

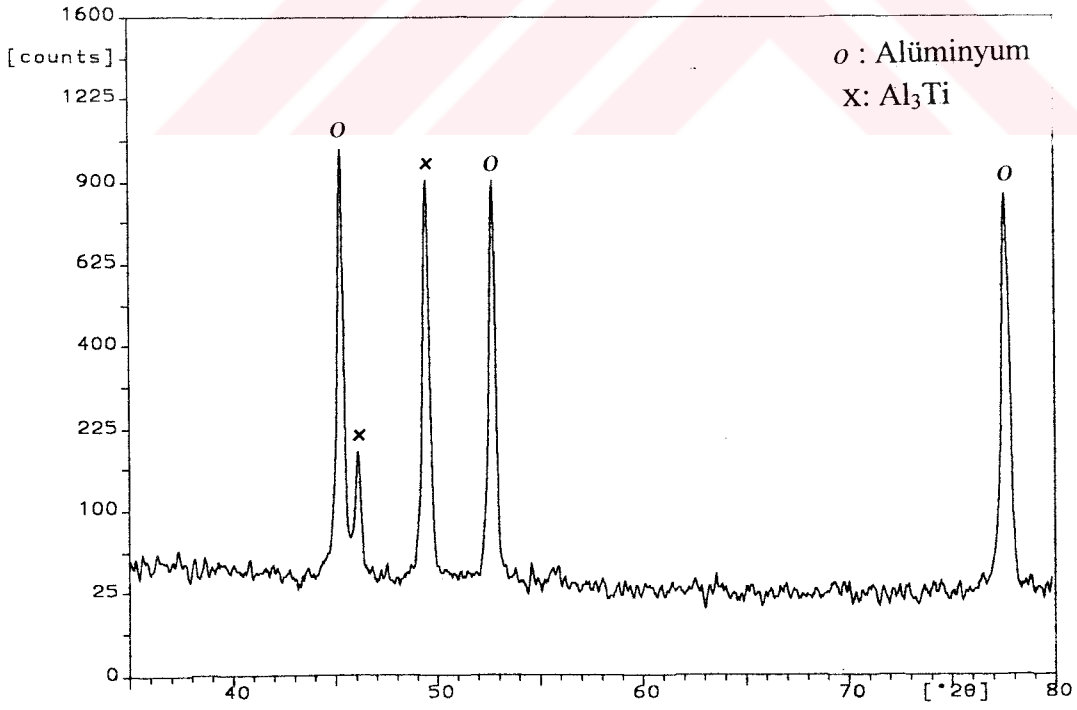
Elementel karbon ilavesi yöntemi ile TiC takviyeli alüminyum matriksli kompozit üretiminde ergiyik sıcaklığının, ilave edilen karbon miktarının ve karbon ilave işleminden sonraki bekleme süresinin TiC oluşumuna etkisi laboratuvar ölçekli indüksiyon fırınında kimyasal bileşimleri ve deney şartları tablo 6.4'de verilmiş olan Al-Ti alaşımlarına ortalama tane boyutu 10-20 μm olan karbonun değişik sıcaklıklarda, değişik fazla karbon yüzdelerinde ve farklı bekleme sürelerinde ilavesi ile incelenmiştir. Şarj miktarı 500 gr olup tüm deneylerde kullanılan karbon, nemi uçurulmak için 850 $^{\circ}\text{C}$ da 1 saat ön ısıtılmıştır. Ön ısıtılmış karbon alüminyum folyoya sarılı 1'er gramlık paketler halinde ergiyik içerisine ilave edilmiştir. İlave işlemi gerçekleştirildikten sonra titanyum ile elementel karbon arasındaki reaksiyonu gerçekleştirebilmesi için uygun sıcaklıklara çıkılmış ve bu sıcaklıklarda reaksiyonun tamamlanması için değişik sürelerde beklenmiştir. Malzemeler daha sonra 400 $^{\circ}\text{C}$ 'da haddeleme işlemine tabi tutulmuşlardır.

TiC oluşumunu belirleyebilmek için öncelikle karbon ilavesi yapılmamış Al+%4Ti ve Al+%5Ti alaşımlarının X-ışınları difraktogramları çekilmiş ve mikroyapı incelemesi yapılmıştır. Bu malzemeye ait X-ışınları difraktoğramı şekil 7.10 ve 7.11'de görülmektedir. Işık mikroskobu görüntüleri şekil 7.12 ve 7.13'de ve tarama elektron mikroskobu görüntüleri ise şekil 7.14 ve 7.15'de verilmiştir.

Karbon ilave edilmemiş Al+%5Ti alaışımının X-ışınları difraktoğramı incelendiğinde Al piklerinin yanında sadece Al_3Ti pikleri görülmektedir. Işık mikroskobu ve SEM görüntülerinden Al_3Ti fazının alüminyum matriks içinde homojen olarak dağıldığı tesbit edilmiştir.



Şekil 7.10 Al+4%Ti alaşımının X-ışınları difraktogramı.



Şekil 7.11 Al+5%Ti alaşımının X-ışınları difraktogramı.



Şekil 7.12 Al+%4Ti alaşıımının ıřık mikroskobu g r nt s  (1400X).



Şekil 7.13 Al+%5Ti alaşıımının ıřık mikroskobu g r nt s  (1400X).

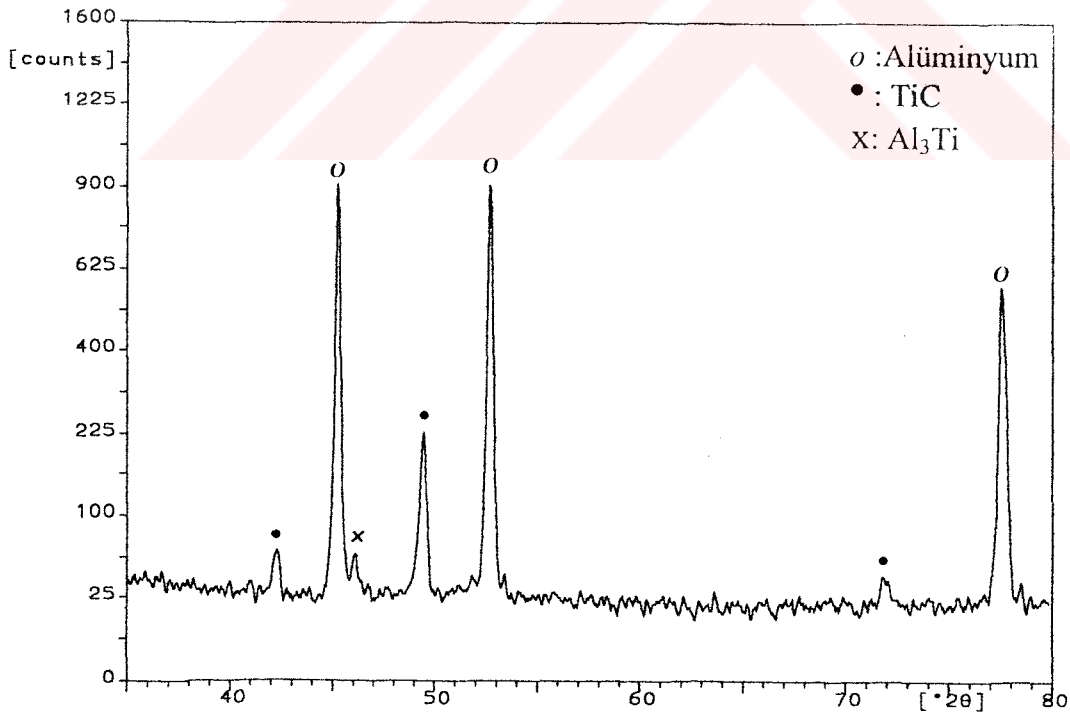


Şekil 7.14 Al+%4Ti alaşımlının elektron mikroskobu görüntüsü.

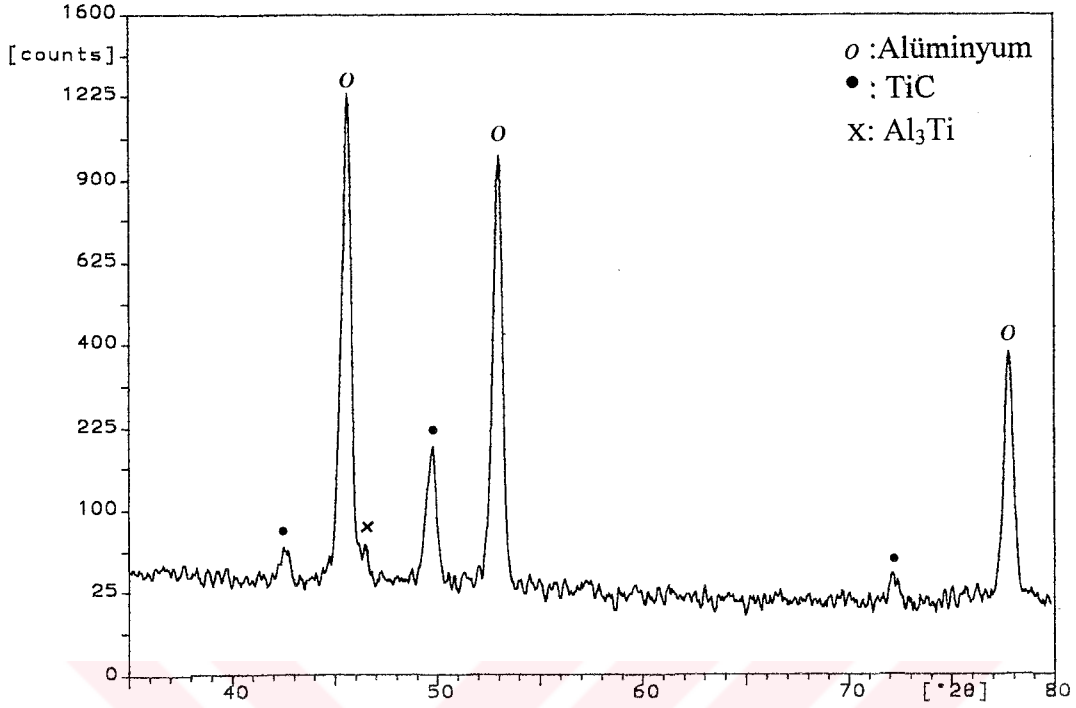


Şekil 7.15 Al+%5Ti alaşımlının elektron mikroskobu görüntüsü.

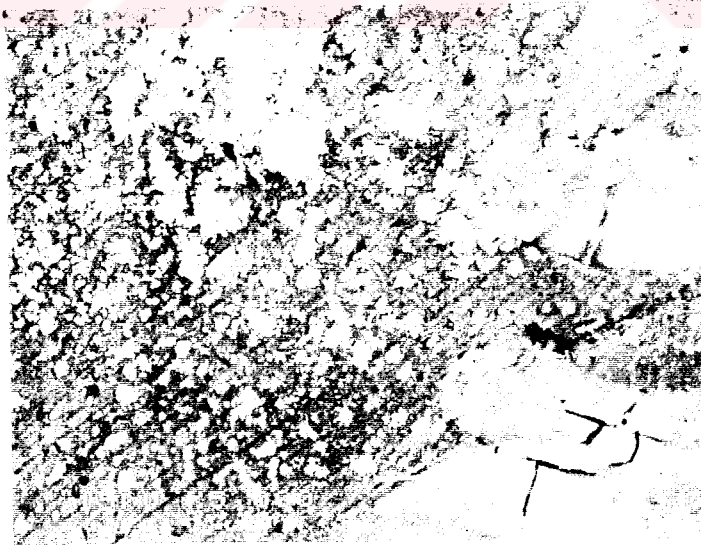
TiC oluşumuna sıcaklığın etkisi Al+%4Ti alaşımında incelenmiştir. 1200⁰C'da %20 ve %30 fazla karbon ilave edilen ve grafit ilavesinden sonra 15 dak. bu sıcaklıkta beklenen 1 ve 2 nolu numunelere ait X-ışınları difraktogramları (şekil 7.16, 7.17) incelendiğinde Al piklerinin yanı sıra Al₃Ti ve TiC piklerinin mevcut olduğu tesbit edilmiştir. Bu ise 1200⁰C sıcaklığın TiC reaksiyonunun tamamlanması için yeterli olmadığını göstermektedir. Bu numunelere ait SEM görüntüleri (şekil 7.18, 7.19) incelendiğinde yapıda 1 µm ve altı boyuta sahip TiC fazının yanında 5-10 µm boyuta sahip Al₃Ti fazının bulunduğunu göstermektedir. Bu fazlar üzerinden alınan EDS analiz sonuçları şekil 7.20 ve şekil 7.21'de verilmiştir. Aynı bileşimde 1300⁰C sıcaklıkta ve %30 fazla karbon ilavesinde 15 dak.'lık bekleme süresine sahip 3 nolu numuneye ait X-ışınları difraktogramı (şekil 7.22) incelendiğinde ise Al₃Ti fazına ait piklerin tamamen yok olduğu ve TiC piklerinin daha belirgin hale geldiği tesbit edilmiştir. SEM ile elde edilen görüntüde (şekil 7.23) yapıda sadece homojen olarak dağılmış 1 µm ve altı boyuta sahip TiC partikülleri tesbit edilmiştir. Şekil 7.24'de bu numuneye ait SEM görüntüsü ile birlikte titanyum, karbon ve alüminyumun X-ışınları haritası verilmiştir.



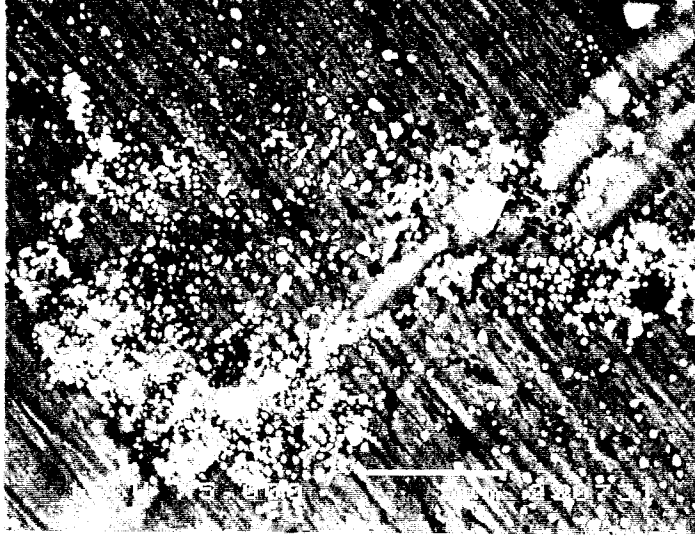
Şekil 7.16 Al+%4Ti alaşımı %20 fazla karbon ilave edilmiş 1200⁰C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait X-ışınları difraktogramı.



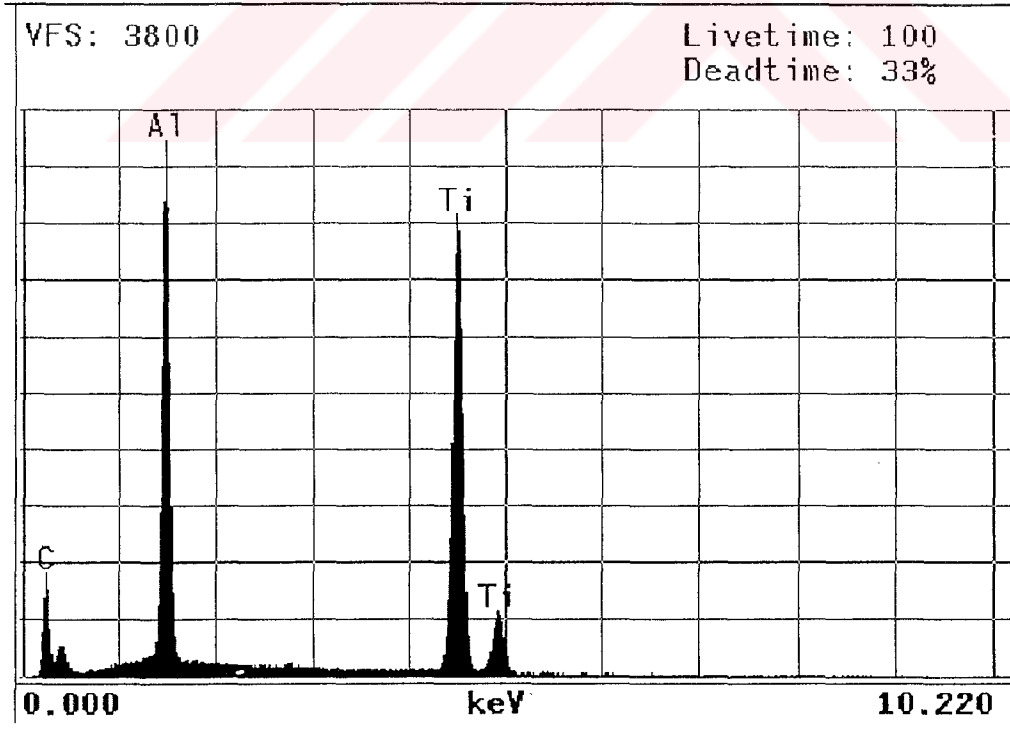
Şekil 7.17 Al+%4Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1200⁰C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait X-ışınları dirfaktogramı.



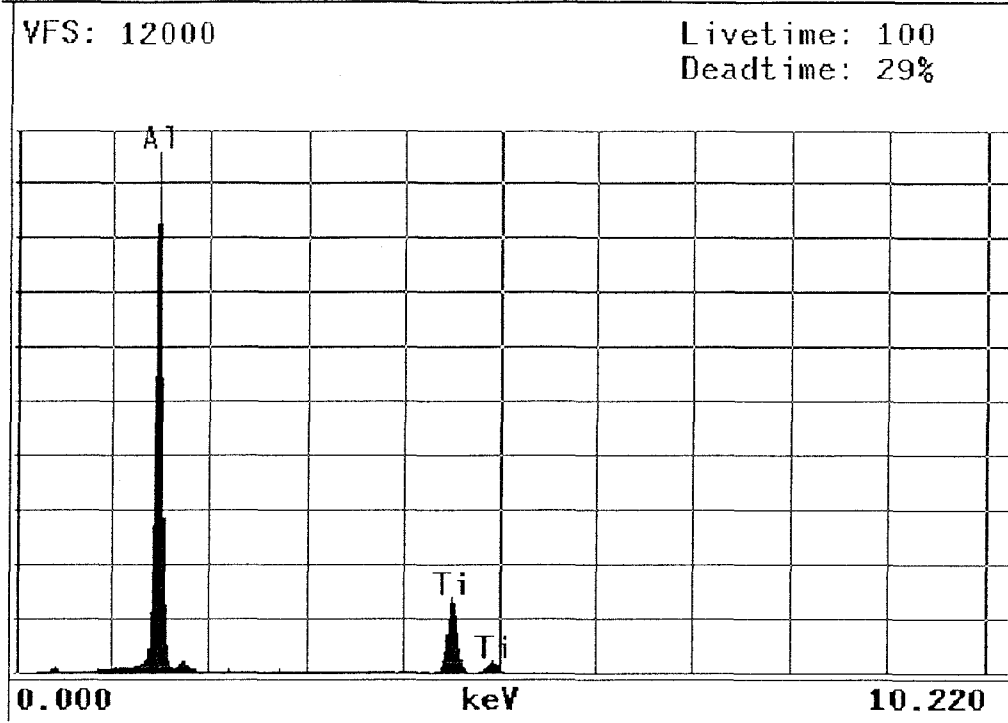
Şekil 7.18 Al+%4Ti alaşımı %20 fazla karbon ilave edilmiş 1200⁰C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü.



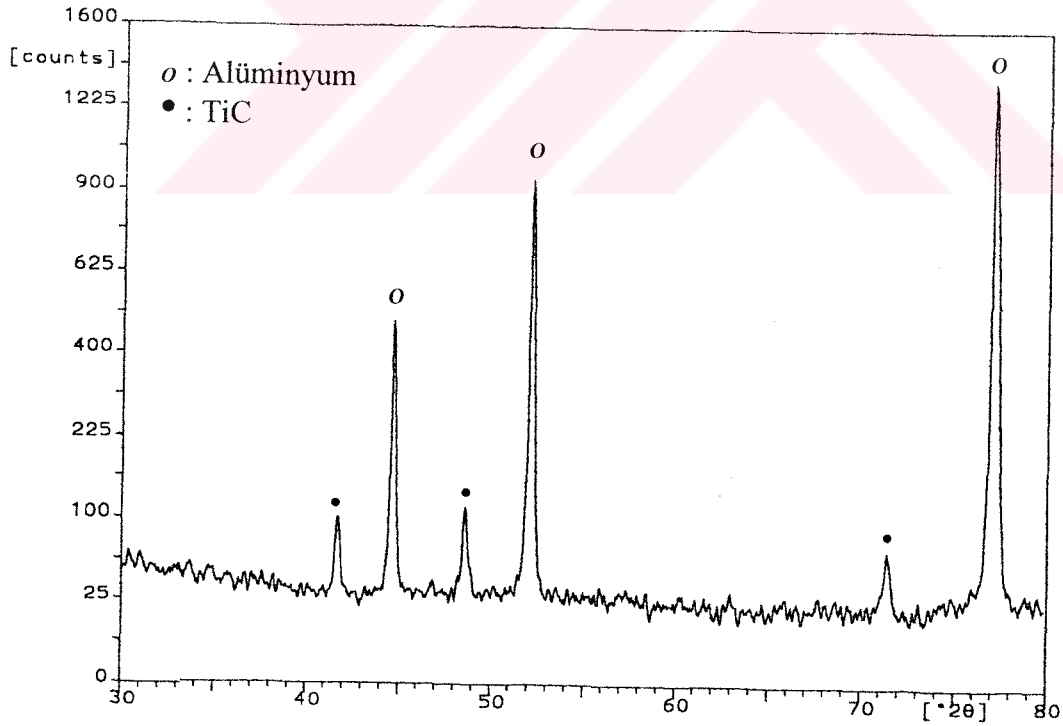
Şekil 7.19 Al+4Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1200°C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü.



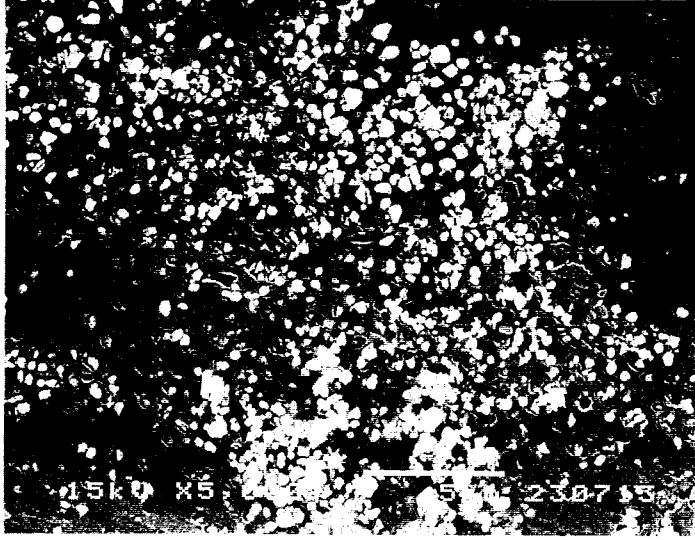
Şekil 7.20 1µm ve altı boyuta sahip fazlar üzerinden alınan EDS analizi.



Şekil 7.21 10 µm ve üzeri boyuta sahip faz üzerinden alınan EDS analizi.



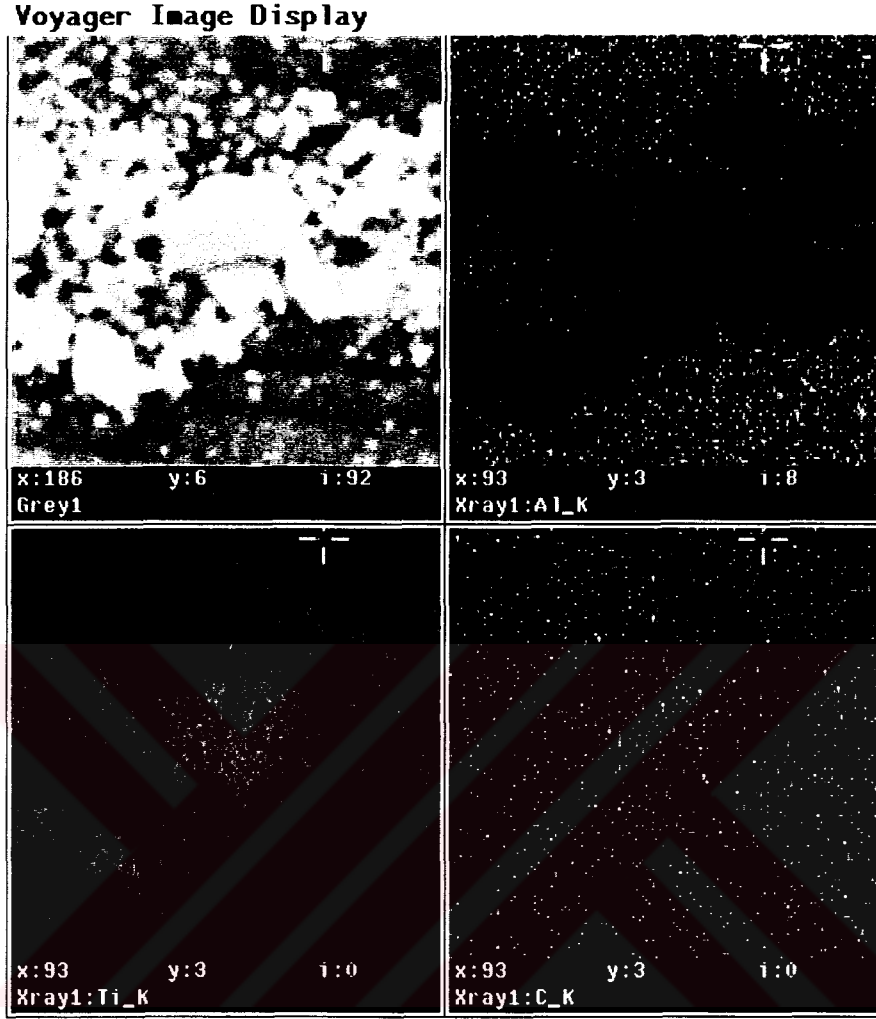
Şekil 7.22 Al+%4Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300⁰C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait X-ışınları dirfaktogramı.



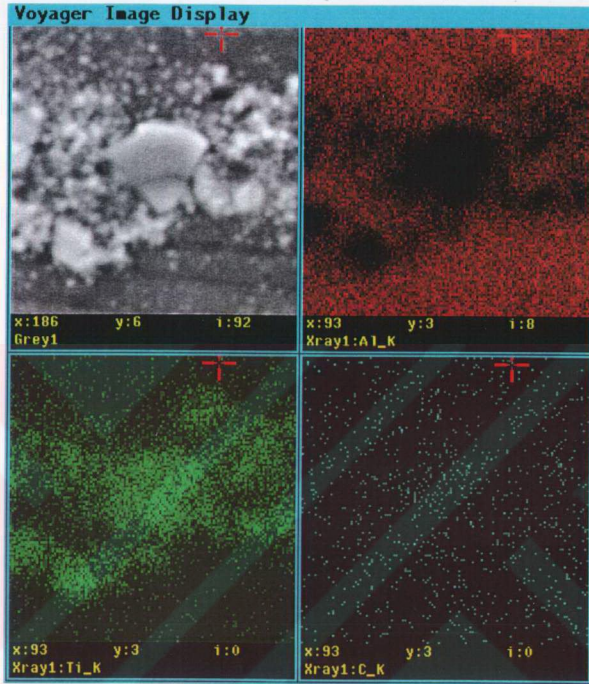
Şekil 7.23 Al+%4Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300⁰C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü.

TiC oluşumuna fazla karbon ilavesinin ve grafit ilavesinden sonraki bekleme süresinin etkisi Al+%5Ti alaşımında incelenmiştir. 1300⁰C'da %20 fazla karbon ilave edilen ve grafit ilavesinden sonra 15 dak. bu sıcaklıkta beklenen 4 nolu numuneye ait X-ışınları difraktogramı (şekil 7.25) incelendiğinde Al piklerinin yanısıra Al₃Ti ve TiC piklerinin mevcut olduğu tesbit edilmiştir. Bu numuneye ait SEM görüntüsü (şekil 7.26) incelendiğinde de yapıda 1 µm ve altı homojen olarak dağılmış TiC fazının yanında 10 µm ve daha büyük boyuta sahip Al₃Ti fazının bulunduğu görülmektedir.

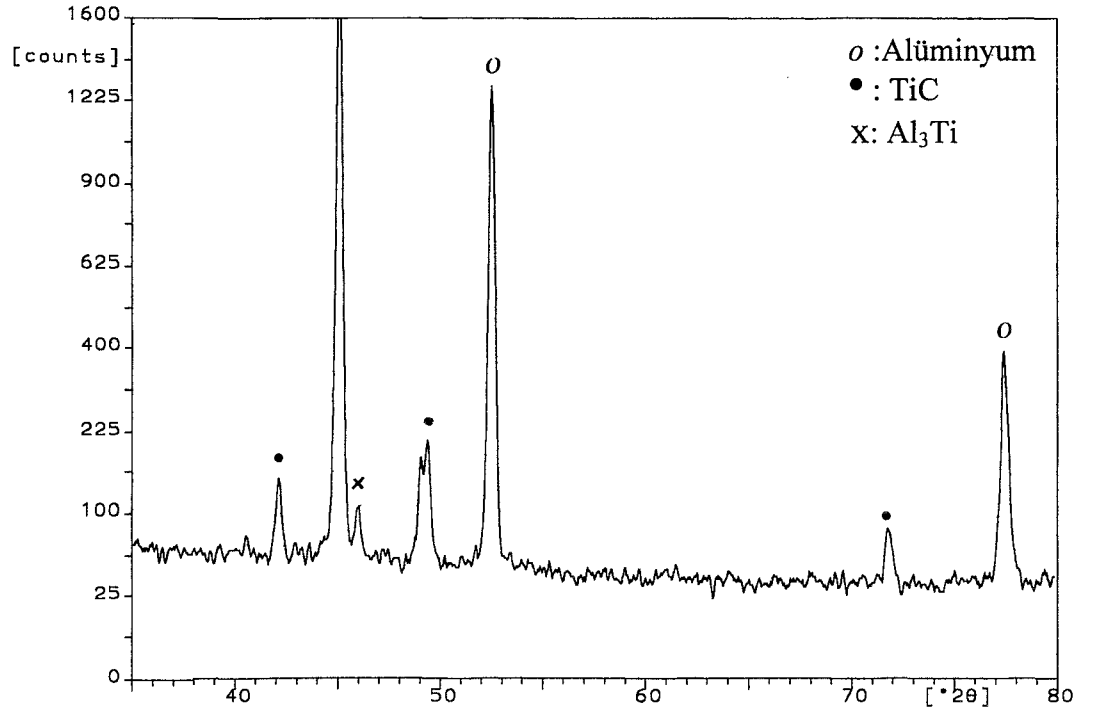
Aynı bileşimde ve %30 fazla karbon ilave edilen ve grafit ilavesinden sonra bu sıcaklıkta 5 dak. bekletilen 5 nolu numuneye ait X-ışınları difraktogramı (şekil 7.27) ve SEM görüntüsü (şekil 7.28) incelendiğinde yapıda TiC fazının yanında Al₃Ti fazının da bulunduğu tesbit edilmiştir. 1300⁰C'da %30 fazla karbon ilave edilen ve grafit ilavesinden sonra 15 dak. bu sıcaklıkta beklenen 6 nolu numuneye ait X-ışınları difraktogramı (şekil 7.29) ve SEM görüntüsü (şekil 7.30) incelendiğinde Al₃Ti fazının yok olduğu ve TiC'ün yapı içerisinde homojen olarak dağıldığı görülmüştür.



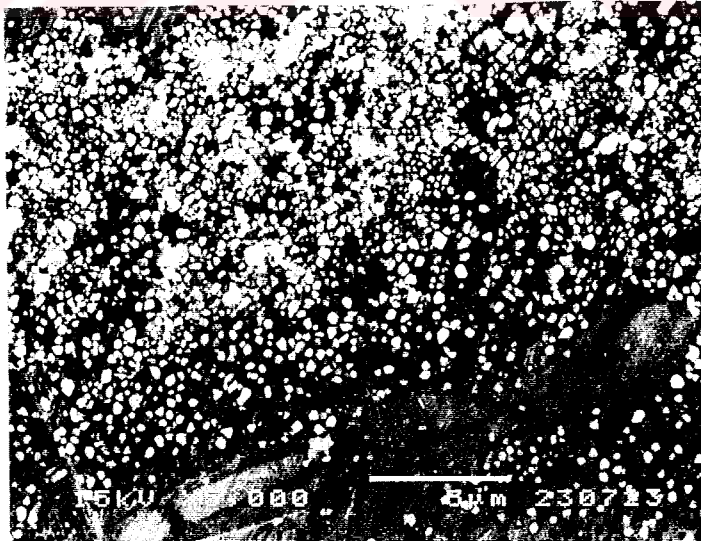
Şekil 7.24 Al+%4Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300⁰C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü ve titanyum, karbon ve alüminyumun X-ışınları haritası.



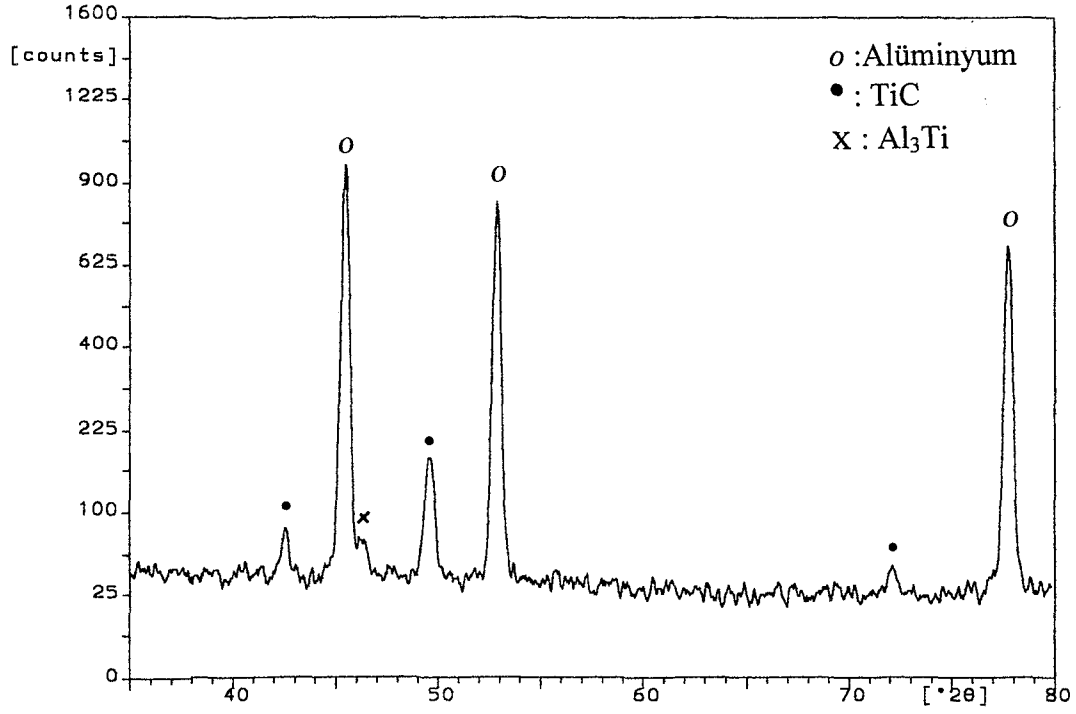
Şekil 7.24 Al+%4Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300°C'da 15 dak. bekletilmiş numuneyle ait SEM görüntüsü ve titanyum, karbon ve alüminyumun X-ışınları haritası.



Şekil 7.25 Al+%5Ti alaşımı %20 fazla karbon ilave edilmiş 1300⁰C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait X-ışınları dirfaktogramı.



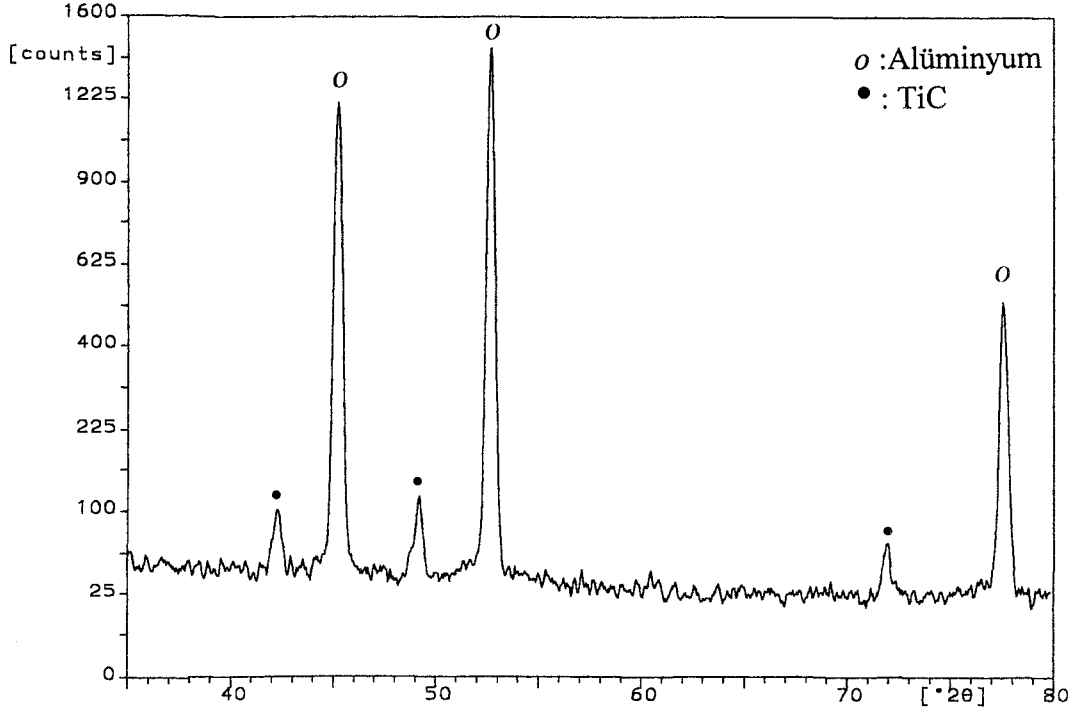
Şekil 7.26 Al+%5Ti alaşımı %20 fazla karbon ilave edilmiş 1300⁰C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü.



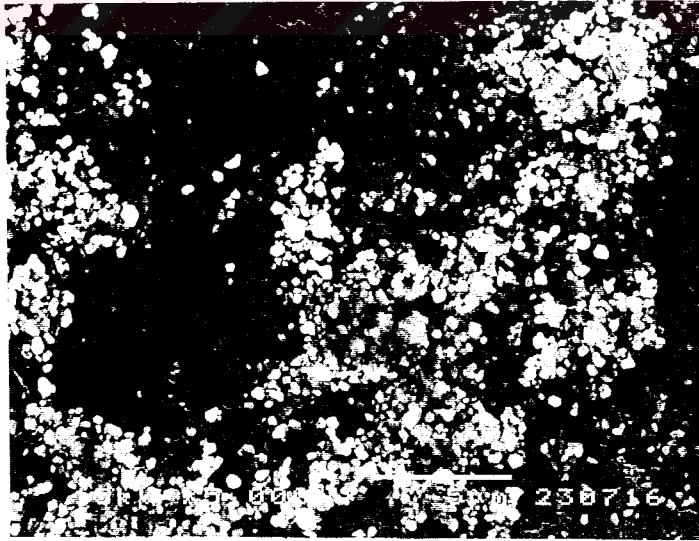
Şekil 7.27 Al+%5Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300⁰C'da 5 dak. bekletilmiş numuneye ait X-ışınları dirfaktogramı.



Şekil 7.28 Al+%5Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300⁰C'da 5 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü.



Şekil 7.29 Al+%5Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300°C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait X-ışınları difraktogramı.



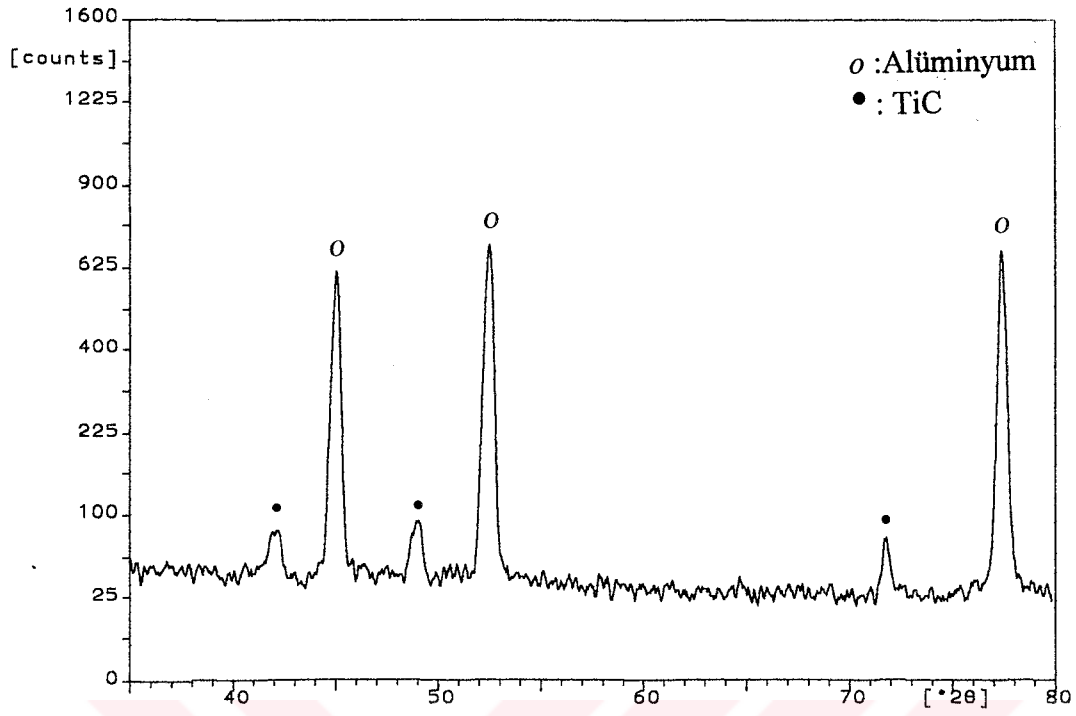
Şekil 7.30 Al+%5Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300°C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü.

Al+%4Ti ve Al+%5Ti alaşımları için uygun olarak tesbit edilen 1300°C sıcaklığın, %30 fazla karbon ilavesinin ve grafit ilavesinden sonraki 15 dak.'lık bekleme süresinin Al+%6Ti alaşımı içinde uygun olup olmadığının tesbit edilmesi için aynı deney şartlarında Al+%6Ti alaşımı ile de çalışma yapılmıştır. 7 nolu numuneye ait X-ışınları difraktogramı (şekil 7.31) ve SEM görüntüsü (şekil 7.32) incelendiğinde Al₃Ti fazının tamamen yok olduğu ve TiC'ün yapı içerisinde homojen olarak dağıldığı tesbit edilmiştir.

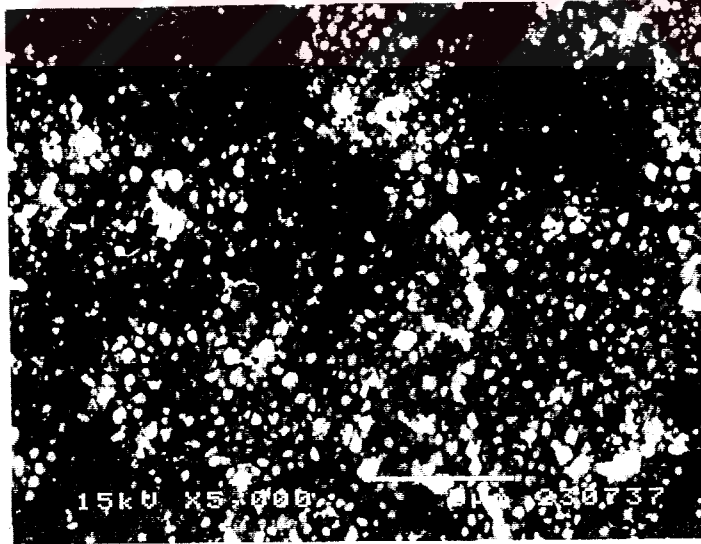
TiC oluşumunun tamamlandığı 3, 6 ve 7 nolu numunelerde TiC hacim oranı tarama elektron mikroskobuna bağlı bulunan görüntü analiz cihazı kullanılarak 3500 büyütmede belirlenmiştir. Yapılan inceleme sonucunda tüm numunelerde TiC hacim oranının ~%15 olduğu tesbit edilmiştir. 3 nolu numuneye ait sayım değerleri tablo 7.1'de örnek olarak verilmiştir.

Tablo 7.1 3 nolu numuneye ait sayım değerleri.

Sayım no	Alan (%)	Sayım no	Alan (%)
1	23.38	10	21.76
2	13.98	11	19.79
3	18.46	12	4.85
4	17.36	13	2.69.
5	24.62	14	6.90.
6	13.00	15	15.94
7	19.42	16	14.42
8	29.48	17	15.33
9	14.18	18	23.14
ORTALAMA		16.59	



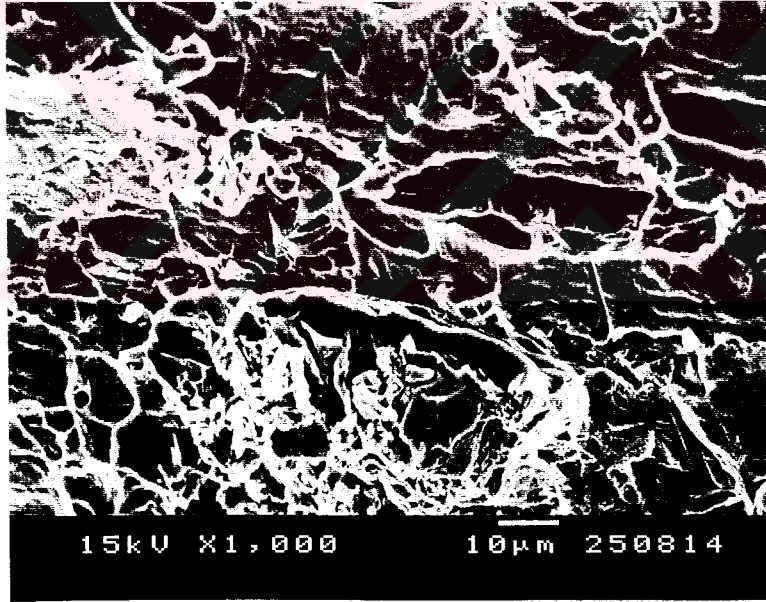
Şekil 7.31 Al+%6Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300⁰C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait X-ışınları dirfaktogramı.



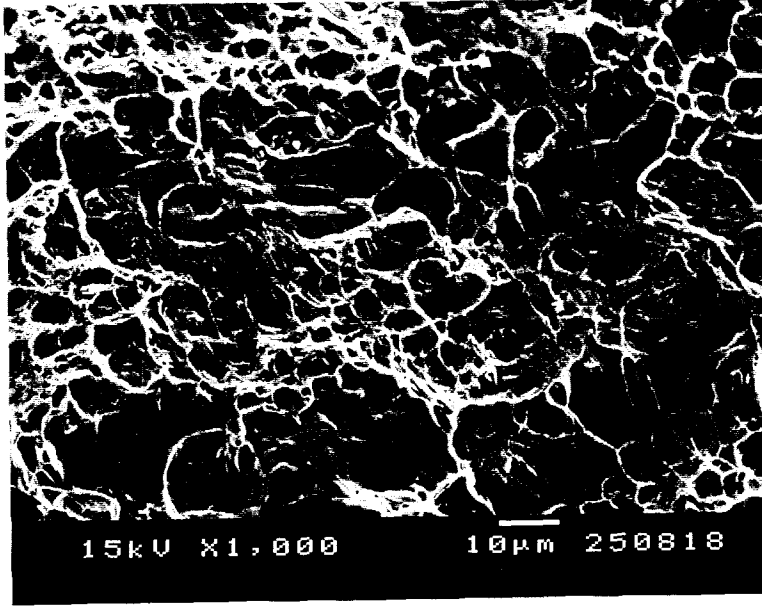
Şekil 7.32 Al+%6Ti alaşımı %30 fazla karbon ilave edilmiş 1300⁰C'da 15 dak. bekletilmiş numuneye ait SEM görüntüsü.

7.3 KIRILMA YÜZEYLERİNİN İNCELEMESİ

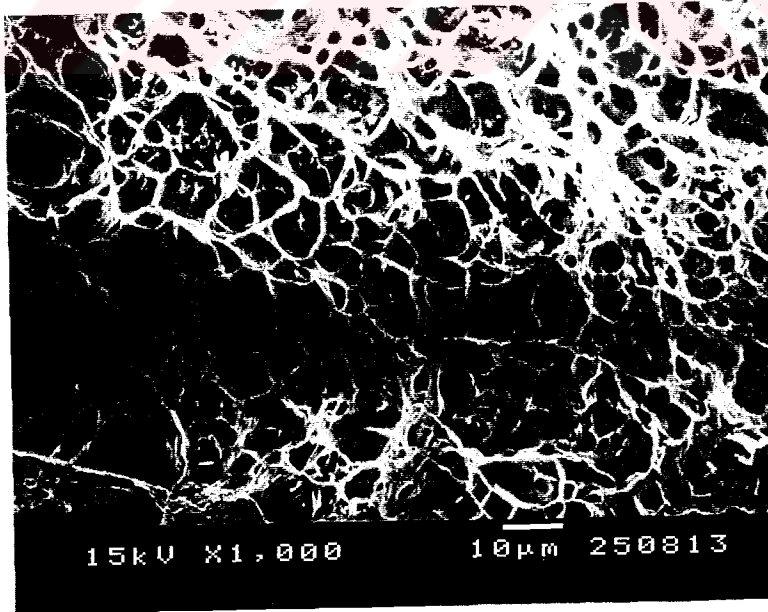
Üretimi gerçekleştirilmiş TiC takviyeli alüminyum matrisli kompozitlerin kırılma özelliklerini belirlemek amacı ile oda sıcaklığında çekme deneyine tabi tutulmuş numunelerin kırılma yüzeylerinde metalografik inceleme yapılmıştır. TiC oluşumunun kırılma morfolojisini etkileyip etkilemediğini belirlemek amacı ile öncelikle karbon ilave edilmemiş Al+%4Ti alaşımının kırılma yüzeyi incelenmiştir. Şekil 7.33'de karbon ilave edilmemiş Al+%4Ti alaşımına ait SEM görüntüsü verilmiştir. TiC ile Al₃Ti fazlarının birlikte bulunduğu 2 nolu numuneye ait kırılma yüzeyi görüntüsü şekil 7.34'de ve karbon ilavesi sonucu TiC oluşumunun tamamen gerçekleştiği 3 nolu numunenin kırılma yüzeyi görüntüsü ise şekil 7.35 ve 7.36'de verilmiştir.



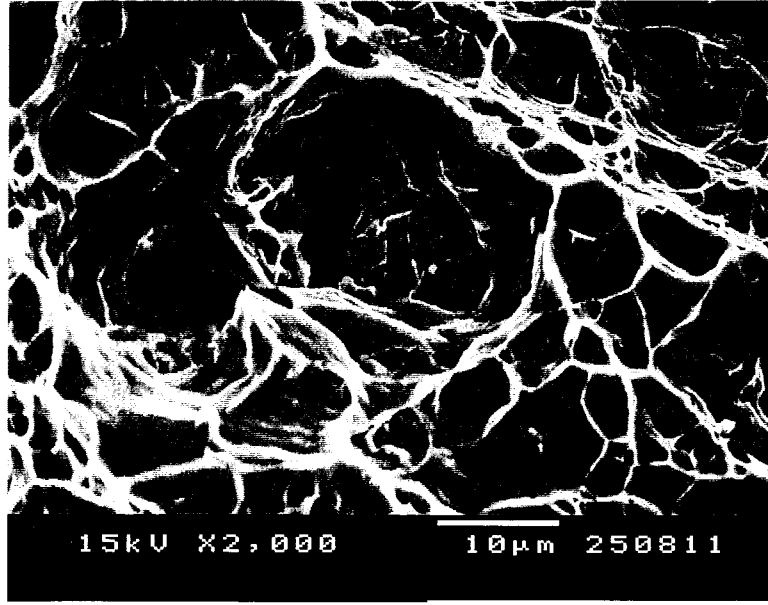
Şekil 7.33 Karbon ilave edilmemiş Al+%4Ti alaşımına ait kırılma yüzeyi görüntüsü (SEM).



Şekil 7.34 TiC ile Al₃Ti fazlarının birlikte bulunduğu 2 nolu numuneye ait kırılma yüzeyi görüntüsü (SEM).



Şekil 7.35 Karbon ilavesi sonucu TiC oluşumunun tamamen gerçekleştiği 3 nolu numunenin kırılma yüzeyi görüntüsü (SEM).



Şekil 7.36 Karbon ilavesi sonucu TiC oluşumunun tamamen gerçekleştiği 3 nolu numunenin kırılma yüzeyi görüntüsü (SEM).

Karbon ilave edilmemiş malzemeye ait görüntü incelendiğinde gevrek kırılma meydana geldiği görülmektedir.

2 nolu numuneye ait kırılma yüzeyi görüntüsü incelendiğinde bazı bölgelerde sünek bazı bölgelerde ise gevrek kırılma meydana geldiği tesbit edilmiştir. Sünek kırılmanın olduğu bölgelerde TiC fazı bulunurken gevrek kırılmanın olduğu bölgelerde TiC fazına rastlanmamıştır.

TiC oluşumunun tamamen gerçekleştiği 3 nolu numuneye ait kırılma yüzeyi görüntüleri sünek kırılmanın meydana geldiğini göstermektedir. 1 µm ve altı boyuta sahip TiC partikülleri ve matriks arasında ayrılma (decohesion) gözlenmemiştir. Matriks ile TiC partikülleri arasında çok iyi arayüzey bağlanması olduğu görülmektedir. 2 µm ve üzeri boyuta sahip partiller ile matriks arasında ayrılma olduğu (şekil 7.30) tesbit edilmiştir.

BÖLÜM 8

DENEY SONUÇLARININ İRDELENMESİ

8.1 GAZ ENJEKSİYON YÖNTEMİ İLE TiC TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRETİMİ DENEY SONUÇLARININ İRDELENMESİ

Deney sonuçları incelendiğinde 3 mm çapa sahip tüp ile Al+0.1Ti alaşımına 60 dak. süre ile 0.4 l/dak. gaz akış hızlarında gaz infiltrasyonu sonucunda elde edilen üründe TiC fazının oluşmadığı tesbit edilmiştir. Bunun nedeni ise kullanılan tüpün çapının dolayısı ile çıkan kabarcıkların boyutunun büyük olmasıdır. M.J Koczak ve P. Sahoo [9] yaptığı çalışmada reaksiyon süresinin kabarcık çapına bağlı olarak değiştiğini aşağıda görülen eşitlikte ifade etmiştir.

$$t_r = \frac{\text{Kabarcık yüzeyindeki karbon (g)}}{\text{Kabarcık yüzeyine akan titanyum (g cm}^{-2} \text{ s}^{-1})} \times \frac{1}{\text{Kabarcık yüzey alanı (cm}^2\text{)}} \quad (4.28)$$

Yukarıdaki reaksiyona göre kabarcık yüzey alanının artması yani boyutunun küçülmesi TiC oluşum reaksiyon süresini kısaltmaktadır. TiC oluşumunun gerçekleşebilmesi için reaksiyon süresinin kabarcıkların ergiyik içerisinde kaldığı süreden daha kısa olması gerekmektedir.

3 mm çapa sahip tüp ile gaz infiltrasyonu sonucu elde edilmiş numunede TiC oluşmamasının nedeni (4.26) eşitliği ile açıklanabilmektedir.

1200°C sıcaklık, 0.4 l/dak. gaz akış hızında 90 dakikalık reaksiyon süresi sonucu elde edilen üründe yapı içerisinde TiC'ün yanısıra Al₃Ti fazında bulunduğu tesbit edilmiştir. Al₃Ti iğneciklerinin yapıda mevcut olması reaksiyonun tamamlanmamış olduğunu göstermektedir. Bunun nedeni ise infiltre edilen gaz miktarının yetersiz olmasıdır. 200 gr Al+%3Ti alaşımında 0.4 l/dak. gaz akış hızında TiC dönüşümünün tamamlanması için hesaplanan Ar+%10CH₄ gazı miktarı 28 l. dir. 90 dak. süre sonunda sisteme gönderilen gaz miktarı ise 36 l. dir. Al-Ti ergiyiği içerisinde (4.1) reaksiyonuna göre CH₄ gazı ayrılmakta ve (4.2) reaksiyonuna göre karbon titanyum ile reaksiyona girerek TiC'ü oluşturmaktadır.

1150°C'da CH₄'ın %98'i karbon ve hidrojene ayrılmaktadır. S Khatri ve M. Koczak [20] yaptığı çalışmada ayrılan bu karbonun tamamının Ti ile reaksiyona girmediğini 20-50 nm boyutlarında amorf karbon partikülleri olarak alaşım içerisinde dağıldıklarını yaptıkları transmisyon elektron mikroskobu çalışması ile tesbit edilmiştir. Ergiyik alüminyum içinde karbon çözünürlüğünün düşük olması (<0.1%Ag.) nedeniyle çok küçük miktarda karbon çözeltiye geçmektedir. Karbonun büyük bir kısmı ise küçük amorf partiküller olarak alaşım içerisinde dağılmaktadır. TiC oluşumunun tamamlanabilmesi için sisteme infiltre edilen CH₄ gazı miktarının stekiometrik miktarın üzerinde olması gerekmektedir. S Khatri ve M. Koczak [20] TiC dönüşümünün tamamlanması için gereken metan gazı miktarının %300 daha fazla olması gerektiğini belirtmişlerdir.

1200°C sıcaklık, 0.4 l/dak. gaz akış hızında 120 dakikalık reaksiyon süresi sonucu elde edilen üründe mikroyapı görüntüsü incelendiğinde yapı içerisinde Al₃Ti iğneciklerinin miktarının çok azaldığı ve boyutu ~ 1 µm olan TiC partiküllerinin bulunduğu saptanmıştır. Şekil 7.2 ve 7.3'de verilen X-ışınları difraktogramları incelendiğinde Al₃Ti piklerinin sayısının ve şiddetinin azaldığı ve TiC'e ait piklerin şiddetlerinin arttığı tesbit edilmiştir.

8.2 ELEMENTEL KARBON İLAVESİ YÖNTEMİ İLE TiC TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ KOMPOZİT ÜRETİMİ DENEY SONUÇLARININ İRDELENMESİ

TiC oluşumuna sıcaklığın etkisinin incelendiği Al+%4Ti alaşımında 1300⁰C sıcaklık, %30 fazla karbon ilavesinde 15 dak.'lık bekleme süresine sahip 3 nolu numunede mekanik özellikleri olumsuz yönde etkileyen Al₃Ti fazı yok olmakta ve TiC fazına dönüşmektedir.

Karbon ilave işleminden sonra 15 dakikalık bekleme süresine sahip 1, 2 ve 3 nolu numulere ait X-ışınları difraktogramları karşılaştırıldığında (şekil 8.1) 1200⁰C sıcaklık, %20 fazla karbon ilave edilmiş 1 nolu ve 1200⁰C sıcaklık, %30 fazla karbon ilave edilmiş 2 nolu numunelerin her ikisinde de Al₃Ti fazına ait piklerin mevcut olduğu tesbit edilmiştir. Bu sonuç deney şartlarının TiC reaksiyonun tamamlanması için uygun olmadığını göstermektedir. TiC dönüşümünün tamamlanamamasının nedeni 1200⁰C'lik deney sıcaklığında bekleme süresinin yetersiz olması ve kullanılan karbonun bu deney şartlarında Al-Ti sıvısı tarafından ısıtılabilmesidir. N. Sobczak ve arkadaşları [25] artan sıcaklık ve süre ile birlikte temas acısının 90⁰ ve daha altına düştüğünü söylemektedir. Yapılan elektron mikroskobu çalışmaları ile bu numunelerde 1 µm ve altı boyuta sahip TiC fazının yanında 5 µm'den daha büyük boyuta sahip Al₃Ti fazının da bulunduğunu EDS analizleri doğrulanmıştır.

1300⁰C sıcaklıkta ve %30 fazla karbon ilavesinde 15 dak.'lık bekleme süresine sahip 3 nolu numuneye ait X-ışınları difraktogramı incelendiğinde Al₃Ti fazına ait piklere rastlanmamıştır. 1 µm ve altı boyuta sahip TiC partiküllerinin yapı içerisinde homojen olarak dağıldığı mikroyapısal çalışma sonucunda tesbit edilmiştir. Görüntü analiz çalışmaları sonucunda yapı içerisinde ~ %15 hacim oranında TiC fazının bulunduğu tesbit edilmiştir. 1300⁰C sıcaklık, %30 fazla karbon ilavesi ve 15 dak.'lık bekleme süresinin Al₃Ti fazının tamamen TiC fazına dönüşmesi için uygun olduğu belirlenmiştir. 1300⁰C sıcaklık ve 15 dak.'lık bekleme süresinin karbonun Al-Ti sıvısı tarafından ısıtılabilmesi için uygun olduğunu göstermektedir.

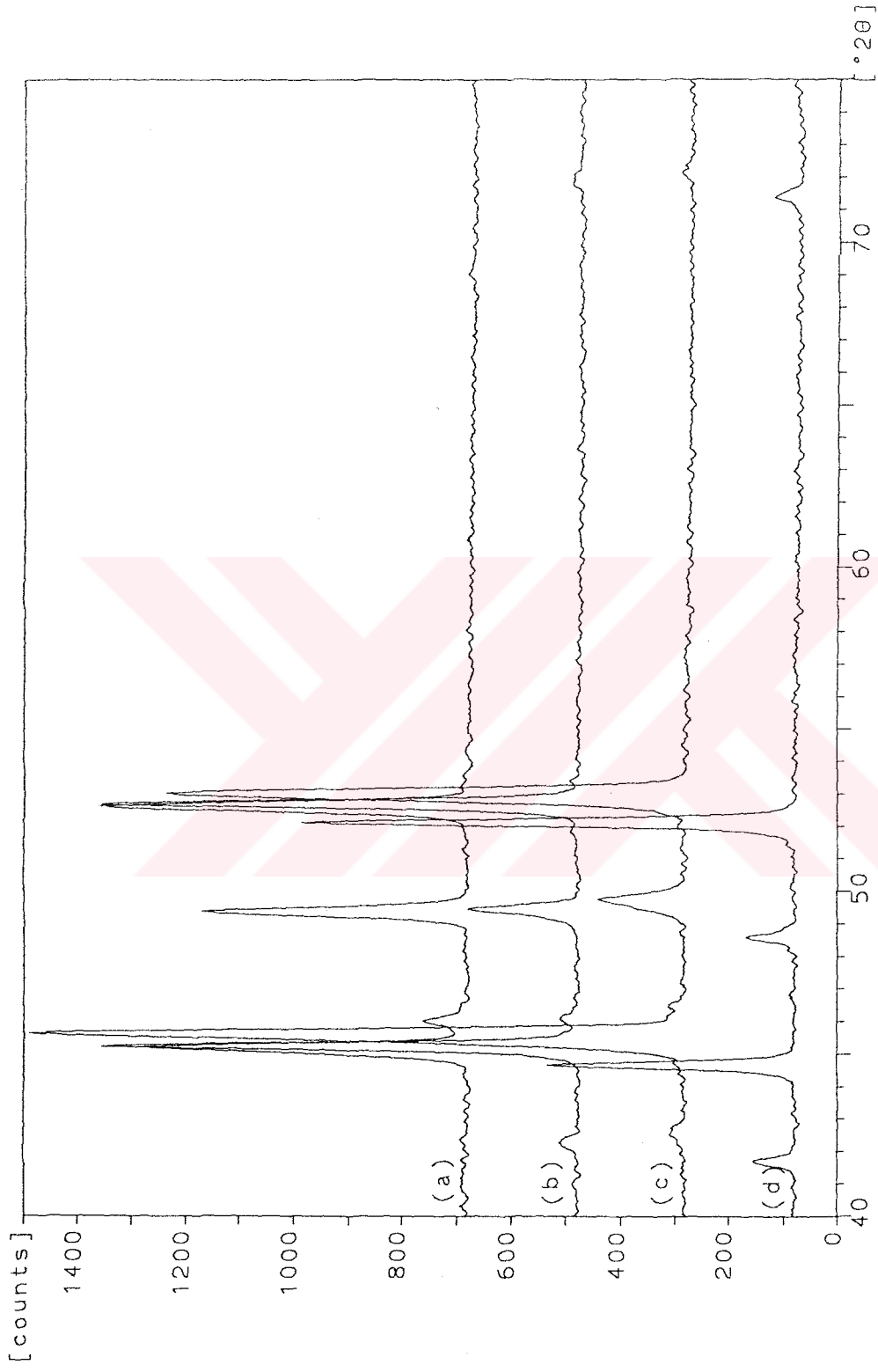
1200⁰C sıcaklıkta üretimi gerçekleştirilen 1 ve 2 nolu numuneler incelendiğinde %30 fazla karbon ilave edilmiş 2 nolu numunede Al₃Ti fazına ait pikin şiddetinin azaldığı tesbit edilmiştir.

Elementel karbon ilavesi ile TiC oluşumuna fazla karbon ilavesinin ve grafit ilavesinden sonraki bekleme süresinin etkisi belirlemek amacıyla yapılan deneyler sonucu üretilen Al+%5Ti alaşımlarından 1300⁰C'de %20 fazla karbon ilave edilen ve grafit ilavesinden sonra 15 dak. bu sıcaklıkta beklenen 4 nolu numuneye ait X-ışınları difraktogramı incelendiğinde Al piklerinin yanısıra Al₃Ti ve TiC piklerinde mevcut olduğu tesbit edilmiştir. Bu numuneye ait SEM görüntüsünde yapıda 1 µm ve altı homojen olarak dağılmış TiC fazının yanında 10 µm ve daha büyük boyuta sahip Al₃Ti fazının bulunduğu belirlenmiştir. Yapılan EDS analizleri de fazların Al₃Ti ve TiC olduğunu doğrulamaktadır.

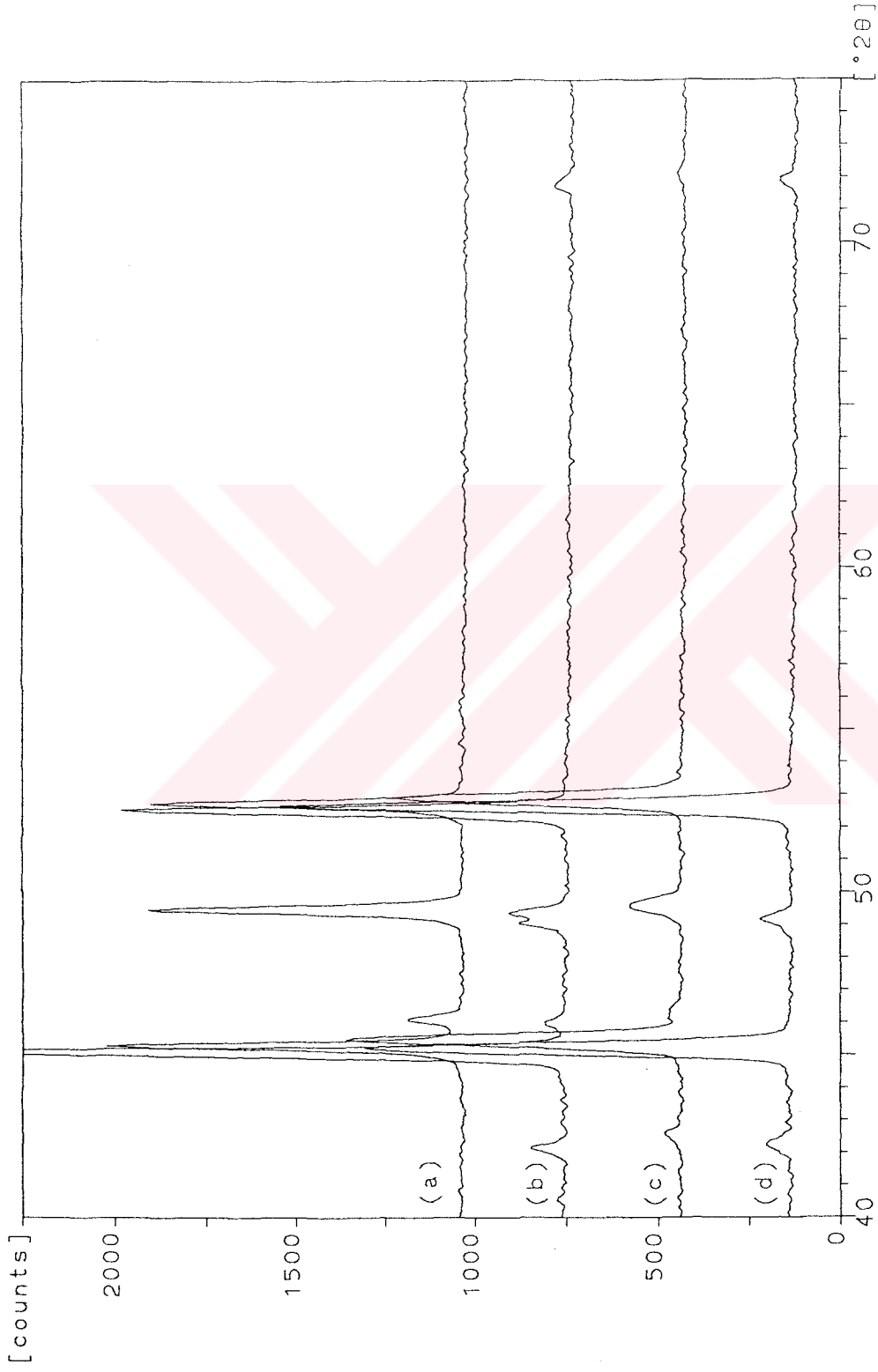
Aynı bileşimde ve %30 fazla karbon ilave edilen ve grafit ilavesinden sonra bu sıcaklıkta 5 dak. bekletilen 5 nolu numuneye ait X-ışınları difraktogramı ve SEM görüntüsü incelendiğinde 4 nolu numunede olduğu gibi yapıda TiC fazının yanında Al₃Ti fazının da bulunduğu tesbit edilmiştir. 1300 ⁰C sıcaklık ve 5 dak.'lık bekleme süresinin de karbonun Al-Ti sıvısı tarafından ıslatılabilmesi için uygun olmadığını göstermektedir.

4, 5 ve 6 nolu numunelere ait X-ışınları difraktogramları karşılaştırıldığında (şekil 8.2) artan sıcaklık ve ilave edilen fazla karbon miktarı ile birlikte Al₃Ti fazına ait piklerin şiddetinin azaldığı görülmektedir.

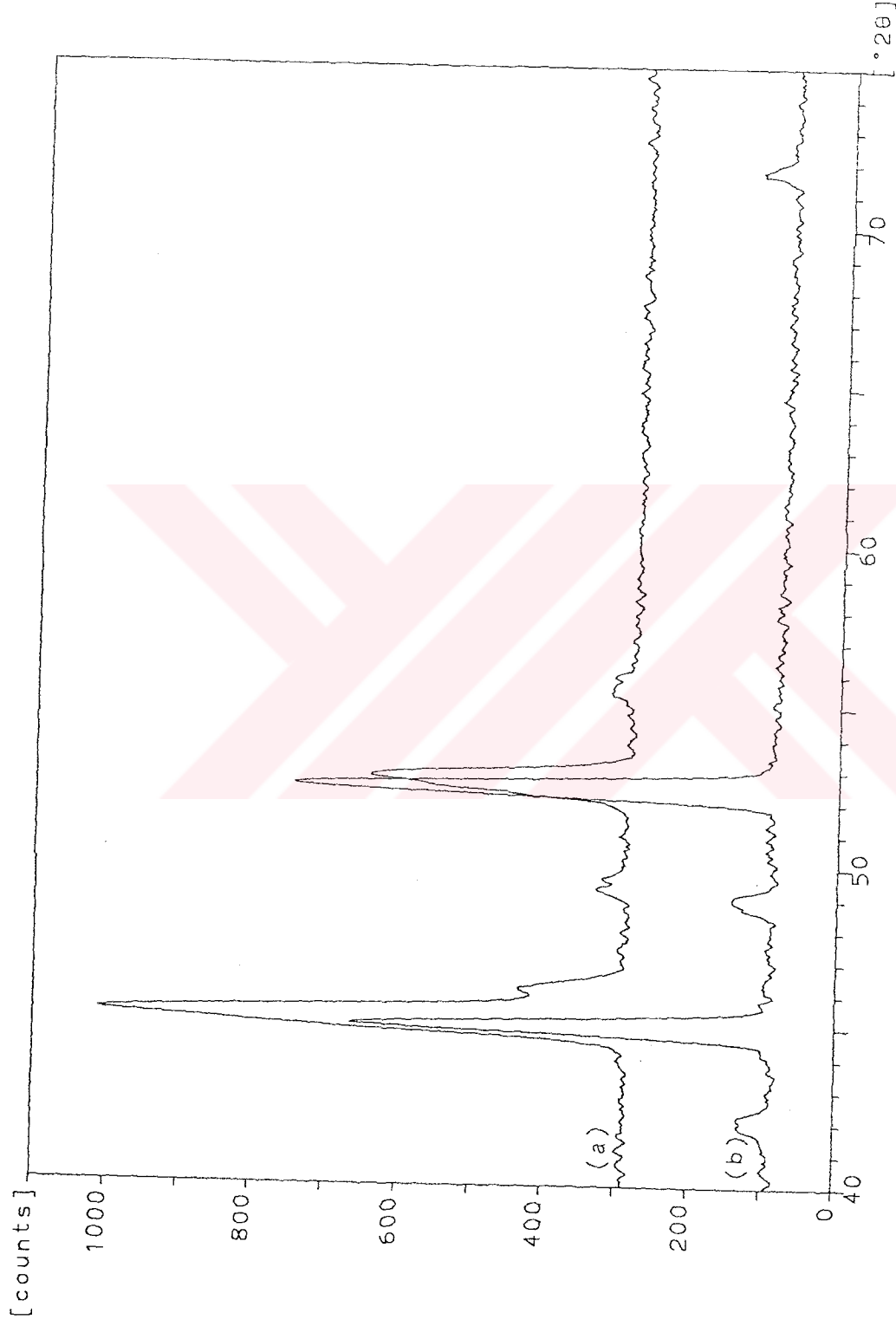
1300⁰C'da %30 fazla karbon ilave edilen ve grafit ilavesinden sonra 15 dak.bu sıcaklıkta beklenen 6 nolu numuneye ait X-ışınları difraktogramı ve SEM görüntüsü incelendiğinde Al₃Ti fazının yok olduğu ve TiC'ün yapı içerisinde homojen olarak dağıldığı tesbit edilmiştir. 1300⁰C ve 15 dakikalık bekleme süresinin karbonun Al-Ti sıvısı tarafından ıslatılabilmesi için uygun olduğu belirlenmiştir. Görüntü analiz çalışmaları sonucunda yapı içerisinde ~ %15 hacim oranında TiC fazının bulunduğu tesbit edilmiştir.



Şekil 8.1 1, 2 ve 3 nolu numunelere ait X-ışınları difraktogramları (a): Al+%4Ti ön alaşımı, (b): 1 nolu numune, (c): 2 nolu numune, (d): 3 nolu numuneye ait difraktogramlar.



Şekil 8.2 4, 5, ve 6 nolu numunelere ait X-ışınları difraktogramları (a): Al+5Ti ön alaşımı, (b): 4 nolu numune, (c): 5 nolu numune, (d): 6 nolu numuneye ait difraktogramlar.

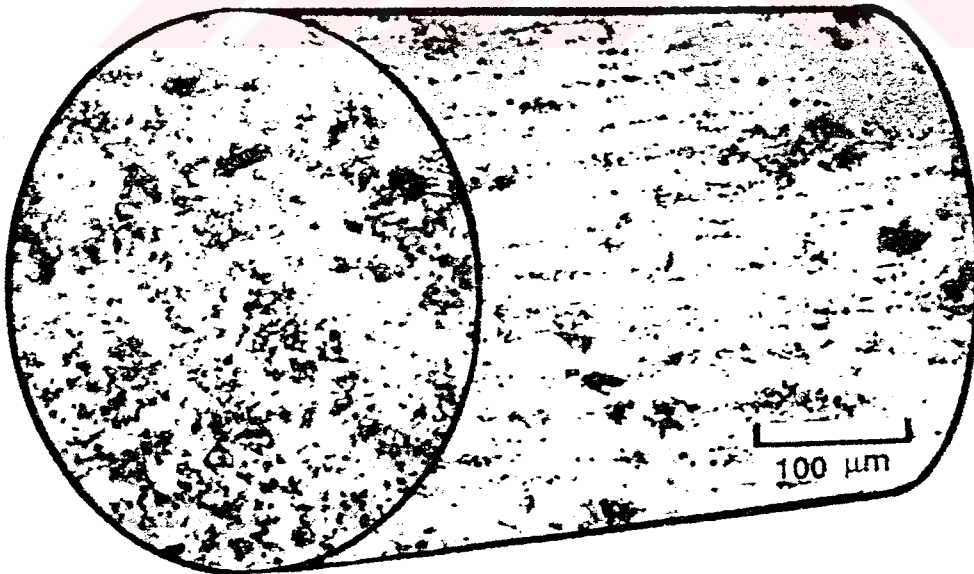


Şekil 8.3 Karbon ilave edilmemiş Al+6Ti alaşımı ve 7 nolu numuneye ait X-ışınları difraktogramları (a): Al+6Ti ön alaşımı, (b): 7 nolu numuneye ait difraktogramlar.

Al+%6Ti alařımında 1300⁰C sıcaklıęın, %30 fazla karbon ilavesinin ve 15 dakika bekleme sũresinin uygun olduęu yapılan X-ıřınları ve mikroyapı alıřması ile tesbit edilmiřtir. Mikroyapısal alıřma sonucunda yapı ierisinde ~%15 hacim oranında 1 µm ve altı boyuta sahip TiC partikũllerinin homojen olarak daęıldıęı belirlenmiřtir. 1300⁰C sıcaklık, %30 fazla karbon ilavesi ve 15 dak. bekleme sũresinin Al+%6Ti alařımı iin de uygun olduęu tesbit edilmiřtir.

Karbon ilave edilmemiř Al+%6Ti alařımı ve karbon ilavesinden sonraki numuneye ait X-ıřınları difraktogramları (řekil 8. 3) karřılařtırıldıęında Al₃Ti piklerinin tamamen yok olduęu ve TiC'e ait piklerin olduęu tesbit edilmiřtir.

Elde edilen bu sonulara gũre Al+%4Ti, Al+%5Ti ve Al+%6Ti alařımlarının her uũnde de 1300⁰C sıcaklık, %30 fazla karbon ilavesi ve 15 dak. bekleme sũresi TiC dũnũřũmũnũn tamamlanması iin uygundur. Bu deney řartlarında kullanılan karbon u ayrı Al-Ti sıvısı tarafından da ıslatılabilmektedir. Her u bileřimde, TiC'ũn yapı ierisinde homojen olarak daęılmaktadır. %15 hacim oranında takviye ieren Al-Ti alařımın haddeleme sonrası mikroyapı gũrũntũřũ řekil 8.4'de verilmiřtir.



řekil 8.4 %15 hacim oranında TiC ieren Al-Ti alařımının haddeleme sonrası mikroyapısı.

8.3 KIRILMA SONUÇLARININ İRDELENMESİ

Üretimi gerçekleştirilmiş TiC takviyeli alüminyum matrisli kompozitlerin kırılma özelliklerini belirlemek amacıyla oda sıcaklığında çekme deneyine tabi tutulmuş numunelerin kırılma yüzeylerinde yapılan metalografik inceleme sonucunda TiC dönüşümünün tamamlandığı 3, 6 ve 7 nolu numunelerde sünek kırılma meydana geldiği belirlenmiştir. 1-2 μm den daha küçük boyuta sahip TiC partikülleri ile matris malzemesi arasında ayrılma olmadığı yapılan SEM çalışması ile belirlenmiştir. 2 μm 'den daha yüksek boyuta sahip TiC partikülleri ile matris malzemesi arasında ayrılma olduğu metalografik inceleme sonucunda belirlenmiştir. P. Sahoo ve arkadaşları tarafından yapılan [12] çalışma sonucu elde edilen sonuçlar ile uyum göstermektedir.

Sünek malzemelerde kırılma çekirdeklenme, büyüme ve birleşme olmak üzere üç aşamada gerçekleşmektedir. Bu aşamalar partikül boyutu ve hacim oranından etkilenmektedir. Brown ve Embury [12] tarafından geliştirilen basit boşluk büyümesi modelinde, yükleme yönünde, boşluk yüksekliği boşluklar arası mesafe kadar büyüdüğünde boşluklar arasında bağlantı olacağını söylemektedir. Takviye malzemenin hacim oranı arttıkça partiküller arası mesafe azalacaktır. Sonuç olarak hasar azalacaktır. Sert partiküller ile takviye edilmiş sünek malzemelerde kırılma çekirdeklenmesi olayları son sünekliliği etkilemektedir. Partikül boyutu ne kadar küçük olursa süneklilik o kadar yüksek olmaktadır. Kaba partiküllerin bulunması kompozit malzemelerin sünekliliğini olumsuz yönde etkilemektedir. Kaba Al_3Ti partiküllerinin bulunması durumunda kırılma çekirdeklenmesi partikül kırılmasıyla başlayacaktır.

Karbon ilave edilmemiş malzemelerde (ön alaşımlar) yapılan incelemelerde kırılmanın gevrek olarak olduğu tesbit edilmiştir. Kırılmanın gevrek olarak meydana gelmesinin nedeni ise yapı içerisinde kaba Al_3Ti partiküllerin bulunmasıdır.

Al_3Ti ile TiC fazının birlikte bulunduğu kompozit malzemelerde bazı bölgelerde gevrek bazı bölgelerde ise sünek kırılma meydana geldiği tesbit edilmiştir. Sünek

kırılmanın olduđu bölgelerde 1 µm ve altı boyuta sahip TiC partiküllerinin bulunduđu belirlenmiştir. Gevrek kırılmanın olmadığı bölgelerde ise TiC partiküllerine rastlanmamıştır.



BÖLÜM 9

SONUÇLAR VE ÖNERİLER

1. Gaz enjeksiyon ve elementel karbon ilavesi yöntemleri kullanılarak TiC takviyeli alüminyum matriksli kompoziti üretmek mümkündür.
2. Al-Ti ergiyiği içerisinde metan gazının ayrışması sonucu açığa çıkan karbon ile titanyum arasında hızlı ve ekzotermik bir reaksiyonla TiC oluşmaktadır. Gaz enjeksiyon yönteminde TiC oluşumu aşağıda verilen reaksiyon sırası ile gerçekleşmektedir.
 - (i). Metan gazının sıcaklığın etkisi ile ayrışması,
 - (ii) Karbonlu gazın ayrışması sonucu, karbon Ar/H₂ kabarcıklarında serbest kalıp gaz metal arayüzeyinde karbon-metal reaksiyonunun oluşması,
3. Gaz infiltrasyonu sırasında gönderilen kabarcıkların çapının büyük olması ve ergiyiği TiC oluşum reaksiyonun tamamlanmasından önce terketmesi TiC partiküllerinin oluşmamasına neden olmaktadır.
4. 200 gr Al+%3Ti alaşımının 1200⁰C sıcaklık, 0.4 l/dak. gaz akış hızında 90 dakikalık reaksiyonu ile elde edilen üründe yapı içerisinde TiC'ün yanısıra Al₃Ti fazı da bulunmaktadır. Al₃Ti iğneciklerinin yapıda mevcut olması nedeni infiltrate edilen gaz miktarının yetersiz olmasıdır. TiC oluşumunun tamamlanabilmesi için sisteme infiltrate edilen CH₄ gazı miktarının stekiometrik oranın üzerinde olması gerekmektedir.

5. 200 gr Al+%3Ti alařımının 1200⁰C sıcaklık, 0.4 l/dak. gaz akıř hızında 120 dakikalık reaksiyonu ile elde edilen üründe Al₃Ti iğneciklerinin miktarının çok azalmıř ve boyutu ~ 1 μm olan TiC partikülleri oluřmuřtur.
6. Gaz enjeksiyon yönteminde sıcaklıđın, gaz akıř hızının ve sürenin uygun seřilmesi halinde yapıda bulunan tüm Al₃Ti iğnecikleri TiC haline dönüşmektedir.
7. Elementel karbon ilavesi yönteminde TiC çözelti durumuna geçmiř karbon ile çözelti durumuna geçmiř titanyum arasındaki reaksiyon sonucu oluřmaktadır.
8. 1200⁰C sıcaklıkta %20 ve %30 fazla karbon ilave edilmiř bekleme süresi 15 dak. olan Al+%4Ti alařımlarında 1 μm ve altı boyuta sahip TiC fazının yanında 5 μm'den daha büyük boyuta sahip Al₃Ti fazında bulunduđunu tesbit edilmiřtir. 1200 ⁰C'lik deney sıcaklıđında 15 dak. 'lık bekleme süresinin yetersiz olduđu belirlenmiřtir.
9. 1300⁰C sıcaklıkta, %30 fazla karbon ilavesi ve 15 dak.'lık bekleme süresi sonunda Al+%4Ti alařımında Al₃Ti fazı yok olmakta ve 1 μm ve altı boyuta sahip TiC fazına dönüşmektedir. Bu deney řartlarının Al₃Ti fazının tamamen TiC fazına dönüşmesi için uygun olduđu ve karbonun Al-Ti sıvısı tarafından ıslatılabildiđini göstermektedir.
10. 1300⁰C'de %20 fazla karbon ilave edilen ve grafit ilavesinden sonra 15 dak. bu sıcaklıkta beklenen Al+%5Ti alařımında 1 μm ve altı homojen olarak dađılmıř TiC fazının yanında 10 μm ve daha büyük boyuta sahip Al₃Ti fazının bulunduđu belirlenmiřtir.
11. 1300⁰C sıcaklıkta %30 fazla karbon ilave edilen ve grafit ilavesinden sonra bu sıcaklıkta 5 dak. bekletilen Al+%5Ti alařımında TiC fazının yanında Al₃Ti fazının da bulunduđu tesbit edilmiřtir. 1300 ⁰C sıcaklık ve 5 dak.'lık bekleme süresinin de karbonun Al-Ti sıvısı tarafından ıslatılabilmesi için uygun olmadıđını göstermektedir.

12. 1300⁰C'da %30 fazla karbon ilave edilen ve grafit ilavesinden sonra 15 dak.bu sıcaklıkta beklenen Al+%5Ti alaşımında Al₃Ti fazının yok olduğu ve TiC'ün yapı içerisinde homojen olarak dağıldığı tesbit edilmiştir. 1300⁰C ve 15 dakikalık bekleme süresinin karbonun Al-Ti sıvısı tarafından ısıtılabilmesi için uygun olduğu göstermektedir.
13. Al+%6Ti alaşımında 1300⁰C sıcaklığın, %30 fazla karbon ilavesinin ve 15 dakika bekleme süresinin TiC dönüşümünün tamamlanması için uygun olduğu belirlenmiştir Yapı içerisinde ~%15 hacim oranında 1 µm ve altı boyuta sahip TiC partiküllerinin homojen olarak dağıldığı belirlenmiştir. 1300⁰C sıcaklık, %30 fazla karbon ilavesi ve 15 dak. bekleme süresinin Al+%6Ti alaşımı için de uygun olduğu tesbit edilmiştir.
14. Al+%4Ti, Al+%5Ti ve Al+%6Ti alaşımlarının her üçünde de 1300⁰C sıcaklık, %30 fazla karbon ilavesi ve 15 dak. bekleme süresi TiC dönüşümünün tamamlanması için uygun olduğu belirlenmiştir. Bu deney şartlarında kullanılan karbon üç ayrı Al-Ti sıvısı tarafından da ısıtılabilir. Her üç bileşimde, TiC'ün yapı içerisinde homojen olarak dağıldığı tesbit edilmiştir.
15. TiC dönüşümünün tamamlandığı kompozit malzemelerde sünek kırılma meydana geldiği belirlenmiştir. 1-2 µm den daha küçük boyuta sahip TiC partikülleri ile matriks malzemesi arasında ayrılma olmadığı belirlenmiştir. 2 µm'den daha yüksek boyuta sahip TiC partikülleri ile matriks malzemesi arasında ayrılma olduğu tesbit edilmiştir.
16. Karbon ilave edilmemiş malzemelerde (ön alaşımlar) yapılan incelemelerde kırılmanın gevrek olarak oluştuğu tesbit edilmiştir.
17. Al₃Ti ile TiC fazının birlikte bulunduğu kompozit malzemelerde bazı bölgelerde gevrek bazı bölgelerde ise sünek kırılma meydana geldiği tesbit edilmiştir. Sünek kırılmanın olduğu bölgelerde 1 µm ve altı boyuta sahip TiC partiküllerinin

bulunduđu belirlenmiřtir. Gevrek kırılmanın olmadığı bölgelerde ise TiC partiküllerine rastlanmamıřtır.

18. Yapılan deneysel alıřmalar sonucunda elementel karbon ilavesi ile TiC takviyeli kompozit malzemenin üretimi gaz enjeksiyon yöntemine göre daha kolay ve ucuz olduđu belirlenmiřtir. Elementel karbon ilavesinde ok yüksek üretim teknolojisine ihtiyaç duyulmamaktadır, üretim maliyeti düşüktür, klasik kompozit üretim yöntemlerinde görülen ısıtılabilirlik problemi bu yöntemde görülmemektedir, mekanik özellikleri olumsuz yönde etkileyen matriks-takviye faz arasındaki kırılmalığa neden olan fazlar oluşmamaktadır ve en önemlisi ise üretim süresi kısadır.
19. Üretimi gerçekleştirilen kompozit malzemelerde mekanik deneyler yapılmıř olmasına rağmen elde edilen deęerler literatürde verilen deęerlerin altında kaldıđı için kullanılmamıřtır. Mekanik özelliklerin literatüre göre düşük olmasının nedeni döküm yapısının kirli olmasıdır. Yapılan mikroyapı incelemelerinde üretilen kompozit malzemelerin biroğunda döküm yapısının kirli olduđu tesbit edilmiřtir. Daha sonra yapılacak alıřmalarda deney řartlarının iyileřtirilerek daha yüksek mekanik deęerlere ulařılması amaçlanmalıdır.

KAYNAKLAR

- [1] KOCZAK, M. J., PREMKUMAR, M. K., "Emerging Technologies for the In-situ Production of MMCs", JOM, January, 1993, 44-48.
- [2] IBRAHİM, A., MOHAMED, F. A., LAVERNIA E. J., "Particulate Reinforced Metal Matrix Composites-a review ", JOM, 26 (1991), 1137-1156.
- [3] ALLISON, J. E., COLE, G. S., " Metal Matrix Composites in the Automotive Industry: Opportunities and Challenges ", JOM, 1993, January, 19-24.
- [4] GILMAN, P. S., " Discontinuously Reinforced Aluminium: Ready for the 1990s", JOM, 1991, August 7-15.
- [5] McKIMPSON, E. L., POHLENZ, M. G., THOMPSON, S. R., "Evaluating the Mechanical Properties of Commercial DRA", JOM, 1993, January, 26-29.
- [6] ÖGEL, B., "Kompozit Malzemelerde Son Gelişmeler ve İleriye Dönük Beklentiler", 9. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, Türkiye, 1997, 639-649.
- [7] Metals Handbook, Vol.2, Edited by S.R. LAMPMAN, T.B. ZORC, 1990, 903-912.
- [8] ROHATGI, P.. "Cast Aluminium-Matrix Composites for Automotive Applications", JOM, April, 1991, 10-15.
- [9] SAHOO, P., KOCZAK, M. J., "Analysis of In-Situ Formation of Titanium Carbide in Aluminium Alloys ", Materials Science and Engineering, A144, (1991), 37-44.
- [10] EL-MAHALLAWY, N. A., TAHA, M. A., "Reinforcement Considerations for High Temperature Metal Matrix Composites", Key Engineering Materials, Trans. Tech Publ., Switzerland, Vol. 79-80, 1993, 1-14.
- [11] ÇEVİKER KERTİ, İ., TOPUZ, A., BİROL, Y., " Gaz Enjeksiyon Yöntemi ile TiC Takviyeli Alüminyum Matریksli Kompozit Üretimi ", Denizli.
- [12] SAHOO, P., KOCZAK, M. J., " Microstructure-Property Relationships of In-Situ Reacted TiC/Al-Cu Metal Matrix Composites ", Materials Science and Engineering, A131, (1991), 69-76.

- [13] ROHATGI, R. K., ASTHANA, R., DAS, S., "Solidification, structures, and Properties of Cast Metal-Ceramic Particle Composites", *Int. Met. Rev.*, 31, 1986, 115-139.
- [14] BANERJI, A., MSc Thesis, University of Kerana, India, 1982.
- [15] MITRA, R., CHIOU, W. A., FINE, M. E., WEERTMAN, J. R., " Interfaces in as-Extruded XD Al/TiC and Al/TiB₂ Metal Matrix Composites ", *J. Mater. Res.*, vol. 8, No. 9, Sep. 1993, 2380-2392.
- [16] LOYD, D. J., "Particle Reinforced Aluminium and Magnesium Matrix Composites", *Int. Mat. Rev.*, 1994, Vol.39, N0.1, 1-23.
- [17] SURAPPA, M. K., ROHATKI, P. K., *Met. Technol.*, 1978, 5, 358-361.
- [18] WESTWOOD, A. R. C., " Materials for Advanced Studies and Devices", *Metallurgical Trans. A*, Vol.19A, April, 1998, 749-758.
- [19] KOCZAK, M. J., KUMAR, K. S., "In Situ Process for Producing a Composite Containing Refractory Materials. U.S. Patent 4, 808, 372. 1989.
- [20] KHATRI, S., KOCZAK, M. J. "Formation of TiC In Situ Processed Composites via Solid-Gas, Solid-Liquid, and Liquid-Gas Reaction in Molten Al-Ti", *Mat. Sci. and Eng. A162* (1993), 153-162.
- [21] BANERJI, A., RAIF, W., "Grain Refinement of Aluminium by TiC", *Metall. Trans.A*, Vol. 16A, November, 1985, 2065-2068.
- [22] BANERJI, A., RAIF, W., "Development of Al-Ti-C Grain Refiners Containing TiC", *Metall. Trans. A*, Vol. 17A, 1986, 2127-2137.
- [23] MONDOLFO, L. F., "Aluminium Alloys: Structure and Properties", Butterworth & Co Ltd., 1979, London, 385-388.
- [24] RAPP, R. A., ZHENG, X., "Thermodynamic Consideration of Grain Refinement of Aluminium Alloys by Titanium and Carbide", *Metall. Trans. A*, Vol 22A, December, 1991, 3071-3076.
- [25] SOBCZAK, N., GORNY, Z., KSIAZEK, M., RADZIWIŁŁ, W., ROHATGI, P. "Interaction Between Porous Graphite Substrate and Liquid or Semi-Liquid Aluminium Alloys Containing Titanium", *Materials Science Forum Vols. 217-222*, 1996, 153-158.

EKLERTablo A.1. Etial 8'e ait 2θ ve d değerleri.

Açı [2θ]	d değeri $\alpha 1$ [Å]	d değeri $\alpha 2$ [Å]	Pik genişliği [2θ]	Pik şiddeti [sayım]
41.745	2.5105	2.5160	0.300	19
45.305	2.3225	2.3275	0.500	1354
52.705	2.0151	2.0195	0.500	1011
77.525	1.4287	1.4318	0.200	177

Tablo A.2. Al+%6Ti alaşımına ait 2θ ve d değerleri.

Açı [2θ]	d değeri $\alpha 1$ [Å]	d değeri $\alpha 2$ [Å]	Pik genişliği [2θ]	Pik şiddeti [sayım]
45.450	2.3155	2.3205	0.450	671
46.265	2.2769	2.2818	0.300	135
49.235	2.1473	2.1520	0.400	32
52.940	2.0068	2.0111	0.300	310
55.630	1.9169	1.9211	0.800	27
77.715	1.4257	1.4288	0.300	182

Tablo A.3. Al+%5Ti alaşımına ait 2θ ve d değerleri.

Açı [2θ]	d değeri $\alpha 1$ [Å]	d değeri $\alpha 2$ [Å]	Pik genişliği [2θ]	Pik şiddeti [sayım]
45.275	2.3239	2.3290	0.200	1056
46.095	2.2848	2.2898	0.200	169
49.445	2.1388	2.1434	0.200	912
52.715	2.0147	2.0191	0.250	924
77.560	1.4281	1.4312	0.250	930

Tablo A.4. Al+%4Ti alařımına ait 2θ ve d deęerleri.

Açı [2θ]	d deęeri $\alpha 1$ [Å]	d deęeri $\alpha 2$ [Å]	Pik geniřlięi [2θ]	Pik řiddeti [sayım]
45.220	2.3266	2.3317	0.250	645
46.020	2.2883	2.2933	0.200	81
49.385	2.1412	2.1459	0.300	506
52.615	2.0183	2.0227	0.300	666
77.465	1.42	1.4327	0.250	1037

Tablo A.5. 1 nolu numuneye ait 2θ ve d deęerleri.

Açı [2θ]	d deęeri $\alpha 1$ [Å]	d deęeri $\alpha 2$ [Å]	Pik geniřlięi [2θ]	Pik řiddeti [sayım]
41.025	2.5527	2.5582	0.300	4
42.285	2.4799	2.4853	0.300	32
45.240	2.3256	2.3307	0.250	930
49.470	2.1378	2.1424	0.250	219
52.690	2.0156	2.0200	0.250	961
71.875	1.5241	1.5274	0.400	18
77.515	1.4288	1.4319	0.200	600

Tablo A.6. 2 nolu numuneye ait 2θ ve d deęerleri.

Açı [2θ]	d deęeri $\alpha 1$ [Å]	d deęeri $\alpha 2$ [Å]	Pik geniřlięi [2θ]	Pik řiddeti [sayım]
39.765	2.6301	2.6358	0.300	12
42.650	2.4597	2.4650	0.500	24
45.660	2.3054	2.3104	0.250	1204
49.775	2.1255	2.1301	0.300	149
53.065	2.0024	2.0067	0.450	912
72.150	1.5190	1.5223	0.500	20
77.740	1.4253	1.4284	0.350	361

Tablo A.7. 3 nolu numuneye ait 2θ ve d değerleri.

Açı [2θ]	d değeri $\alpha 1$ [Å]	d değeri $\alpha 2$ [Å]	Pik genişliği [2θ]	Pik şiddeti [sayım]
41.710	2.5126	2.5180	0.250	79
44.660	2.3543	2.3594	0.200	484
48.575	2.1747	2.1794	0.200	98
52.125	2.0359	2.0403	0.200	967
71.375	1.5333	1.5366	0.200	45
77.020	1.4366	1.4397	0.250	1475

Tablo A.8. 4 nolu numuneye ait 2θ ve d değerleri.

Açı [2θ]	d değeri $\alpha 1$ [Å]	d değeri $\alpha 2$ [Å]	Pik genişliği [2θ]	Pik şiddeti [sayım]
42.160	2.4869	2.4923	0.150	108
45.085	2.3332	2.3383	0.250	1971
46.020	2.2883	2.2933	0.200	41
49.025	2.1559	2.1606	0.100	128
49.405	2.1404	2.1450	0.250	154
52.525	2.0215	2.0259	0.300	1274
71.720	1.5269	1.5302	0.200	38
77.385	1.4309	1.4340	0.200	404

Tablo A.9. 5 nolu numuneye ait 2θ ve d değerleri.

Açı [2θ]	d değeri $\alpha 1$ [Å]	d değeri $\alpha 2$ [Å]	Pik genişliği [2θ]	Pik şiddeti [sayım]
42.610	2.4619	2.4672	0.150	67
45.550	2.3106	2.3157	0.350	864
49.495	2.1367	2.1414	0.350	132
52.955	2.0063	2.0106	0.450	790
72.070	1.5205	1.5238	0.400	20
77.730	1.4255	1.4286	0.450	660

Tablo A.10. 6 nolu numuneye ait 2θ ve d değerleri.

Açı [2θ]	d değeri $\alpha 1$ [Å]	d değeri $\alpha 2$ [Å]	Pik genişliği [2θ]	Pik şiddeti [sayım]
42.240	2.4825	2.4878	0.250	55
45.275	2.3239	2.3290	0.500	1129
49.180	2.1496	2.1542	0.250	79
52.680	2.0160	2.0204	0.400	1362
72.010	1.5216	1.5249	0.350	30
77.510	1.4289	1.4320	0.450	488

Tablo A.12. 7 nolu numuneye ait 2θ ve d değerleri.

Açı [2θ]	d değeri $\alpha 1$ [Å]	d değeri $\alpha 2$ [Å]	Pik genişliği [2θ]	Pik şiddeti [sayım]
42.130	2.4886	2.4940	0.600	42
45.070	2.3340	2.3390	0.450	576
49.145	2.1510	2.1557	0.300	45
52.580	2.0195	2.0239	0.500	630
71.780	1.5258	1.5291	0.400	44
77.375	1.4310	1.4341	0.300	655

Tablo A.13. Alüminyuma ait 2θ ve d değerleri (kart no: 4-0787).

D değerleri	şiddet	2θ	
		Co	Cu
2.3381	100	44.986	38.471
2.0239	47	52.458	44.741
1.2210	24	94.206	78.227
1.4310	22	77.374	65.132
0.9289	8	148.693	112.035
0.9055	8	162.131	116.575
0.8266	8	-----	137.461
1.1690	7	99.839	82.432
1.0124	2	124.152	99.084

Tablo A.14. TiC'e ait 2θ ve d değerleri (kart no: 32-1383).

D değerleri	şiddet	2θ	
		Co	Cu
2.1636	100	48.841	41.712
2.4988	80	41.951	35.910
1.5302	60	71.542	60.448
1.3046	30	86.569	72.374
0.9677	25	135.144	105.501
0.8834	25	-----	121.374
1.2492	17	91.456	76.138
0.8327	16	-----	135.346
0.9927	13	128.607	101.788
1.0818	10	111.555	90.804

Tablo A.15. Al₃Ti'a ait 2θ ve d değerleri (kart no: 37-1449).

D değerleri	şiddet	2θ	
		Co	Cu
2.3010	100	45.753	39.116
2.3010	100	45.753	39.116
1.9268	95	55.322	47.128
1.4341	70	77.177	64.975
1.1716	65	99.537	82.209
1.1716	65	99.537	82.209
1.3630	55	82.034	68.826
2.1459	50	49.269	42.072
1.2666	40	89.852	74.910
3.5149	30	29.486	25.318
4.2900	15	24.069	20.687
2.7248	15	38.328	32.842
1.6892	15	63.948	54.259
1.4762	5	74.590	62.905

Tablo A.3. 1200 °C'de 0.4 l/dak. gaz akış hızlarında 90 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün X-ışınları difrakrogramına ait 2θ ve d değerleri.

Açı [2θ]	d değeri $\alpha 1$ [Å]	d değeri $\alpha 2$ [Å]	Pik genişliği [2θ]	Pik şiddeti [sayım]
20.505	4.2661	4.2766	0.140	56
25.520	3.4876	3.4962	0.120	62
33.125	2.7022	2.7088	0.120	53
36.075	2.4877	2.4938	0.080	92
38.575	2.3320	2.3378	0.100	10000
39.345	2.2882	2.2938	0.140	1369
42.110	2.1441	2.1494	0.080	745
44.820	2.0205	2.0255	0.080	5960
47.415	1.91585	1.9205	0.060	3136
54.575	1.6802	1.6843	0.320	16
60.685	1.5248	1.5285	0.160	35
65.175	1.4302	1.4337	0.100	4020
69.245	1.3557	1.3591	0.160	50
74.995	1.2654	1.2685	0.120	98
78.305	1.2200	1.2230	0.120	3003
82.490	1.1684	1.1712	0.100	718
84.430	1.1464	1.1492	0.120	72
99.130	1.0120	1.0145	0.180	292
106.945	0.9586	0.9609	0.480	7
112.020	0.9290	0.9313	0.180	864
116.605	0.9053	0.9075	0.160	829
121.100	0.8846	0.8867	0.800	13
138.170	0.8246	0.8266	0.280	234

Tablo A.4. 1200 °C'de 0.4 l/dak. gaz akış hızlarında 120 dakikalık süre sonucu elde edilen ürünün X-ışınları difrakrogramına ait 2θ ve d değerleri.

Açı [2θ]	d değeri $\alpha 1$ [Å]	d değeri $\alpha 2$ [Å]	Pik genişliği [2θ]	Pik şiddeti [sayım]
36.050	2.4894	2.4955	0.160	506
48.550	2.3335	2.3392	0.140	13689
39.310	2.2901	2.2957	0.140	250
41.845	2.1570	2.1623	0.120	7396
44.790	2.0218	2.0268	0.120	7396
47.345	1.9185	1.9232	0.240	42
60.590	1.5270	1.5307	0.080	296
65.150	1.4307	1.4342	0.100	2938
72.515	1.3024	1.3056	0.080	135
76.285	1.2572	1.2502	0.160	74
78.270	1.2204	1.2234	0.120	3376
82.480	1.1685	1.1713	0.140	841
90.955	1.0804	1.0830	0.140	34
99.095	1.0123	1.0147	0.120	396
101.955	0.9915	0.9939	0.160	38
105.695	0.9664	0.9688	0.240	67
112.000	0.9291	0.9314	0.160	924
116.565	0.9055	0.9077	0.200	773
121.535	0.8827	0.8848	.0320	44
135.540	0.8321	0.8342	0.200	37
137.375	0.8268	0.8288	0.180	660
138.160	0.8246	0.8266	0.240	328

ÖZGEÇMİŞ

1965 yılında İstanbul'da doğmuştur. 1982 yılında Yeşilköy 50. Yıl Lisesinden, 1987 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi Kimya-Metalurji Fakültesi Metalurji Mühendisliği Bölümünden mezun olup, aynı yıl İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bölümünde yüksek lisans eğitime başlamıştır. Haziran 1991'de yüksek lisans çalışmasını tamamlamış ve Eylül 1991'de Doktora eğitime başlamıştır.

1989 yılında Yıldız Teknik Üniversitesi Kimya-Metalurji Fakültesi Metalurji Mühendisliği Bölümü, Malzeme Anabilim Dalında Araştırma görevlisi olarak göreve başlayan Işıl ÇEVİKER KERTİ halen bu bölümde görevine devam etmektedir.



ÖZGEÇMİŞ

1965 yılında İstanbul'da doğmuştur. 1982 yılında Yeşilköy 50. Yıl Lisesinden, 1987 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi Kimya-Metalurji Fakültesi Metalurji Mühendisliği Bölümünden mezun olup, aynı yıl İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bölümünde yüksek lisans eğitimine başlamıştır. Haziran 1991'de yüksek lisans çalışmasını tamamlamış ve Eylül 1991'de Doktora eğitimine başlamıştır.

1989 yılında Yıldız Teknik Üniversitesi Kimya-Metalurji Fakültesi Metalurji Mühendisliği Bölümü, Malzeme Anabilim Dalında Araştırma görevlisi olarak göreve başlayan Işıl ÇEVİKER KERTİ halen bu bölümde görevine devam etmektedir.

