

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NİYOBYUM BORÜR KATKILI AlSi HİBRİT TOZLARIN VE
KOMPOZİTLERİN MEKANİK ALAŞIMLAMA VE BASINÇSIZ SİNERLEME
YÖNTEMLERİYLE GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ezgi Burcu ERDOĞAN

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Mühendisliği Programı

HAZİRAN, 2016

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NİYOBYUM BORÜR KATKILI Al_5Si HİBRİT TOZLARIN VE
KOMPOZİTLERİN MEKANİK ALAŞIMLAMA VE BASINÇSIZ SİNERLEME
YÖNTEMLERİYLE GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Ezgi Burcu ERDOĞAN
(506131416)**

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Mustafa Lütfi ÖVEÇOĞLU

HAZİRAN 2016

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 506131416 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi Ezgi Burcu ERDOĞAN, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “NİYOBYUM BORÜR KATKILI Al₅Si HİBRİT TOZLARIN VE KOMPOZİTLERİN MEKANİK ALAŞIMLAMA VE BASINÇSIZ SİNERLEME YÖNTEMLERİYLE GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Mustafa Lütfi ÖVEÇOĞLU
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENÖĞLU
İstanbul Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Gökhan ORHAN
İstanbul Üniversitesi

Teslim Tarihi : 2 Mayıs 2016
Savunma Tarihi : 10 Haziran 2016

Barış ve özgürlüğe,

ÖNSÖZ

Tez çalışmalarımın başlangıcından itibaren bilgisi ile beni yönlendirip yardımlarını esirgemeyen tez danışmanım sevgili hocam Prof. Dr. M. Lütfi Öveçoğlu'na,

Deneysel çalışmalarım kapsamında ek laboratuvar imkanlarıyla desteğini sunan Prof. Dr. Hüseyin Çimenoglu'na,

Çalışma arkadaşlarım Araş. Gör. Sıddıka Mertdinç ve Araş. Gör. Emre Tekoğlu başta olmak üzere tüm “İ.T.Ü. Partikül Malzemeler Laboratuvarları” ailesi'ne,

214M093 numaralı ve “Mekanik alaşımlama ve kriyojenik öğütme yöntemleriyle çeşitli borür ve karbür partikül takviyeli ötektik altı Al-Si alaşım esaslı toz ve sinter kompozitlerin ve hibrit kompozitlerin sentezlenmesi ve ilişkin karakterizasyon çalışmaları” konu başlıklı proje kapsamında tez çalışmalarımı destekleyen “Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK)”a,

Bu süreçte her anlamda karşılaştığım sorunlara çözüm arayan, tıkanıp durduğum noktalarda önümü açıp yol gösteren, hocalıktan çok abla ve ağbi olan Dr. Duygu Ağaoğulları'na ve Dr. Hasan Gökçe'ye,

Her zaman yardımına koşan, manevi desteklerini esirgemeyen dostlarım Merve Küçük ve Merve Uysal'a,

Son bir senemin bana kazandırdığı, iyiliği ve güzelliği tarif edilemez dostum Nihan Özkan'a,

Kader ortaklarım en değerli meslektaşlarım Hatice Turgut, Ceren Ergüneş ve Behsad Vaziri Hassas'a,

Zor günlerin kurtarıcısı ev arkadaşım İknur Köseoğlu'na,

Varlıkları günümü güzelleştiren dostlarım Müjde Şen ve Emine Dağ'a,

İstanbul'daki yıllarımın taşıyıcıları olan manevi ailem Duygu Atabey, Cem Deniz Şahin, Ceren Arpak, İsmet Özmen, Nermin Öztürk ve Hasan Atabey'e,

Eğitim hayatım boyunca başarımın fedakar destekçileri olan canım geniş ailem ve bunun yıkılmayan direkleri olup her zaman yanımda olmalarını dilediğim canım BABAM ve onun ayrılmaz yarısı AMCAM'a,

En özel olarak da, baş belası sıfatını bazen çok hak etse de canımın içi kardeşim SEVGİ'ye,

Sonsuz teşekkür ederim.

Haziran 2016

Ezgi Burcu Erdoğan
Cevher Hazırlama Mühendisi

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	vii
İÇİNDEKİLER	ix
KISALTMALAR	xi
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİL LİSTESİ.....	xv
ÖZET.....	xix
SUMMARY	xxiii
1. GİRİŞ.....	1
2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	5
2.1 Kompozitler ve Metal Matriksli Kompozitler	5
2.2 Metal Matriksli Kompozitlerin Üretim Yöntemleri	8
2.2.1 Toz metalurjisi.....	8
2.2.2 Mekanik alaşımlama	10
2.2.3 Şekillendirme	17
2.2.4 Sinterleme.....	18
2.3 Kompozit Bileşenleri ve Özellikleri.....	21
2.3.1 Alüminyum ve alüminyum alaşımları.....	21
2.3.2 Takviye elemanı olarak kullanılan çeşitli metal borürler.....	22
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	25
3.1 Deney Süreçleri ve Kullanılan Ham Maddeler	25
3.2 Çeşitli Borür Tozlarının Laboratuvar Ortamında Üretilmesi	27
3.3 Al-Si Esaslı Toz ve Sinter Kompozitlerin Üretilmesi	29
3.3.1 Toz kompozitlerin karakterizasyon çalışmaları	31
3.3.1.1 Fiziksel karakterizasyon çalışmaları	31
3.3.1.2 Mikroyapısal karakterizasyon çalışmaları.....	33
3.3.2 Presleme, sinterleme ve sinter sonrası karakterizasyon çalışmaları.....	33
3.3.2.1 Presleme ve sinterleme çalışmaları	33
3.3.2.2 Sinter sonrası karakterizasyon çalışmaları	35
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	39
4.1 Laboratuvar Ortamında Üretilen Çeşitli Borür Tozlarının Özellikleri.....	39
4.2 Al ₅ Si Ana Alaşım Matriksi Toz ve Sinter Kompozitlerinin Özellikleri.....	42
4.3 Ticari Kalite NbB ₂ ve Sentezlenmiş NbB-NbB ₂ -Nb ₃ B ₄ Takviyeli Al ₅ Si Hibrit Toz ve Sinter Kompozitlerinin Özellikleri.....	53
4.4 Ticari Kalite ve Sentezlenmiş Çeşitli Borür Takviyeli Al ₅ Si Hibrit Toz ve Sinter Kompozitlerinin Özellikleri.....	63
5. GENEL SONUÇLAR	77
KAYNAKLAR	81
ÖZGEÇMİŞ.....	87

KISALTMALAR

DTA	: Diferansiyel Termal Analiz
HV	: Vickers Sertliđi
MA	: Mekanik Alařımlama
MMK	: Metal Matriksli Kompozit
OM	: Optik Mikroskop
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TM	: Toz Metalurjisi
XRD	: X-Iřınları Difraktometresi

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1 : Alüminyum meteline ait fiziksel özellikler.....	21
Çizelge 3.1 : Mekanik alaşımlama ve mekanokimyasal sentezleme süreçlerinde kullanılan ham maddelere ait özellikler.	25
Çizelge 3.2 : Ana matriks alaşımına ait toz kompozisyon bilgisi ve MA süreleri. ...	29
Çizelge 3.3 : Ticari kalite ve sentezlenmiş niyobyum borür takviyeli tozlara ait kompozisyon bilgileri ve mekanik alaşımlama süreleri.....	30
Çizelge 3.4 : Ticari kalite ve sentezlenmiş vanadyum borür takviyeli tozlara ait kompozisyon bilgileri ve mekanik alaşımlama süreleri.	30
Çizelge 3.5 : Ticari kalite ve sentezlenmiş lantan borür takviyeli tozlara ait kompozisyon bilgileri ve mekanik alaşımlama süreleri.....	30
Çizelge 4.1 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA'lanmış Al ₅ Si ana matriks tozlarına ait ortalama partikül boyutu ve yüzey alanı değerleri.	45
Çizelge 4.2 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 2, 3, 4, 6 ve 8 saat) MA'lanmış Al ₅ Si ana matriks tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin yoğunluk ve mikrosertlik değerleri.	51
Çizelge 4.3 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (4 ve 8 saat) MA'lanmış Al ₅ Si ana matriks tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin aşınma sonrası kaybolan toplam hacim değerleri.	53
Çizelge 4.4 : Çeşitli sürelerde (4 ve 8 saat) MA'lanmış Al ₅ Si ₂ NbB ₂ (T) ve Al ₅ Si ₂ Nb _x B _y (S) hibrit tozlarına ait ortalama partikül boyutu değerleri.....	57
Çizelge 4.5 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1,4 ve 8 saat) MA'lanmış Al ₅ Si ₂ NbB ₂ (T) ve Al ₅ Si ₂ Nb _x B _y (S) hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin yoğunluk ve mikrosertlik değerleri.	62
Çizelge 4.6 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış Al ₅ Si ₂ VB(T), Al ₅ Si ₂ V _x B _y (S), Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (T) ve Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (S) hibrit tozlarına ait Al'un kristalit boyutu ve kafes deformasyonu değerleri.	66
Çizelge 4.7 : 4 saat MA'lanmış Al ₅ Si ₂ VB(T), Al ₅ Si ₂ V _x B _y (S), Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (T) ve Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (S) hibrit tozlarına ait ortalama partikül boyutu ve yüzey alanı değerleri.....	67
Çizelge 4.8 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış Al ₅ Si ₂ VB(T), Al ₅ Si ₂ V _x B _y (S), Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (T) ve Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (S) hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin yoğunluk ve mikrosertlik değerleri.	74
Çizelge 4.9 : 4 saat MA'lanmış Al ₅ Si ₂ VB(T), Al ₅ Si ₂ V _x B _y (S), Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (T) ve Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (S) hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin aşınma sonrası kaybolan toplam hacim değerleri.	75

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : Takviye türlerine göre sınıflandırılmış MMK malzemeler.....	8
Şekil 2.2 : MMK malzemelerin toz metalurjisi ile üretim tekniklerini içeren akım şeması.....	9
Şekil 2.3 : Mekanik alaşımlanmış ürünlerin tipik mevcut ve potansiyel uygulamaları.....	11
Şekil 2.4 : MA sırasında toz karışımındaki bilya-toz-bilya çarpışması.....	12
Şekil 2.5 : MA kademeleri, partikül morfolojileri ve görünür toz yoğunlukları arasındaki ilişki.	13
Şekil 2.6 : SPEX™ 800D Mixer/Mill yüksek enerjili öğütücü.	14
Şekil 2.7 : 4 konumlu Fritsch Pulverizatör 5 gezegen tipi değirmen.	16
Şekil 2.8 : Uygulanan basıncın presleme üzerine etkisi.	18
Şekil 2.9 : Sinterleme boyunca partiküller arası tane sınırlarının gelişimi.....	19
Şekil 3.1 : Mekanokimyasal sentezleme ve takibi süreçleri kapsayan akım şeması.	26
Şekil 3.2 : Mekanik alaşımla ve takibi süreçleri kapsayan akım şeması.	26
Şekil 3.3 : Plaslabs™ Kapalı Ortam Kutusu (Glove Box).	28
Şekil 3.4 : (a) Bandelin™ Sonorex Ultrasonik Banyo, (b) Hettich ROTOFIX 32 A Santrifüj Cihazı.	28
Şekil 3.5 : Bruker™ D8 Advance X-Işınları Difraktometresi.	31
Şekil 3.6 : (a) Nano-Flex™ Partikül Boyut Ölçüm Cihazı ve (b) Stabino™ Zeta Potansiyel Cihazı.	32
Şekil 3.7 : Quanthachrome™ Autosorb Yüzey Alanı ve Porozite Ölçüm Cihazı.....	32
Şekil 3.8 : TA™ Instruments SDT Q 600 Diferansiyel Termal Analiz Cihazı.....	32
Şekil 3.9 : JEOL™ JCM-6000Plus Neoscope Taramalı Elektron Mikroskobu.	33
Şekil 3.10 : MSE™ MP-0710 Hidrolik El Presi.	34
Şekil 3.11 : MTI Tüp Fırın.	34
Şekil 3.12 : Linn™ 1800 M Vac Atmosfer Kontrollü Sinter Fırını.	35
Şekil 3.13 : Precisa™ Hassas Terazi.	35
Şekil 3.14 : (a) Struers™ Labopress Bakalite Alma Cihazı, (b) Struers™ Tegrapol-15 Otomatik Nunume Parlatma Cihazı.....	36
Şekil 3.15 : Nikon™ Eclipse Optik Mikroskop.....	37
Şekil 3.16 : Shimadzu™ HV2 Mikrosertlik Cihazı.....	37
Şekil 3.17 : Tribotech™ Aşınma Cihazı.....	37
Şekil 4.1 : Stokiyometrik Nb ₂ O ₅ , B ₂ O ₃ ve Mg toz harmanının 5 saat mekanokimyasal sentezleme ve 4 M HCl ile liç sonrası XRD paterni. ...	39
Şekil 4.2 : NbB-NbB ₂ -Nb ₃ B ₄ tozunun mekanokimyasal sentezleme ve liç sonrası partikül boyut dağılımı.....	40
Şekil 4.3 : Stokiyometrik V ₂ O ₅ , B ₂ O ₃ ve Mg toz harmanının 7 saat mekanokimyasal sentezleme ve 4 M HCl ile liç sonrası XRD paterni.	40
Şekil 4.4 : VB ₂ -VB-V ₃ B ₄ tozunun mekanokimyasal sentezleme ve liç sonrası partikül boyut dağılımı.....	41

Şekil 4.5 : Stokiyometrik La_2O_3 , B_2O_3 ve Mg toz harmanının 5 saat mekanokimyasal sentezleme ve 4 M HCl ile liç sonrası XRD paterni.	41
Şekil 4.6 : LaB_6 tozunun mekanokimyasal sentezleme ve liç sonrası partikül boyut dağılımı.....	42
Şekil 4.7 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 2, 3, 4, 6 ve 8 saat) MA'lanmış Al_5Si ana matriks tozlarına ait XRD paternleri.	42
Şekil 4.8 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 2, 3, 4, 6 ve 8 saat) MA'lanmış Al_5Si ana matriks tozlarında öğütme süresine bağlı olarak Al'un kristalit boyutu ve kafes deformasyonu değişimi.	43
Şekil 4.9 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış (1, 4 ve 8 saat) Al_5Si ana matriks tozlarına ait partikül boyut dağılımları (a) 1sa MA, (b) 4sa MA, (c) 8sa MA.	44
Şekil 4.10 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA'lanmış Al_5Si ana matriks tozlarının 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) Harman, (b) 1sa MA, (c) 4sa MA, (d) 8sa MA.	45
Şekil 4.11 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (4 ve 8 saat) MA'lanmış Al_5Si ana matriks tozlarına ait DTA eğrileri.	46
Şekil 4.12 : Al-Si ikili faz diyagramı.	47
Şekil 4.13 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 2, 3, 4, 6 ve 8 saat) MA'lanmış Al_5Si ana matriks tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin XRD paternleri.	48
Şekil 4.14 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA'lanmış Al_5Si ana matriks tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin 200x büyütmedeki OM görüntüleri (a) Harman, (b) 1sa MA, (c) 4sa MA, (d) 8sa MA.	49
Şekil 4.15 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (4 ve 8 saat) MA'lanmış Al_5Si ana matriks tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin SEM görüntüleri (a) Harman (1000x), (b) 4sa MA (2400x), (c) 8sa MA (2400x).	50
Şekil 4.16 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (4 ve 8 saat) MA'lanmış Al_5Si ana matriks tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin aşınma yüzeylerine ait 30x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) Harman, (b) 4sa MA, (c) 8sa MA.	52
Şekil 4.17 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ hibrit tozlarına ait XRD paternleri.	54
Şekil 4.18 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarına ait XRD paternleri.	54
Şekil 4.19 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ hibrit tozlarında öğütme süresine bağlı olarak Al'un kristalit boyutu ve kafes deformasyonu değişimi.	55
Şekil 4.20 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarında öğütme süresine bağlı olarak Al'un kristalit boyutu ve kafes deformasyonu değişimi.	55
Şekil 4.21 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış (4 ve 8 saat) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarına ait partikül boyut dağılımları (a) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ 4sa MA, (b) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ 8sa MA, (c) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ 4sa MA, (d) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ 8sa MA.	56
Şekil 4.22 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarına ait 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ Harman, (b) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ 4sa MA, (c) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ Harman, (d) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ 4sa MA.	58

Şekil 4.23 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarına ait DTA eğrileri.	58
Şekil 4.24 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin XRD paternleri.	59
Şekil 4.25 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin XRD paternleri.	59
Şekil 4.26 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlere ait 200x büyütmedeki OM görüntüleri (a) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ Harman, (b) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ 4sa MA, (c) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ Harman, (d) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ 4sa MA.	60
Şekil 4.27 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlere ait 2400x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$, (b) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$	61
Şekil 4.28 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin aşınma yüzeylerine ait 30x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$, (b) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$	63
Şekil 4.29 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}(\text{T})$ hibrit tozlarına ait XRD paternleri.	64
Şekil 4.30 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarına ait XRD paternleri.	64
Şekil 4.31 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$ hibrit tozlarına ait XRD paternleri.	65
Şekil 4.32 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$ hibrit tozlarına ait XRD paternleri.	65
Şekil 4.33 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}(\text{T})$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$ hibrit tozlarına ait 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}(\text{T})$, (b) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$, (c) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$, (d) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$	67
Şekil 4.34 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}(\text{T})$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$ hibrit tozlarına ait DTA eğrileri.	68
Şekil 4.35 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}(\text{T})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin XRD paternleri.	69
Şekil 4.36 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin XRD paternleri.	69
Şekil 4.37 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin XRD paternleri.	70
Şekil 4.38 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin XRD paternleri.	71
Şekil 4.39 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlere ait 200x büyütmedeki OM görüntüleri (a) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}(\text{T})$ Harman, (b) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}(\text{T})$ 4sa MA, (c) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$ Harman, (d) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$ 4sa MA.	72
Şekil 4.40 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlere ait 200x büyütmedeki OM görüntüleri (a) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$ Harman, (b)	

	Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (T) 4sa MA, (c) Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (S) Harman, (d) Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (S) 4sa MA.....	72
Şekil 4.41 :	4 saat MA'lanmış Al ₅ Si ₂ VB(T), Al ₅ Si ₂ V _x B _y (S), Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (T) ve Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (S) hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlere ait 2400x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) Al ₅ Si ₂ VB(T), (b) Al ₅ Si ₂ V _x B _y (S), (c) Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (T), (d) Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (S).....	73
Şekil 4.42 :	4 saat MA'lanmış Al ₅ Si ₂ VB(T), Al ₅ Si ₂ V _x B _y (S), Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (T) ve Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (S) hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin aşınma yüzeylerine ait 30x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) Al ₅ Si ₂ VB(T), (b) Al ₅ Si ₂ V _x B _y (S), (c) Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (T), (d) Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (S).....	75

NİYOBYUM BORÜR KATKILI AlSi HİBRİT TOZLARIN VE KOMPOZİTLERİN MEKANİK ALAŞIMLAMA VE BASINÇSIZ SİNERLEME YÖNTEMLERİYLE GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Malzeme tasarımı, son birkaç yıl içerisinde hafif, çevre dostu, düşük maliyetli, kaliteli ve yüksek performanslı malzeme özelliklerini sürdürme yönünde devam etmektedir. Bu doğrultuda, üstün fiziksel ve mekanik özelliklere sahip olan metal matriksli kompozitlere (MMK) artan bir ilgi mevcuttur. Havacılık, otomotiv ve diğer yapısal uygulamalarda ileri mühendislik malzemelerine duyulan ihtiyaç, metal matriksli kompozitlerin büyük bir hızla gelişimine yol açmıştır. Alüminyum ve alüminyum-esaslı alaşımlar da bu noktada, en çok tercih edilen ana metal matriks malzemeleri olmuştur. Bu malzemeler düşük yoğunluk, korozyon direnci, düşük ergime noktası, oldukça yüksek ısı iletkenlik, ısı işlem kapasitesi, esnek işlenebilirlik ve düşük maliyet özellikleri ile diğer metal matriks malzemeleri arasında öne çıkmaktadır.

MMK malzemeler, genellikle sert ve direngen ikincil fazların, sünek ve tok ana metal veya alaşım matriksi içerisine homojen bir şekilde dağıtılması sonucu üretilirler. Kullanılan ikincil fazlar genellikle bir seramik ya da refrakter malzeme olarak seçilir. Bu şekilde, metalik özellikler (süneklik ve tokluk) ile seramik özellikler (yüksek mukavemet ve modül) birleştirilerek, ana matriks metali veya alaşımına kıyasla daha üstün performanslı malzemeler üretilir. Bunlar çoğunlukla, daha yüksek çekme ve basma mukavemeti, aşınma dayanımı, düşük termal genleşme, yüksek termal ve elektriksel iletkenlik, agresif ortamlara dayanım, iyi darbe ve erozyon dayanımı, iyi yorulma ve kırılma mukavemeti ve yüksek sıcaklıklarda kullanım özellikleri olarak sıralanabilmektedir.

Metal matriks içerisine dağıtılmış fazlar genellikle fiber ya da partikül takviyeler olmak üzere iki çeşittir. Fiber takviyeli kompozitlerin yüksek maliyetler ve teknik zorluklar içeren üretimleri, bunların çok fazla uygulamadaki kullanımlarını sınırlandırmaktadır. Son zamanlarda, partikül takviyeli MMK malzemeler, üretim kolaylıkları, oldukça düşük maliyetleri ve karakteristik izotropik özellikleri sayesinde büyük ilgi görmektedir ve fiber takviyeli kompozitlere kıyasla daha uygun bir alternatif oluşturmaktadır. Ayrıca, partikül takviyeleli MMK malzemeler, çeşitli otomotiv uygulamaları için büyük bir potansiyel taşımaktadır. Bu malzemeler genellikle SiC ve TiC partikülleri ile takviyeli alüminyum matriks içermektedir ve sahip oldukları iyi özgül modül ve mukavemet onları diskli fren kasnağı, bağlantı çubuğu, silindir gömlekleri ve diğer yüksek sıcaklık uygulamaları için elverişli kılmaktadır.

Metal matriksli kompozitlerin bileşenlerinden üretimi için birçok proses geliştirilmiştir. Bunlardan en yaygın olanları katı faz üretim tekniği olan toz

metalurjisi (TM) ile üretim ve sıvı faz üretim tekniği olan geleneksel döküm yöntemleridir. Kompozit malzemede, takviye dağılımını kontrol etmekteki ve homojen bir matriks mikro yapısının elde edilmesindeki güçlükler, sıvı faz üretim teknikleri ile ortaya çıkan sorunlardır. Ayrıca, sıvı üretimi kapsayan yüksek sıcaklıklarda matriks ve takviye arasında olumsuz ara yüzey reaksiyonları meydana gelebilmekte ve gerçekleşen bu kimyasal reaksiyonlar, kompozitlerin mekanik özellikleri üzerinde olumsuz bir etkiye sahip olabilmektedir. Geleneksel döküm yöntemleriyle ilgili takviye ayrışması ve kümelenmesi, kimyasal arayüzey reaksiyonu, yüksek oranda bölgesel kalıntı porozite ve zayıf ara yüzey bağlanması gibi teknik zorluklar, bu üretim yollarının yararlılığını kısıtladığından katı fazda üretim teknikleri tercih edilmektedir. En yaygın katı fazda üretim, toz metalurjisi tekniklerine dayanmaktadır. Metal matriksli kompozitler, döküm işlemlerinin tipik segregasyon (ayrışma) olayları olmadan toz metalurjisi ile tüm alaşım bileşimlerinde üretilebilmektedir. Fakat, bu tekniğe özgü temel güçlüklerden biri de, metal matriks içerisinde homojen bir takviye dağılımı elde etmektir. Takviye fazın homojen dağılımı, bir kompozit malzemenin üstün performans göstermesi için gereken ilk şart olmakla birlikte takviye partiküllerin aglomerasyonu (topaklaşma) kompozit malzemenin özelliklerini bozmaktadır. Partikülün içerdiği boyut, yoğunluk, şekil, akış veya elektriksel yük gelişimindeki farklılıkların tamamı partikül aglomerasyonuna katkıda bulunan unsurlardır. Bu noktadan hareketle, matriks boyunca partikül dağılımını geliştirmek için yüksek enerjili bilyalı öğütme kullanılmıştır. Halen yaygın olarak mekanik alaşımlama veya mekanik öğütme olarak bilinen bu teknik, Benjamin tarafından oksit dağılımı ile sertleştirilen nikel süper alaşımlarını üretmek için geliştirilmiştir. Mekanik alaşımlama, toz karışımlarının birlikte öğütüldüğü bir işlemdir. Homojen bir alaşım elde etmek için malzeme taşınmasını içerir. Bu durum ise tekrarlanan plastik deformasyon, kaynaklanma ve kırılma mekanizmaları yoluyla gerçekleşir. MA, diğer yöntemlerle elde edilenlerden daha iyi özelliklerde metal matriks kompozit malzemelerin geliştirilmesi için uygun bir tekniktir. MA kullanılması, takviye partiküllerin aglomerasyonunu önler ve matriks içinde homojen bir takviye dağılımına yol açar. Ayrıca, bu sürekli çarpışma takviye bünyesinde bulunabilecek ve zamanından önce kompozit malzemenin kırılmasına neden olan muhtemel kusurları ortadan kaldırır.

Bu tez çalışması kapsamında, mekanik alaşımlama ve sonrası süreçler ile ötektik altı Al₅Si bileşimine sahip ana alaşım matriksine yapılan çeşitli borür takviyelerinin fiziksel, mikroyapısal ve mekanik özellikler üzerine etkileri incelenmiştir. Başlangıçta laboratuvar ortamında sentezlenmiş NbB-NbB₂-Nb₃B₄ tozları ve ticari kalitede elde edilen NbB₂ tozları kullanılmış ve ardından elde edilen sonuçlardan yola çıkılarak farklı borür takviyeleri denenmiştir. Buradaki temel amaç; yumuşak, sünek ve hafif ana matriks metali olan alüminyum ve sert ve mukavetli alaşımlama elementi olan silisyum birlikteliğindeki yapıya sert, direngen ve kararlı seramik pekiştiriciler olan çeşitli borür tozlarının ilavesi ile gelişmiş özelliklere sahip bir hibrit kompozit yapı elde etmektir.

Deneyisel çalışmalar, alaşım matriksine takviye elamanı olarak ilave edilecek çeşitli borür tozlarının (NbB-NbB₂-Nb₃B₄, VB₂-VB-V₃B₄, LaB₆) İTÜ Partikül Malzemeler Laboratuvarları'nda mekanokimyasal sentezlemesi ile başlamıştır. Ticari kalitede kullanılacak olan borür pekiştiricileri (NbB₂, VB, LaB₆) ise laboratuvar imkanları dahilinde mevcut durumdadır. Ağırlıkça % 5 silisyum içeren Al₅Si bileşimine sahip ana alaşım matriksi, ağırlıkça % 2 miktarında ticari kalite ve laboratuvar ortamında sentezlenen borür tozları ile takviyelendirilmiştir. Takviye elamanı olarak öncelikle

niyobyum borür tozları, ardından elde edilen sonuçlar doğrultusunda ise vanadyum borür ve lantan borür tozları kullanılmıştır. MA süreleri, ana alaşım matriks bileşimi için 1, 2, 3, 4, 6 ve 8 saat, niyobyum borür takviyeli bileşim için de 1, 4 ve 8 saat olarak seçilmiştir. Vanadyum borür ve lantan borür takviyeli kompozit bileşimleri ile devam eden deneylerde ise, 4 saatlik MA süresi seçilmiştir. Karşılaştırma yapılabilmesi açısından tüm kompozisyonların öğütülmemiş harman karışımları da kullanılmıştır. Planlanan MA işlemleri 1200 rpm’de çalışan SPEX™ 800D Mixer/Mill yüksek enerjili öğütücü ile gerçekleştirilmiştir. Harmanlanmış ve mekanik alaşımlanmış tozların faz ve yapı analizleri için X-ışınları difraktometresi (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. X-ışınları difraktometresine bağlı çalışan TOPAS V3.0 yazılımı kullanılarak da kristalit boyutu ve kafes deformasyonu değerleri belirlenmiştir. Ardından toz kompozitlerin partikül boyut ve BET yüzey alanı ölçümleri gerçekleştirilmiş ve diferansiyel termal analiz tekniği ile de sinter koşulları belirlenmiştir. 450 MPa altında tek eksenli hidrolik pres kullanılarak şekillendirilen ham kompaktlar, 570°C’de 2 saat boyunca Ar atmosferi altında sinterlenmiştir. Sinterlenmiş bünyelerde XRD, SEM ve optik mikroskop analizleri ile faz ve yapı incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Sinter yapıların yoğunlukları sıvı etanol ortamında Arşimet prensibi ile belirlenmiştir. Son olarak, kompozit yapıların mekanik özelliklerinin tespiti için sertlik ve aşınma testleri uygulanmıştır.

Karakterizasyon çalışmaları sonrasında mekanik alaşımlamanın beraberinde tüm borür pekiştiricilerinin malzemenin fiziksel ve mekanik özelliklerini iyileştirdiği görülmüştür. Ticari kalite VB pekiştiricili 4 saat mekanik alaşımlanmış hibrit tozlardan elde edilen sinter yapı, % 99,4 ile en yüksek göreceli yoğunluk değerine sahiptir. Kompozit yapılar arasında en yüksek sertlik değeri ($139.1 \pm 12.98 \text{ HV}_{0.1}$) ve buna paralel olarak en dar alanda en az aşınma kaybı (0.072 mm^3) sentezlenmiş vanadyum borür pekiştiricili 4 saat mekanik alaşımlanmış hibrit tozlardan elde edilen sinter yapıda mevcuttur.

DEVELOPING AND CHARACTERIZATION OF NIOBIUM BORIDE REINFORCED Al₅Si HYBRIDE POWDERS AND COMPOSITES WITH MECHANICAL ALLOYING AND PRESSURELESS SINTERING METHODS

SUMMARY

During the past few years, materials design has continued pursuing light weight, environmentally friendly, low cost, high-quality and high-performance material properties. Accordingly, there has been growing interest in metal-matrix composites (MMCs) with superior physical and mechanical properties. The need for advanced engineering materials in the areas of aerospace, automotive and the other structural applications led to a rapid development of metal matrix composites (MMCs). At this point, aluminum and aluminum-based alloys became the most preferred base metal and alloys as the matrix materials. These materials stand out among the other metal matrix materials due to low density, corrosion resistance, low melting point, extremely high thermal conductivity, heat treatment capacity, flexible processability and low cost properties.

MMCs are generally produced by homogeneous distribution of hard and stiff secondary phases into the ductile and tough base metal or alloy matrix. The secondary phases are often chosen as a ceramic or refractory material. Combining metallic properties (ductility and toughness) with ceramic properties (high strength and modulus) in this way, allows the production of materials which have superior performances in comparison with the monolithic metals or alloys. These are frequently summarized as higher tensile and compressive strength, wear resistance, low thermal expansion, high thermal and electrical conductivity, resistance to aggressive environments, good impact and erosion resistance, good fatigue and fracture strength and high temperature performances.

There are usually two types of reinforcement as fibers or particles distributed through the metal matrix. High costs and technical difficulties in production of fiber-reinforced composites limits their much practical use. Recently, particulate reinforced MMCs are of great interest and constitutes a more suitable alternative thanks to production facilities, relatively low cost and characteristic isotropic properties compared to fiber reinforced composites. In addition, particulate MMCs materials, has remarkable use for a variety of automotive applications. These materials typically include SiC and TiC particle reinforced aluminum matrixes with specific modulus and strength which make them suitable for disc brake drum, connecting rod, cylinder liners and other high temperature applications.

Many industrial processes have been developed for the production of metal matrix composites from their components. The most common types of these production methods consist of a solid phase production technique known as powder metallurgy (PM) and conventional casting which is a liquid phase production process. The problems associated with liquid phase production techniques of composite materials

are the difficulties in controlling the distribution of reinforcement and obtaining a homogeneous matrix microstructure. Also, at elevated temperatures relevant to liquid phase production it is possible for unfavorable interfacial reactions between matrix and reinforcement to take place and the process of these chemical reactions may have an adverse effect on the mechanical properties of the composite. Technical difficulties associated with conventional casting methods such as reinforcement segregation and agglomeration, chemical interfacial reaction, highly local residual porosity, poor interface bonding restrict the usefulness of this production route, thus solid phase production techniques may be preferred. The most common solid phase production is based on powder metallurgy techniques. Metal matrix composites in all alloy compositions can be produced by powder metallurgy techniques without typical segregation occurrence during casting processes. However, one of the main challenges unique to this method is to obtain a uniform distribution of reinforcement through the metal matrix. Homogeneous distribution of the reinforcement phase is the first condition required for the outstanding performance of a composite material and agglomeration of reinforcement particles impairs material properties. Differences in size, density, shape, flow or electric charge development of particles constitute all factors that contribute to agglomeration. Hence, in order to improve the particle distribution, high-energy ball milling method is used. This technique developed by Benjamin to produce hardened nickel super alloys by oxide dispersion is still commonly known as mechanical alloying or mechanical milling. Mechanical alloying is a process based on grinding the powder mixture together and material diffusion via repetitive plastic deformation- welding-fracture mechanisms in order to obtain a homogeneous alloy. MA is an appropriate technique for the development of metal matrix composite materials with better properties than that are obtained using other methods. Besides inhibition of the agglomeration of reinforcement particles and maintenance of uniform reinforcement distribution in the matrix, it also eliminates possible defects in the reinforcement structure which lead to fracture of the composite material before the envisaged time with the help of continuous collisions during MA.

Within the scope of this thesis, experiments regarding the effects of various boride powder particles on the physical, microstructural and mechanical properties of the Al-5 wt.% Si matrix were conducted. Two different types of boride powders were used. Difference between in these two boride powder particles was based on production methods. One was mechanochemically synthesized and leached in ITU Particulate Materials Laboratories ($\text{NbB-NbB}_2\text{-Nb}_3\text{B}_4$) while the other one was commercial (NbB_2). Hence, according to experimental results different boride powders were used as matrix reinforcement. The main objective of this work is to get a hybrid composite structure with advanced features by combining the soft, ductile and lightweight main matrix metal aluminum with hard, stiff alloying element silicon and the addition of boride powders as the stable ceramic reinforcements into this master alloy.

Experimental studies, began with the mechanochemical synthesis of the various boride powders ($\text{NbB-NbB}_2\text{-Nb}_3\text{B}_4$, $\text{VB}_2\text{-VB-V}_3\text{B}_4$, LaB_6) that will be used as reinforcements for the alloy matrix. These experiments were performed at ITU PML. Commercial quality boride reinforcements (NbB_2 , VB, LaB_6) were available within the laboratory facilities. Al-5 wt.% Si master alloy matrix was reinforced with commercial quality and laboratory synthesized boride powders of 2% weight percentage. As reinforcements, niobium boride powders were used beforehand,

vanadium boride and lanthanum boride powders were studied following the previous results. MA durations were chosen as 1, 2, 3, 4, 6 and 8 hours for master alloy matrix composition and 1, 4 and 8 hours for niobium reinforced hybrid composite compositions. MA durations for vanadium boride and lanthanum boride reinforced hybrid composite compositions, were determined as 4 hours. Powder mixtures without mechanical alloying (MA), as-blended powders, were also used for the same compositions. All experiments were conducted in a Spex™ Mixer/Mill with a rate of 1200 rpm using hardened steel vial and balls. For phase and microstructure analysis, X-ray diffractometry (XRD) and scanning electron microscopy (SEM) experiments were performed on as-blended and mechanically alloyed powders. Also, crystallite size and lattice deformation values were determined via TOPAS V3.0 in-built software. Following phase characterization, particle size and BET surface area measurements were carried out while sintering conditions were determined by differential thermal analysis. Hydraulic press with a uniaxial pressure at 450 MPa was used to compact MA'd and as-blended powders into a cylindrical shape. Then, green compacts were sintered at 570°C for 2 h under Ar gas atmosphere. X-ray diffractometry (XRD), optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM) techniques were applied to carry out phase and microstructural characterization investigations of the sintered composites. Densities of sintered compacts were determined by Archimedes' Principle in ethanol medium. Vickers microhardness and sliding wear tests were also conducted on the sintered samples.

By means of characterization examinations, both MA and boride reinforcement were found to enhance the physical and mechanical properties of the material. Thus, physical and mechanical properties of as-blended systems were the weakest ones. Commercial quality vanadium boride reinforced hybrid composites MA'd for 4 h had the highest density value of 99,41%, while laboratory synthesized vanadium boride reinforced hybrid composites MA'd for 4 h had the highest microhardness value of $139.1 \pm 12.98 \text{ HV}_{0.1}$ and the lowest total wear loss (0.072 mm^3).

1. GİRİŞ

Alüminyum (Al), kompozit malzemelerin üretiminde ana metal matriks bileşeni olarak kullanılmaktadır. Alüminyum ve alüminyum-esaslı alaşımlar, başlıca düşük ergime noktası, düşük yoğunluk, epey yüksek ısıl iletkenlik, ısıl işlem kapasitesi, esnek işlenebilirlik ve düşük maliyet özellikleri ile matriks malzemeleri olarak seçilmektedir (Zhang ve diğ., 2007). Havacılık ve otomotiv endüstrilerinde, mükemmel mekanik ve tribolojik özelliklere sahip düşük maliyetli hafif malzeme için artan bir talep mevcuttur. Alüminyum kompozit malzemeler de bu sektörlerde uygulamalar göstermiştir (Pérez-Bustamante ve diğ., 2014). Alüminyum matrisli kompozitler, eşdeğeri monolitik ticari alaşımlarına göre ağırlıklı olarak üstün mukavemet/ağırlık oranı ve mukavemet/maliyet oranı sergileme yeteneklerinin bir sonucu olarak yapısal, termal, aşınma, ulaşım ve diğer uygulamalar için önemli bir malzeme sınıfı olarak ortaya çıkmaktadır (Uşurelu ve diğ., 2011). Araştırmacıların çoğu özelliklerini geliştirmek için alüminyum metali ve alaşımlarını seramik partiküllerle pekiştirmeyi denemiştir (Torralba ve diğ., 2003; Shirvanimoghaddam ve diğ., 2016). Alüminitler (Al_4Mo , Al_3Ti , Al_3Zr), karbürler (SiC , TiC , ZrC), nitrürler (AlN , Si_3N_4), oksitler (Al_2O_3 , SiO_2) ve borürler (TiB_2 , ZrB_2) gibi farklı takviye partikülleri çeşitli tekniklerle alüminyum metal matriks kompozitlerin (Al-MMK) bünyesine dahil edilmiştir (Kaftelen ve diğ., 2010; Ramesh ve diğ., 2010; Balcı ve diğ., 2014). Bu kompozit malzemeler, endüstriyel bileşenlerin yanı sıra ticari alanda büyük uygulamalar sunmuştur. Kompozit malzemeler pekiştirilmemiş alaşımlarla karşılaştırıldığında daha iyi mekanik ve tribolojik özellikler göstermiştir ve ayrıca bu gelişmiş özellikler belirli bir ihtiyaç için modifiye edilebilmektedir (Sharma ve diğ., 2015).

Alüminyum alaşımlı kompozit malzemeler yüksek mukavemet, yüksek direngenlik, daha fazla ısıl kararlılık, daha fazla korozyon ve aşınma direnci ve daha uzun yorulma ömrü ihtiva etmektedir (Gökçe ve Fındık, 2008). Malzeme tasarımıındaki benzersiz kapasitesi ile alüminyum alaşım malzemeleri gerekli özellikleri elde etmede en iyi alternatif olarak bulunmaktadır (Rawar ve Utpat, 2014).

Metal matriks kompozitler, bir metal matriks içerisine pekiştirici malzeme dağıtılması ile üretilmektedir (Suresh ve diğ., 1993). Bu metal matriks kompozitler, toz metalurjisi ve döküm yöntemleriyle hazırlanmaktadır (Kaczmar ve diğ., 2000). Döküm yönteminde çeşitli teknik zorluklar mevcuttur. Matriks içerisinde homojen bir pekiştirici dağılımı elde edilmesi bu tür bir zorluktur ve bu doğrudan malzeme özelliklerini ve kalitesini etkilemektedir. Döküm yönteminde bir diğer sorun, ergimiş metal ve takviye ara yüzeyinde istenmeyen kimyasal reaksiyonlar oluşabilmektedir. Ayrıca, döküm yönteminin kullanımı düşük ergime noktasına sahip alaşımlarla sınırlandırılmaktadır.

Metal matriks kompozitler, döküm işlemlerinin tipik segregasyon (ayrışma) olayları olmadan toz metalurjisi ile tüm alaşım bileşimlerinde üretilebilir. Bu tekniğe özgü temel güçlüklerden biri de, metal matriks içinde homojen bir takviye dağılımı elde etmektir. Üstün performans göstermesi için bir kompozit malzemede ilk şart, takviye fazın homojen dağılımıdır. Takviye partiküllerin aglomerasyonu (topaklaşma) kompozit malzemenin mekanik özelliklerini bozar (Abdizadeh ve diğ., 2008). Partikülün içerdiği boyut, yoğunluk, şekil, akış veya elektriksel yük gelişimindeki farklılıkların tamamı partikül aglomerasyonuna katkıda bulunur. Toz metalurjisinde toz ekstrüzyonu gibi sonraki aşamalar takviye dağılımını uygun hale getirmede yardımcı olsa da, matriks ve takviye karıştırma işlemi birleştirilmiş kompozit malzeme boyunca homojen dağılıma yönelik önemli bir kademedir. Yüksek enerjili bilyalı öğütme, matriks boyunca partikül dağılımını geliştirmek için kullanılmıştır. Halen yaygın olarak mekanik alaşımlama veya mekanik öğütme olarak bilinen bu teknik, Benjamin tarafından oksit dağılımı ile sertleştirilen nikel süper alaşımlarını üretmek için geliştirilmiştir (Fogagnolo ve diğ., 2006). Mekanik alaşımlama, toz karışımlarının birlikte öğütüldüğü bir işlemdir. Homojen bir alaşım elde etmek için malzeme taşınmasını içerir. Bu durum ise tekrarlanan plastik deformasyon, kaynaklanma ve kırılma mekanizmaları yoluyla gerçekleşir. Homojenleşme için malzeme taşınımının gerekmediği, aynı bileşime sahip tozların öğütülmesi mekanik öğütme olarak adlandırılmaktadır (Fogagnolo ve diğ., 2003). MA, diğer yöntemlerle elde edilenlerden daha iyi özelliklerde metal matriks kompozit malzemelerin geliştirilmesi için uygun bir tekniktir. MA kullanılması, takviye partiküllerin aglomerasyonunu önler ve matris içinde homojen bir takviye dağılımına yol açar. Ayrıca, bu sürekli çarpışma takviye bünyesinde bulunabilecek ve zamanından önce

kompozit malzemenin kırılmasına neden olan muhtemel kusurları ortadan kaldırır (Ruiz-Navas ve diğ, 2006).

Bu tez çalışması kapsamında, mekanik alaşımlama ve sonrası süreçler ile ötektik altı bileşimdeki Al-ağ.%5Si metal matriksine yapılan çeşitli borür takviyelerinin fiziksel, mikroyapısal ve mekaniksel özellikler üzerine etkileri incelenmiştir. Başlangıçta ticari kalitede elde edilen NbB₂ ve laboratuvar ortamında sentezlenmiş NbB-NbB₂-Nb₃B₄ tozları kullanılmış ve ardından elde edilen sonuçlardan yola çıkılarak farklı borür takviyeleri denenmiştir. Burada temel amaç; yumuşak, sünek ve hafif ana matriks metali olan alüminyum ve sert ve mukavetli alaşımlama elementi olan silisyum birlikteliğindeki yapıya sert, direngen ve kararlı seramik pekiştiriciler olan çeşitli borür tozlarının ilavesi ile gelişmiş özelliklere sahip bir hibrit kompozit yapı elde etmektir.

2. LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

2.1 Kompozitler ve Metal Matriksli Kompozitler

Kompozit, genel anlamıyla makroskopik düzeyde bir araya getirilmiş ve birbiri içerisinde çözünmeyen iki ya da daha fazla bileşeni kapsayan yapısal bir malzemedir ve tek bir bileşenden elde edilemeyen özelliklere sahiptir (Askeland, 1996). Başka bir tanımla kompozit malzeme, fiziksel ve/veya kimyasal olarak farklı, uygun biçimde ayarlanmış veya dağıtılmış iki veya daha fazla faz ile birlikte onları ayıran bir ara yüzeyi içermektedir. Burada bileşenlerden birisi pekiştirici ya da takviye faz, diğer bileşen ise içine gömülü olunan matriks olarak adlandırılır (Cardarelli, 2008). Çoğu zaman bileşenlerin yanı sıra ara yüzey fiziksel olarak belirlenebilmektedir ve genellikle bu ara yüzey davranışı ve özellikleri kompozitin niteliğini kontrol etmekte önemli etkiye sahiptir (Kaw, 2006).

Kompozit oluşturmaktaki amaç, istenen özgünlüğe bağlı olarak belirli özellikler geliştirmek için benzer ya da farklı malzemelerin birleştirilmesidir. Bu nedenle, kompozit malzeme tek başına herhangi bir bileşeni ile tarif edilemeyecek özelliklere sahiptir (Stjernstoft, 2004). Birleştirilmiş özelliklere sahip bu kompozit yapılar, neredeyse sınırsız özellik seçimi sağlayacak şekilde tasarlanabildiğinden bu yana hemen hemen tüm endüstrilerde, oyuncak ve tenis raketlerinden tutun uzay araçları için yeniden giriş izolasyon kalkanları ve minyatür baskılı devrelere varana kadar ekonomik, verimli ve içerikli parçaları üretmek için kullanılmaktadır (Lubin, 1982).

Kompozit malzemeler, temelde matris fazı göz önünde bulundurularak 3 ana grupta sınıflandırılır. Bunlar;

- polimer
- seramik ve
- metal matriksli kompozitlerdir.

Polimer matriksli kompozitler, en yaygın kompozitlerdir ve ayrıca fiber takviyeli polimerler ya da önceden reçine esaslı kompozitler olarak bilinmektedir. Bu

kompozit malzemeler, matriks olarak bir polimer esaslı reçine ve takviye olarak borosilikatlı cam gibi lif çeşitleri, karbon monofilamentler ve poliflexten kullanır.

Seramik matriksli kompozitler, hem yüksek sıcaklık hizmeti hem de korozyon direnci gereken fazla zorlayıcı ortamlarda kullanılan kompozit malzemelerdir. Bu kompozit malzemeler, matriks olarak seramik ve takviye olarak silisyum karbür (SiC) ve bor nitrür (BN) gibi malzemelerden yapılan kısa fiberler içerir. Ayrıca, cam ve cam seramik kompozitler ve karbon-karbon kompozitler olarak iki önemli alt sınıfa ayrılırlar (Cardarelli, 2008).

Metal matriks kompozitler, sünek metal veya alaşım matriksi içerisine katı seramik takviyelerin gömüldüğü bir malzeme türünü adlandırır ve geniş bir ölçek ve mikroyapıyı kapsar. Tümü için ortak olan bitişik yapıdaki metalik matrikstir. Takviye bileşen genellikle bir seramiktir, bazen de takviye olarak bir refrakter metal tercih edilir. MMK malzemeler, alüminyum, titanyum, bakır, nikel, demir, çinko ve magnezyum gibi geniş bir aralıktaki matriks malzemelerinden ve borürler, karbürler, nitrürler, oksitler ve/veya bunların karışımını kapsayan ikincil faz partiküllerinden üretilmektedir. Kullanılan takviyeler genellikle yüksek sertliğe sahip olan aşındırıcı nitelikteki malzemelerdir. Silisyum karbür, titanium karbür, alüminyum oksit, soda külü, bor nitrür ve grafit tipik takviye malzemesi örnekleridir (Dawim, 2012).

MMK malzemelerin üretilmesindeki hedef, matriksin mükemmel süneklik ve şekillendirilebilirliği ile takviyenin rijitlik ve yük taşıma kapasitesinin ya da matriksin yüksek ısıl iletkenliği ile takviyenin düşük ısıl genleşmesinin birleştirilmesi olarak düşünülebilir (Totten and MacKenzi, 2003). Metal matriks kompozitler bu şekilde metalik özellikler (süneklik ve tokluk) ile seramik özellikleri (yüksek mukavemet ve modül) birleştirilerek kesme ve sıkıştırma altında daha büyük mukavemete ve daha yüksek servis sıcaklığı kapasitelerine yol açmaktadır (Tjong ve Ma, 2000). Metal matriks kompozitler ile elde edilen üstün fiziksel ve mekanik özellikler (yüksek özgül modül, mukavemet, ısıl kararlılık ve aşınma direnci vb.), bunları havacılık, otomotiv ve sayısız diğer uygulamalar için ilgi çekici malzemeler yapmaktadır. Bu özellikler düşük yoğunluklar ve yüksek sıcaklıklarda çalışma yetenekleri ile birleştiğinde roket parçalarından spor malzemelerine kadar birçok ürünün geniş bir yelpazede imalatı için bu malzemeleri mükemmel bir aday yapmaktadır (Dawim, 2012). Güç iletim hatlarında kullanılan sürekli fiber Al_2O_3 takviyeli Al matriks kompozitler, süperiletken mıknatıs olarak kullanılan bakır

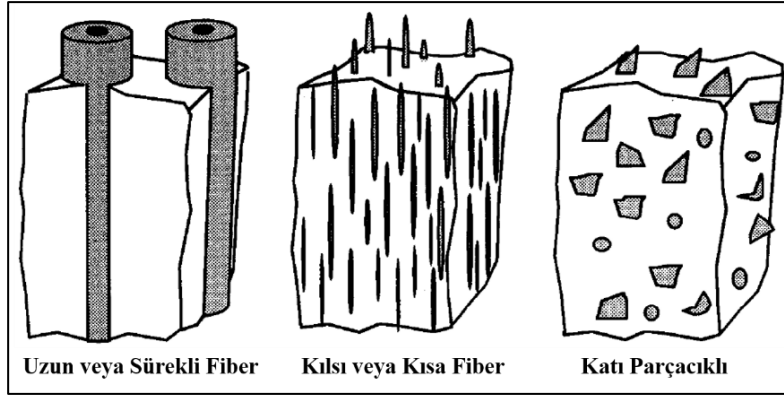
matriks içindeki Nb-Ti filamanları, kesme takımı ve petrol sondaj ekleri olarak kullanılan tungsten karbür(WC)/kobalt(Co) parçacıklı kompozitler ve havacılık, otomotiv ve ısı yönetimi uygulamalarında kullanılan SiC partikül takviyeli Al matriks kompozitler MMK malzemelere örnek olarak verilebilir (Chawla and Chawla, 2006; Totten and MacKenzi, 2003).

MMK malzemelerin birçok ayırt edici özelliği bulunmaktadır. Bunlardan en önemlileri aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

- Diğer metalik malzemelerden daha yüksek mukavemet ve elastisiteye sahiptir.
- Matriks metalin yüksek sünekliği sebebiyle, diğer kompozitlere kıyasla yüksek kırılma tokluğuna sahiptir ve büyük darbe kırılma enerjisini sönümleyebilirler.
- Genellikle diğer metallere göre daha yüksek ısıl iletkenliğe sahiptir.
- Sert seramik partikül takviyeli yumuşak matriksli metal kompozitler iyi aşınma direncine sahiptir.
- MMK malzemelerin küçük ısıl genleşme katsayıları vardır.
- MMK malzemelerin elektriksel iletkenlikleri yüksektir.
- Partiküller ve kısa fiberlerle pekiştirilmiş metal matriks kompozitlerin yapısında plastik deformasyon meydana gelir. Bu tür kompozitler ilaveten plastik deformasyon ile kuvvetlendirilir (Nishida, 2013).

MMK malzemeler bilindiği üzere, diğer tüm kompozitler gibi fiziksel ve kimyasal olarak en az iki farklı fazdan oluşmaktadır. Bu fazlar kompozite tek başına her bir fazdan elde edilemeyecek özellikleri sağlamak üzere uygun bir şekilde dağıtılmış durumdadır. Normal bir MMK malzemedeki kullanılan takviye tanecik boyutu 2-200 μm , hacim fraksiyonu ise % 5-40 arasında değişmektedir. Genellikle metal matriks içerisine dağıtılmış fiber ya da partikül olarak iki çeşit faz mevcuttur. Fiber takviyeler kendi aralarında kısa ve uzun fiberler olarak da ayrılmaktadır. Bu şekilde, metal matriks kompozitler takviye türlerine bağlı olarak 3 alt gruba ayrılabilir. Bunlar;

- partikül
- kılsı ya da kısa fiber ve
- uzun ya da devamlı fiber takviyeli metal matriksli kompozitlerdir (Şekil 2.1).



Şekil 2.1 : Takviye türlerine göre sınıflandırılmış MMK malzemeler (Clyne and Withers, 1993).

Fiber takviyeli kompozitlerin yüksek maliyetler ve teknik zorluklar içeren üretimleri, bunların çok fazla uygulamadaki kullanımlarını sınırlandırmaktadır. Son zamanlarda, partikül takviyeli MMK malzemeler, üretim kolaylıkları, oldukça düşük maliyetleri ve karakteristik izotropik özellikleri sonucunda büyük ilgi görmektedir (İbrahim ve diğ., 1991). Bu noktada partikül takviyeli kompozitler, fiber takviyeli kompozitlere kıyasla daha uygun bir alternatif olarak düşünülmektedir ve yüksek spesifik mukavemet ve modül, mükemmel yorulma dayanımı ve üstün aşınma direnci kapasiteleri sayesinde hava-uzay uygulamaları ve diğer yapısal uygulamalar ile özellikle çeşitli otomotiv uygulamaları için büyük bir potansiyel taşımaktadır (Wang ve diğ., 2011). Bu malzemeler genellikle SiC ve TiC partikülleri ile takviyeli alüminyum matriks içermektedir ve taşıdıkları iyi özgül modül ve mukavemet onları diskli fren kasnağı, bağlantı çubuğu, silindir gömlekleri ve diğer yüksek sıcaklık uygulamaları için elverişli yapmaktadır (Mital ve diğ., 1996; Corrochano ve diğ., 2011). Partikül takviyeli metal matriks kompozitler için uyumlu bir takviye seçimi çok önemlidir. Kullanılan çeşitli takviyeler arasında TiC, TiB₂, Al₂O₃, SiC ve BN bulunmaktadır (Zhao ve diğ., 2005).

2.2 Metal Matriksli Kompozitlerin Üretim Yöntemleri

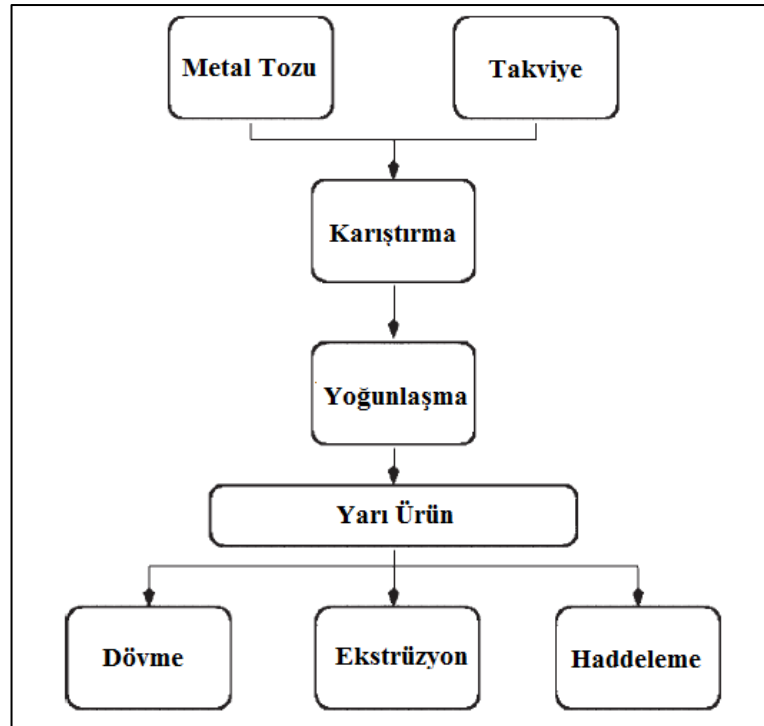
2.2.1 Toz metalurjisi

Metal matriksli kompozitlerin bileşenlerinden üretimi için birçok proses geliştirilmiştir. Bunlardan en yaygın olanları katı faz üretim tekniği olan toz metalurjisi (TM) ile üretim ve sıvı faz üretim tekniği olan geleneksel döküm yöntemleridir (Nishida, 2013).

Kompozit malzemede, takviye dağılımını kontrol etmekteki ve homojen bir matriks mikro yapısının elde edilmesindeki güçlükler, sıvı faz üretim teknikleri ile ortaya çıkan sorunlardır. Ayrıca, sıvı üretimi kapsayan yüksek sıcaklıklarda matriks ve takviye arasında olumsuz ara yüzey reaksiyonları meydana gelebilmektedir. Gerçekleşen bu kimyasal reaksiyonlar, kompozitlerin mekanik özellikleri üzerinde olumsuz bir etkiye sahip olabilmektedir. Geleneksel döküm yöntemleriyle ilgili takviye ayrışması ve kümelenmesi, kimyasal arayüzey reaksiyonu, yüksek oranda bölgesel kalıntı porozite ve zayıf ara yüzey bağlanması gibi teknik zorluklar, bu üretim yollarının yararlılığını kısıtlamıştır (O'Donnell ve Looney, 2001). Bu noktada katı fazda üretim teknikleri tercih edilebilmektedir. En yaygın katı fazda üretim, toz metalurjisi tekniklerine dayanmaktadır (Chawla and Chawla, 2006).

Metal matriksli kompozitlerin üretilmesinde yaygın olarak kullanılan bu toz metalurjisi yöntemleri sırasıyla,

- karıştırma
- sıkıştırma (presleme)
- sinterleme ve
- plastik deformasyon aşamalarını içermektedir (Şekil 2.2) (Liu ve diğ., 1994).



Şekil 2.2 : MMK malzemelerin toz metalurjisi ile üretim tekniklerini içeren akım şeması (Kainer, 2006).

Toz metalurjisi teknikleri ve onların çeşitleri, toz halindeki metaller ve/veya sert ikincil fazları başlangıç malzemeleri olarak kullanılır. Takviye tozu partiküllerinin çapı 0.05 μm ile 1 μm arasında değişiklik gösterirken, matriks tozu partiküllerinin çapı 50 ve 100 μm aralığındadır. Kullanılan süreksiz takviyeler, üretimler sırasında tipik olarak karıştırma ve harmanlama kolaylığı beraberinde yoğunlaştırma etkinliği sunmaktadır. Alaşımın hazırlanması için bileşenler karıştırılır ya da mekanik olarak alaşımlanır ve basınçla sıkıştırılır. Bu işlem oda sıcaklığında ya da daha yüksek sıcaklıkta sinterleme ile tamamlanabilir. Difüzyon ile gerçekleşen kütle transferi sayesinde boşlukların hacimsel miktarı azalır ve böylelikle eş zamanlı olarak sıkıştırılmış kompozitlerin yoğunluğu artar. Sıcak izostatik pres (SIP) ve ekstrüzyon, malzemenin yoğunluğunun teorik limitine kadar artışına olanak sağlar (Totten and MacKenzi, 2003).

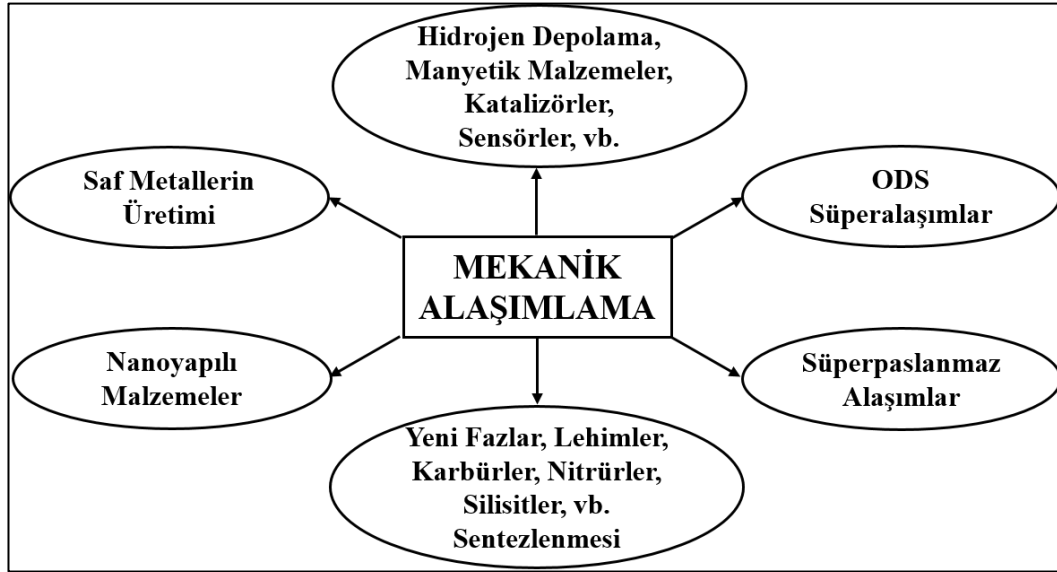
Karıştırma, metalik toz partiküllerinin takviye partiküller ile harmanlandığı çok önemli toz metalurjisi (TM) kademelerinden biridir (Lu ve diğ., 1998). Toz metalurjisi tekniklerinin avantajı, matriks metalinin ve takviyesinin katı halde karıştırılmasıdır. Bu nedenle, döküm yöntemlerindeki mevcut problemlerden olan takviyeler ve sıvı metal arasında gerçekleşen ıslanamama etkisi burada konu dışıdır ve takviyelerin kısmen düzgün dağılımı kolayca elde edilebilmektedir. Homojen bir takviye dağılımı elde etmek için genellikle bilyalı öğütücüler kullanılır. Dağıtma amacıyla 20-30 saat gibi uzun sürelerde öğütme yapabilmek için yüksek enerjili bilyalı öğütücüler kullanılmaktadır. Bu işlem toz metalurjisi kapsamında mekanik alaşımlama olarak adlandırılmaktadır (Nishida, 2013).

2.2.2 Mekanik alaşımlama

Mekanik alaşımlama (MA), metal ve seramik tozlarının genellikle inert atmosfer altında ve katı halde yüksek enerjili bilyalı değirmenler içerisinde işlenmesinin genel adıdır (Lu ve diğ., 1997). Homojen bir alaşımın elde edilmesi için bu işlem içerisinde malzeme transferi yer almaktadır. (Suryanarayana, 2004).

MA, karışmayan sıvılardan veya katılardan, uyumsuz eriyen ara metaliklerden ve yarıkararlı fazlardan alaşımların geliştirilmesi için kullanılmaktadır ve günümüzde yüksek performans uygulamaları için kararlı özelliklerde ve benzersiz toz metalurjisi malzemelerini geniş çapta sağlayabilecek yeterlilikte bir teknoloji haline gelmiştir (Soni, 2001). Mekanik alaşımlama ile gelişmiş özelliklere sahip olan bu ürünler

çeşitli endüstrilerde uygulama alanlarına sahiptir. Bu mevcut ve potansiyel uygulama alanları Şekil 2.3’de verilmektedir.



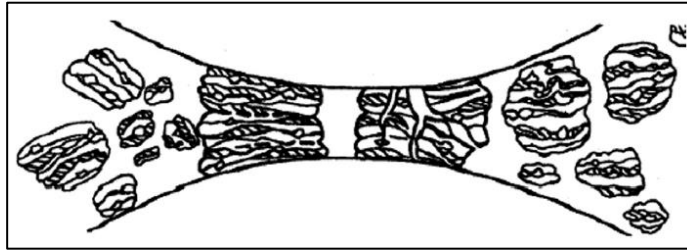
Şekil 2.3 : Mekanik alaşımlanmış ürünlerin tipik mevcut ve potansiyel uygulamaları (Suryanarayana ve diğ., 2001).

Mekanik alaşımlama (MA) yöntemi birbirleri ile ilişkili birçok avantaja sahiptir:

- İnce tozun homojen dağılımı başlangıç toz boyutundan bağımsızdır. Bu durum ince tozların yarattığı tehlikeli durumları önlemektedir.
- Havasız ortamda, yüksek oranda alaşım elementleri ve yeterli sünek metal ilavesiyle 1 µm veya daha düşük parçacık boyutuna sahip ince ve homojen bir dağılım elde edilebilir.
- Öğütme süresi, geleneksel bilyalı ya da çakıllı değirmenlerde gerekene göre kıyaslandığında, 1/10’ i ya da daha azına düşürülür.
- Bir alaşım geliştirmek için en uygun ve ucuz olan sıvı metal teknikleridir. Fakat bu tekniklerle homojen bir alaşım oluşturma mümkün olmadığı durumlarda toz metalurjisi devreye girmiştir. Mekanik alaşımlamanın değeri bu geleneksel yollarla yapılamayan bir alaşım yapılmak istendiğinde ortaya çıkar. İki metal katı çözelti oluşturuyorsa, MA bunu daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirmek için kullanılır. Cu–Fe gibi iki metal var ve bunların katı halde birbiri içerisinde çözünürlükleri yoksa ya da Cu-Pb gibi iki metal var ve bunlar sıvı halde birbiri içerisinde çözünebilir değilse, bunlardan birinin diğeri içerisinde son derece ince dağılımına erişilebilmektedir.

- MA bir soğuk alaşımlama işlemini temsil etmesi dolayısıyla tehlikeli işlemler için uygundur. Gerekli önlemlerin alınmasıyla birlikte uçucu yanıcı malzemeler bile güvenli bir şekilde işlenebilir (Soni, 2001).

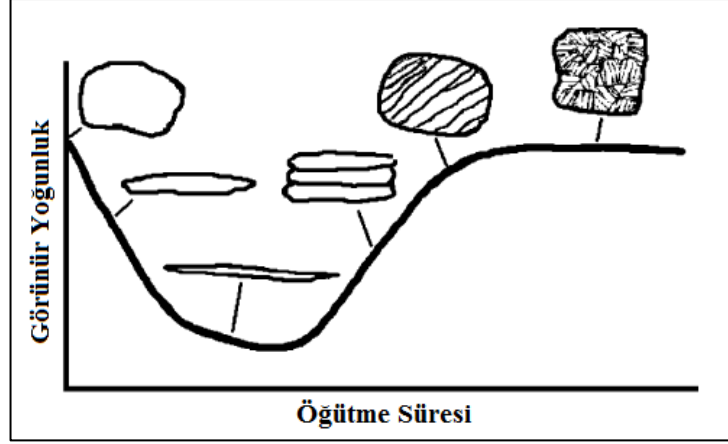
Mekanik alaşımlama (MA) süresince toz parçacıkları aralıksız olarak ezilir, soğuk kaynaklanır, kırılır ve yeniden kaynaklanır (Bermudez ve diğ., 2005). Bu MA süreçleri içyapıyla ilişkili olarak dört evreye ayrılabilir: (a) başlangıç evresi, (b) ara evre, (c) nihai evre, ve (d) tamamlanma evresi (Lü and Lai, 1998). Herhangi bir aşamadaki kinetiklerine ve üstünlüğüne ek olarak soğuk kaynaklanma ve kırılma çoğunlukla başlangıç tozların deformasyon özelliklerine bağlıdır. Sünük metal tozlarında öğütücü bilyanın ilk darbesi ezilme ve pekleşmeye neden olur. Şiddetli plastik deformasyon partiküllerin yüzey/hacim oranını artırır ve adsorbe olmuş kirli yüzey tabakasını koparır. Gevrek intermetalik toz partikülleri kırılır ve boyut olarak küçültülür. Disperse (dağıntı) durumdaki oksit partikülleri de çok ciddi ufalanır. Meydana gelen bu değişimlere sebep olan toz-bilya çarpışması ve oluşan toz morfolojileri Şekil 2.4’de görülmektedir.



Şekil 2.4 : MA sırasında toz karışımındaki bilya-toz-bilya çarpışması (El-Eskandarany, 2015).

İki öğütücü bilya çarpıştığı zaman, az bir miktar toz aralarında sıkışır. Genellikle her çarpışma sırasında yaklaşık 0,2 mg ağırlığında ve 1000 civarında aglomere olmuş partikül sıkışır. Bu işlem süresince toz morfolojisi iki farklı şekilde değiştirilebilir. Başlangıç tozları yumuşak metal partikülleri ise, ezilmiş tabakalar üst üste gelir ve soğuk kaynaklar oluşturur. Bu durum, başlangıç malzemelerinin çeşitli bileşimlerini içeren tabakalı toz kompozit partiküllerinin oluşumuna yol açar. Daha gevrek bileşenler ise, sünük bileşenler tarafından kapatılma eğilimindedir ve kompozit içinde sıkışıp kalırlar. Aynı zamanda, pekleşmiş elementel veya kompozit toz partikülleri kırılabilir. Rekabet halindeki olaylar olan soğuk kaynaklanma (plastik deformasyon ve aglomerasyon ile) ve kırılma (boyut küçültme) öğütme süresi boyunca aralıksız olarak devam eder. Sonuç olarak, inceltirilmiş ve homojenleştirilmiş

bir mikroyapı elde edilir ve toz partiküllerinin bileşimi başlangıç toz bileşenlerinin oranı ile aynıdır. Meydana gelen bütün bu olaylar, tozların sıkıştırılmasına ve sonuç olarak tozların görünür yoğunluğuna müdahalede bulunur. MA evreleri, partiküllerin morfolojileri ve görünür toz yoğunluğu arasındaki ilişki Şekil 2.5’de gösterilmiştir.



Şekil 2.5 : MA kademeleri, partikül morfolojileri ve görünür toz yoğunlukları arasındaki ilişki (Fogagnolo ve diğ., 2003).

MA işlemi, tozların istenilen oranda karıştırılması ve toz karışımının genellikle çelik bilyalar olan öğütücü ortamla birlikte öğütücü içine yüklenmesi ile başlar. Bazen, toz partiküllerinin kendi aralarında ya da öğütme kabına ve öğütücü ortama haddinden fazla soğuk kaynaklanmasını azaltmak veya önlemek için proses kontrol ajanları (PCA) eklenir. PCA ilaveli ya da ilavesiz olan bu karışım kararlı duruma ulaşılan kadar gereken sürelerde öğütülür. Bu aşamada alaşımlama meydana gelir ve her toz parçacığının bileşimi başlangıç toz karışımındaki elementlerin oranıyla aynıdır. Soğuk kaynaklanma beraberinde bazı tozlar öğütme ortamını ve/veya kabın iç duvarlarını kaplayabilir. İnce bir kaplama tabakası, öğütme ortamında aşınma-kopma olmasını ve öğütülmüş tozların bu şekilde oluşabilecek döküntülerle kirlenmesini önlemede faydalıdır. Fakat, tozlarda homojen olmayan bir bileşime sebep olacağından çok kalın bir tabakadan kaçınılmalıdır (Suryanarayana, 2004).

Homojen bileşime sahip ön alaşımlı tozlar veya malzemeler ile başladığında mekanik alaşımlama meydana gelmesi gerekli değildir fakat, tane (parçacık) küçültmesi ve/veya bazı faz dönüşümleri gerçekleşmelidir. Öğütülmüş toz daha sonra bir kütle şeklinde birleştirilir ve arkasından istenen mikroyapı ve özelliklerin elde edilmesi için ısıtılma işlemi uygulanır. Hammaddeler, öğütücü ve proses değişkenleri MA işleminin önemli bileşenleridir (Suryanarayana, 2004).

MA için kullanılan hammaddeler, 1–200 µm aralığında partikül boyutlarına sahip olan yaygın biçimde bulunan ticari saf tozlardır. Fakat, öğütücü bilya boyutundan daha küçük olması gerekliliği haricinde, toz partikül boyutu çok kritik değildir. Bunun nedeni ise, toz partikül boyutu öğütme süresiyle katlanarak azalır ve genellikle sadece birkaç dakika gibi kısa bir öğütme süresi sonunda birkaç mikrometrelik küçük bir değere ulaşır. Ham tozlar saf metaller, ön alaşımlar, ön-alaşımlı tozlar ve ısıya dayanıklı (refrakter) bileşikler gibi geniş bir kategoride yer alır. Ticari saf metal tozlarının oksijen içeriği kütlece % 0.05-2 arasında değişmektedir. Bu nedenle, öğütülmüş tozlar içinde faz dönüşümleri çalışmasıyla ilgileniliyorsa araştırmalar için oldukça yüksek saflıkta tozları seçmek gerekir. Bunun önemi oldukça büyüktür çünkü, sistemdeki kirliliklerin türü ve miktarı oluşturulan son faz türünü, alaşımın kimyasal yapısını ve dönüşümlerin kinetiğini belirler. Farklı saflıkta ve boyutlarda hammadde tozları Goodfellow Metals, Alfa Aesar ve benzerleri gibi standart tedarikçilerden elde edilebilir.

Mekanik alaşımlanmış/öğütülmüş tozları üretmek için farklı türlerde yüksek enerjili öğütücü ekipmanlar kullanılır. Bunlar tasarımları, kapasiteleri, öğütme verimleri ve soğutma, ısıtma ve benzeri ek düzenlemeleri ile farklılık gösterirler.

Labaratuvar araştırmaları ve alaşım inceleme amaçları için en yaygın olarak, yaklaşık 10-20 gram tozları tek seferde öğütebilen SPEX gibi çalkalayıcı tipteki öğütücüler kullanılmaktadır (Şekil 2.6).



Şekil 2.6 : SPEXTM 800D Mixer/Mill yüksek enerjili öğütücü.

Bu tip öğütücülerin en yaygın modeli, toz numunesi ve öğütme bilyaları içeren, kelepçeyle sabitlenmiş ve dakikada birkaç bin kez ileri ve geri dönen, bir kaba

sahiptir. İleri ve geri dönme hareketi kap uçlarının yatay hareketleri ile birleştirilmiştir. Bu şekilde, kap hareket ettikçe 8 rakamını ya da sonsuzluk sembolünü çiziyor gibi görünür. Kabın her dönüşünde bilyaların numune ve kap sonuna çarpması, hem öğütme hem de karıştırma işlemini gerçekleştirir. Kabın yaklaşık 5 cm genlik ve 1200 rpm hız ile hareketi sonucunda 5 m/s gibi yüksek bir hıza sahip olan bilyalar beklenmedik büyüklükte bir darbe kuvvetine yol açtığından, bu tip öğütücüler yüksek enerjili bir öğütücü çeşidi olarak düşünülmektedir.

MA deneylerinin yürütülmesinde kullanılan başka bir popüler öğütücü, aynı anda birkaç yüz gram toz öğütülebilen ve pülverizatör olarak da adlandırılan gezegen tipi bilyalı değirmendir. Gezegen tipi bilyalı değirmen adını, kaplarının gezegen benzeri hareketine borçludur. Bu kaplar dönen destek diski üzerine ayarlanmıştır ve özel tahrik mekanizması kapların kendi eksenleri etrafında dönmelerine yol açmaktadır. Kendi eksenleri etrafında dönen kapların ve dönen destek diskinin yarattığı merkezci kuvvet, öğütülecek olan malzemeden ve öğütme bilyalarından oluşan kap içeriklerini etkiler. Kaplar ve destekleyici disk zıt yönlerde döndüğü için, merkezci kuvvetler benzer ve zıt yönlerde hareket eder. Bu şekilde, öğütülmüş malzeme ve öğütücü bilyalar sürtünme etkisiyle havalanıp kabın iç haznesi boyunca serbest şekilde hareket eder ve karşı iç duvar ile çarpışır. Bu durum darbe etkisi olarak tanımlanır. Birbiriyle çarpışan öğütücü bilyalar darbe etkisini önemli ölçüde artırır. Gezegen değirmenlerdeki öğütücü bilyalar, sadece yer çekimli ve santrifüjlü değirmenler ile mümkün olandan çok daha yüksek darbe enerjisi kazanır. Elde edilen darbe enerjisi gezegen öğütücünün hızına bağlıdır ve dünyanın hızının yaklaşık 20 katına erişebilir. Hız azaltılırsa öğütücü bilyalar darbe enerjisini kaybeder. Enerji yeterince düşük olduğunda numune içerisinde sadece karıştırma meydana gelir ve ilgili bir öğütme söz konusu değildir. Disk ve kap dönüş hızları başlangıç modellerinde bağımsız olarak kontrol edilemiyor olsa da, Fritsch marka gezegen tipi bilyalı değirmenlerin modern sürümlerinde bunu yapmak mümkündür. Tek bir değirmende 2 (Pülverizatör 5 veya 7) ya da 4 (Pülverizatör 5(Şekil 2.7)) öğütme konumu olabilir. Son dönemde, tek konumlu değirmen ayrıca geliştirilmiştir (Pülverizatör 6). Kapasiteleri 80, 250 ve 500 ml olan 3 farklı boyutta kap mevcuttur. Öğütme kapları ve bilyaları akık, silisyum nitrür, sinterlenmiş alümina, zirkonya, krom çeliği, Cr-Ni çelik, tungsten karbür ve plastik poliamid olarak sekiz farklı malzemeden bulunabilmektedir. Bu tip değirmenlerde, bilyaların doğrusal hızı SPEX

öğütücülerden yüksek de olsa darbelerin sıklığı SPEX öğütücülerden çok daha azdır. Bu nedenle, SPEX öğütücü ile karşılaştırıldığında, Fritsch Pülverizatör düşük enerjili değirmenler olarak düşünülmektedir.



Şekil 2.7 : 4 konumlu Fritsch Pulverizatör 5 gezegen tipi değirmen.

Mekanik alaşımlama (MA), arzu edilen ürün fazını, mikro yapısını ve/veya özelliklerini elde etmek için birtakım işlem değişkenlerinin en uygun hale getirilmesini kapsayan karmaşık bir süreçtir. Belirli bir toz bileşimi için, öğütülmüş tozun son yapısı üzerinde ciddi etkilere sahip olan önemli değişkenlerden bazıları öğütücü tipi, öğütme kabı, öğütme enerjisi/hızı, öğütme süresi, öğütme ortamının türü, partikül boyutu ve boyut dağılımı, bilya/toz ağırlık oranı, kap doluluk oranı, öğütme atmosferi, proses kontrol ajanları, öğütme sıcaklığı olarak belirtilmiştir.

Bu proses değişkenleri tamamıyla bağımsız değildir. Örneğin, en uygun öğütme süresi öğütücü tipine, öğütme ortamının boyutuna, öğütme sıcaklığına, bilya/toz oranına, vb. bağlıdır. Ayrıca, bilya/toz oranını arttırarak veya tozu daha uzun süre öğütterek, öğütülmüş toza daha fazla enerji aktarılabilir. Benzer şekilde, diğer bazı parametrelerin birbirine bağımlı olduğu gösterilebilir (Suryanarayana, 2004).

MA işlemi alüminyum esaslı sistemlere uygulanabilmektedir. Fakat, alüminyumun kendi üzerine aşırı derecede kaynaklanma eğilimini bulduğundan, bu durumu kontrol etmek amacıyla yüksek enerjili öğütme sırasında organik proses kontrol ajanları kullanılması şarttır. Örneğin, stearik asit bunlardan bir tanesidir ve soğuk kaynaklanma ve kırılma proseslerinin dengelenmesinde önemli rol oynar (Smallman ve Bishop, 1999). Tüm MA alüminyum ürünleri, eş eksenli oksit (Al_2O_3) ve karbür (Al_4C_3) tanelerinin son derece eşit dağılımına sahiptir. Bu oksit (Al_2O_3) ve karbür

(Al_4C_3) taneleri proses control ajanlarının kalıntısı olan oksijen ve karbonun takviyelendirme sürecinde alüminyumla reaksiyonu sonucu oluşmaktadır. Çok ince boyutlu oksit ve karbür partiküllerinin (30-40 nm) bu dağılımı termomekanik işlem sırasında çok ince eş eksenli taneleri (0.2 ile 0.5 nm arası) ve dislokasyon altyapısını dengeler. Bu ince dağılmış oksitler ve karbürler tarafından mukavemetlendirmeye ek olarak, bu alaşımlar içerisinde mukavemetlendirmenin önemli bir parçası tozların ciddi oranda işlenmiş olmasından kaynaklanan ince tane boyutu ve yüksek dislokasyon yoğunluğudur. Titanium gibi karbür yapıcı elementlerin az miktarlarda eklenmesiyle bu alaşımlardan daha çok fayda elde edilmesi mümkündür (Soni, 2001).

2.2.3 Şekillendirme

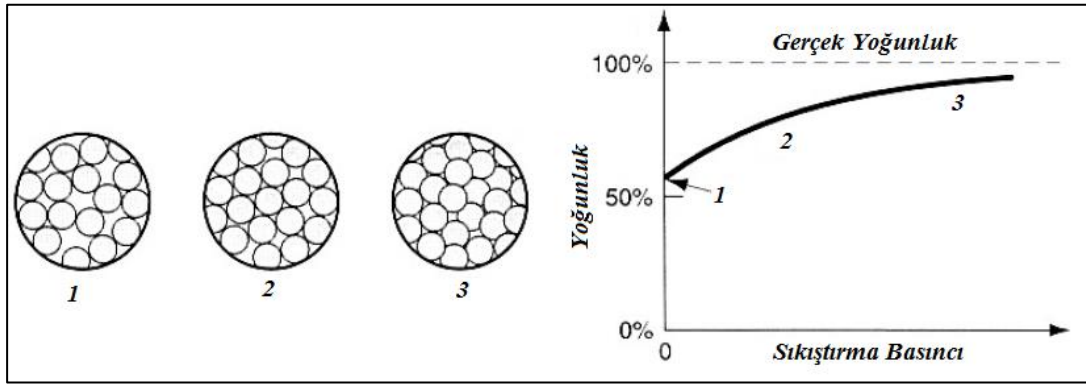
Toz metalurjisinin temel teknolojik işlemlerinden biri olan preslemenin amacı, son haldeki bitmiş parçanın üretimi için gereken boyutlarda ve şekilde yarı işlenmiş ürünlerin yapımıdır. Preslemede başka bir amaç ise, sinterleme, boyutlandırma ve benzeri sonraki işlemlerde oluşabilecek herhangi bir deformasyonu azaltmaktır. Sinterlenmemiş parça genellikle "green" (ham) kompakt olarak adlandırılır. Presle şekillendirilen "green" (ham) kompaktların dayanımı, sinterleme öncesi araya giren işlemlere dayanabilmek için yeterince büyük olmalıdır.

Presleme işlemi, tozlardaki yapı ve özellik değişimleri ile bağlantılıdır. Tozların çok küçük bir miktar sıkıştırılması dahi partiküllerin temas yüzeyinde artışa yol açar ve kalıcı deformasyon ile birlikte metal tozunda yapısal ve mekanik değişikliklere neden olur (Tsukerman, 1965). Sıkıştırma sırasında partiküllerin yeniden düzenlenmesi, bölgesel kalıcı şekil değişimi, homojen kalıcı şekil değişimi ve bulk sıkıştırma olarak dört overlap aşaması meydana gelir. Kalıcı şekil değişimi aşamaları partiküllerin temas noktalarında yassılaşma ve temas noktalarına bitişik boşlukların doldurulması ile sonuçlanır. Presleme sırasında, toz partikülleri arasındaki temas basınçla orantılı olacak şekilde büyük ölçüde artar, mukavemet artar, toz yığınların gözenekliliği azalır, aglomere olmuş partiküller ve bazen partiküllerin kendileri parçalanır ayrıca soğuk işlem ile mukavemetlendirme gerçekleşir (Lumley, 2011).

Tek eksenli presleme, pres ve sinter toz metalurjisinde standart sıkıştırma tekniğidir. Genellikle serbest toz kalıp boşluğu içine beslenir, kalıbın alt ve üst kısmından toza basınç uygulanır, ham kompakt oluşturulur ve kalıptan çıkarılır. Presleme sırasındaki

aynı olmayan sıkıştırma basınçları, pres kalıbının duvar sürtünmesi ve/veya iç gerilmeler ham kompakt boyunca yoğunluk değişimleri ile sonuçlanır. Bu da sinterlenmiş parçada boyutsal değişimlere ve mekanik özellik değişimlerine yol açar. Parça ve pres kalıbı tasarımı veya yağlayıcı ilavesi ile ham yoğunlukta meydana gelen değişimler azaltılabilir.

Presleme sonrası elde edilen ham kompaktın yoğunluğu, başlangıç malzemesinin yoğunluğundan çok daha fazladır. Fakat, bu değer ham kompakt içerisinde her noktada aynı değildir. Yoğunluk ve dolayısıyla mekanik özellikler, sıkıştırma basıncına bağlı olarak ham kompakt hacmi boyunca değişir. Bu durum Şekil 2.8’de ayrıca ifade edilmiştir ve burada mevcut olan 1, 2 ve 3 numaralı gösterimler sırasıyla pres kalıbına doldurulduktan sonraki gevşek toz yapısını, tozların tekrar yerleşme aşamasını ve partikül deformasyonunu açıklamaktadır.



Şekil 2.8 : Uygulanan basıncın presleme üzerine etkisi (Upadhyaya, 2002).

2.2.4 Sinterleme

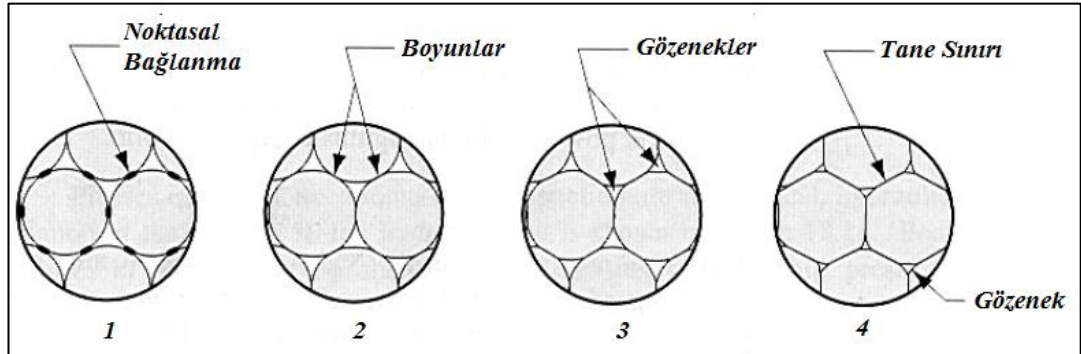
Sinterleme, toz metalurjisi ve seramik endüstrilerinde en önemli süreçlerden biridir ve genellikle basınç altında sıkıştırma veya basit bir şekilde bir kap içine kapatılma ile partiküllerin birleşmesi ve yüksek sıcaklık etkisi altında kimyasal olarak birbirlerine kaynaşık yapıda bağlanması işlemidir (German, 2014). Sıkıştırılmış (kompakt) bir toza ısı enerjisi uygulandığında, kompakt yoğunlaştırılır ve ortalama tane boyutu artar. Yoğunlaştırma ve tane büyümesi, sinterleme denilen bu süreçte ortaya çıkan temel olgulardır (Björk ve diğ., 2013). Sıcaklık çoğu zaman ana bileşenin ergime noktasının altındadır. Sinterlemenin tanımlanması ve incelenmesi sırasında ortaya çıkan birçok zorluk, malzeme içerisinde eş zamanlı veya ardışık olarak gerçekleşebilecek çok fazla değişikliğe dayanır. Sinterlenmiş parçadaki yoğunlaşma veya çekme çoğu zaman tüm sinterleme türleri için ortak bir durumdur.

Yine de, sinterleme herhangi bir çekme olmadan gerçekleşebilirken, genişleme veya net bir boyutsal değişimin olmaması oldukça mümkündür. Bu noktada şekillendirme işlemi çok fazla miktarda boyutsal değişikliği önlemek için tercih edilir. Ayrıca, mantıklı bir sinterleme teorisi, sinterlenmiş bünyede gereken yapıyı tanımlayan fizikokimyasal ve fizikomekaniksel özellikleri sağlamak için takip edilecek üretim yollarını tahmin edebilmelidir (Olevsky, 1998).

Sinterleme karışık bir işlemdir ve belirtilen herhangi bir metal ve sinterleme koşulları için prosesle alakalı farklı aşamaların, itici güçlerin ve malzeme transfer mekanizmalarının olması muhtemeldir. Sinterleme işlemi sırasıyla,

- taneler arasında ilk bağlanma
- boyun gelişimi
- gözenek bağlantılarının kapanması
- gözeneklerin kavislenmesi
- yoğunlaşma ya da gözenek daralması ve
- gözenek irileşmesi şeklinde çeşitli kademeleri takiben gerçekleşmektedir.

Sinterleme sırasında taneler sınırlarında meydana gelen bu değişimler (Şekil 2. 9), partiküller arası bağların oluşması ve gelişmesini temel almaktadır.



Şekil 2.9 : Sinterleme boyunca partiküller arası tane sınırlarının gelişimi (Upadhyaya, 2002).

Sinterleme için itici, güç tozun yüksek yüzey enerjisinden ve doğal kavisli yüzeyinden gelir. Sinterlemenin ilk aşaması boyun büyümesine karşılık gelir. Burada, temas halinde olan partiküller arasındaki eğrilik değişimleri genellikle sinterleme davranışını belirler. Sinterlemenin orta aşaması gözenek yuvarlanmasına ve tane büyümesi başlangıcına karşılık gelir. Orta aşama süresince gözenekler birbirine bağlı kalır bu nedenle yapı sınıksız kapalı değildir. Sinterlemenin son

aşaması, genellikle yapı % 92'den daha yoğun olduğu zaman başlamaktadır. Bu aşamada, gözenekler kapalı küreler haline gelerek tane büyümesinin önündeki engelleri azaltmaktadır. Her üş aşama boyunca, atomlar mikro yapı değişimleri yaratmak için yüzey difüzyonu ve tane sınırı difüzyonu dahil çeşitli taşınma mekanizmaları ile hareket eder (Fang, 2010).

Sinterleme tek yönlü, tersinir olmayan bir işlemdir. Küçük partiküller aralarında bağ oluşturabilmek için yüzey enerjilerini bırakır. Partiküller sinterleme öncesinde kolaylıkla akabilirken sinterleme sonrasında katı bir gövdeye bağlanmaktadır. Termodinamik açıdan, sinter bağlanması yüzey enerjisindeki azalmayla sürdürülür. Küçük partiküller daha fazla yüzey enerjisine sahiptir, burada sinterleme işlemi büyük partiküllerin olduğu sistemlerden daha hızlıdır. Ayrıca, atomsal hareket sıcaklık ile arttığından, sinterleme yüksek sıcaklıklarla hızlandırılmaktadır. Sinterleme için tozların boyutu genel olarak 0.1 ile 100 µm arasındadır. Tozun toplam yüzey enerjisi genellikle 500-0.5 J/mol'dür. Bu enerji çoğu zaman 300-1500 kJ/mol aralığında olan oksit oluşumundaki enerji değişimiyle karşılaştırıldığında aşırı küçüktür. Sinterlenmiş hacimde istenilen mikro yapıya böyle çok az miktarda bir enerjiyle ulaşılabileceği, sinterleme işlemiyle ilgili değişkenleri kontrol etmek ve anlamak gereklidir (Kang, 2005).

Sinterleme işlemleri temelde katı hal sinterleme ve sıvı faz sinterleme olarak iki tipe ayrılabilir. Katı hal sinterleme, sıkıştırılmış tozun sinterleme sıcaklığında tamamen katı halde yoğunlaştırılmasıdır. Sıvı faz sinterleme sırasında ise, sıkıştırılmış toz içerisinde sıvı faz mevcuttur.

Katı hal sinterlemesi için itici güç, fazla olan yüzey serbest enerjisidir ve katı hal sinterlemede kütle aktarım mekanizmaları, katı ve buhar fazların difüzyonu ile belirlenmektedir. Boyun olarak adlandırılan katı partiküller arasındaki bağlantıların büyümesine neden olan en az altı difüzyon mekanizması bulunmaktadır. Sadece tane sınırlarından ve dislokasyonlardan boynlara olan madde difüzyonu boşluk yok oluşuna, partiküllerin merkezleri arası mesafenin azalmasına ve yoğunlaştırmaya neden olur.

Gelişmiş yayılım gücüne neden olan sinterleme sıcaklığı, sinterlemeden önce toplam yüzey enerjisinde artış sağlayan küçültülmüş partikül boyutu ve kimyasal katkılar ve

enerji uygulaması ile sinterleme için gerekli ısı enerjisini düşüren aktifleştirilmiş sinterleme beraberinde katı hal yoğunlaştırma oranı artmaktadır (Lumley, 2011).

2.3 Kompozit Bileşenleri ve Özellikleri

2.3.1 Alüminyum ve alüminyum alaşımları

Alüminyum yer kabuğunda en çok bulunan üçüncü elementtir. Periyodik tablonun 3. grubunda yer alır. Gümüş-beyaz bir renge sahiptir. Düşük yoğunluk (2.7 g/cm^3), yüksek yansıma ve yüksek elektrik ve ısı iletkenlik özellikleri ile bilinmektedir. Alüminyum, demir ve çeliklerin aksine, metali daha fazla saldırıya karşı koruyan anlık oksit filmi oluşumuyla, atmosferik korozyona karşı çok dayanıklıdır ve pas tutmaz. Alüminyumun özellikleri bir ölçüde saflığına bağlıdır. Bu durum, ticari saflıkta sıradan alüminyumdan süper saflıkta alüminyuma kadar değişebilir. Alüminyum özel uygulamalar için, yaklaşık % 99.99995 saflık veren bölgesel arıtma ile daha da saflaştırılabilir. Alüminyumun önemli olan fiziksel özellikleri ve saflık derecesinin bu özellikler üzerinde olan etkisi Çizelge 2.1’de verilmiştir. Buradan görüldüğü üzere, saflık derecesinin ana etkileri elektriksel direnç ve ısı iletkenlik üzerinde olmaktadır (Totten and MacKenzi, 2003).

Çizelge 2.1 : Alüminyum metaline ait fiziksel özellikler (Totten and MacKenzi, 2003).

Özellik	Saflık, %				
	99.999	99.990	99.800	99.500	99.000
Ergime Noktası, °C		660.2	-	-	657.0
Kaynama Noktası, °C		2480	-	-	-
Gizli ergime ısısı, cal/g		94.6	-	-	93.0
Özgül ısı 100 °C’de, cal/g		0.2226	-	-	0.2297
Yoğunluk 20 °C’de, g/cm^3	2.7	2.7	2.71	2.71	
Elektriksel öz direnç 20 °C’de, $\mu\Omega\text{-cm}$	2.63	2.68	2.74	2.8	2.87
Direnç sıcaklık katsayısı		0.0042	0.0042	0.0041	0.0040
Isıl genleşme katsayısı $\times 10^6$ (20-100 °C)		23.86	23.5	23.5	23.5
Isıl iletkenlik 100 °C’de		0.57	0.56	0.55	0.54
Yansıtırlık (Toplam), %		90	89	86	-
Elestik modül, $\text{lb/in}^2 \times 10^{-6}$		9.9	-	-	10.0

Saf alüminyum metali sünek ve yumuşak yapıda olup iyi şekillendirilebilme özelliği taşır. Fakat, metalin mekanik mukavemeti ya soğuk şekillendirme ya da mangan, silisyum, bakır, magnezyum veya çinko gibi alaşım elementleri eklenerek büyük ölçüde geliştirilebilir. Alüminyum düşük sıcaklıklarda oda sıcaklığına göre daha kuvvetli ve daha az sünektir. Aslında, alüminyumun mekanik mukavemeti çok düşük sıcaklıklar altında yükselir. Bu durum alüminyumun özellikle hava taşıtı ve yüksek enlemlerde yapı beraberinde kiriyojenik uygulamalar için ve aşırı soğuk uzay ortamında kullanışlı yapar. Dolayısıyla alüminyum havacılık, yüksek katlı inşaat ve otomotiv tasarım gibi yüksek mukavemet/ağırlık oranı gerektiren uygulamalar için ilgi çeken yapısal bir malzemedir. Alüminyum ve alüminyum alaşımları, yükseltilmiş ısı iletkenliği sayesinde sıradan metallere göre daha iyi ısı iletim kapasitesi sağlar. Kıvılcım çıkarmayan bir malzemedir ve kolay yanabilen ortamlarda yer alabilir. Düşük elektriksel direnç sergiler ve paramanyetiktir. Bu yüzden manyetik yük kazanmaz ve özellikle manyetik alan girişiminin olduğu elektronikler beraberinde yüksek voltaj uygulamaları için kullanışlıdır. Parlatılmış alüminyum yüzeyinin yüksek yansıtıcı endeksi, ürünleri veya ortamları ışıktan, radyo dalgalarından ya da kızılötesi radyasyondan korumak için kullanılabilir (Davis, 1999; Cardarelli, 2008).

Alüminyum sahip olduğu hafiflik, yüksek mukavemet ve korozyon direnci gibi benzersiz özellikleri ile alışlagelmiş ve gelişmiş uygulamalarda kullanılmak için mükemmel bir malzemedir. Otomobil ve kamyon üretimi, yiyecek ve içecek ambalajı, bina inşaatı, elektrik iletimi, ulaşım altyapılarının geliştirilmesi, savunma ve havacılık ekipmanları üretimi, makine ve alet üretimi ve dayanıklı tüketim ürünü üretimi alanlarında giderek daha önemli bir hale gelmiştir. Teknolojik olarak daha karmaşık ve ekolojik açıdan sürdürülebilir ürünlere olan talep arttıkça, alüminyum kullanımı için fırsatlar genişlemeye devam etmektedir.

2.3.2 Takviye elemanı olarak kullanılan çeşitli metal borürler

V-B ve Nb-B sistemlerinde yapısal olarak iyi bir şekilde belirlenmiş ve deneysel olarak bildirilmiş olan altı vanadyum borür (V_3B_2 , VB, V_5B_6 , V_3B_4 , V_2B_3 , and VB_2) ve beş niyobyum borür ($(Nb_3B_2, NbB, Nb_5B_6, Nb_3B_4, \text{ and } NbB_2)$) mevcuttur. MB_2 fazlarındaki kovalent metal-bor etkileşimlerinin karşılaştırması, analiz edilmiş geçiş metallerinin borürleri arasında NbB_2 ve VB_2 fazlarının kimyasal olarak en kararlı yapıya sahip olduğunu göstermiştir. VB_2 tüm vanadyum borür fazları arasında

2750°C ergime noktasına sahip olan en kararlı fazdır. Bu 5B grubu geçiş metallerinin (V, Nb ve Ta) borürleri, iyi termal şok dirençlerine ve korozyon dirençlerine ilaveten yüksek sertlik, elektriksel ve ısı iletkenlik, kimyasal kararlılık özelliklerinin mükemmel bir birleşimine sahiptir. Üstün özelliklerin bu birleşimi, onların yüzey ve termal koruma, kesici takımları, refrakter pota, darbe dayanımlı zırh ve plazma ark elektrotları uygulamalarına izin verir.

Niyobyum borürler, diğer geçiş metallerinin borürlerine benzer olarak, yüksek ergime noktaları, yüksek mukavemetleri, yüksek kimyasal kararlılıkları ve yüksek termal ve ısı iletkenlikleri ile iyi bilinmektedirler. Özelliklerinin çekici bileşimi nedeniyle, niyobyum borürler makine sanayinde, kimyada ve mikro elektronik alanlarında bulunan uygulamaları sayesinde büyük bir dikkat almaktadır. Özellikle NbB₂ bileşeni yüksek sıcaklık yapısal uygulamaları için potansiyel bir aday olarak tanınmaktadır. NbB₂ yüksek sıcaklıklarda mükemmel oksidasyon dayanımına sahip bir refrakter ve kaplama malzemesi olarak bilinir. NbB₂ alüminyum arıtmada kullanılan bir elektrot olarak bilinmektedir. Bu patent, sinterlenmiş niyobyum borür yapısının ergimiş alüminyum içerisinde elektrot olarak zirkonyum borürlerden, titanyumdan ve tantal borürlerden daha yüksek korozyon direncine ve daha uzun kullanım ömrüne sahip olduğunu ileri sürmektedir. Ayrıca başka bir patent niyobyum borürü, elektrolitik hücrelerde ergimiş alüminyumla temas halindeyken akım iletici eleman olarak ortaya atmıştır. Niyobyum diborürün sitokiyometrik olmayan bileşikleri birçok çalışmada potansiyel süper iletken olarak bahsedilmiştir.

Diğer geçiş metallerinin borürlerine benzer şekilde, vanadium borürler yüksek ergime noktaları, yüksek dayanımları, yüksek kimyasal kararlılıkları ve iyi aşınma dayanımları ile bilinmektedir (Shi ve diğ., 2004; Cui ve diğ., 2015). İlgi çeken özellikleri sayesinde vanadyum borürler, birçok alanda gelecek vaat eden uygulamalara sahiptir. Vanadyum borürler yüksek sıcaklık malzemeleri, yüzey koruma bileşenleri ve aşınmaya dayanıklı malzemeler olarak kullanılmaktadır ve bunların çeşitli çelikler üzerine kaplama malzemesi olarak kullanıldığı birçok çalışma bulunmaktadır. VB₂, kesici takım malzemeleri olarak kullanılan yüksek hız çeliklerine alaşım ilavesi olarak önerilmektedir. Vanadyum borür ve vanadyum karbür ilavesinin, yüksek hız çeliği yüzeyindeki lazer alaşımlı parçalarda sert ara metalik fazların miktarını arttırdığı rapor edilmiştir. Borür partikülleri ile disperse edilmiş demir bazlı alaşım matriksinde ve demir bazlı sinterlenmiş yapılarda dağıtıcı

ajan olarak ayrıca kullanılan vanadyum borür tozları, mukavemet ve tokluk değerlerinde bilinenlere kıyasla belirgin bir iyileşme göstermiştir (Balcı, 2015).

Nadir toprak metallerinin borürlerinden olan LaB_6 , üstün özellikleriyle refrakter bir seramik malzemedir (Zhang ve diğ., 2008). Yüksek ergime noktası, yüksek mukavemet, yüksek rijitlik, su ve HCL içerisinde çözünmezlik gibi yüksek kimyasal kararlılık, ısı kararlılık, yüksek sıcaklıkta düşük buhar basıncı, düşük elektronik iş fonksiyonu, düşük öz direnç, bazı sıcaklık aralıklarında düşük termal genleşme katsayısı, yüksek iletim kararlılığı, yüksek akım ve voltaj kapasiteleri ve yüksek nötron soğurabilirliği özellikleriyle nitelendirilmektedir (Li ve diğ., 2012; Lihong ve diğ., 2014).

Metal borürlerin tozları, mekanokimyasal sentezleme prosesini takip eden işlemler sonucunda üretilmektedir. Mekanokimyasal sentezleme, mekanik enerjinin tozlara uygulanmasıyla, içerisinde kimyasal reaksiyonlar ve faz dönüşümlerinin gerçekleştiği bir işlemi tanımlar. Mekanokimyasal işlem, kimyasal reaksiyonların gerçekleşmesi için mekanik enerjinin kimyasal enerjiye dönüşümü gerektirir (Sopicka-Lizer, 2010). Bu durum literatürde ayrıca ‘mekanosentez’ veya ‘mekanokimyasal sentez’ olarak da tanımlanmaktadır. Mekanokimyasal sentez, reaksiyon ısısı çok yüksek olmadıkça, genellikle SPEX öğütücüler gibi yüksek enerjili öğütücülerde nadiren de düşük enerjili öğütücülerde gerçekleştirilmektedir (Suryanarayana, 2004).

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1 Deney Süreçleri ve Kullanılan Ham Maddeler

Bu tez çalışması kapsamında, mekanik alaşımlama ve mekanokimyasal sentezleme süreçlerinde kullanılan ham maddeler ve bu ham maddelere ait özellikler Çizelge 3.1’de verilmiştir. Alfa Aesar markasından temin edilen yüksek saflıktaki alüminyum (Al) ve silisyum (Si) tozları, hibrit tozların ve kompozitlerin ana matriks malzemeleri olarak kullanılmıştır.

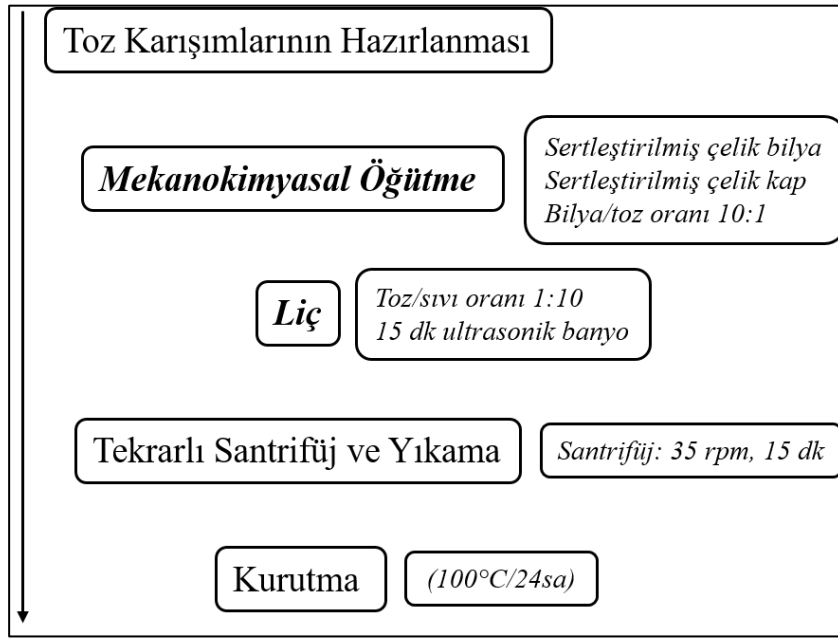
Çizelge 3.1 : Mekanik alaşımlama ve mekanokimyasal sentezleme süreçlerinde kullanılan ham maddelere ait özellikler.

Malzeme	Üretici	Safiyet (%)	Partikül Boyutu (µm)
Alüminyum (Al)	Alfa Aesar	99,5	≤ 44
Silisyum (Si)	Alfa Aesar	99,9985	1-20
Lantanborür (LaB ₆)	Alfa Aesar	99,5	≤ 44
Niyobyum borür (NbB ₂)	Alfa Aesar	99	-
Vanadyum borür (VB)	Alfa Aesar	99,5	≤ 44
Lantan oksit (La ₂ O ₃)	Alfa Aesar	99,99	≤ 44
Niyobyum oksit (Nb ₂ O ₅)	Alfa Aesar	99,5	149
Vanadyum oksit (V ₂ O ₅)	Alfa Aesar	99,6	2000
Bor oksit (B ₂ O ₃)	ETİ MADEN	98	422
Magnezyum (Mg)	MME	99,7	142,7

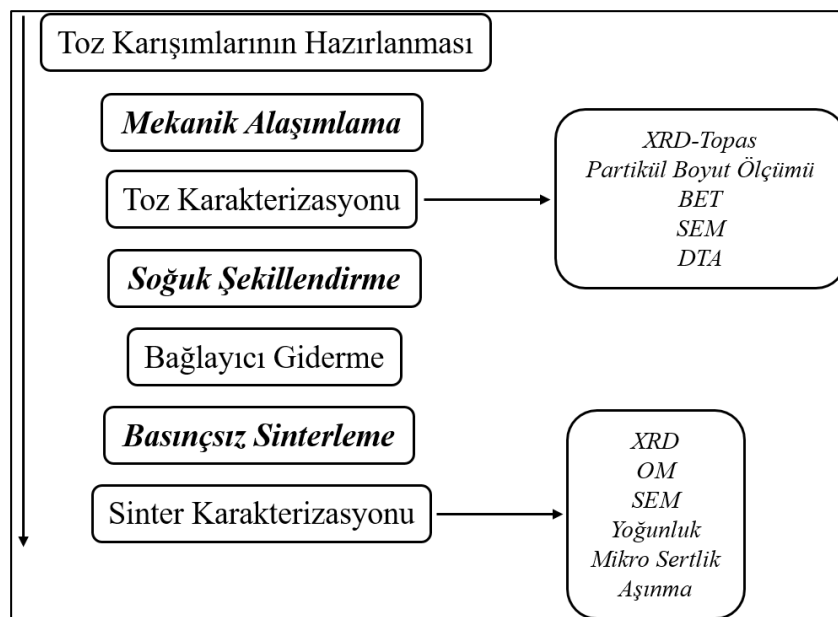
Lantan borür (LaB₆), niyobyum borür (NbB₂) ve vanadyum borür (VB) tozları da, ana matriks yapısına takviye elemanı (pekiştirici) olarak ilave edilmişlerdir. Yüksek saflıktaki Alfa Aesar üretimi bu tozlar sonraki bölümlerde ticari kalite borür pekiştiricileri olarak isimlendirilmişlerdir. Alternatif olması açısından ve kıyaslama yapabilmek amacıyla aynı metallerin borürleri İTÜ Partikül Malzemeler Laboratuvarları’nda sentezlenmiştir. Yüksek saflıklardaki lantan oksit (La₂O₃), niyobyum oksit (Nb₂O₅), vanadyum oksit (V₂O₅), bor oksit (B₂O₃) ve magnezyum (Mg) tozları ise, ticari kalite olmayan bu ana matriks borür pekiştiricilerinin oksit esaslı ve metalik ham maddeleri olarak kullanılmıştır. Sırasıyla Eti Maden ve MME firmalarının üretimleri olan bor oksit (B₂O₃) ve magnezyum (Mg) tozları dışında

kalan diğer metal oksitler Alfa Aesar firmasından temin edilmiştir. Bahsi geçen bütün toz ham maddelerin partikül boyutları mikron seviyelerinde bulunmaktadır.

Deneyisel çalışmalar boyunca takip edilecek mekanokimyasal sentezleme ve mekanik alaşımlama işlemlerinin kademelerini bulunduran akım şemaları sırasıyla Şekil 3.1 ve 3.2’de verilmiştir. Deney planları bu akım şemalarında yer alan adımlar doğrultusunda gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışmalar ise ayrıntılı olarak Bölüm 3.2 ve 3.3’de açıklanmıştır.



Şekil 3.1 : Mekanokimyasal sentezleme ve takibi süreçleri kapsayan akım şeması.



Şekil 3.2 : Mekanik alaşımla ve takibi süreçleri kapsayan akım şeması.

3.2 Çeşitli Borür Tozlarının Laboratuvar Ortamında Üretilmesi

Ötektik altı bileşime sahip Al₅Si ana alaşım matriksi yapısına seramik pekiştiriciler olarak ilave edilecek saf ve nanometrik mertebedeki borür tozları, İTÜ Partikül Malzemeler Laboratuvarları'nda mekanokimyasal sentezleme ve takibi liç prosesi ile önceki çalışmalarda optimize edilen şartlar altında oksit esaslı ham maddelerden yeniden üretilmiştir. Mekanokimyasal sentezleme ve liç işlemini içeren prosesin ideal koşulları “Bazı Nadir Toprak Metal Borür Tozlarının ve Sinter Ürünlerinin Sentezlenmesi, Geliştirilmesi ve Karakterizasyonu” ve “Vanadyum ve Niyobyum Borürlerin Öğütme-Destekli Katı Hal Sentezleme Yöntemleri ve Sinterleme Teknikleri ile Üretimi” başlıklı doktora tezleri kapsamında detaylı olarak araştırılmış ve bu bilgiler uluslararası yayınlar ile literatüre sunulmuştur (Ağaoğulları ve diğ., 2012; Ağaoğulları, 2014; Balcı, 2015; Balcı ve diğ., 2016). Borür takviye elemanlarının labotaruvar ortamında sentezlenebiliyor olması, bu tozların yüksek fiyatlarla yurt dışından temin edilme zorunluluğunu ortadan kaldırmakta ve ayrıca daha kontrollü özelliklere sahip ürün elde etme konusunda da yardımcı olmaktadır. Yapılan mekanik alaşımlama çalışmalarında hem laboratuvar ortamında sentezlenen hem de ticari olarak temin edilen borür takviyeler kullanılarak sonuçlar karşılaştırılmıştır.

NbB-NbB₂-Nb₃B₄ ve LaB₆ ürünleri, sırasıyla sitokiyometrik Nb₂O₅-B₂O₃-Mg ve La₂O₃-B₂O₃-Mg toz karışımlarından, 5 saat sürecek olan mekanokimyasal öğütme sonrasında MgO fazı varlığında elde edilmiştir. NbB-NbB₂-Nb₃B₄ ve LaB₆ ürünlerinden MgO gibi istenmeyen bir fazın uzaklaştırılması için ise, tozlara 4 M HCl konsantrasyonunda ısıtmalı ultrasonik banyoda liç işlemi uygulanmış ve tekrarlı santrifüjleme-dekantasyon-yıkama ve kurutma sonrasında ise saf NbB-NbB₂-Nb₃B₄ ve LaB₆ tozları elde edilmiştir. Benzer şekilde fakat stokiyometrik miktardan % 50 fazla Mg kullanmak suretiyle V₂O₅-B₂O₃-Mg toz karışımından 7 saat süren mekanokimyasal öğütme ve takibinde 4 M HCl konsantrasyonunda liç işlemi ardından tekrarlı santrifüjleme-dekantasyon-yıkama ve kurutma uygulanarak saf VB-VB₂-V₃B₄ toz ürünleri elde edilmiştir.

NbB-NbB₂-Nb₃B₄, VB-VB₂-V₃B₄ ve LaB₆ tozlarının MgO fazı beraberinde mekanokimyasal öğütmesi, koruyucu argon gaz atmosferi altında ve 1200 rpm hızında çalışan SpexTM 800D Mixer/Mill tipi (Şekil 2.4) yüksek enerjili öğütücüde gerçekleştirilmiştir. Öğütücü ortam olarak sertleştirilmiş çelik kavanozlar ve

bilya/toz oranının 10/1 olması göz önünde bulundurularak 6 mm çapında şertleştirilmiş çelik bilyalar kullanılmıştır. Öğütme öncesi gereken stokiometrilere ve toplam 6 gr miktarlarında hazırlanan $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Mg}$, $\text{V}_2\text{O}_5\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Mg}$ ve $\text{La}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-Mg}$ tozları ve öğütücü bilyalar, vakuma alınabilen ve artı basınçta (>1 atm) argon gazı ile doldurulabilen PlaslabsTM Kapalı Ortam Kutusuna (Glove Box) (Şekil 3.3) alınarak öğütme kavanozlarına yerleştirilip kapatılmıştır. Mekanokimyasal öğütme sonrasında kavanozların açılıp, tozların çıkarılması işlemi aynı şekilde kapalı ortam kutusu içerisinde ve koruyucu argon gaz atmosferi altında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.3 : PlaslabsTM Kapalı Ortam Kutusu (Glove Box).

Mekanokimyasal sentezleme ile MgO fazı beraberinde elde edilen borür tozlarının liç işlemi ve takibinde tekrarlı santrifüjleme-dekantasyon işlemleri için kullanılan BandelinTM Sonorex Ultrasonik Banyo ve Hettich ROTOFIX 32 A marka santrifüj cihazı Şekil 3.4’de verilmiştir.



Şekil 3.4 : (a) BandelinTM Sonorex Ultrasonik Banyo, (b) Hettich ROTOFIX 32 A Santrifüj Cihazı.

3.3 Al-Si Esaslı Toz ve Sinter Kompozitlerin Üretilmesi

Al-Si esaslı toz kompozitlerin, tekrarlı soğuk kaynaklanma-kırılma mekanizmalarına dayanan mekanik alaşımlama (MA) işlemi ile üretimi, Spex™ 800D Mixer/Mill tipi (Şekil 2.4) yüksek enerjili öğütücüde gerçekleştirilmiştir. Öğütücü ortam olarak, sertleştirilmiş çelik kavanozlar ve bilya/toz oranı 7/1 olacak şekilde 6 mm çapında sertleştirilmiş çelik bilyalar kullanılmıştır. Oksijen ortamında yapılacak olan öğütme alüminyumun oksidasyonuna yol açacağından, tüm MA işlemleri koruyucu argon gaz atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Farklı sürelerde gerçekleştirilen her bir MA işlemi için belirlenmiş kompozisyonlara sahip 8 gr'lık toz karışımları ve öğütücü bilyalar, vakuma alınabilen ve artı basınçta (> 1 atm) argon gazı ile doldurulabilen kapalı ortam kutusunda (Şekil 3.4) öğütme kavanozlarına yerleştirilip kapatılmıştır. Öğütme işlemi ile yüzey alanı artan alüminyum, havayla temas halinde yüksek tutuşma ve yanabilirlik özelliği göstermektedir. Bu nedenle, MA sonrasında tozların öğütme kavanozlarından çıkarılması işlemi tekrardan kapalı ortam kutusu içerisinde koruyucu argon gaz atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Mekanik alaşımlama süresince tozların kendi aralarında topaklanıp kaynaklanmalarını veya öğütme kavanozu ve bilyalarına kaynaklanmalarını önlemek amacıyla ağırlıkça % 2 oranında yağlayıcı özellikteki stearik asit ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$) kullanılmıştır. Her bir mekanik alaşımlama işlemi için belirlenen toz kompozisyonları ve öğütme süreleri ile bunlara ait bilgiler aşağıda yer alan çizelgeler (Çizelge 3.2, 3.3, 3.4 ve 3.5) ve beraberlerinde verilmiştir.

Mekanik alaşımlamanın başlangıç aşamasında ana matriks alaşımları üretilmiştir. Ağırlıkça % 5 Si ve % 95 Al içeren ve Al5Si şeklinde ifade edilen ana matriks alaşımı ve bu kompozisyona ait seçilen öğütme süreleri Çizelge 3.2'de verilmiştir.

Çizelge 3.2 : Ana matriks alaşımına ait toz kompozisyon bilgisi ve MA süreleri.

Malzeme	Kompozisyon Bilgisi (ağ. %)	MA Süresi (saat)
Al5Si	[%95 Al-%5 Si]	0
		1
		2
		3
		4
		6
		8

Bir sonraki MA sürecinde, ana matriks alaşımına takviye elemanı (pekiştirici) olarak ticari kalite ve laboratuvar ortamında sentezlenmiş borür tozları eklenmiştir. Seramik pekiştiriciler olarak kullanılan farklı türlerdeki bu borür tozları ana matriks alaşımı içerisine ağırlıkça % 2 miktarlarında ilave edilmiştir. Laboratuvar ortamında mekanokimyasal sentezleme ve liç proseslerini takiben üretilmiş olan borür tozları (S) eki ile, ticari kalitede temin edilmiş borür tozları ise (T) eki ile ifade edilmiştir. Ayrıca, üç ayrı faz taşıyan sentez $NbB-NbB_2-Nb_3B_4$ ve $VB_2-VB-V_3B_4$ tozları ifade kolaylığı açısından sırasıyla Nb_xB_y ve V_xB_y kısaltmaları ile kullanılmıştır.

Ağırlıkça %5 Si ve % 95 Al içeren ana matriks alaşımına ağırlıkça % 2 miktarlarında ilave edilen çapıtlı pekiştirici borür tozları ile oluşturulan kompozisyonlar ve bunlara ait seçilen öğütme süreleri Çizelge 3.3, 3.4 ve 3.5’de ayrıca verilmiştir.

Çizelge 3.3 : Ticari kalite ve sentezlenmiş niyobyum borür takviyeli tozlara ait kompozisyon bilgileri ve mekanik alaşımlama süreleri.

Malzeme	Kompozisyon Bilgisi (ağ. %)	MA Süresi (saat)
		0
Al5Si2NbB ₂ (T)	[%95 Al-%5Si]-%2 NbB ₂ (T)	1
		4
		8
		0
Al5Si2Nb _x B _y (S)	[%95 Al-%5 Si]-%2 Nb _x B _y (S)	1
		4
		8
		0

Çizelge 3.4 : Ticari kalite ve sentezlenmiş vanadyum borür takviyeli tozlara ait kompozisyon bilgileri ve mekanik alaşımlama süreleri.

Malzeme	Kompozisyon Bilgisi (ağ. %)	MA Süresi (saat)
Al5Si2VB(T)	[%95 Al-%5Si]-%2 VB(T)	0
		4
Al5Si2V _x B _y (S)	[%95 Al-%5 Si]-%2 V _x B _y (S)	0
		4

Çizelge 3.5 : Ticari kalite ve sentezlenmiş lantan borür takviyeli tozlara ait kompozisyon bilgileri ve mekanik alaşımlama süreleri.

Numune Adı	Kompozisyon Bilgisi (ağ. %)	MA Süresi (saat)
Al5Si2LaB ₆ (T)	[%95 Al-%5 Si]-%2 LaB ₆ (T)	0
		4
Al5Si2LaB ₆ (S)	[%95 Al-%5 Si]-%2 LaB ₆ (S)	0
		4

3.3.1 Toz kompozitlerin karakterizasyon çalışmaları

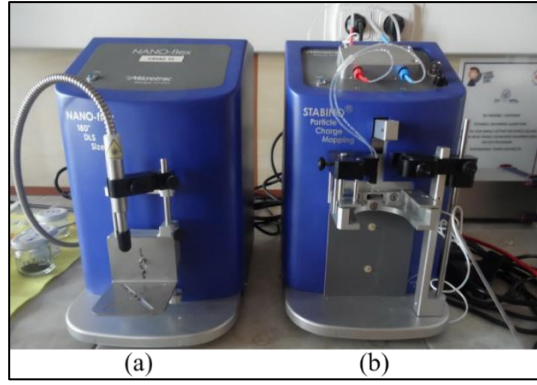
3.3.1.1 Fiziksel karakterizasyon çalışmaları

Öğütülmemiş (harman) ve çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış tozlara ait fazlar, Bruker™ D8 Advance cihazı (Şekil 3.5) ile yapılan X-Işınları Difraksiyon (XRD) çalışmaları ile belirlenmiştir. Analizler 35 kV ve 40 mA altında CuK_α radyasyonu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ayrıca mekanik alaşımlama işlemlerinde öğütme süresi arttıkça, toz malzemenin kristalit boyutu azalırken kafes deformasyonu artmaktadır. Bu nedenle, Bruker™ D8 Advance Difraktometresi'ne bağlı çalışan TOPAS V3.0 programı ile bu malzemelere ait kristalit boyutu ve kafes deformasyonu değerleri tespit edilmiştir.



Şekil 3.5 : Bruker™ D8 Advance X-Işınları Difraktometresi.

Tozların öğütme süresinin artmasıyla mikron altı seviyeye düşen partikül boyutları ve bunlara ilişkin boyut dağılımları, Nano-Flex™ partikül boyut ölçüm cihazı (Şekil 3.6(a)) ile belirlenmiştir. Bu cihaz için partikül boyut ölçüm aralığı 0.8-6500 nm olarak verilmektedir. Mikron altı toz partiküllerin disperse (dağıntı) halde bulunduğu en uygun pH aralığı ve buna bağlı zeta potansiyel (isoelectric point) değeri belirlenmiş ve aynı şartlarda hazırlanan koloidal çözelti ile partikül boyut ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Gerekli pH titrasyonu ve ardından zeta potansiyel ölçümleri için Stabino™ zeta potansiyel cihazı (Şekil 3.6(b)) kullanılmıştır. Harmanlanmış (öğütülmemiş) ve çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış tozların yüzey alanı ölçümleri ise Quanthachrome™ Autosorb yüzey alanı ve porozite ölçüm cihazı (BET) (Şekil 3.7) kullanılarak yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar doğrultusunda tozların partikül boyutu ve yüzey alanı ölçümleri arasındaki ilişki değerlendirilmiştir.



Şekil 3.6 : (a) Nano-Flex™ Partikül Boyut Ölçüm Cihazı ve (b) Stabino™ Zeta Potansiyel Cihazı.



Şekil 3.7 : Quantachrome™ Autosorb Yüzey Alanı ve Porozite Ölçüm Cihazı.



Şekil 3.8 : TA™ Instruments SDT Q 600 Diferansiyel Termal Analiz Cihazı.

Harmanlanmış (öğütülmemiş) ve çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış tozların sinterlenme rejiminin belirlenmesi ve uygulanan ısı işlem sırasında bileşenler arasında meydana gelebilecek kimyasal reaksiyonlar ve/veya faz dönüşümlerinin

tespiti için termal analizler gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla TATM Instruments SDT Q600 diferansiyel termal analiz cihazı (DTA/TG) (Şekil 3.8) kullanılmıştır. Termal analizler, 700°C sıcaklığa kadar 10°C/dak ısıtma hızı ve kendiliğinden soğuma ile argon koruyucu gaz atmosferi altında gerçekleştirilmiştir.

3.3.1.2 Mikroyapısal karakterizasyon çalışmaları

Öğütme aşamalarını takiben tozlarda meydana gelebilecek morfolojik değişim, deformasyon, aglomerasyon, ikincil faz oluşumları ya da yapının homojen olup olmadığı gibi incelemeler JEOLTM JCM-6000Plus Neoscope taramalı elektron mikroskobu (SEM) (Şekil 3.9) kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 3.9 : JEOLTM JCM-6000Plus Neoscope Taramalı Elektron Mikroskobu.

3.3.2 Presleme, sinterleme ve sinter sonrası karakterizasyon çalışmaları

3.3.2.1 Presleme ve sinterleme çalışmaları

Harmanlanmış (öğütülmemiş) ve çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış tozlar MSETM MP-0710 marka 10 ton kapasiteli tek eksenli hidrolik el presi (Şekil 3.10) ile 450 MPa basınç altında, 12.7 mm çapındaki rijit silindirik kalıplar kullanılarak şekillendirilmiştir. Presleme işlemi sırasında sünek alüminyumun kalıp duvarlarına sıvanmasını önlemek amacıyla yağlayıcı özellikteki çinko stearat ($[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COO}]_2\text{Zn}$) kullanılmıştır. Preslenmiş bünyelerin (bulk) yüzey alanları öğütülmüş tozlara kıyasla son derece düşük olduğu için, bu işlem sonrasında oksidasyon problemi ile karşılaşılmayacaktır.

Mekanik alaşımlama ve presle şekillendirme işlemleri sırasında kullanılan stearik asit ve çinko stearatın, sinterleme sırasında yapıda boşluklar oluşturmaması ve sinterleme sırasında fırın içerisinde kirletme yaratmaması için, sinterleme öncesinde kuvars

tüplü MTI fırında (Şekil 3.11) koruyucu argon gazı atmosferi altında bağlayıcı giderme işlemi gerçekleştirilmiştir.

Stearik asitin kaynama noktası 380°C'dir. Bağlayıcı giderme işlemi sırasında buharlaşmanın tamamen gerçekleştiğinden emin olmak için 420°C'ye kadar ısıtma yapılmış ve bu sıcaklıkta 1 saat beklenilmiştir. Sıcak artış ve azalışı 2°C/dak olarak ayarlanmıştır.



Şekil 3.10 : MSE™ MP-0710 Hidrolik El Presi.



Şekil 3.11 : MTI Tüp Fırın.

Preslenip şekillendirilen kompozit bünyelerin sinterleme işlemleri H₂, N₂ ve Ar gazı ve vakum atmosferleri altında maksimum 1800°C sıcaklıkta çalışabilen 8 lt sıcak bölge hacmi ve grafit ısı elemanlarına sahip Linn™ Yüksek Sıcaklık Gazaltı Fırını (Şekil 3.12) kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Sinterleme işleminin başlangıç kademesinde, vakum ortamında 10°C/dak ısıtma hızı ile 200°C sıcaklığa çıkılmış ve bu sıcaklıkta 30 dakika beklenilmiştir. İkinci kademe olarak, argon koruyucu gaz atmosferi altında 5°C/dak ısıtma hızı ile 570°C sıcaklığa çıkılmış ve sinterlenme işleminin tamamlanması için bu sıcaklıkta 2 saat

beklenilmiştir. Son kademe olarak da, 5°C/dak soğutma hızı ile oda sıcaklığına inilerek sinterleme prosesi tamamlanmıştır.



Şekil 3.12 : LinnTM 1800 M Vac Atmosfer Kontrollü Sinter Fırını.

3.3.2.2 Sinter sonrası karakterizasyon çalışmaları

Sinterlenmiş bulk yapıların yoğunlukları, PrecisaTM hassas terazi (Şekil 3.14) beraberinde Arşimet yöntemi yoğunluk ölçüm ekipmanları kullanılarak hesaplanmıştır. Bu şekilde, son ürünün mekanik özellikleri üzerinde olumsuz etki yaratabilecek boşluklu ve gözenekli yapının hangi oranda yok edildiği (yoğunlaşma derecesi) öğrenilmektedir.

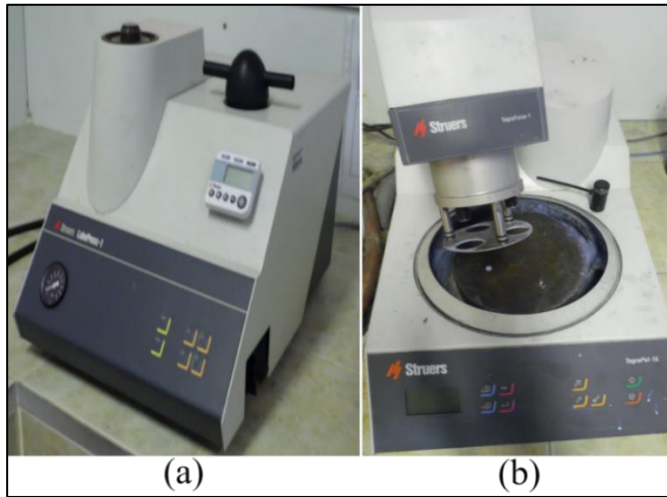


Şekil 3.13 : PrecisaTM Hassas Terazi.

Sinterleme gibi bir yüksek sıcaklık işlemi sırasında yapıda mevcut olan elementlerin birbirleriyle etkileşimi neticesinde yeni fazların oluşumu söz konusu olabildiğinden, bu söz konusu fazların tespiti için BrukerTM D8 X-Işınları Difraktometresi (XRD) (Şekil 3.5) kullanılmıştır. Belli bir içeriğin altındaki ikincil fazların XRD tekniği ile

tespit edilme şansı çok zor olduğundan ve özellikle mekanik alaşımla sırasında yapıya katılan borür pekiştiricilerin yapıda kararlılıklarını sürdürüp sürdürmedikleri ve nerelerde yoğunlaştıklarını takip etmek için taramalı elektron mikroskobu (SEM) (Şekil 3.9) ile analizler gerçekleştirilmiştir.

Sinterleme işleminden sonra mikro yapı incelemeleri için, standart metalografik işlemler uygulanmıştır. Numuneler öncelikle Struers™ Labopress bakalite alma cihazı (Şekil 3.14(a)) ile sıcak bakalite alınmış ve ardından Struers™ Tegrapol-15 otomatik numune parlatma cihazı (Şekil 3.14(b)) ile parlatılmıştır. Parlatılmış numuneler tane sınırlarının belirginleştirilmesi amacıyla Keller çözeltisi (0,5 HF, 2,5 HNO₃, 1,5 HCl, 95,5 su) ile yaklaşık 15 saniye dağlanmıştır. Metalografik işlemlerin tamamlanmasının ardından Nikon™ Eclipse Optik Mikroskop (Şekil 3.15) ve SEM analizleri ile mikroyapı özellikleri incelenmiştir.



Şekil 3.14 : (a) Struers™ Labopress Bakalite Alma Cihazı, (b) Struers™ Tegrapol-15 Otomatik Numune Parlatma Cihazı.

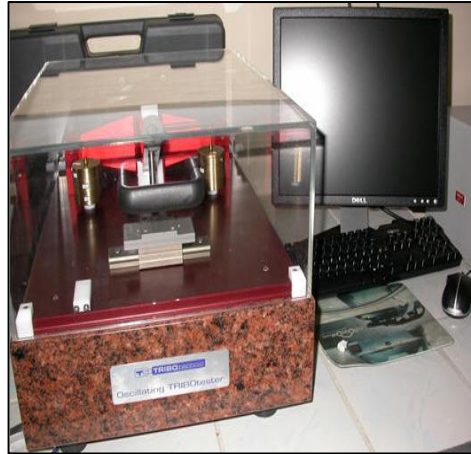
Sinterlenmiş ürünlerin mekanik özelliklerini tespiti için Shimadzu™ HV2 cihazı (Şekil 3.16) ile Vickers mikro sertlik ölçümleri ve Tribotech™ cihazı (Şekil 3.17) ile de aşınma testleri gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümleri 100 gr'lık yük altında 10 sn sürede yapılmıştır. Sonuçlar 25 başarılı sertlik ölçümünün ortalaması alınarak hesaplanmıştır. Aşınma testleri ise 3 N yük altında 100Cr6 çeliğinden yapılmış 6 mm çaplı aşındırma bilyaları kullanılarak yapılmıştır. Aşındırma mesafesi 5 mm olacak şekilde toplamda 2500 mm aşındırma uygulanmıştır. Aşınma testleri sonunda oluşan aşınma izinin eni ve derinliği ölçülüp toplam kaybolan hacim değeri hesaplanmış ve ardından SEM ile aşındırılmış numunelerin yüzeyleri incelenmiştir.



Şekil 3.15 : Nikon™ Eclipse Optik Mikroskop.



Şekil 3.16 : Shimadzu™ HV2 Mikrosertlik Cihazı.

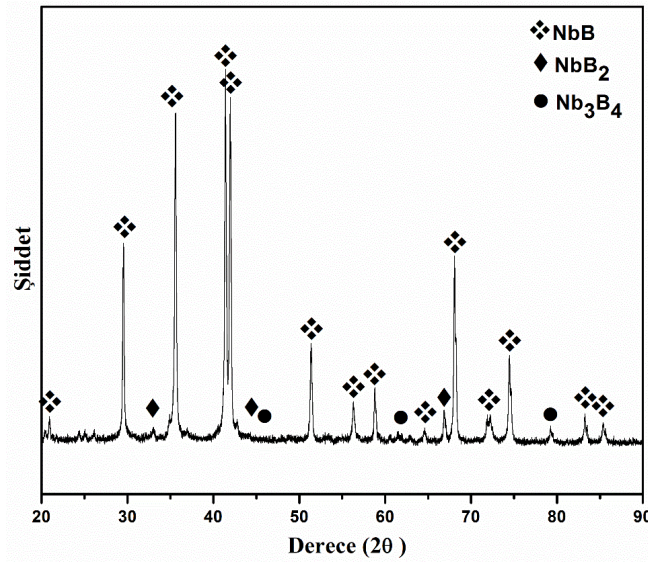


Şekil 3.17 : Tribotech™ Aşınma Cihazı.

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

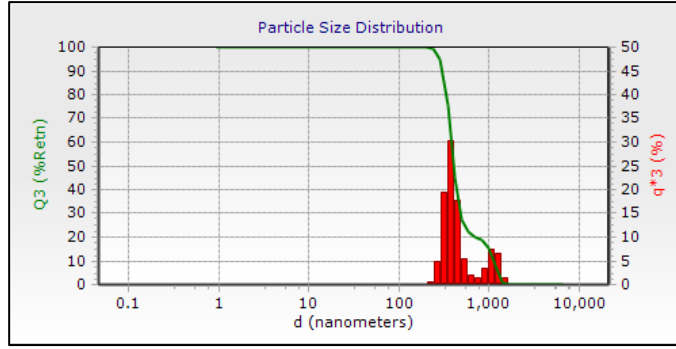
4.1 Laboratuvar Ortamında Üretilen Çeşitli Borür Tozlarının Özellikleri

Ötektik altı bileşime sahip Al5Si ana matriks alaşımına takviye elemanı olarak ilave edilen NbB-NbB₂-Nb₃B₄ tozları, önceki çalışmalarda belirlenen ideal üretim koşulları altında, stokiyometrik Nb₂O₅, B₂O₃ ve Mg toz karışımından hareketle 5 saat süren mekanokimyasal sentezleme ve 4 M HCl ile liç işlemi ardından elde edilmiştir. Mekanokimyasal sentezleme ve liç işlemi sonrasında elde edilen ürün tozlara ait XRD paterni Şekil 4.1’de verilmiştir. Buna göre, yalnızca NbB (ICDD Kart No: 32-0709), NbB₂ (ICDD Kart No: 35-0742) ve Nb₃B₄ (ICDD Kart No: 65-2553) fazları tespit edilmiş ve mekanokimyasal sentezlemenin ardından niyobyum borür tozları beraberinde oluşan istenmeyen MgO fazının, uygulanan asit liçi ile toz bünyesinden tamamen uzaklaştırıldığı anlaşılmıştır. Üç ayrı faz karışımı beraberinde üretilen niyobyum borür tozlarından baskın fazın NbB olduğu da görülmüştür.



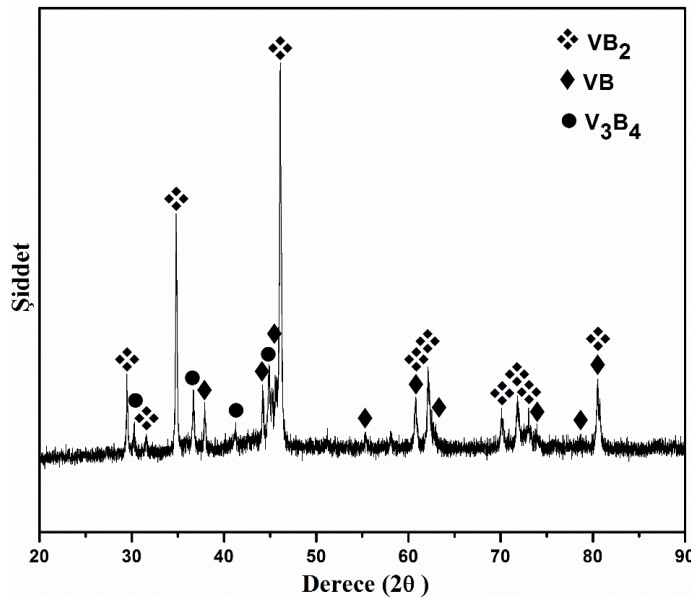
Şekil 4.1 : Stokiyometrik Nb₂O₅, B₂O₃ ve Mg toz harmanının 5 saat mekanokimyasal sentezleme ve 4 M HCl ile liç sonrası XRD paterni.

Şekil 4.2’de, saf ve nanometrik mertebedeki NbB-NbB₂-Nb₃B₄ tozlarına ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği verilmiştir ve NbB-NbB₂-Nb₃B₄ tozlarının ortalama partikül boyutunun yaklaşık olarak 529 nm olduğu saptanmıştır.



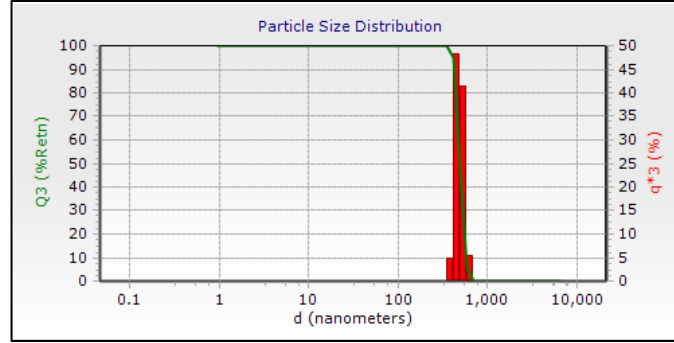
Şekil 4.2 : NbB-NbB₂-Nb₃B₄ tozununun mekanokimyasal sentezleme ve liç sonrası partikül boyut dağılımı.

Önceden belirlenen idal üretim koşulları kullanılarak laboratuvar ortamında sentezlenen VB₂-VB-V₃B₄ tozları, ana matriks alaşımı takviye elemanı olarak kullanılan bir diğer borür pekiştiricileridir. Yüksek safiyette ve nanometrik mertebedeki VB₂ (ICDD Kart No: 38-1463), VB (ICDD Kart No: 30-1416) ve V₃B₄ (ICDD Kart No: 09-0321) tozları, %50 oranında fazla Mg ilavesi ile V₂O₅, B₂O₃, Mg toz karışımlarından 7 saat süren mekanokimyasal sentezleme ve 4 M HCl ile liç işlemi sonrasında elde edilmiştir. Şekil 4.3’de mekanokimyasal sentezleme ve liç işlemi ardından üretilen VB₂-VB-V₃B₄ tozlarına ait XRD paterni verilmektedir. Mekanokimyasal sentezleme ile vanadyum borür tozları beraberinde oluşan istenmeyen MgO fazının asit liçi ardından toz bünyesinden tamamen uzaklaştırıldığı açıkça görülmektedir. Üretilen VB₂-VB-V₃B₄ toz karışımında, V-B ikili faz diyagramında da en kararlı bileşik olan VB₂ baskın faz olarak ortaya çıkmaktadır.



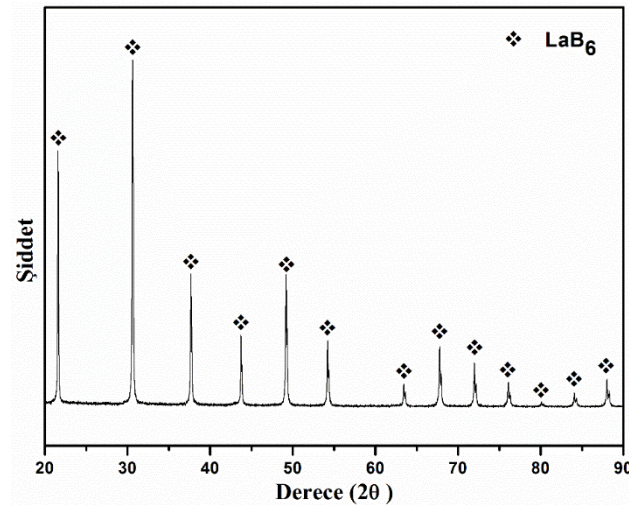
Şekil 4.3 : Stokiyometrik V₂O₅, B₂O₃ ve Mg toz harmanının 7 saat mekanokimyasal sentezleme ve 4 M HCl ile liç sonrası XRD paterni.

Şekil 4.4’de, saf ve nanometrik mertebedeki VB_2 - VB - V_3B_4 tozlarına ait hacimsel partikül boyut dağılım grafiği verilmiştir ve VB_2 - VB - V_3B_4 tozlarının ortalama partikül boyutunun yaklaşık olarak 487 nm olduğu saptanmıştır. Tozların oldukça dar bir aralıkta homojen bir boyut dağılımına sahip olduğu görülmektedir.



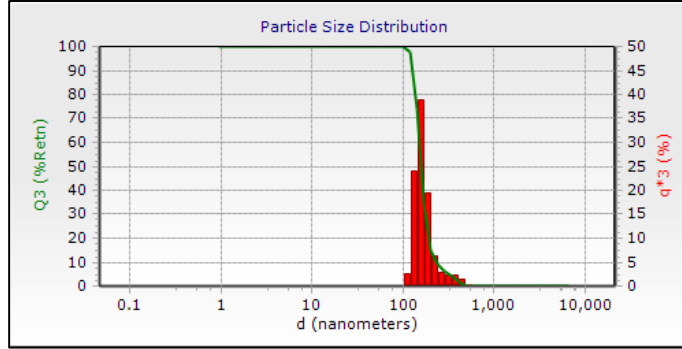
Şekil 4.4 : VB_2 - VB - V_3B_4 tozunun mekanokimyasal sentezleme ve liç sonrası partikül boyut dağılımı.

İdeal üretim parametreleri kullanılarak laboratuvarında yapılan deneyler sonucunda sentezlenen ve ana matris takviye elemanı olarak kullanılan başka bir malzeme ise LaB_6 tozudur. LaB_6 fazı ve beraberinde istenmeyen MgO fazı, stokiometrik oranda hazırlanan La_2O_3 , B_2O_3 ve Mg toz karışımından 5 saat süren mekanokimyasal sentezleme sonucunda elde edilmiştir. Mekanokimyasal sentezleme sonrası 4 M HCl ile yapılan liç işlemi ardından elde edilen saf LaB_6 (ICDD Kart No: 034-0427) tozuna ait XRD paterni Şekil 4.5’de verilmiştir. Tozun yapısında sadece LaB_6 fazına ait pikler bulunmaktadır ve MgO fazının yapıdan tamamen uzaklaştırıldığı açık bir şekilde görülmektedir.



Şekil 4.5 : Stokiometrik La_2O_3 , B_2O_3 ve Mg toz harmanının 5 saat mekanokimyasal sentezleme ve 4 M HCl ile liç sonrası XRD paterni.

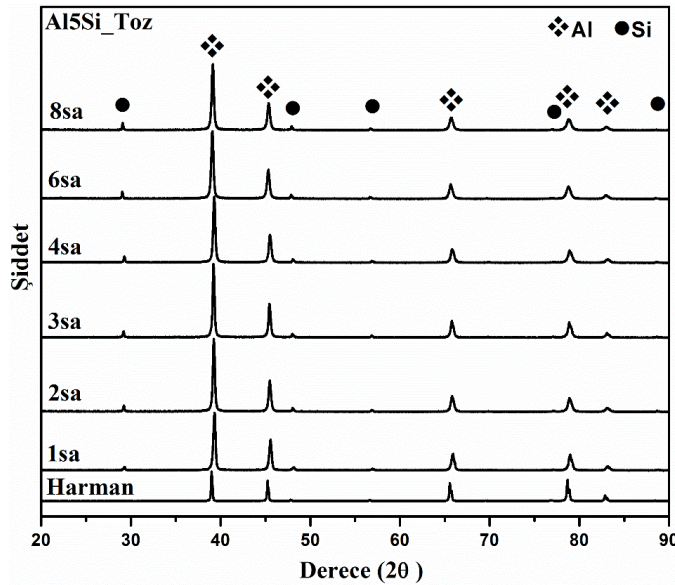
Elde edilen saf LaB_6 tozlarına partikül boyut ölçümü yapılmıştır ve ilişkili hacimsel partikül boyut dağılım grafiği Şekil 4.6’da verilmiştir. Buna göre saf LaB_6 tozunun ortalama partikül boyutunun yaklaşık olarak 176 nm olduğu tespit edilmiştir. Tozların dar bir aralıkta homojen bir boyut dağılımına sahip olduğu görülmektedir.



Şekil 4.6 : LaB_6 tozunun mekanokimyasal sentezleme ve liç sonrası partikül boyut dağılımı.

4.2 Al5Si Ana Alaşım Matriksi Toz ve Sinter Kompozitlerinin Özellikleri

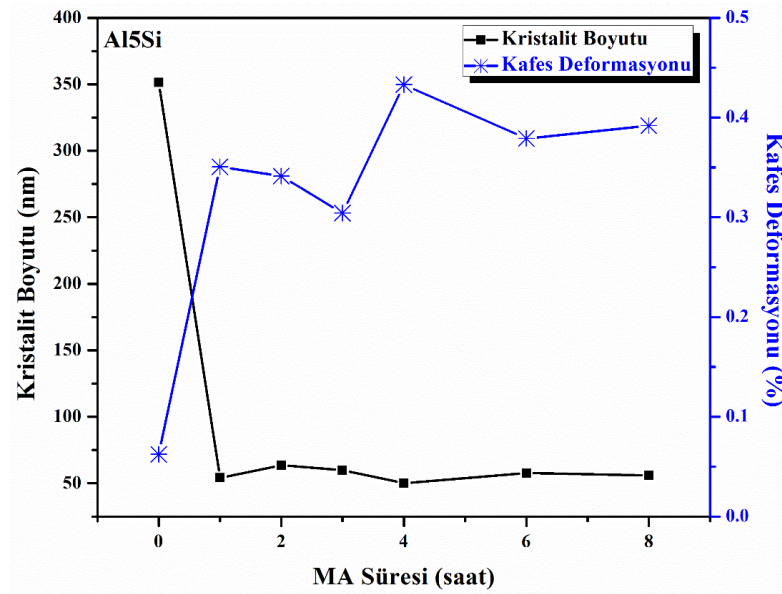
Harmanlanmış (öğütülmemiş) ve çeşitli sürelerde (1, 2, 3, 4, 6 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış ötektik altı Al5Si bileşime sahip ana matriks alaşımı toz kompozitlerinin XRD paternleri Şekil 4.7’de verilmiştir. Bütün tozlarda sadece Al (ICDD Kart No: 04-0487) ve Si (ICDD Kart No: 27-1402) fazlarına ait difraksiyon piklerine rastlanmıştır.



Şekil 4.7 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 2, 3, 4, 6 ve 8 saat) MA’lanmış Al5Si ana matriks tozlarına ait XRD paternleri.

Buradan anlaşılan, çeşitli sürelerde gerçekleştirilen mekanik alaşımla boyunca ana alaşım matriksi bileşenleri olan Al ve Si, yapı içerisindeki kararlılıklarını korumuştur. Dolayısıyla, bileşenler arasında herhangi bir kimyasal reaksiyon ve/veya faz dönüşümü meydana gelmemiştir. Ayrıca, 8 saatlik mekanik alaşımlama sonrasında bile tozlarda öğütme ortamından kaynaklanabilecek Fe, Cr, vb. kirliliklerin oluşmadığı tespit edilmiştir.

Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 2, 3, 4, 6 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış Al5Si ana matriks alaşımı toz kompozitlerinde öğütme süresine bağlı olarak Al'un kristalit boyutu ve kafes deformasyonu değişimi Şekil 4.8'de gösterilmiştir.

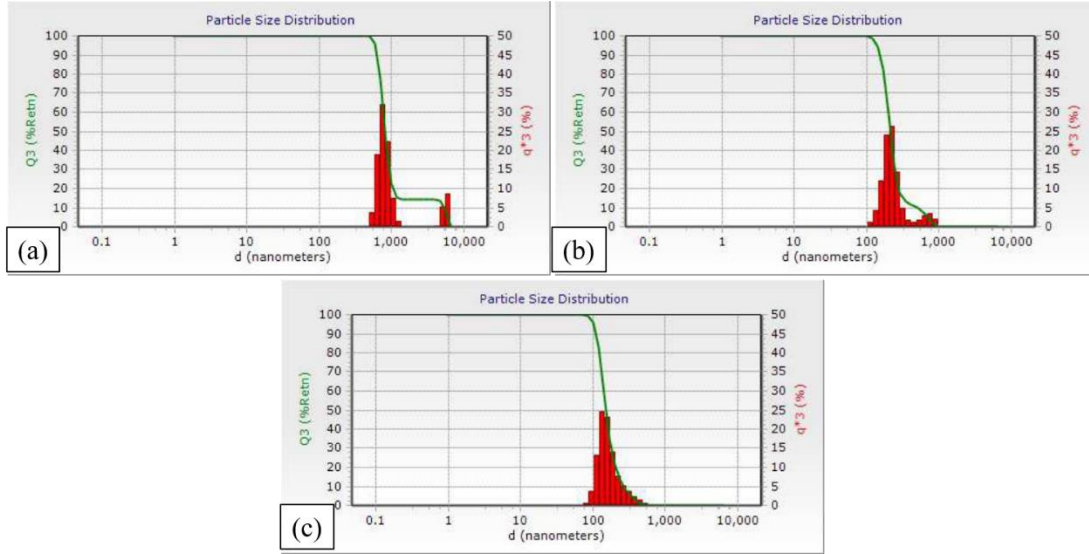


Şekil 4.8 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 2, 3, 4, 6 ve 8 saat) MA'lanmış Al5Si ana matriks tozlarında öğütme süresine bağlı olarak Al'un kristalit boyutu ve kafes deformasyonu değişimi.

Al5Si ötektik altı bileşime sahip harmanlanmış (öğütülmemiş) ana matriks alaşımı tozlarının öğütülmeye başlanması ile kristalit boyutlarında keskin bir düşüş meydana gelmiştir. Başlangıçta öğütmeye uğramayan tozların kristalit boyutları 350 nm seviyesindeyken 1 saat öğütme sonrasında belirgin bir azalmayla 50 nm seviyesine gelmiştir. Öğütme süresinin artmasıyla önemli bir değişim gerçekleşmemiş ve kristalit boyutu artan çeşitli öğütme sürelerinde hemen hemen aynı seviyede (50-60 nm) kalmıştır. Öğütülmemiş tozlarda yok sayılabilecek kafes deformasyonu değeri 1 saat öğütme sonrasında keskin bir artış göstermiş ve % 0.35 seviyesine gelmiştir. Ayrıca, kafes deformasyonu ve kristalit boyutu değerleri arasında ters korelasyon ilişkisi olduğu görülmektedir. Artan öğütme süresi ve beraberinde meydana gelen

yoğun plastik deformasyon sonrasında yapıda biriken soğuk işlem enerjisi (cold work), tozların kafes deformasyonu değerlerinde artışa neden olmuştur.

Şekil 4.9’da çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış Al5Si ana matriks alaşımı toz kompozitlerine ait hacimsel partikül boyut dağılım grafikleri verilmiştir.



Şekil 4.9 : Çeşitli sürelerde MA’lanmış (1, 4 ve 8 saat) Al5Si ana matriks tozlarına ait partikül boyut dağılımları (a) 1sa MA, (b) 4sa MA, (c) 8sa MA.

Mikron mertebesinde partikül boyutuna sahip harmanlanmış (öğütülmemiş) başlangıç tozlarının (Al ve Si) öğütülmesi sonucunda mikron altı boyutlara inilmiş ve beraberinde öğütme süresinin artması ile ortalama partikül boyutlarında devam eden düşüş gözlemlenmiştir. Şekil 4.9’daki hacimsel partikül boyutu dağılım grafiklerinin artan mekanik alaşımlama süresiyle sola doğru kayması ortalama partikül boyutunun düştüğünün göstergesidir. 1 ve 4 saat mekanik alaşımlanmış tozlarda bimodal partikül boyut dağılımı görülürken, 8 saat mekanik alaşımlama sonrasında dar bir aralıkta homojen bir partikül boyut dağılımı mevcuttur. Öğütme süresindeki artış, kırılma mekanizmasının baskın hale gelmesiyle daha küçük ve homojen dağılıma sahip partiküllerin eldesine yol açmıştır. Çizelge 4.1’de verilen ortalama partikül boyutu değerlerinin de mekanik alaşımlama süresinin artması ile azalması hacimsel partikül boyut dağılım grafiklerini doğrulamaktadır. 8 saat mekanik alaşımlama sonrasında 0.17 μm ortalama partikül boyutuna sahip tozlar elde edilmiştir.

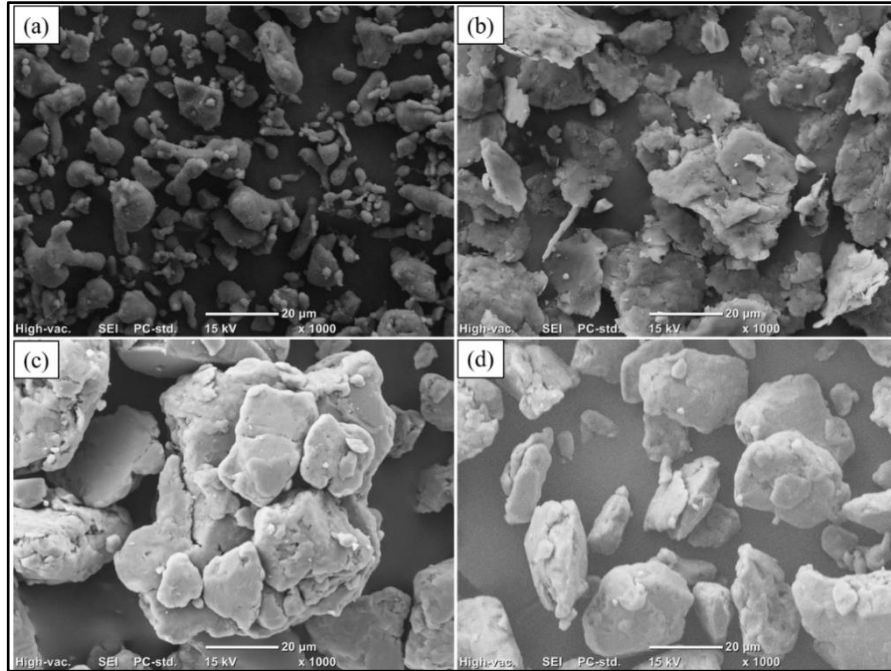
Çizelge 4.1’de harmanlanmış ve farklı sürelerde (1, 4 ve 8) mekanik alaşımlanmış Al5Si ana matriks alaşımı toz kompozitlerinin ortalama partikül boyutu ve yüzey alanı değerleri verilmiştir.

Çizelge 4.1 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA'lanmış Al5Si ana matriks tozlarına ait ortalama partikül boyutu ve yüzey alanı değerleri.

Malzeme	MA Süresi (saat)	Ortalama Partikül Boyutu (μm)	Yüzey Alanı (m^2/g)
Al5Si	0	>6	1.88
	1	1.65	3.58
	4	0.26	0.80
	8	0.17	1.38

Literatürdeki partikül boyutu ve yüzey alanı ilişkisi göz önünde bulundurulduğunda, öğütme süresi arttıkça partikül boyutu küçüleceğinden yüzey alanında artış görülmelidir (Dubois ve diğ., 2010; Dubois ve diğ., 2011). Çizelge 4.1’de verilen değerlere bakıldığında beklenildiği gibi 1 saat mekanik alaşımlama sonrasında partikül boyutu küçülürken, buna bağlı olarak yüzey alanı artış göstermiştir. Fakat, 4 ve 8 saatte olması gerekenin tersine meydana gelen yüzey alanı düşüşünün partiküllerin topaklanmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

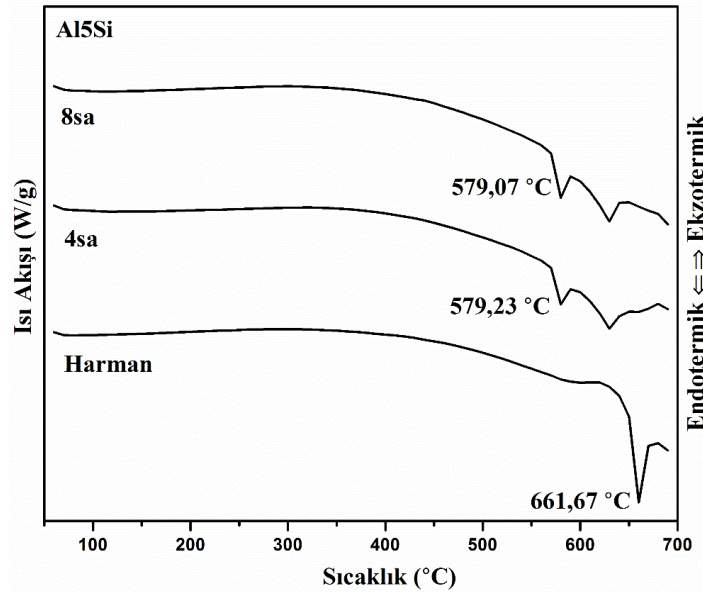
Ötektik altı Al5Si bileşimine sahip harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış toz kompozitlerin 1000x büyütmede alınan taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri Şekil 4.10’ da verilmiştir.



Şekil 4.10 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA'lanmış Al5Si ana matriks tozlarının 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) Harman, (b) 1sa MA, (c) 4sa MA, (d) 8sa MA.

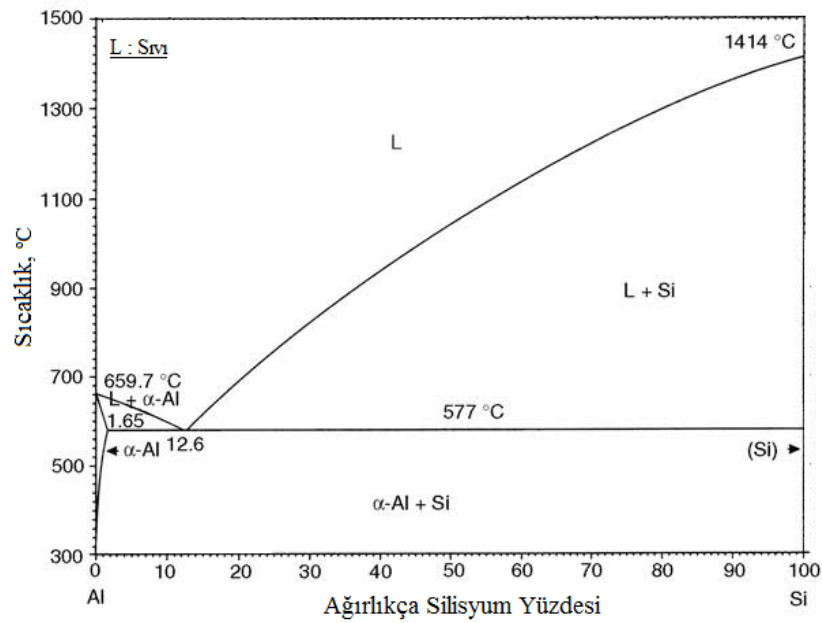
Mekanik alaşımlama (MA), tekrarlı soğuk kaynaklanma ve kırılma mekanizmalarına dayanan bir işlemdir. Al5Si bileşimine sahip harmanlanmış (öğütülmemiş) ana matriks tozlarının morfolojileri Şekil 4.10(a)'da görülmektedir. Yapıda birbirinden ayırt edilemeyen fakat küresele yakın veya daha çok yassı şekillerde görülen silisyum ve alüminyum partikülleri mevcuttur. Şekil 4.10(b)'de mekanik alaşımlamanın başlangıç aşaması olarak düşünülen 1 saat öğütme sonrasında sünek alüminyum tozları üzerine kaynaklanan silisyum tozlarının oluşturduğu yapraksı ve tabakalı yapı görülmektedir. 4 saat mekanik alaşımlama sonrasında ise soğuk kaynaklanma mekanizmasının daha da baskın hale gelmesiyle yapraksı ve tabakalı görünümünden birbiri içerine geçmiş ve topaklaşmış bir yapı meydana gelmiştir (Şekil 4.10(c)). 8 saat mekanik alaşımlama ile benzer morfoloji korunmuş fakat iki katı kadar fazla öğütme süresinden kaynaklı fazla plastik deformasyonun meydana getirdiği gevreklik sonucu kırılmanın baskın gelmesi ile daha küçük partikül boyutlarına inilmiştir (Şekil 4.10(d)). Ayrıca bu toz yapıları Çizelge 4.1'de belirtilen öğütme süresindeki artışla partikül boyutunun düşüşünü onaylamaktadır.

Mekanik alaşımlanmış tozların ergime davranışının ve bu tozlarda ısı işlem sırasında meydana gelebilecek herhangi bir kimyasal reaksiyonun ve/veya faz dönüşümünün belirlenmesi için termal analizler gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.11'de ötektik altı Al5Si bileşimine sahip harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış toz kompozitlerin DTA eğrileri görülmektedir.



Şekil 4.11 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (4 ve 8 saat) MA'lanmış Al5Si ana matriks tozlarına ait DTA eğrileri.

Şekil 4.12’de verilen Al-Si ikili faz diyagramında da görüldüğü gibi Al’un ergime sıcaklığı yaklaşık 660°C’dir. Şekil 4.11’de Al₅Si ötektik altı bileşimine sahip harmanlanmış (öğütülmemiş) ana matriks alaşımı tozunun DTA eğrisine bakıldığında 661.67°C’de endotermik bir pik görülmektedir ve bu piki Şekil 4.12 ile bağlantılı olarak Al’un endotermik ergime piki olduğu söylenebilmektedir. Mekanik alaşımlamamın henüz gerçekleşmediği ve hali hazırda tozların fiziksel ve kimyasal anlamda birbirinden ayrı ve bağımsız olduğu düşünüldüğünde DTA eğrisinde öncelikle saf alüminyumun ergime sıcaklığını görmemiz beklenen bir durumdur.



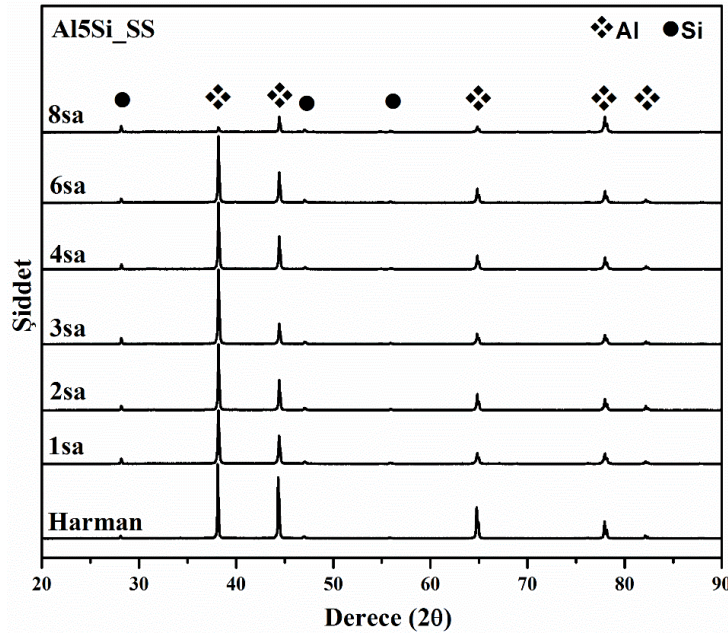
Şekil 4.12 : Al-Si ikili faz diyagramı (Warmuzek, 2004).

4 saat mekanik alaşımlama sonrasında görülen ilk endotermik piki bulunduğu sıcaklık, Al-Si ikili faz diyagramının ötektik sıcaklığı olan 577°C’ ye çok yakın bir sıcaklık değeri olan 579.23°C’dir. Bunun sebebi mekanik alaşımlamayla birlikte alüminyum kristal kafesi içerisine giren silisyumun ötektik altı α_{Al} katı çözeltilisini oluşturarak Al’un ergime noktasını düşürmesidir. Mekanik alaşımlama süresi arttıkça Al kafesi içerisindeki Si miktarı da artmaktadır. 8 saat MA sonrasında görülen ilk endotermik piki yer aldığı sıcaklık değerinin (579.07°C) sola ötelenmesinin nedeni ise aynı şekilde Al içerisindeki Si çözünürlüğünün artmasıdır. Diğer bir deyişle mekanik alaşımlama süresi arttıkça oluşan katı çözeltilinin ergime noktası, Al kafesi içerisinde Si çözünürlüğünün maksimum olduğu Al-Si ikili sisteminin ötektik ergime sıcaklığı olan 577°C’ye yaklaşmaktadır.

Mekanik alaşımlanmış ana matriks alaşımı toz kompozitleri (Al5Si), ötektik altı bileşime sahip olduğundan DTA analizleri sonucunda elde edilen eğrilerde çift endoterm görülmüştür. Bunun sebebi yapıda önce ötektik bileşimin daha sonra kalan Al'un ergiyor olmasıdır. Endotermik piklerin ifade ettiği reaksiyonlar sırasıyla $\alpha_{Al}+Si \rightarrow \text{pre-ötektik}+Sıvı$ ve $\text{pre-ötektik} \rightarrow Sıvı$ 'dır.

Al5Si ötektik altı bileşimine sahip ana matriks tozlarına yapılan termal analizlerden yola çıkılarak sinterleme koşulları belirlenmiştir. Katı faz sinterlenmesi yapılacağından dolayı yapıda ergimenin meydana gelmemesi için sinterleme sıcaklığı, endotermik pikin karşılaşıldığı ilk sıcaklıktan daha düşük bir sıcaklık değeri olan 570°C olarak belirlenmiştir.

Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 2, 3, 4, 6 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış Al5Si ötektik altı bileşimine sahip ana matriks tozlarından, soğuk şekillendirme işlemi olan presleme ve yüksek sıcak ısıtma işlemi olan sinterleme sonrasında elde edilen kompozit bünyelerin XRD paternleri Şekil 4.13'de verilmiştir. Bu sinter kompozitlerin yapısında Al (ICDD Kart No: 04-0487) ve Si (ICDD Kart No: 27-1402) fazları dışında yeni bir faza rastlanmamıştır.



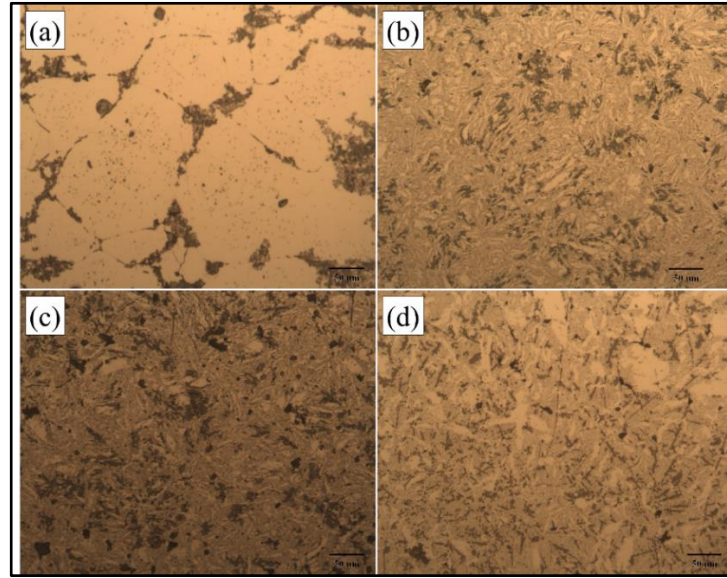
Şekil 4.13 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 2, 3, 4, 6 ve 8 saat) MA'lanmış Al5Si ana matriks tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin XRD paternleri.

Başka bir deyişle, yüksek sıcaklık ısıtma işlemi olan sinterleme sonrasında kompozit bileşenleri arasında herhangi bir kimyasal reaksiyon ve/veya faz dönüşümü meydana gelmemiştir. Al ve Si yapı içerisindeki kararlılıklarını korumuşlardır. Mekanik

alaşımlamanın ardından preslenip-sinterlenen kompozit yapıların XRD paternlerine bakıldığında, mekanik alaşımlanmış toz kompozitlere kıyasla pik şiddetlerinde artış ve pik genişliklerinde azalma gözlemlenmiştir. Bu durumun sebebi, yoğun plastik deformasyon süreçlerinin etkin olduğu mekanik alaşımlama sonrasında tozların bünyelerinde depolanan soğuk işlem enerjisi (cold work) ve buna bağlı olarak meydana gelen kafes deformasyonunun önemli bir kısmının yüksek sıcaklık ısıtma işlemi olan sinterleme ile ortadan kalkmış olmasıdır.

Üretilen numune ve son ürünlerin mikroyapısındaki tane boyutları ve dağılımları, elde edilecek mekanik özellikler açısından son derece önemlidir. Bu ürünlerin metalografik olarak hazırlanmalarını takiben mikroyapısal karakterizasyonları optik mikroskop (OM) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Şekil 4.14’ de ötektik altı Al5Si bileşimine sahip harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4, ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış ana matriks tozlarından pres ve sinter sonrası elde edilen kompozit bünyelerden 200x büyütmede alınan optik mikroskop (OM) görüntüleri verilmiştir.

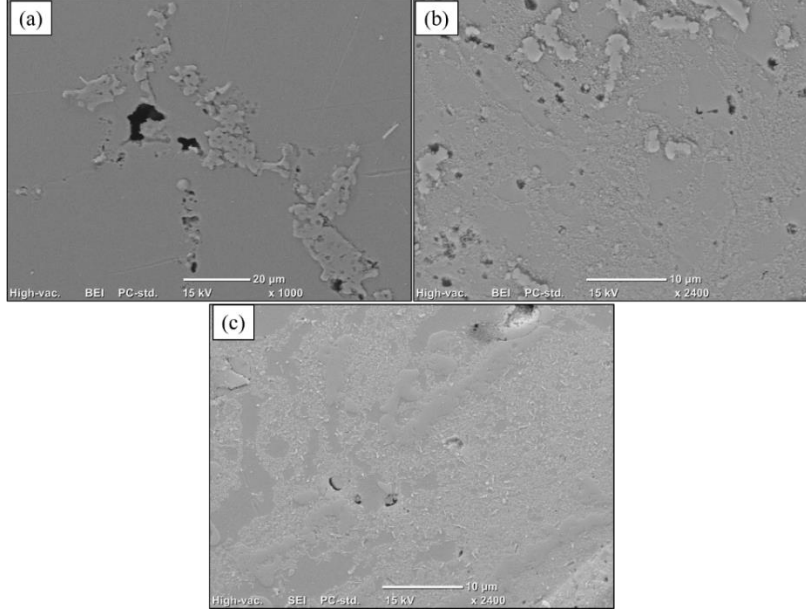


Şekil 4.14 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA’lanmış Al5Si ana matriks tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin 200x büyütmelerdeki OM görüntüleri (a) Harman, (b) 1sa MA, (c) 4sa MA, (d) 8sa MA.

Harmanlanmış (öğütme yapılmamış) tozlardan preslenip-sinterlenen ana matriks kompozit yapısının OM görüntüsünde, koyu renkteki bölgelerin homojen dağılmadığı görülmüştür (Şekil 4.14(a)). Bu bölgelerin daha çok tane sınırlarında

yoğunlaşmış Si zengini faz bölgeleri olduğu tahmin edilmektedir. 1 saatlik mekanik alaşımlama sonunda yapraksı ve tabakalı bir morfolojiye sahip olan sünek tozların preslenip-sinterlenmesi sonucu elde edilen mikroyapıda, bu bölgelerin ufalanarak tane içlerinde daha homojen bir şekilde dağıldığı görülmektedir (Şekil 4.9(b)). 4 saat mekanik alaşımlanmış tozlardan elde edilen kompozit mikroyapısına bakıldığında ise, baskın hale gelen soğuk kaynaklanma mekanizmasının yarattığı iç içe geçmiş ve toparlanık faz bölgelerinin olduğu benzer bir görüntü mevcuttur (Şekil 4.14(c)). Artan mekanik alaşımlama süresiyle doğru orantılı olarak deformasyon sertleşmesine uğrayan partiküller yaratılan gevreklik sonucu kaynaklanma etkisinden çıkarak kırılmaya devam etmektedir. Dolayısıyla, 8 saat mekanik alaşımlanmış ana matriks tozlarından elde edilen mikroyapıda ikincil (koyu) faz bölgelerinin daha ince ve homojen bir şekilde dağıldığı görülmektedir (Şekil 4.14(d)).

Şekil 4.15’de ötektik altı Al5Si bileşimine sahip harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış ana matriks tozlarından pres ve sinter sonrası elde edilen kompozit bünyelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir.



Şekil 4.15 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (4 ve 8 saat) MA’lanmış Al5Si ana matriks tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin SEM görüntüleri (a) Harman (1000x), (b) 4sa MA (2400x), (c) 8sa MA (2400x).

Ana matriks tozlarından öğütülmeden (harman) preslenip-sinterlenen kompozit bünyenin SEM görüntüsüne bakıldığında yapıda büyük poroziteler göze

çarpılmaktadır (Şekil 4.15(a)). Ayrıca, açık gri renkteki silisyum zengini faz bölgelerinin yapıda homojen bir dağılım göstermeyip tane sınırlarında yoğunlaştığı görülmektedir. 4 saatlik öğütme sonrası ürün tozlardan elde edilen sinter kompozit mikroyapısı incelendiğinde, mekanik alaşımlama etkisiyle açık gri renkteki silisyum zengini faz bölgelerinin tane içlerinde de dağılımıyla homojen bir yapının oluşmaya başladığı ve bununla ilişkili olarak koyu gri renkteki serbest alüminyum bölgelerinin azaldığı anlaşılmıştır (Şekil 4.15(b)). Artan mekanik alaşımlama süresi (8 saat) ile elde edilen sinter kompozit mikroyapısına bakıldığında ise daha gevrek hale gelip kırılmaya devam eden partiküllerin birbiri içerisinde oldukça ince ve homojen hale gelen dağılımı görülmektedir (Şekil 4.15(c)).

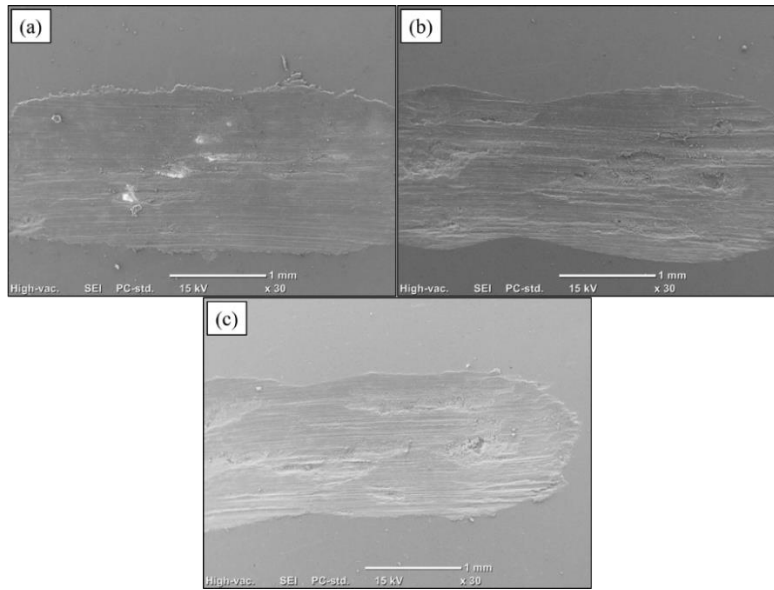
Ötektik altı Al₅Si bileşimine sahip harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 2, 3, 4, 6 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış ana matriks tozlarından pres ve sinter sonrası elde edilen kompozit bünyelerin Arşimet yoğunlukları ve Vickers mikro sertlik değerleri Çizelge 4.2’de verilmiştir. Bu sinter kompozitlerde, ortalama olarak % 95 ve üzerinde göreceli yoğunluk değerlerine ulaşıldığı görülmektedir. 8 saat mekanik alaşımlanmış tozlardan preslenip-sinterlenen kompozit yapı % 91.72 ile en düşük göreceli yoğunluk değerine sahiptir. Öğütülmemiş harman tozlardan preslenip-sinterlenen kompozit yapılarda tam ve homojen bir yoğunlaşma meydana gelmemektedir. Şekli koruyamamış ve oldukça por barındıran bir yapı söz konusudur. Dolayısıyla, bu kompozitlerde düşük yoğunluk değerleri beklenmektedir. Fakat, Al₅Si bileşimindeki harman tozlardan elde edilen sinter kompozitte % 97.91 olarak hesaplanan göreceli yoğunluk değerinin sebebi, açık gözeneklere sahip kompozit yapısının Arşimet yoğunluk ölçüm tekniğinde yanıltıcı ve olduğundan yüksek sonuçlar vermesidir.

Çizelge 4.2 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 2, 3, 4, 6 ve 8 saat) MA’lanmış Al₅Si ana matriks tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin yoğunluk ve mikrosertlik değerleri.

Malzeme	MA Süresi (saat)	Teorik Yoğunluk (g/cm ³)	Göreceli Yoğunluk (%)	Mikrosertlik (HV _{0.1})
Al ₅ Si	0	2.68	97.91	46.3 ± 6.7
	1		97.23	93.8 ± 9.7
	2		96.14	83.6 ± 8.7
	3		94.46	67.8 ± 7.8
	4		95.88	89.5 ± 9.2
	6		95.52	75.3 ± 9.9
	8		91.72	85.2 ± 9.4

Mekanik alaşımlama ile, kompozit yapının sertlik değerinde % 100 oranında bir artış yaşanmıştır. Öğütme yapılmamış harman tozlardan sinterlenen kompozitin 46.3 ± 6.7 $HV_{0.1}$ olan sertlik değeri, 1 saat mekanik alaşımlanmış tozlardan elde edilen sinter kompozitte 93.8 ± 9.7 $HV_{0.1}$ değerine yükselmiştir. Artan öğütme sürelerine bağlı olarak meydana gelen deformasyon sertleşmesi sonucunda sinter kompozitlerin sertlik değerlerinde artış görülmesi beklenmektedir. Fakat, ana matriks alaşımı tozlarından preslenip-sinterlenen kompozit yapıların sertlik değerlerinde bu şekilde bir eğilim görülmemiştir. Öğütme süreleri ve sertlik değerleri arasında herhangi bir ilişki kurulamamıştır. Ayrıca Çizelge 4.2’de bir arada verilen göreceli yoğunluk ve mikro sertlik değerleri arasında öğütme süresine bağlı bir ilişki tespit edilememiştir.

Şekil 4.16’da harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış Al5Si ana matriks tozlarından preslenip-sinterlenen kompozit bünyelerin aşındırılan yüzeylerinden 30x büyütmede alınan taramalı elektron mikroskonu (SEM) görüntüleri verilmiştir.



Şekil 4.16 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (4 ve 8 saat) MA’lanmış Al5Si ana matriks tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin aşınma yüzeylerine ait 30x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) Harman, (b) 4sa MA, (c) 8sa MA.

Mekanik alaşımlama ve beraberinde artan mekanik alaşımlama süresi ile aşındırılan yüzeylerde daralma görülmüştür. Bu kompozit yapılara uygulana aşınma testi sonucunda hesaplanan toplam kayıp hacim miktarları ise Çizelge 4.3’de verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde mekanik alaşımlama ve beraberinde artan MA süresi ile sinter kompozitlerin aşınma direncinde artış ve buna bağlı olarak kaybolan toplam

hacim miktarlarında azalma görülmektedir. Bu kompozit yapıların verilen aşınma kaybı miktarları ve aşınan yüzeylerden alınan SEM görüntüleri birbirlerini desteklemektedir. Öğütülmemiş harman (0 saat) tozlardan, 4 saat ve 8 saat mekanik alaşımlanmış tozlardan preslenip-sinterlenen kompozit yapıların toplam kayıp hacim miktarları sırasıyla 0.547 mm³, 0.444 mm³ ve 0.405 mm³ olarak verilmiştir.

Çizelge 4.3 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (4 ve 8 saat) MA'lanmış Al₅Si ana matriks tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin aşınma sonrası kaybolan toplam hacim değerleri.

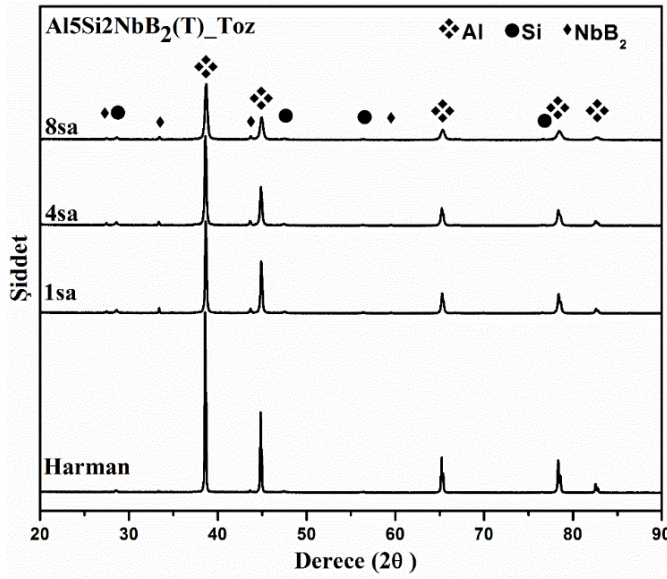
Malzeme	MA Süresi (saat)	Kayıp Hacim Miktarı (mm ³)
Al ₅ Si	0	0.547
	4	0.444
	8	0.405

4.3 Ticari Kalite NbB₂ ve Sentezlenmiş NbB-NbB₂-Nb₃B₄ Takviyeli Al₅Si Hibrit Toz ve Sinter Kompozitlerinin Özellikleri

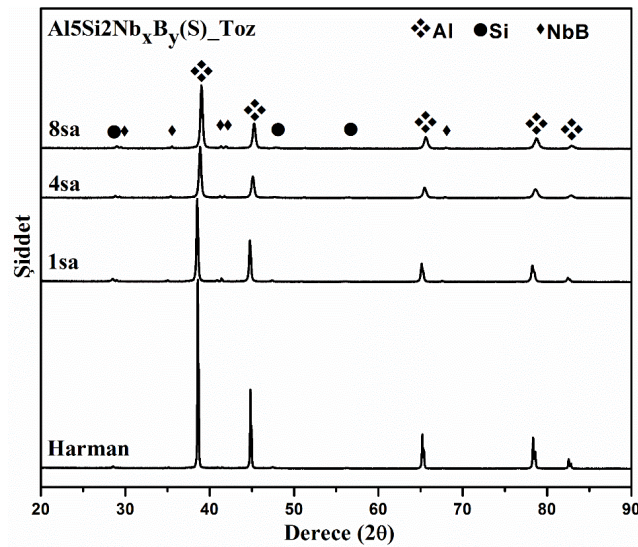
Ticari kalitede elde edilen niyobyum diborür (NbB₂) ve önceki çalışmalarda belirlenen ideal şartların kullanılmasıyla laboratuvar ortamında 3 ayrı fazın bileşimi olarak sentezlenen (NbB-NbB₂-Nb₃B₄) niyobyum borür tozları, Al₅Si ana matriks alaşımı yapısına takviye elemanları olarak ilave edilmişlerdir. Üretilen toz ve sinter kompozitlere ait karakterize edilen özellikler ise, birbiri ardına bu başlık altında sunulmuştur.

Harmanlanmış (öğütülmemiş) ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış, ticari kalite niyobyum diborür (NbB₂) ve laboratuvar ortamında sentezlenen (NbB-NbB₂-Nb₃B₄) niyobyum borür tozları ile pekiştirilmiş hibrit tozlara ait XRD paternleri sırasıyla Şekil 4.17 ve 4.18'de verilmiştir. Bütün tozlarda sadece Al (ICDD Kart No: 04-0487), Si (ICDD Kart No: 27-1402), NbB₂ (ICDD Kart No: 35-0742) ve NbB (ICDD Kart No: 32-0709) fazlarına ait difraksiyon piklerine rastlanmıştır. Buradan anlaşılan, mekanik alaşımlama sonrasında takviye elemanları olan niyobyum borür fazları ve ana matriks alaşımı bileşenleri arasında herhangi bir kimyasal reaksiyon ve/veya faz dönüşümü meydana gelmemiştir. Tüm toz kompozit bileşenleri yapıdaki kararlılıklarını korumuş ve borür tozlarında bozunma veya ayrışma gerçekleşmemiştir. Tozlarda, 8 saatlik mekanik alaşımlama süresi sonunda bile öğütme ortamından kaynaklanabilecek Fe, Cr, vb. kirliliklerin

oluşmadığı görülmüştür. Mekanik alaşımlama ile yoğun bir plastik deformasyona maruz kalan tozlarda öğütme süresinin artması ve beraberinde yapıda meydana gelen iç gerilmeler, pik şiddetlerinde azalışa ve pik genişliklerinde artışa sebep olmuştur. Şekil 4.18’de verilen paternde, üç ayrı faz birlikteliğinde sentezlenen niyobyum borür tozlarından sadece NbB fazına ait difraksiyon piklerinin görülmesinin sebebi, tozların kompozit yapısında XRD tekniğiyle tespit edilmesi kolay olmayan ağırlıkça % 2 oranında kullanılmaları ve bu tozlarda baskın olarak yer alan fazın NbB olmasıdır.

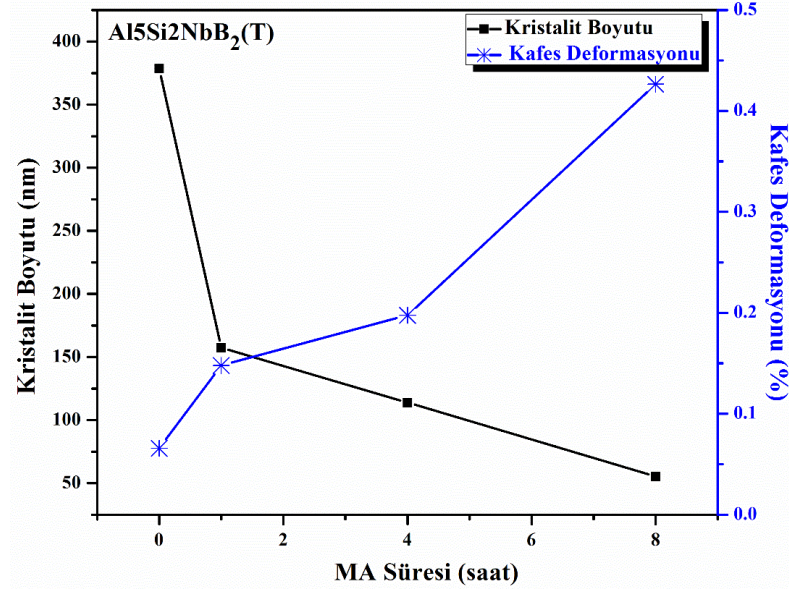


Şekil 4.17 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA’lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ hibrit tozlarına ait XRD paternleri.

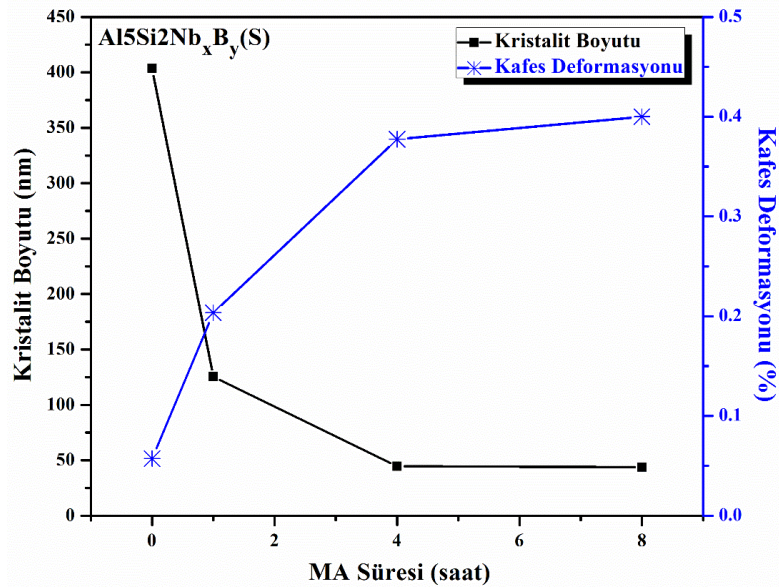


Şekil 4.18 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA’lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarına ait XRD paternleri.

Harmanlanmış (öğütülmemiş) ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış, ticari kalite NbB₂ ve laboratuvar ortamında sentezlenen NbB-NbB₂-Nb₃B₄ tozları ile pekiştirilmiş hibrit tozlarda Al'un kristalit boyutu ve kafes deformasyonu değerlerinin değişimi sırasıyla Şekil 4.19'da ve Şekil 4.20'de verilmiştir.



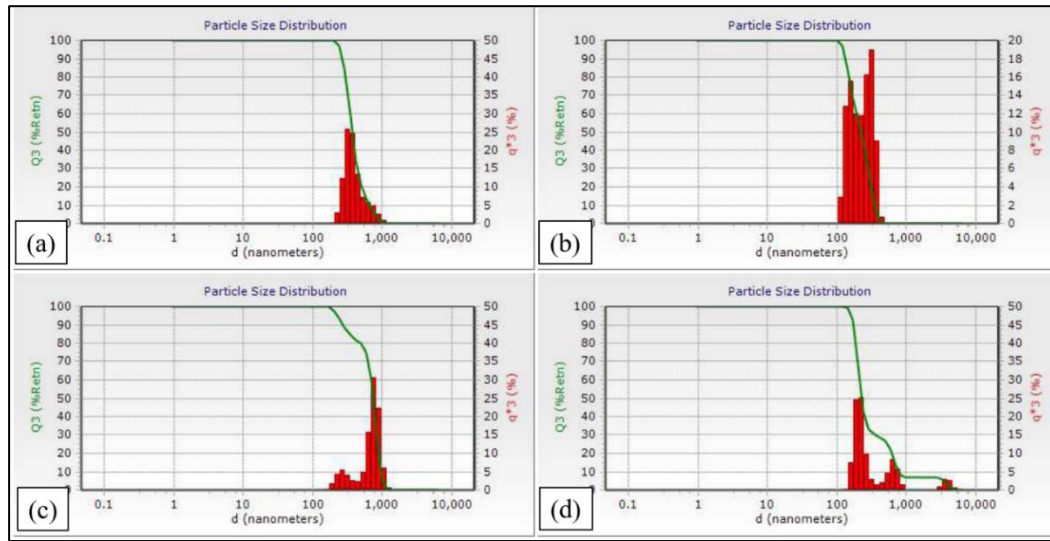
Şekil 4.19 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA'lanmış Al₅Si₂NbB₂(T) hibrit tozlarında öğütme süresine bağlı olarak Al'un kristalit boyutu ve kafes deformasyonu değişimi.



Şekil 4.20 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA'lanmış Al₅Si₂Nb_xB_y(S) hibrit tozlarında öğütme süresine bağlı olarak Al'un kristalit boyutu ve kafes deformasyonu değişimi.

Borür takviyeli bu hibrit tozlarda, ana matriks tozlarında görülen eğilime benzer şekilde Al'un kristalit boyutu mekanik alaşımlamanın başlaması ile keskin bir düşüş göstermiş ve kafes deformasyonu değerleri artmıştır. Öğütülmemiş tozlarda yaklaşık 400 nm olan kristalin boyutu, 8 saat mekanik alaşımlanmış tozlarda eksponansiyel bir azalışla yaklaşık 50 nm değerine düşmüştür. Harman tozlarda yok denecek kadar az bir oranda mevcut olan kafes deformasyonu değerleri ise, 8 saat mekanik alaşımlanmış tozlarda eksponansiyel olarak yakın bir artış göstererek % 0.4 ve üzeri değerlere ulaşmıştır. Öğütme süreleri boyunca tekrarlı plastik deformasyon ve kırılma mekanizmaları sonrası tozların kristalit boyutlarında meydana gelen düşüş, kafes deformasyonlarında artışa sebep olmaktadır.

Takviye elamanı olarak kullanılan ticari kalite NbB₂ ve laboratuvar ortamında sentezlenen NbB-NbB₂-Nb₃B₄ tozları ile 4 ve 8 saat sürelerde mekanik alaşımlanmış kompozitlerin hacimsel partikül boyut dağılımı grafikleri ve ortalama partikül boyutu değerleri sırasıyla Şekil 4.21 ve Çizelge 4.4'de verilmiştir.



Şekil 4.21 : Çeşitli sürelerde MA'lanmış (4 ve 8 saat) Al₅Si₂NbB₂(T) ve Al₅Si₂Nb_xB_y(S) hibrit tozlarına ait partikül boyut dağılımları (a) Al₅Si₂NbB₂(T) 4sa MA, (b) Al₅Si₂NbB₂(T) 8sa MA, (c) Al₅Si₂Nb_xB_y(S) 4sa MA, (d) Al₅Si₂Nb_xB_y(S) 8sa MA.

Kompozit yapısına katılan pekiştirici NbB-NbB₂-Nb₃B₄ tozları nano boyutlara sahip olsa da, ticari kalitede elde edilen pekiştirici NbB₂ ve ana matriks bileşenleri olan Al ve Si tozları üst seviyelerde mikron boyutlarına sahiptir. Fakat 4 ve 8 saat mekanik alaşımlama sonrasında üretilen hibrit tozların mikron altı boyutlara sahip olduğu Çizelge 4.4'de görülmektedir. Ana matriks tozlarında görülen eğilime benzer şekilde

burada da mekanik alaşımlama süresindeki artış partikül boyutunda azalmaya neden olmuştur. Şekil 4.21’de yer alan hacimsel partikül boyut dağılımı grafiklerine bakıldığında Çizelge 4.4’de verilen ortalama partikül boyutu değerlerini desteklediği görülmektedir. Ayrıca, öğütme süresindeki artışla partikül boyutunun düşmesi grafiklerdeki dağılımın sola doğru kaymasıyla açıklanabilmektedir.

Çizelge 4.4 : Çeşitli sürelerde (4 ve 8 saat) MA’lanmış $Al_5Si_2NbB_2(T)$ ve $Al_5Si_2Nb_xB_y(S)$ hibrit tozlarına ait ortalama partikül boyutu değerleri.

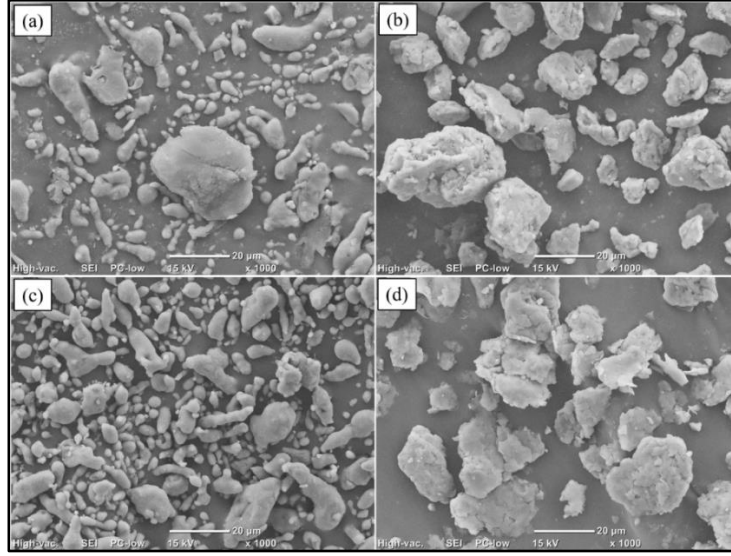
Malzeme	MA Süresi (saat)	Ortalama Partikül Boyutu (μm)
$Al_5Si_2NbB_2(T)$	4	0.413
	8	0.233
$Al_5Si_2Nb_xB_y(S)$	4	0.679
	8	0.551

$NbB-NbB_2-Nb_3B_4$ pekiştiricili hibrit tozların MA sonrasında partikül boyutunun, NbB_2 pekiştiricili kompozit tozların partikül boyutundan daha fazla olması herhangi bir nedene bağlanamamıştır. Fakat, ticari kalite Nb_2 ve laboratuvar sentezi $Nb-NbB_2-Nb_3B_4$ takviyeli 4 saat mekanik alaşımlanmış tozlarda sırasıyla 2,75 ve 0,65 m^2/g olarak belirlenen yüzey alanı değerleri, tozların kendi içerisindeki partikül boyutlarını desteklemektedir.

Ticari kalite NbB_2 ve laboratuvar ortamında sentezlenen $NbB-NbB_2-Nb_3B_4$ takviyeli, harmanlanmış ve 4 saat mekanik alaşımlanmış hibrit tozlardan 1000x büyütmede alınan taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri Şekil 4.22’de verilmiştir.

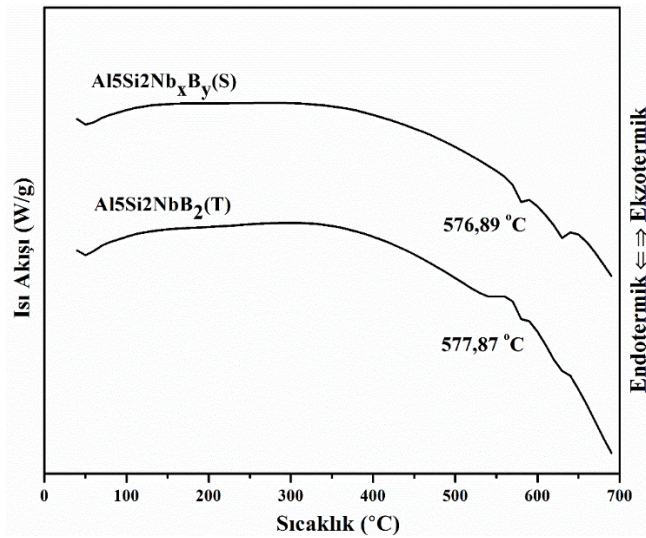
$Al_5Si_2NbB_2(T)$ ve $Al_5Si_2Nb_xB_y(S)$ bileşimine sahip öğütülmemiş harman tozların morfolojileri Şekil 4.22(a) ve (c)’de görülmektedir. Yapıda birbirinden ayırt edilemeyen fakat küresele yakın veya daha çok yassı şekillerde görülen ana matriks bileşenlerinin (Al, Si) ve pekiştiricilerinin (NbB_2 , NbB , Nb_3B_4) partikülleri mevcuttur. Bu tozlardan 4 saat mekanik alaşımlama sonrasında tekrarlı deformasyon-soğuk kaynaklanma-kırılma mekanizmaları ile elde edilen hibrit toz yapıları Şekil 4.22(b) ve (d)’de görülmektedir. Ticari NbB_2 takviyeli hibrit tozlarda birbiri üzerine kaynaklanmış aglomere bir yapı oluşurken, sentezlenmiş $NbB-NbB_2-Nb_3B_4$ takviyeli hibrit tozlarda ise yapraksı ve tabakalı bir yapı oluşmuştur. Aynı öğütme süresi sonunda tozlarda meydana gelen morfolojik farklılık, ticari kalite ve sentezlenmiş

niyobyum borür pekiştiricilerin faz miktarlarına bağlı yarattıkları farklı deformasyon etkileri ile açıklanabilir.



Şekil 4.22 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarına ait 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ Harman, (b) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ 4sa MA, (c) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ Harman, (d) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ 4sa MA.

Ticari kalite NbB_2 ve laboratuvar ortamında sentezlenmiş $\text{NbB-NbB}_2\text{-Nb}_3\text{B}_4$ pekiştiricili 4 saat mekanik alaşımlanmış toz kompozitlerin DTA eğrileri Şekil 4.23'de verilmiştir.

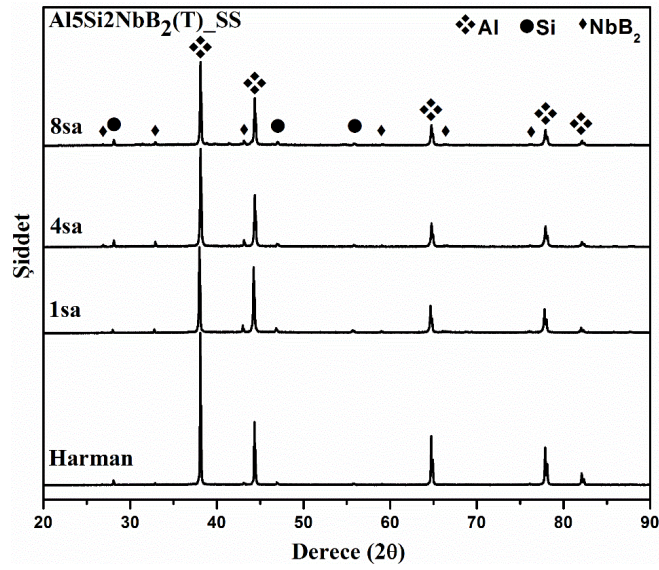


Şekil 4.23 : 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarına ait DTA eğrileri.

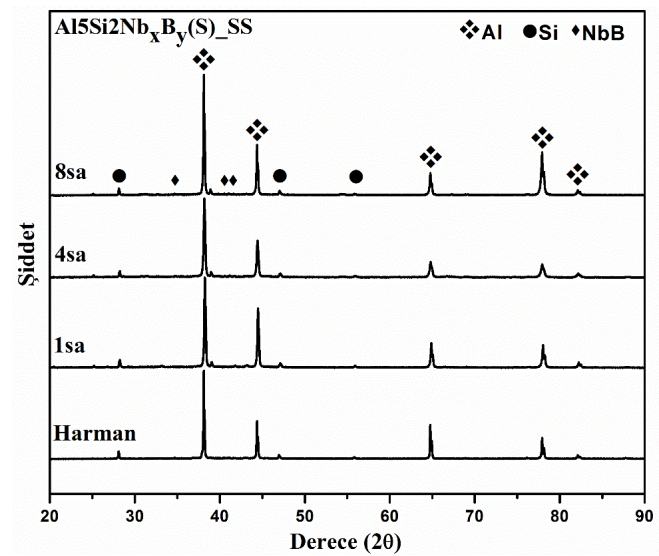
Bu şekilde, takviye elemanı olarak kullanılan ticari kalite ve sentezlenmiş niyobyum borür tozlarının Al-Si ikili sisteminin termal davranışı üzerinde etkisinin olmadığı

anlaşılmıştır. Ötektik altı Al_5Si bileşimine sahip ana matrik alaşımı tozları ile ticari NbB_2 ve sentezlenmiş $\text{NbB-NbB}_2\text{-Nb}_3\text{B}_4$ pekiştiricili hibrit tozlar benzer termal davranış göstermiştir (Şekil 4.11 ve 4.23).

Harmanlanmış (öğütülmemiş) ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış, ticari kalite NbB_2 ve laboratuvar ortamında sentezlenen $\text{NbB-NbB}_2\text{-Nb}_3\text{B}_4$ pekiştiricili hibrit tozlardan preslenip-sinterlenmiş kompozitlere ait XRD paternleri Şekil 4.24 ve 4.25’de verilmiştir.



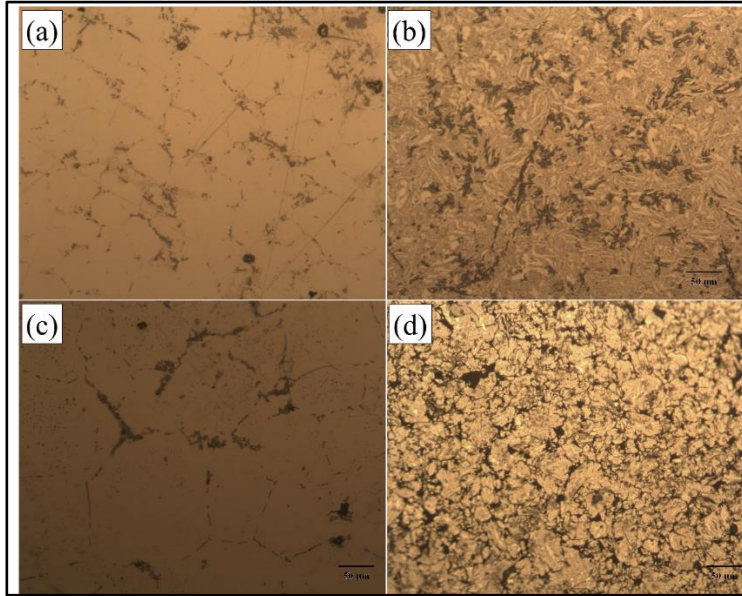
Şekil 4.24 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA’lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{NbB}_2(\text{T})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin XRD paternleri.



Şekil 4.25 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) MA’lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{S})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin XRD paternleri.

Sinter bünyelerine ait bu paternler incelendiğinde, sadece Al (ICDD Kart No: 04-0487), Si (ICDD Kart No: 27-1402), NbB₂ (ICDD Kart No: 35-0742) ve NbB (ICDD Kart No: 32-0709) fazlarına ait difraksiyon piklerine rastlanmıştır. Buradan anlaşılan, sinterleme ısı işlemi sırasında takviye elemanları olan niyobyum borür fazları ve ana matriks bileşenleri arasında herhangi bir kimyasal reaksiyon ve/veya faz dönüşümü meydana gelmemiştir. Kompozit bileşenleri bozunma veya ayrışma olmadan yapıdaki kararlılıklarını korumuştur. Mekanik alaşımlama sırasında tozlarda biriken soğuk deformasyon enerjisi ve buna bağlı oluşan iç yapıdaki gerilmeler, yüksek sıcaklık işlemi olan sinterleme beraberinde kompozit bünyelerden uzaklaştırıldıklarından XRD paternlerindeki fazlara ait piklerin genişlikleri azalarak keskinleşmiş ve şiddetleri artmıştır.

Şekil 4.26’de harmanlanmış (öğütülmemiş) ve 4 saat mekanik alaşımlanmış, ticari kalite NbB₂ ve laboratuvar ortamında sentezlenen NbB-NbB₂-Nb₃B₄ pekiştiricili hibrit tozlardan preslenip-sinterlenmiş kompozit bünyelerden 200x büyütmede alınan optik mikroskop (OM) görüntüleri verilmiştir.

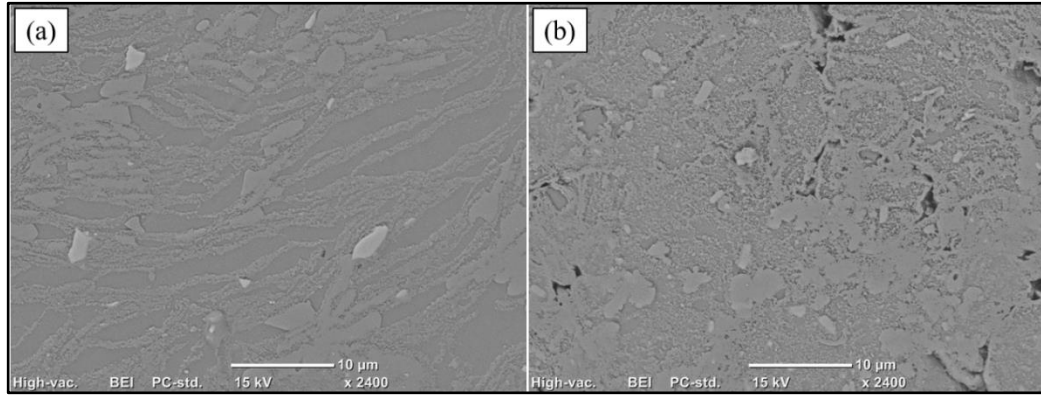


Şekil 4.26 : Harmanlanmış ve 4 saat MA’lanmış Al₅Si₂NbB₂(T) ve Al₅Si₂Nb_xB_y(S) hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlere ait 200x büyütmedeki OM görüntüleri (a) Al₅Si₂NbB₂(T) Harman, (b) Al₅Si₂NbB₂(T) 4sa MA, (c) Al₅Si₂Nb_xB_y(S) Harman, (d) Al₅Si₂Nb_xB_y(S) 4sa MA.

Öğütülmemiş harman tozlardan elde edilen sinter mikroyapı incelendiğinde, Al zengini açık renk faz bölgeleri ve daha çok tane sınırlarında yoğunlaşmış homojen bir dağılım göstermeyen koyu renk Si zengini faz bölgeleri görülmektedir (Şekil

4.26(a) ve (c)). En koyu bölgeler boşluklu yapıyı temsil etmektedir. 4 saat mekanik alaşımlanmış borür takviyeli hibrit tozlardan preslenip-sinterlenen kompozit yapısında ise Al ve Si faz bölgelerinin daha homojen bir şekilde dağılımı mevcuttur (Şekil 4.26 (b) ve (d)). Boşluklu mikroyapının bu numunelerde kaybolduğu görülmektedir. Ağırlıkça % 2 oranında kullanılan niyobyum borür fazlarının bu OM görüntülerinden ayırmak mümkün değildir. Ticari ve sentezlenmiş niyobyum borür takviyeli hibrit kompozitlerin mikroyapısında belirgin farklar görülmemektedir.

Şekil 4.27’de ticari kalite NbB₂ ve laboratuvar ortamında sentezlenen NbB-NbB₂-Nb₃B₄ pekiştiricili 4 saat mekanik alaşımlanmış hibrit tozlardan preslenip-sinterlenmiş kompozitlere ait 2400x büyütmede alınan taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmiştir.



Şekil 4.27 : 4 saat MA’lanmış Al₅Si₂NbB₂(T) ve Al₅Si₂Nb_xB_y(S) hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlere ait 2400x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) Al₅Si₂NbB₂(T), (b) Al₅Si₂Nb_xB_y(S).

NbB₂ ve NbB-NbB₂-Nb₃B₄ takviyeli hibrit tozlardan elde edilen kompozit bünyelerde sırasıyla ince kanallar şeklinde uzayan bir yapı ve karışık bir düzende kümeleşmiş bir dağılımın olduğu yapı söz konusudur (Şekil 4.27(a) ve (b)). Buradan, alüminyum yoğun (koyu gri) ve silisyum yoğun (açık gri) faz bölgeleri kolay bir şekilde ayırt edilebilmektedir. Mikro yapıda en açık renkte görülen küçük parçacıklar şeklindeki yapıların takviye elemanı olarak kullanılan borür tozlarına ait fazlar olduğu düşünülmektedir. Kompozit bünyelerin SEM görüntüleri, mikro yapıdaki dağılım açısından OM görüntülerini desteklemektedir.

Çizelge 4.5’de harmanlanmış (öğütülmemiş) ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış ticari kalite NbB₂ ve laboratuvar ortamında sentezlenen NbB-

NbB₂-Nb₃B₄ pekiştiricili hibrit tozlardan preslenip-sinterlenen kompozit bünyelerin Arşimet yoğunluk ve Vickers mikro sertlik değerleri verilmiştir.

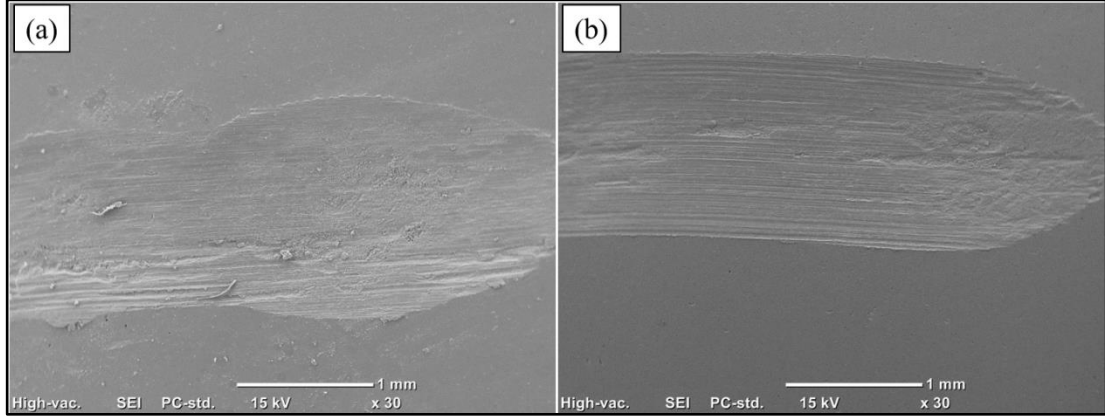
Çizelge 4.5 : Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1,4 ve 8 saat) MA'lanmış Al₅Si₂NbB₂(T) ve Al₅Si₂Nb_xB_y(S) hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin yoğunluk ve mikrosertlik değerleri.

Malzeme	MA Süresi (saat)	Göreceli Yoğunluk (%)	Mikrosertlik (HV _{0.1})
Al ₅ Si ₂ NbB ₂ (T)	0	84.4	35 ± 1.7
	1	98.1	82.53 ± 6.9
	4	98.6	97.52 ± 10.6
	8	95.8	89.21 ± 5.53
Al ₅ Si ₂ Nb _x B _y (S)	0	89.0	46.87 ± 13.4
	1	97.8	89.4 ± 7.1
	4	98.0	96.78 ± 13.02
	8	95.8	83 ± 10.3

En yüksek yoğunluk değerleri, 4 saat mekanik alaşımla sonrası elde edilen sinter yapılarda görülmüştür. Ticari ve sentezlenmiş niyobyum borür pekiştiricili bu kompozitler için hesaplanan göreceli yoğunluklar sırasıyla % 98.6 ve % 98 olarak verilmiştir. En düşük yoğunluk değerleri, öğütülmemiş harman tozlardan elde edilen sinter yapılardadır. Bu değerler, ticari ve sentezlenmiş niyobyum borür pekiştiricili sinter bünyeler için sırasıyla % 84.4 ve % 89 olarak hesaplanmıştır. Harman tozlardan sinterlenen yapılarda homojen olmayan bir dağılım sonucu tam bir yoğunlaşma gerçekleşmemesi, beklenen bir durumdur. Mekanik alaşımlama ile kompozit bileşenlerinin yapıda birbiri içinde dağılımı sonucu daha kompakt bir yapı elde edilip sinter yoğunlukları artmaktadır.

Kompozitlerin sertlik değerleri de yoğunluk değerlerine paralel davranış göstermiştir. Mekanik alaşımlama ile, kompozit yapının sertlik değerinde yaklaşık iki katı ve daha fazlası bir artış yaşanmıştır. Ticari ve sentezlenmiş niyobyum borür takviyeli harman tozlardan sinterlenen kompozitlerde sırasıyla 35±1.7 ve 46.87±13.4 HV_{0.1} olan sertlik değerleri, aynı toz karışımlarından 4 saat MA sonrasında elde edilen sinter yapılarda sırasıyla 97.52±10.6 ve 96.78±13.02 HV_{0.1} değerlerine yükselmiştir. Hibrit kompozitlerin 8 saatlik MA sonrasında elde edilen yapılarında hem yoğunluk hem de sertlik değerlerinde düşme gözlemlenmektedir. Ticari ve sentezlenmiş niyobyum borür pekiştiricili sinter kompozitlerin hem yoğunluk hem de sertlik değerleri tüm mekanik alaşımlama saatleri için birbirlerine çok yakın değerler almıştır.

Ticari NbB₂ ve laboratuvar ortamında sentezlenen NbB-NbB₂-Nb₃B₄ pekiştiricili 4 saat mekanik alaşımlanmış hibrit tozlardan preslenip-sinterlenen kompozit bünyelerine uygulanan aşınma testi sonucu toplam kayıp hacim miktarları sırasıyla 0.354 ve 0.321 mm³ olarak tespit edilmiştir. Bu kompozit bünyelerin aşınma yüzeylerine ait taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri Şekil 4.28’te verilmiştir.



Şekil 4.28 : 4 saat MA’lanmış Al5Si2NbB₂(T) ve Al5Si2Nb_xB_y(S) hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin aşınma yüzeylerine ait 30x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) Al5Si2NbB₂(T), (b) Al5Si2Nb_xB_y(S).

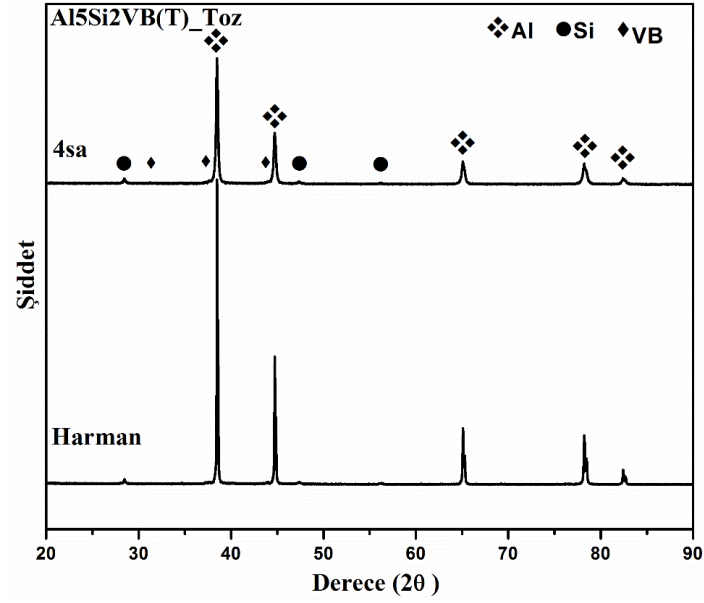
Laboratuvar ortamında sentezlenen NbB-NbB₂-Nb₃B₄ pekiştiricili sinter kompozitinin aşınma yüzeyine bakıldığında, ticari kalite NbB₂ pekiştiricili sinter kompozitinin aşınma yüzeyine kıyasla daha dar bir alanda aşınmaya uğrayıp daha az miktarda malzeme kaybına uğradığı görülmektedir. Bu durum ayrıca bu sinter kompozitler için hesaplanan toplam kayıp hacim miktarlarını doğrulamaktadır.

4.4 Ticari Kalite ve Sentezlenmiş Çeşitli Borür Takviyeli Al5Si Hibrit Toz ve Sinter Kompozitlerinin Özellikleri

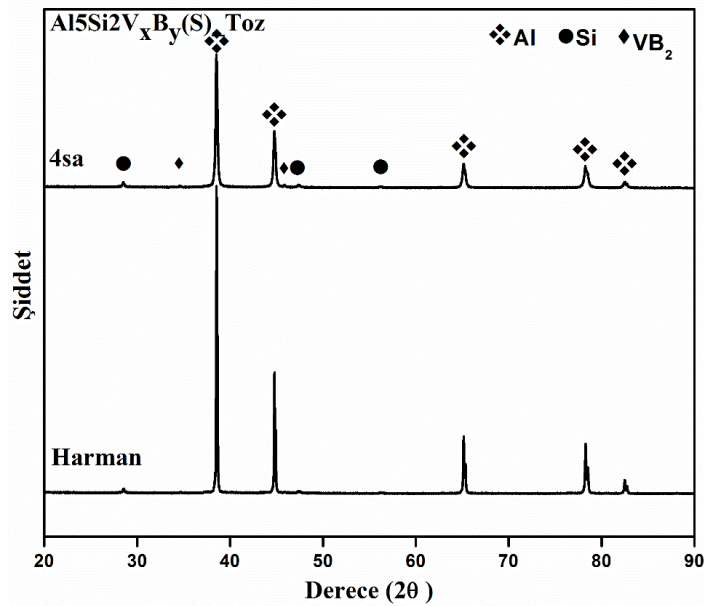
Ticari kalitede elde edilen (VB, LaB₆) ve önceki çalışmalarda belirlenen ideal şartlar altında laboratuvar ortamında sentezlenen (VB-VB₂-V₃B₄, LaB₆) vanadyum ve lantan borür tozları, Al5Si ana matriks pekiştiricileri olarak kullanılmıştır ve bunların toz ve sinter kompozitlerine ait karakterize edilen özellikler birbiri ardına bu başlık altında sunulmuştur.

Ticari kalite VB ve laboratuvar ortamında sentezlenen VB-VB₂-V₃B₄ pekiştiricili, harmanlanmış (öğütme yapılmamış) ve 4 saat mekanik alaşımlanmış hibrit tozlara ait XRD paternleri sırasıyla Şekil 4.29 ve 4.30’da verilmiştir. Bütün tozlarda sadece Al (ICDD Kart No: 04-0487), Si (ICDD Kart No: 27-1402), VB (ICDD Kart No: 30-

1416) ve VB_2 (ICDD Kart No: 38-1463) fazlarına ait difraksiyon piklerine rastlanmıştır. Şekil 4.30’da yer alan paternde, üç ayrı faz birlikteliğinde sentezlenen vanadyum borür tozlarından sadece VB_2 fazına ait difraksiyon piklerinin görülmesinin sebebi, tozların kompozit yapısında XRD tekniğiyle tespit edilmesi kolay olmayan ağırlıkça % 2 oranında kullanılmaları ve bu tozlarda baskın olarak yer alan fazın VB_2 olmasıdır.

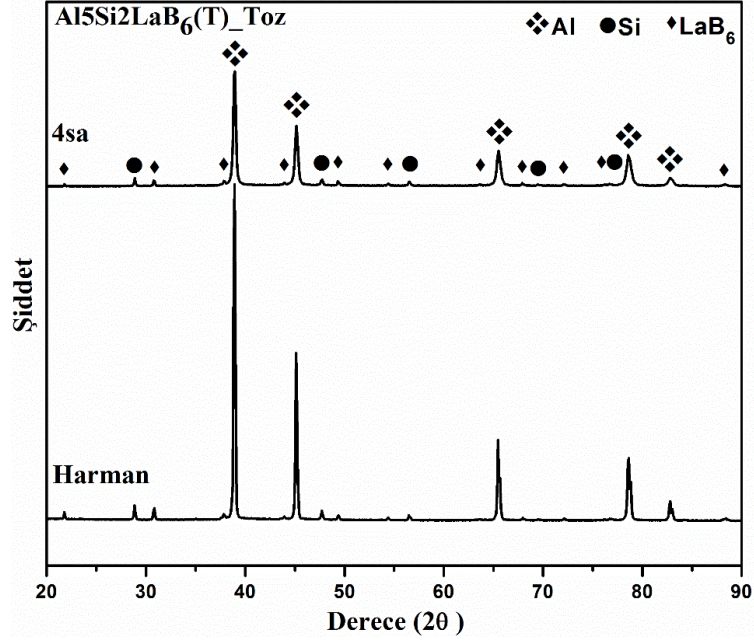


Şekil 4.29 : Harmanlanmış ve 4 saat MA’lanmış $Al_5Si_2VB(T)$ hibrit tozlarına ait XRD paternleri.

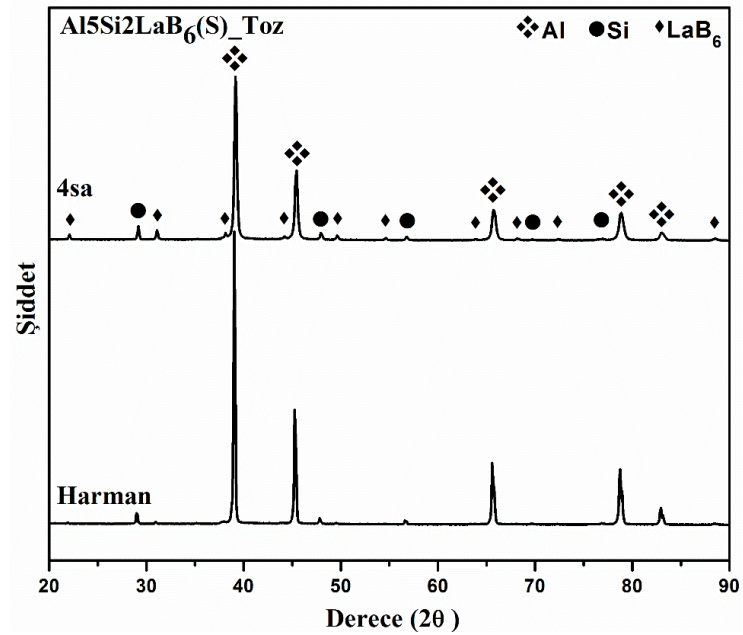


Şekil 4.30 : Harmanlanmış ve 4 saat MA’lanmış $Al_5Si_2V_xB_y(S)$ hibrit tozlarına ait XRD paternleri.

Ticari kalitede elde edilen ve laboratuvar ortamında sentezlenen lantan borür (LaB_6) pekiştiricili, harmanlanmış (öğütülmemiş) ve 4 saat mekanik alaşımlanmış toz kompozitlere ait XRD paternleri ise sırasıyla Şekil 4.31 ve 4.32’de verilmiştir. Bütün tozlarda sadece Al (ICDD Kart No: 04-0487), Si (ICDD Kart No: 27-1402) ve LaB_6 (ICDD Kart No: 34-0427) fazlarına ait difraksiyon piklerine rastlanmıştır.



Şekil 4.31 : Harmanlanmış ve 4 saat MA’lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$ hibrit tozlarına ait XRD paternleri.



Şekil 4.32 : Harmanlanmış ve 4 saat MA’lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$ hibrit tozlarına ait XRD paternleri.

Mekanik alaşımlama sonrasında takviye elemanları olarak kullanılan vanadyum ve lantan borür fazlarına ait tozlar ile ana alaşım matriksi bileşenleri arasında herhangi bir kimyasal reaksiyon ve/veya faz dönüşümü meydana gelmemiştir. Tüm toz kompozit bileşenleri yapıdaki kararlılıklarını korumuş ve borür tozlarında bozunma veya ayrışma gerçekleşmemiştir. Tozlarda, 8 saatlik mekanik alaşımlama süresi sonunda bile öğütme ortamından kaynaklanabilecek Fe, Cr, vb. kirliliklerin oluşmadığı görülmüştür. Mekanik alaşımlama ile yoğun bir plastik deformasyona maruz kalan tozlarda öğütme süresinin artması ve beraberinde yapıda meydana gelen iç gerilmeler, pik şiddetlerinde azalışa ve pik genişliklerinde artışa sebep olmuştur.

Ticari kalitede elde edilen ve laboratuvarında sentezlenen lantan borür ve vanadyum borür pekiştiricili kompozit tozlarında Al'un ölçülen kristalit boyutu ve kafes deformasyonu değerleri Çizelge 4.6'da verilmiştir.

Çizelge 4.6 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}_6(\text{T})$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$ hibrit tozlarına ait Al'un kristalit boyutu ve kafes deformasyonu değerleri.

Malzeme	MA Süresi (saat)	Kristalit Boyutu (nm)	Kafes Deformasyonu (%)
$\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}_6(\text{T})$	0	200.7	0.07
	4	59.9	0.37
$\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$	0	215.8	0.10
	4	90.6	0.26
$\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$	0	436.1	0.04
	4	109.4	0.24
$\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$	0	474.1	0.05
	4	83.6	0.26

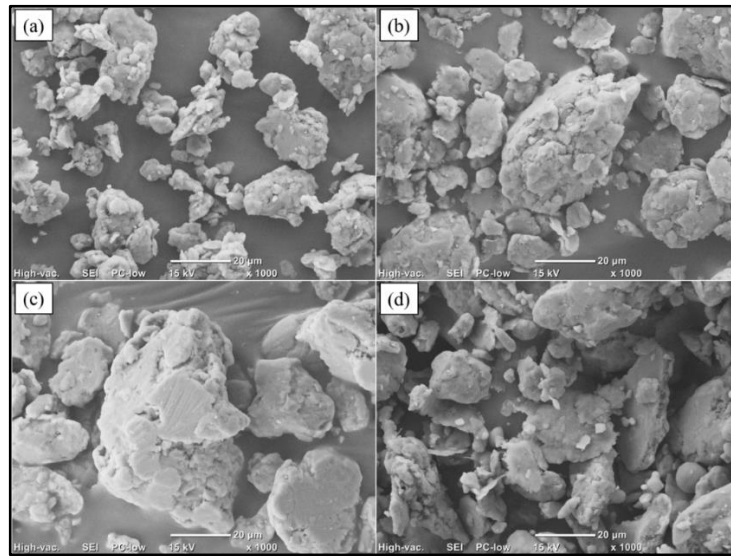
Öğütme ortamında yoğun olarak plastik deformasyona maruz kalan ve bununla birlikte yapısında soğuk işlem enerjisi biriken 4 saat MA'lanmış kompozit tozlarda Al'un kristalit boyutu, öğütülmemiş harman tozlarda hesaplanan kristalin boyutuna göre keskin bir düşüş göstermiştir. Kristalit boyutlarında meydana gelen bu düşüş kafes deformasyonu değerlerini arttırmaktadır. Ana matriks tozlarında görülen Al'un latis kristalit boyutu ile deformasyonu değerleri arasındaki ters korelasyon ilişkisinin, vanadyum borür ve lantan borür katkılı hibrit toz kompozitlerde de mevcut olduğu görülmektedir (Çizelge 4.6). Ticari kalitede elde edilen ve laboratuvar şartlarında sentezlenen lantan borür ve vanadyum borür pekiştiricili 4

saat mekanik alaşımlanmış kompozit tozlarının ölçülen ortalama partikül boyutu ve yüzey alanı değerleri Çizelge 4.7’de verilmiştir.

Çizelge 4.7 : 4 saat MA’lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}_6(\text{T})$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$ hibrit tozlarına ait ortalama partikül boyutu ve yüzey alanı değerleri.

Malzeme	MA Süresi (saat)	Ortalama Partikül Boyutu (μm)	Yüzey Alanı (m^2/g)
$\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}_6(\text{T})$	4	0.203	4.38
$\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$		0.937	7.86
$\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$		0.186	1.49
$\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$		0.174	0.86

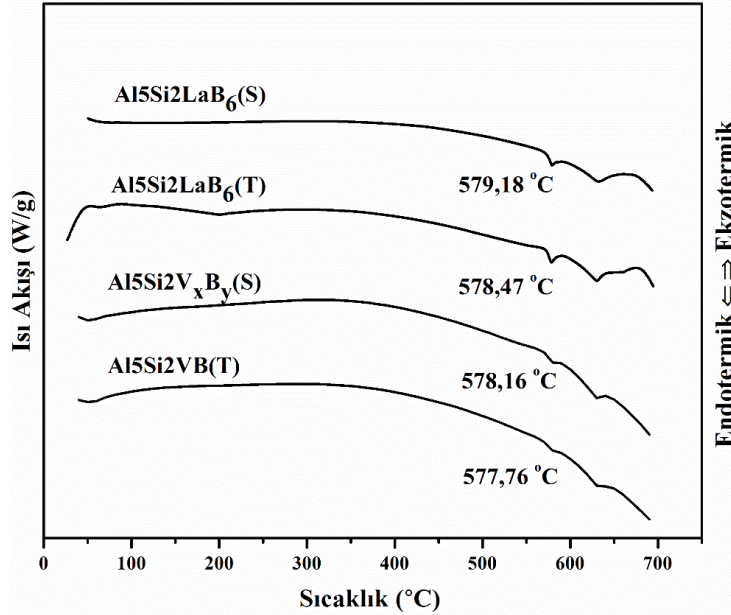
Takviye elemanı olarak kullanılan borür tozlarının çeşidi ve bu çeşitli borür tozları ile pekiştirilmiş hibrit tozlara ait ortalama partikül boyutu değerleri arasında bir ilişki kurulamamıştır. 4 saatlik öğütme sonrasında mikron altında partikül boyutlarına sahip tozlar elde edilmiştir. Mekanik alaşımlanmış ana matriks toz kompozitlerinde elde edilen ortalama partikül boyutları ile kıyaslama yapıldığında, borür katkısının partikül boyutu üzerinde farklı bir etki yarattığı söylenememektedir. Partikül boyutu ve yüzey alanı değerleri arasında mevcut olması gereken ters orantılı ilişki bu tozlarda gözlemlenmemiştir. Bunun sebebinin ise, çok ince partikül boyutuna sahip tozlarda meydana gelebilecek aglomerasyon kaynaklı bir durum olduğu düşünülebilir.



Şekil 4.33 : 4 saat MA’lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}_6(\text{T})$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$ hibrit tozlarına ait 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}_6(\text{T})$, (b) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$, (c) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$ (d) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$.

Şekil 4.33’de ticari kalitede elde edilen ve laboratuvar ortamında sentezlenen lantan borür ve vanadyum borür pekiştiricili 4 saat mekanik alaşımlanmış hibrit toz kompozitlerine ait 1000x büyütmede alınan taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri verilmektedir. Bütün tozlarda benzer morfoloji mevcuttur. Harmanlanmış başlangıç tozlarından 4 saat sürelerde mekanik alaşımla ile eş eksenli görünümde birbiri üzerine kaynaklanmış yapılar elde edilmiştir. Daha kısa öğütme sürelerinde tabakalı ve yapraksı bir yapı taşıyan sünek Al ve beraberindeki gevrek tozlar, artan öğütme süreleriyle soğuk deformasyon miktarındaki artış beraberinde tekrarlı kırılma ve soğuk kaynaklanma mekanizmaları sonucu aglomere olmuş eş eksenli yapılar oluşturmaktadır. Şekil 4. 33(a), (b), (c) ve (d)’de yer alan borür pekiştiricili hibrit tozların morfolojileri incelendiğinde, farklı borür takviyelerinin bu durum üzerinde etkisinin olmadığı anlaşılmaktadır.

Şekil 4. 34’de ticari kalitede elde edilen ve laboratuvar ortamında sentezlenen lantan borür ve vanadyum borür pekiştiricili 4 saat mekanik alaşımlanmış toz kompozitlere ait DTA eğrileri verilmiştir. Bu hibrit yapılarda ortaya çıkan termal davranış, Al₅Si ötektik altı bileşimine sahip ana matriks tozlarında ve niyobyum borür pekiştiricili hibrit tozlarda görülen termal davranışla neredeyse aynıdır.

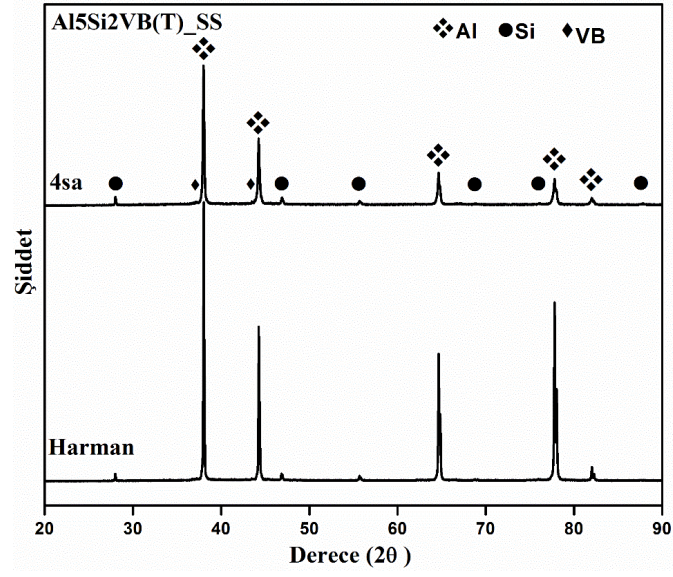


Şekil 4.34 : 4 saat MA’lanmış Al₅Si₂VB(T), Al₅Si₂V_xB_y(S), Al₅Si₂LaB₆(T) ve Al₅Si₂LaB₆(S) hibrit tozlarına ait DTA eğrileri.

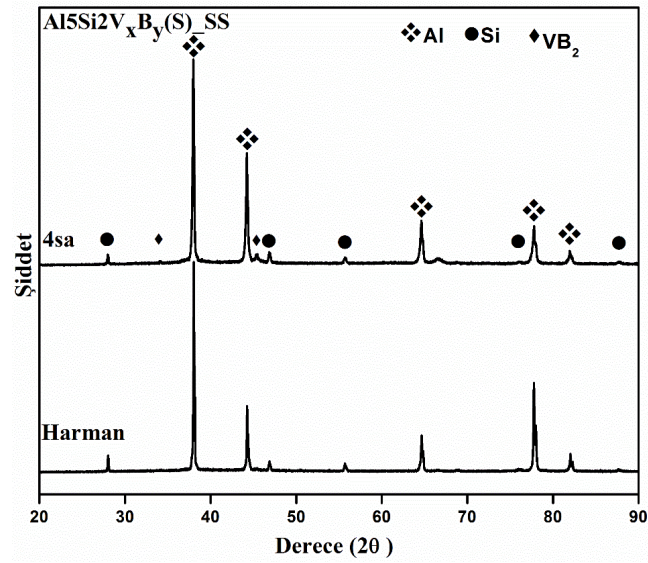
Mevcut olan çift endotermilerden ilki, 4 saat mekanik alaşımlama sonrasında Al kafesi içine giren Si’un ötektiğe çok yakın bir noktaya çektiği sıcaklık değerini

teşkil etmektedir. İkinci endotermin görüldüğü nokta ise, ilk ergimeden sonra tamamen sıvı bölgesine geçilen sıcaklıktır. Tüm bu lantan borür ve vanadyum borür pekiştiricili toz kompozitlerin termal davranışlarından yola çıkılarak, çeşitli borür tozu takviyelerinin Al-Si ikili faz diyagramındaki ısı davranış üzerinde farklı bir etki yaratmadıkları söylenebilir.

Ticari kalite VB ve laboratuvar ortamında sentezlenen VB_2 -VB- V_3B_4 pekiştiricili, harmanlanmış ve 4 saat mekanik alaşımlanmış hibrit tozlardan preslenip-sinterlenen kompozit bünyelerine ait XRD paternleri sırasıyla Şekil 4.35 ve 4.36’da verilmiştir.

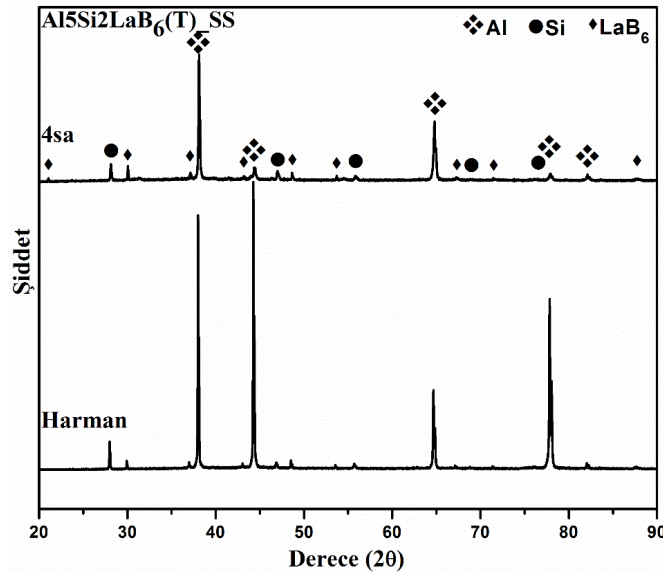


Şekil 4.35 : Harmanlanmış ve 4 saat MA’lanmış $Al_5Si_2VB(T)$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin XRD paternleri.

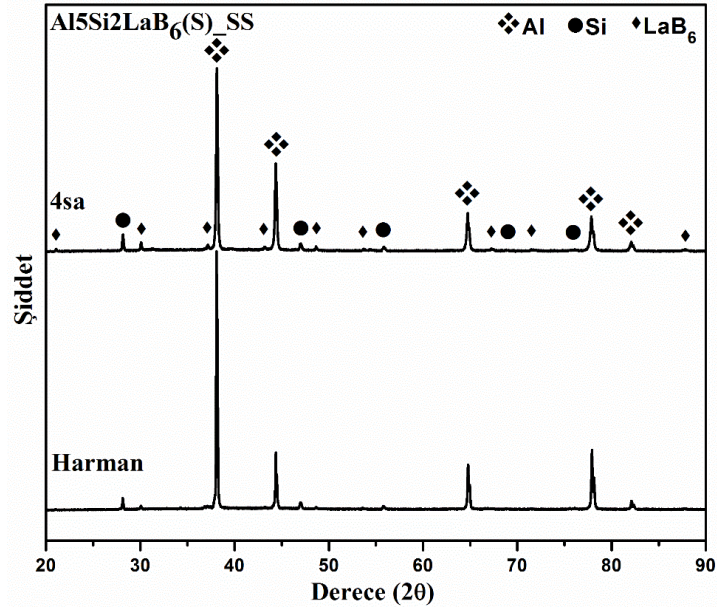


Şekil 4.36 : Harmanlanmış ve 4 saat MA’lanmış $Al_5Si_2V_xB_y(S)$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin XRD paternleri.

Elde edilen bu hibrit kompozit malzemelerin yapısında başlangıç kompozisyonunda yer alan Al (ICDD Kart No: 04-0487), Si (ICDD Kart No: 27-1402), VB (ICDD Kart No: 30-1416) ve VB₂ (ICDD Kart No: 38-1463) tozları dışında başka bir faza ait pike rastlanmamıştır. Üç ayrı faz varlığında sentezlenen vanadyum borür tozlarıyla pekiştirilmiş hibrit yapının Şekil 4.38’de verilen XRD paterni incelendiğinde, ana matriks malzemeleri olan Al ve Si dışında sadece VB₂ fazına ait piklerin görülmesinin sebebi, takviye elemanı olarak ağırlıkça % 2 oranında yapıya katılan VB₂-VB-V₃B₄ tozlarında baskın faz olarak VB₂ tozunun elde edilmesi ve diğer iki fazın miktarlarının çok düşük seviyede kaldığından X-ışınları tekniği ile tespit edilememesidir. Şekil 4.37 ve 4.38’de ise sırasıyla ticari kalitede elde edilen ve laboratuvar ortamında sentezlenen LaB₆ pekiştiricili, harmanlanmış ve 4 saat mekanik alaşımlanmış hibrit tozlardan preslenip-sinterlenen kompozit bünzelere ait XRD paternleri görülmektedir. Tüm sinter yapılarda, sadece Al (ICDD Kart No: 04-0487), Si (ICDD Kart No: 27-1402) ve LaB₆ (ICDD Kart No: 34-0427) fazlarına ait difraksiyon piklerine rastlanmıştır. Ayrıca aynı bileşime sahip toz kompozitlerde görülene kıyasla, sinter sonrası tüm bu hibrit yapıların XRD paternlerinde görülen piklerin genişlikleri azalıp şiddetleri artmıştır. Bunun sebebi mekanik alaşımlama sırasında uzun süreler plastik deformasyona maruz kalan tozların yapılarında biriken soğuk işlem enerjisi beraberinde biriken iç gerilmelerin yüksek sıcaklıklarda sinterleme sırasında uzaklaştırılmasıdır.



Şekil 4.37 : Harmanlanmış ve 4 saat MA’lanmış Al₅Si₂LaB₆(T) hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin XRD paternleri.

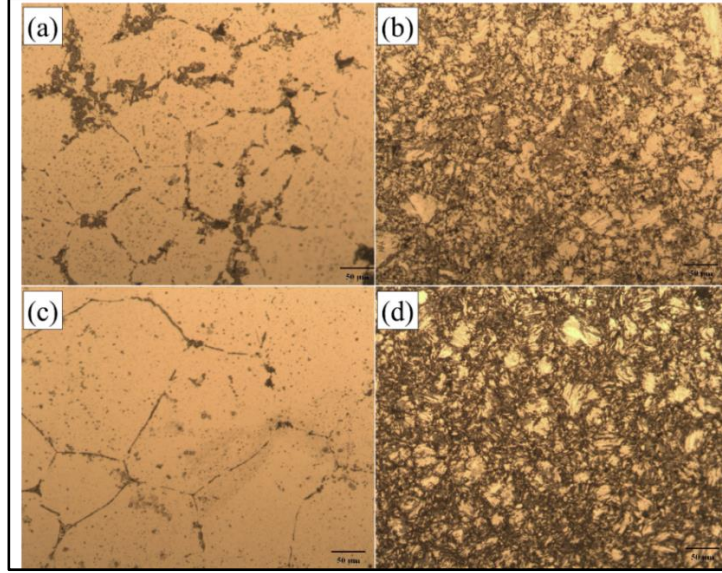


Şekil 4.38 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin XRD paternleri.

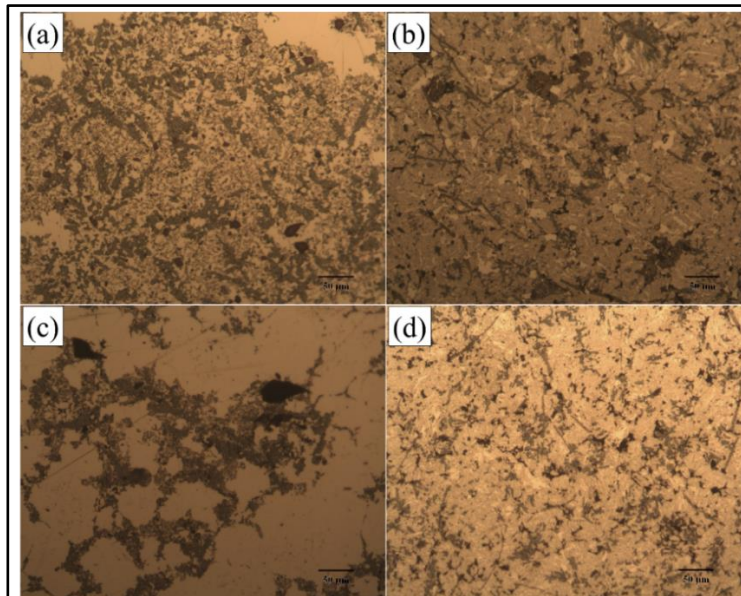
Bahsedilen bütün paternlerde tespit edilen fazlar düşünüldüğünde, yüksek sıcaklık ısıtılma işlemi olan sinterleme sırasında kompozit bileşenleri arasında herhangi bir kimyasal reaksiyon ve/veya faz dönüşümü meydana gelmediği anlaşılmaktadır (Şekil 4.35, 4.36, 4.37 ve 4.38). Yapıda takviye elemanı olarak kullanılan ticari kalitede ve laboratuvar sentezi ile elde edilen vanadyum borür ve lantan borür tozları, kimyasal kararlılığını sürdürüp farklı bir bozunma ya da ayrışmaya uğramamıştır.

Şekil 4.39'da ticari kalite VB ve laboratuvar ortamında sentezlenen VB_2 -VB- V_3B_4 pekiştiricili, harmanlanmış ve 4 saat mekanik alaşımlanmış hibrit tozlardan preslenip-sinterlenen kompozit bünyelerine ait 200x büyütmede alınan optik mikroskop (OM) görüntüleri verilmiştir. Öğütülmemiş harman tozlardan elde edilen sinter mikroyapı incelendiğinde, Al zengini açık renk faz bölgeleri ve daha çok tane sınırlarında yoğunlaşmış homojen bir dağılım göstermeyen koyu renk Si zengini faz bölgeleri görülmektedir (Şekil 4.39(a) ve (c)). 4 saat mekanik alaşımlanmış vanadyum borür takviyeli hibrit tozlardan preslenip-sinterlenen kompozit yapısında ise Al ve Si faz bölgelerinin birbiri içerisinde ağısı yapıda görülen homojen dağılımı söz konusudur (Şekil 4.39(b) ve (d)). Ağırlıkça % 2 oranında kullanılan vanadyum borür fazlarının bu OM görüntülerinden ayırmak mümkün değildir. Ticari ve sentezlenmiş vanadyum borür takviyeli hibrit kompozitlerin mikroyapısında belirgin farklar görülmemektedir. Şekil 4.40'da ise ticari kalitede elde edilen ve laboratuvar ortamında sentezlenen LaB_6 pekiştiricili, harmanlanmış ve 4 saat mekanik

alaşımlanmış hibrit tozlardan preslenip sinterlenen kompozit bünyelerde ait 200x büyütmede alınan optik mikroskop (OM) görüntüleri verilmiştir. Bu hibrit kompozitlerde, vanadyum borür pekiştiricili sinter bünyelerde görülene benzer bir mikro yapı mevcuttur.



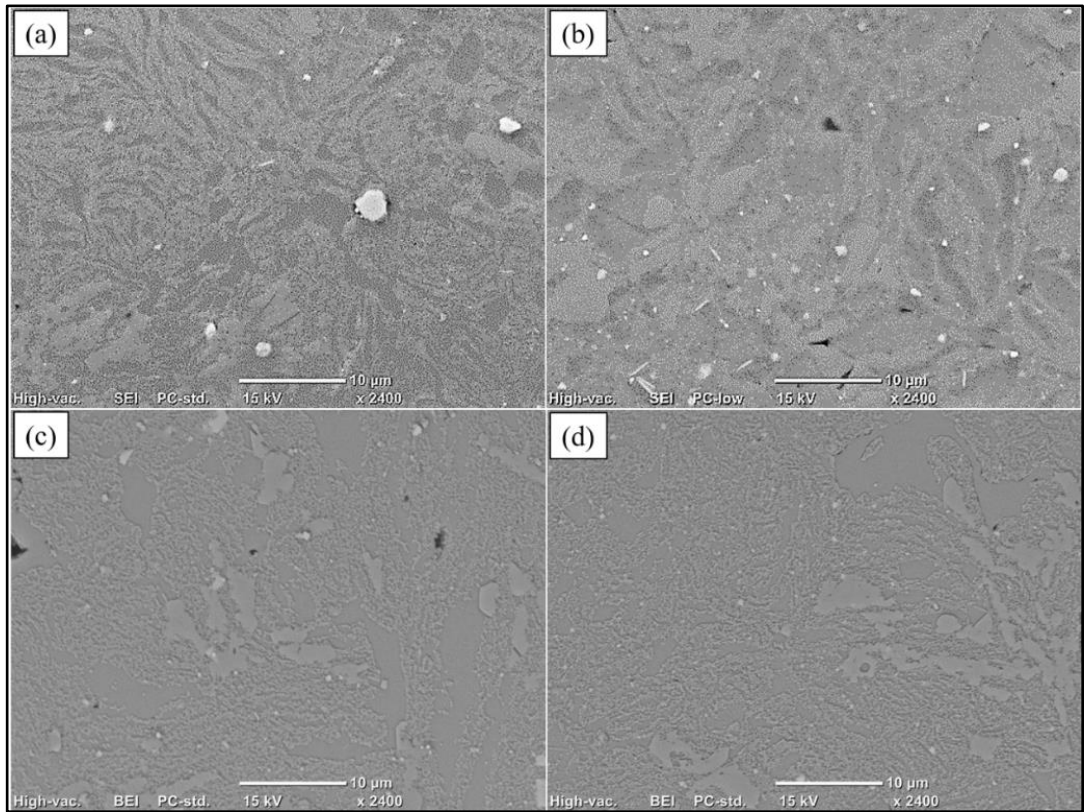
Şekil 4.39 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $Al_5Si_2VB(T)$ ve $Al_5Si_2V_xB_y(S)$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlere ait 200x büyütmedeki OM görüntüleri (a) $Al_5Si_2VB(T)$ Harman, (b) $Al_5Si_2VB(T)$ 4sa MA, (c) $Al_5Si_2V_xB_y(S)$ Harman, (d) $Al_5Si_2V_xB_y(S)$ 4sa MA.



Şekil 4.40 : Harmanlanmış ve 4 saat MA'lanmış $Al_5Si_2LaB_6(T)$ ve $Al_5Si_2LaB_6(S)$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlere ait 200x büyütmedeki OM görüntüleri (a) $Al_5Si_2LaB_6(T)$ Harman, (b) $Al_5Si_2LaB_6(T)$ 4sa MA, (c) $Al_5Si_2LaB_6(S)$ Harman, (d) $Al_5Si_2LaB_6(S)$ 4sa MA.

Farklı olan tek nokta, 4 saat mekanik alaşımlanmış lantan borür pekiştiricili sinter yapılara (Şekil 4.40(b) ve (d)) kıyasla, vanadyum pekiştiricili hibrit kompozit mikro yapısında daha yoğun bir silisyum dağılımı görülmektedir.

4 saat mekanik alaşımlanmış, ticari kalite VB ve LaB_6 ile laboratuvar ortamında sentezlenen $\text{VB}_2\text{-VB-V}_3\text{B}_4$ ve LaB_6 pekiştiricili hibrit tozlardan preslenip-sinterlenen kompozit bünzelere ait 2400x büyütmede alınan taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri Şekil 4.41’de verilmiştir. 4 saat mekanik alaşımlanmış bu sinter yapılarda bileşenlerin oldukça homojen dağılımı söz konusudur. Yapıda, Al (koyu gri) ve Si (açık gri) zengini faz bölgeleri ile kompozit bileşiminde ağırlıkça % 2 oranında yer alan vanadyum borür ve lantan borür fazlarına ait partiküller açık bir şekilde görülmektedir. En açık gri renkte görülen takviye partikülleri, yapının tamamında homojen bir şekilde dağılmıştır. Lantan borür fazlarını ayırt etmek çok kolay değildir. Vanadyum borür fazları ise, parlayan bir şekilde kendini göstermektedir.



Şekil 4.41 : 4 saat MA’lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}(\text{T})$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlere ait 2400x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB}(\text{T})$, (b) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$, (c) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$, (d) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$.

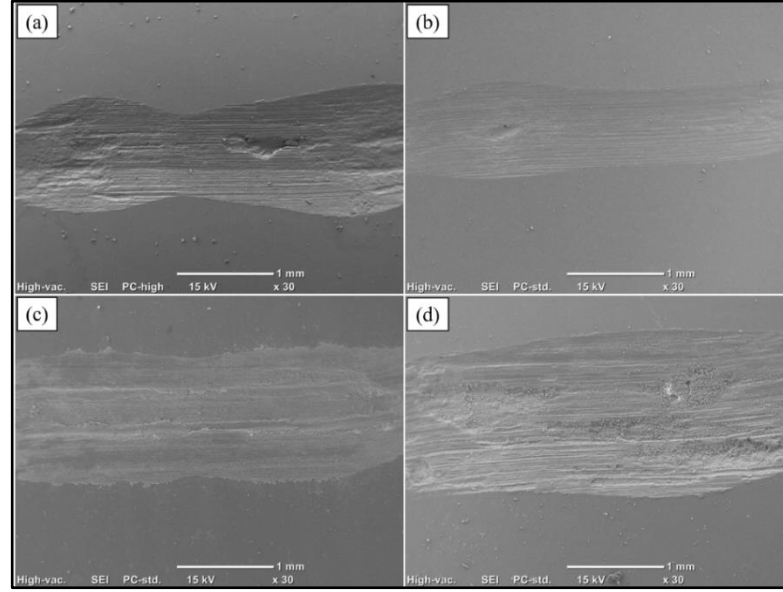
Bu kompozit yapıların SEM görüntüleri, mikro yapıdaki dağılım açısından OM görüntülerini desteklemektedir. Yalnızca, lantan borür takviyeli hibrit yapılara kıyasla, vanadyum borür takviyeli hibrit yapılarda silisyumun daha yoğun bir şekilde dağılımı söz konusudur.

Harmanlanmış (öğütülmemiş) ve 4 saat mekanik alaşımlanmış ticari kalite VB ve LaB₆ ile laboratuvar ortamında sentezlenen VB₂-VB-V₃B₄ ve LaB₆ pekiştiricili hibrit tozlardan preslenip-sinterlenen kompozit bünyelerin Arşimet yoğunluk ve Vickers mikrosertlik değerleri Çizelge 4.8’de verilmiştir. Mekanik alaşımlama kompozit yoğunluklarında artış sağlamıştır. 4 saat mekanik alaşımlanmış sinter yapıların göreceli yoğunluk değerleri, öğütülmemiş harman tozlardan elde edilen sinter yapılarda görülen değerlerden daha fazladır. Kompozit malzemeler içerisinde en yüksek göreceli yoğunluk değeri, % 99.4 ile ticari kalite VB pekiştiricili 4 saat mekanik alaşımlanmış hibrit yapıda elde edilmiştir. Hibrit kompozitlerin sertlik değerleri de yoğunluk değerlerine paralel davranış göstermiştir. Mekanik alaşımlama, çeşitli borür takviyesi içeren bu yapıların sertlik değerlerinde ciddi seviyede artışa yol açmıştır. Ticari kalite ve sentezlenmiş vanadyum borür pekiştiricili, öğütülmemiş harman tozlardan elde edilen sinter yapılarda sırasıyla 39.3±4.86 ve 43.3±3.98 HV_{0.1} olan mikrosertlik değerleri, 4 saat mekanik alaşımlanan sinter yapılarda sırasıyla 135.1±13.9 ve 139.1±12.98 HV_{0.1} değerlerine yükselmiştir. Benzer şekilde ticari kalite ve sentezlenmiş LaB₆ pekiştiricili öğütülmemiş harman tozlardan elde edilen sinter yapılarda sırasıyla 56.6±16.5 ve 40.3±7.68 HV_{0.1} olan mikrosertlik değerleri, 4 saat mekanik alaşımlanan sinter yapılarda sırasıyla 106.5±4 ve 114.8±9.95 HV_{0.1} değerlerine yükselmiştir.

Çizelge 4.8 : Harmanlanmış ve 4 saat MA’lanmış Al₅Si₂VB(T), Al₅Si₂V_xB_y(S), Al₅Si₂LaB₆(T) ve Al₅Si₂LaB₆(S) hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin yoğunluk ve mikrosertlik değerleri.

Malzeme	MA Süresi (saat)	Göreceli Yoğunluk (%)	Mikrosertlik (HV _{0.1})
Al ₅ Si ₂ VB(T)	0	94.4	39.3 ± 4.86
	4	99.4	135.1 ± 13.9
Al ₅ Si ₂ V _x B _y (S)	0	94.1	43.3 ± 3.98
	4	98.7	139.1 ± 12.98
Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (T)	0	97.6	56.6 ± 16.5
	4	96.9	106.5 ± 4
Al ₅ Si ₂ LaB ₆ (S)	0	93.6	40.3 ± 7.68
	4	96.7	114.8 ± 9.95

Kompozit malzemeler içerisinde en yüksek mikrosertlik değeri, $139.1 \pm 12.98 \text{ HV}_{0.1}$ ile sentezlenmiş $\text{VB}_2\text{-VB-V}_3\text{B}_4$ pekiştiricili 4 saat mekanik alaşımlanmış hibrit yapıda görülmüştür. Bahsi geçen vanadyum borür ve lantan borür pekiştiricili tüm kompozit bünyelerin aşınma yüzeylerine ait taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri Şekil 4.42’de verilmiştir. Aynı sinter yapıların hesaplanan toplam kayıp hacim miktarları ise Çizelge 4.9’da verilmiştir.



Şekil 4.42 : 4 saat MA’lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB(T)}$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin aşınma yüzeylerine ait 30x büyütmedeki SEM görüntüleri (a) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB(T)}$, (b) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$, (c) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$, (d) $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$.

Ticari kalite VB ve sentezlenmiş $\text{VB}_2\text{-VB-V}_3\text{B}_4$ pekiştiricili sinter yapıların aşınma yüzeylerine (Şekil 4.42 (a) ve (b)) bakıldığında, bu kompozitlerin ticari ve laboratuvar ortamında sentezlenen LaB_6 pekiştiricili sinter kompozitlerin aşınma yüzeylerine (Şekil 4.42(c) ve (d)) kıyasla daha dar bir alanda aşınmaya uğrayıp daha az miktarda malzeme kaybına uğradıkları görülmektedir.

Çizelge 4.9 : 4 saat MA’lanmış $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB(T)}$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$, $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$ ve $\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$ hibrit tozlarından preslenip-sinterlenmiş kompozitlerin aşınma sonrası kaybolan toplam hacim değerleri.

Malzeme	MA Süresi (saat)	Kayıp Hacim Miktarı (mm^3)
$\text{Al}_5\text{Si}_2\text{VB(T)}$	4	0.207
$\text{Al}_5\text{Si}_2\text{V}_x\text{B}_y(\text{S})$		0.072
$\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{T})$		0.441
$\text{Al}_5\text{Si}_2\text{LaB}_6(\text{S})$		0.651

Bu durum ayrıca sinter kompozitler için Çizelge 4.9’da verilen toplam kayıp hacim miktarları ile doğrulanmaktadır. Hibrit kompozitler arasında belirgin farkla, en az toplam aşınma kaybına uğrayan (0.072 mm^3) ve oldukça dar bir aşınma yüzeyine sahip sentezlenmiş vanadyum borür katkılı 4 saat mekanik alaşımlanmış sinter bünye dikkat çekmektedir. Takviye elamanı olarak kullanılan sentezlenmiş $\text{VB}_2\text{-VB-V}_3\text{B}_4$ ile yakalanan kompozit özelliklerindeki bu iyileşme diğer sinter kompozitler arasında da en yüksek değerde olan $139 \text{ HV}_{0.1}$ mikrosertlik değeri ile de doğrulanmaktadır.

5. GENEL SONUÇLAR

- Toz metalurjisi üretim yöntemlerinden biri olan yüksek enerjili öğütme ortamında yapılan mekanik alaşımlama işlemi ve takibinde soğuk şekillendirme ve basınçsız sinterleme teknikleri ile, ötektik altı bileşime sahip Al-Si esaslı kompozitler ve çeşitli borür tozlarıyla pekiştirilmiş Al-Si esaslı hibrit kompozitler başarıyla üretilmiştir. Üretim sırasında ana matriks malzemeleri olarak ticari kalitede Al ve Si tozları, ana matriks takviye elemanları olarak da ticari kalitede NbB₂, VB ve LaB₆ ve laboratuvar ortamında sentezlenen NbB-NbB₂-Nb₃B₄, VB-VB₂-V₃B₄ ve LaB₆ tozları kullanılmıştır.
- Ötektik altı bileşime sahip Al-Si ana alaşım matriksi yapısına seramik pekiştiriciler olarak ilave edilen saf ve nanometrik mertebedeki borür tozları (NbB-NbB₂-Nb₃B₄, VB-VB₂-V₃B₄ ve LaB₆), İTÜ Partikül Malzemeler Laboratuvarları'nda mekanokimyasal sentezleme ve takibi liç prosesi ile önceki çalışmalarda optimize edilen şartlar altında oksit esaslı ham maddelerden başarılı bir şekilde yeniden üretilmiştir.
- Çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış toz kompozitlere yapılan X-ışını analizleri sonrasında, ana alaşım matriksi bileşenleri ve bunlara takviye elemanı olarak ilave edilen çeşitli borür tozları arasında herhangi bir kimyasal reaksiyon ve/veya faz dönüşümü meydana gelmediği tespit edilmiştir. Tüm kompozit bileşenleri yapıdaki kararlılıklarını korumuş ve borür tozlarında bozunma veya ayrışma gerçekleşmemiştir. Tozlarda, 8 saatlik mekanik alaşımlama süresi sonunda bile öğütme ortamından kaynaklanabilecek Fe, Cr, vb. kirliliklerin oluşmadığı görülmüştür. Mekanik alaşımlama ile yoğun bir plastik deformasyona maruz kalan tozlarda öğütme süresinin artması ve beraberinde yapıda meydana gelen iç gerilmeler, pik şiddetlerinde azalışa ve pik genişliklerinde artışa sebep olmuştur.
- Harmanlanmış (öğütülmemiş) toz karışımlarının mekanik alaşımlanması ile kristalit boyutlarında keskin bir düşüş meydana gelmiş ve bu durumla ters

orantılı olarak kafes deformasyonları artış göstermiştir. Artan öğütme süreleri ile kristalit boyutlarında yaşanan düşüş, kafes deformasyonlarında artışa neden olmuştur.

- Mikron mertebesinde partikül boyutuna sahip harmanlanmış (öğütülmemiş) başlangıç tozlarının (Al ve Si) öğütülmesi sonucunda mikron altı boyutlara inilmiş ve beraberinde öğütme süresinin artması ile ortalama partikül boyutlarında devam eden düşüş gözlemlenmiştir. Hacimsel partikül boyutu dağılım grafiklerinin, artan mekanik alaşımlama süresiyle sola doğru kayması ortalama partikül boyutunun düştüğünün göstergesidir. Borür takviyelerinin MA ile partikül boyutunu düşürücü bir etki yarattığı söylenememektedir. Ayrıca, borür çeşidine bağlı olarak MA sonrası partikül boyutları arasında bir ilişki de kurulamamıştır.
- Literatürdeki partikül boyutu ve yüzey alanı ilişkisi göz önünde bulundurulduğunda, öğütme süresi arttıkça partikül boyutu küçüleceğinden yüzey alanında artış görülmelidir. Fakat, çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanan tozlarda bu şekilde bir eğilim görülmemiştir. Bu durumun, toz partikülleri arasında meydana gelebilecek aglomerasyon (topaklanma) kaynaklı olduğu düşünülmektedir.
- Mekanik alaşımlamanın toz parçacıklarının şekillerini ve boyutlarını değiştirdiği gözlemlenmiştir. Mekanik alaşımlamanın başlangıcında plastik deformasyon sonucunda sünek Al partikülleri yapraksı ve tabakalı formda görülmektedir. MA süresinin artmasıyla yüksek enerjili öğütme ortamında deformasyon sertleşmesine uğramış partiküller kırılarak daha küçük parçalara ayrılmaktadırlar. Mekanik alaşımlamanın ileri safhalarında ise soğuk kaynaklanma mekanizması kırılmaya kıyasla daha baskın hale gelmiştir ve daha sonraki öğütme sürelerinde soğuk kaynaklanma ile birbiri içine geçen partiküllerin mevcut olduğu aglomere bir yapıya neden olmuştur. Borür pekiştirici tozlarının kompozit morfolojileri üzerinde farklı bir etki yaratmadığı görülmüştür.
- Mekanik alaşımlamayla birlikte alüminyum kristal kafesi içerisine giren silisyum ötektik altı α_{Al} katı çözeltilisini oluşturarak Al'un ergime noktasını düşürmüştür. Artan öğütme sürelerinde endotermik pik sıcaklıklarında meydana gelen değişim, Al kafesi içerisinde çözünen Si miktarının artışı

ifade etmektedir. DTA eğrilerinde görülen sıcaklıklardan yola çıkılarak, katı hal sinterleme sıcaklığına karar verilmiştir. Al-Si ikili faz diyagramının ötektik sıcaklığı olan 577°C 'ye çok yakın değerler alan en düşük endotermiler sonucunda, katı hal sinterlemesi için sıcaklık değeri 570°C olarak belirlenmiştir. Ayrıca, borür pekiştiricilerinin Al-Si ikili denge diyagramı üzerinde herhangi bir etki yaratmadığı görülmüştür.

- Yüksek sıcaklık ısıtılma işlemi olan sinterleme sonrasında kompozit bileşenleri arasında herhangi bir kimyasal reaksiyon ve/veya faz dönüşümü meydana gelmemiştir. Al ve Si yapı içerisindeki kararlılıklarını korumuşlardır. Ayrıca, borür fazları herhangi bir bozunma veya ayrışmaya uğramamıştır. Bu sinter yapıların XRD paternlerine bakıldığında, mekanik alaşımlanmış toz kompozitlere kıyasla pik şiddetlerinde artış ve pik genişliklerinde azalma gözlemlenmiştir. Bu durumun sebebi, yoğun plastik deformasyon süreçlerinin etkin olduğu mekanik alaşımlama sonrasında tozların bünyelerinde depolanan soğuk işlem enerjisi (cold work) ve buna bağlı olarak meydana gelen kafes deformasyonunun önemli bir kısmının yüksek sıcaklık ısıtılma işlemi olan sinterleme ile ortadan kalkmış olmasıdır.
- Öğütülmemiş harman tozlardan preslenip-sinterlenen kompozit bünyelerin SEM görüntülerine bakıldığında yapıda büyük poroziteler göze çarpmaktadır ve mevcut ikincil faz bölgelerinin yapıda homojen bir dağılım göstermeyip tane sınırlarında yoğunlaştığı görülmektedir. Mekanik alaşımlanmış tozlardan elde edilen sinter kompozit mikroyapısı incelendiğinde ise, ikincil faz bölgelerinin tane içlerinde de dağılımıyla homojen bir yapının oluşmaya başladığı görülmüştür. Artan mekanik alaşımlama sürelerinde ise oldukça ince ve homojen dağılıma sahip bir mikroyapı mevcuttur. Buradan anlaşılan mekanik alaşımlama sinter kompozit bünyesinde homojen bir mikroyapı dağılımına yol açmıştır.
- Mekanik alaşımlama, sinter yapıların yoğunluk değerlerinde artış sağlamıştır. Mekanik alaşımlanmış tozlardan preslenip-sinterlenen kompozitlerin göreceli yoğunluklarında % 95 ve üzerinde değerlere ulaşılmıştır. Ticari kalite VB pekiştiricili 4 saat mekanik alaşımlanmış hibrit tozlardan elde edilen sinter yapı, % 99,4 ile en yüksek göreceli yoğunluk değerine sahiptir. Mekanik alaşımlama süreleri ve yoğunluk değerleri arasında herhangi bir bağlantı kurulamamıştır. Pekiştirici borür tozlarının küçük de olsa, yoğunluk değerleri

üzerinde artışa neden olduğu söyenebilir. Fakat, borür pekiştiricilerin kendi aralarında yoğunluk değerlerine olan etkilerini karşılaştırmak çok mümkün olmamıştır.

- Mekanik alaşımlama ile kompozit yapıların sertlik değerinde % 100 ve üzerinde bir artış yaşanmıştır. Artan öğütme sürelerine bağı olarak meydana gelen deformasyon sertleşmesi sonucunda sinter kompozitlerin sertlik değerlerinde artış görülmesi beklenmektedir. Fakat, öğütme süreleri ve sertlik değerleri arasında herhangi bir ilişki kurulamamıştır. Ayrıca, yoğunluk ve mikrosertlik değerleri arasında da öğütme süresine bağı bir ilişki tespit edilememiştir. Yapıda takviye elamanı olarak kullanılan borür tozları, sinter bünyelerin sertlik değerlerinde ciddi seviyelerde artış sağlamıştır. En iyi sertlik değeri, yaklaşık $139.1 \pm 12.98 \text{ HV}_{0.1}$ ile sentezlenmiş vanadyum borür pekiştiricili 4 saat mekanik alaşımlanmış hibrit tozlardan elde edilen sinter kompozitte mevcuttur.
- Kompozit yapılarda aşınan yüzeyler ve toplam kaybolan hacim değerleri incelendiğinde ise, mekanik alaşımlanmış tozlardan elde edilen sinter yapıların, harman tozlardan sinterlenen yapılara kıyasla daha az aşınmaya uğradığı görülmüştür. Borür pekiştiricileri de kompozit bünyelerin aşınma direçlerinde artış sağlamıştır. Sertlik değeriyle paralel olarak, en dar alanda aşınmaya uğrayan bu malzeme en iyi aşınma direncini göstermiştir. Tüm sinter yapılar arasında, 0.072 mm^3 'lük toplam koybolan hacim miktarı ile büyük bir farkla en az aşınmaya uğrayan malzeme olmuştur.
- Sonuç olarak, en iyi malzeme özelliklerine, ticari ve laboratuvar ortamında sentezlenmiş vanadyum borür pekiştirirci hibrit yapılarda ulaşılmıştır.
- Burada yapılan çalışmadaki parametreler kullanılarak Al5Si matriks sistemine başka borür pekiştiricileri eklenerek yeni kompozit malzemeler üretilebilir. Bu sadece Al5Si sistemi değil diğer AlSi sistemleri için de uygulanabilir. Mekanik alaşımlanmış tozlar belli oranlarda döküm sistemleri içine ilave edilerek malzeme özellikleri üzerindeki etkileri incelenebilir. Buradan elde edilecek sonuçlar endüstriyel çapta da uygulanabilir. Mevcut mekanik alaşımlama sistemlerinde çok az miktarlarda tozlar öğütülebildiğinden çok daha fazla tozu kısa sürede öğütebilecek sistemlerde yapılacak denemelerle yeni şartlar geliştirilebilir.

KAYNAKLAR

- Abdizadeh, H., Baharvandi, H. R., & Moghaddam, K. S.** (2008). Comparing the effect of processing temperature on microstructure and mechanical behaviour of (ZrSiO₄ or TiB₂)/aluminum composites, *Material Science and Engineering A*, 498, 53-58.
- Ağaoğulları, D.** (2014). *Synthesis, development and characterization of some rare-earth metal hexaboride powders and their sintered products* (Doktora tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Ağaoğulları, D., Duman, İ., & Öveçoğlu, M. L.** (2012). Synthesis of LaB₆ powders from La₂O₃, B₂O₃ and Mg blends via a mechanochemical route, *Ceramics International*, 38, 6203-6214.
- Askeland, D. R.** (1996). *The Science and Engineering of Materials*. Dordrecht, Holland: Chapman & Hall.
- Balci, Ö.** (2015). *Fabrication of vanadium and niobium borides via milling-assisted solid state synthesis methods and sintering techniques* (Doktora tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Balci, Ö., Ağaoğulları, D., Gökçe, H., Duman, İ., & Öveçoğlu, M. L.** (2014). Influence of TiB₂ particle size on the microstructure and properties of Al matrix composites prepared via mechanical alloying and pressureless sintering, *Journal of Alloys and Compounds*, 586, S78-S84.
- Balci, Ö., Ağaoğulları, D., Öveçoğlu, M. L., & Duman, İ.** (2016). Synthesis of niobium borides by powder metallurgy methods using Nb₂O₅, B₂O₃ and Mg blends, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 26, 747-758.
- Bermudez, M. D., Carrion, F. J., Iglesias, P., Martinez-Nicolas, G., Herrera, E. J., & Rodriguez, J. A.** (2005). Influence of milling conditions on the wear resistance of mechanically alloyed aluminum, *Wear*, 258, 906-914.
- Björk, R., Tikare, V., Frandsen, H. L., & Pryds, N.** (2013). The effect of particle size distributions on the microstructural evolution during sintering, *Journal of the American Society*, 96(1), 103-110.
- Cardarelli, F.** (2008). *Materials Handbook*. London: Springer.
- Chawla, K. K.** (2013). *Composite Materials: Science and Engineering*. New York: Springer.
- Chawla, N. & Chawla, K. K.** (2006). *Metal Matrix Composites*. New York: Springer.

- Clyne, T. W. & Withers, P. J.** (1993). *An Introduction to Metal Matrix Composites*. Cambridge, UK: Cambridge University Press.
- Corrochano, J., Lieblich, M., & Ibanez, J.** (2011). The effect of ball milling on the microstructure of powder metallurgy aluminium matrix composites reinforced with MoS₂ intermetallic particles, *Composites: Part A*, 42, 1093-1099.
- Cui, X., Wu, Y., & Liu, X.** (2015). Microstructural Characterization and Mechanical Properties of VB₂/A390 Composite Alloy, *Journal of Science & Technology*, 31, 1027-1033.
- Davis, J. R.** (1999). *Corrosion of Aluminum and Aluminum Alloys*. OH, USA: ASM International.
- Dawim, J. P.** (2012). *Machining of Metal Matrix Composites*. London, UK: Springer.
- Dubois, I. E., Holgersson, S., Allard, S., & Malmström, M. E.** (2010). Correlation between particle size and surface area for chlorite and K-feldspar. In P., Birkle, I. S., Torres-Alvarado. (Eds.), *Water-Rock Interaction WRI-13. Proceedings of the 13 TH International Conference on Water-Rock Interaction WRI-13*, (pp.717-720). Mexico: Guanajuato, August 16-20.
- Dubois, I. E., Holgersson, S., Allard, S., & Malmström, M. E.** (2011). Dependency of BET surface area on particle size for some granitic minerals, *Proc. Radiochimica Acta*, 1, 75-82.
- El-Eskandarany, M. S.** (2015). *Mechanical Alloying: Nanotechnology, Materials Science and Powder Metallurgy* (2nd ed.). Oxford, UK: Elsevier.
- Fang, Z. Z.** (2010). *Sintering of advanced materials: Fundamentals and processing*. Cambridge, UK: Woodhead Publishing Limited.
- Fogagnolo, J. B., Ruiz-Navas, E. M., Robert, M. H., & Torralba, J. M.** (2003). The effects of the mechanical alloying on the compressibility of aluminum matrix composite powder, *Material Science and Engineering A*, 355, 50-55.
- Fogagnolo, J. B., Velasco, F., Robert, M. H., & Torralba, J. M.** (2003). Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders, *Materials Science and Engineering, A342*, 131-143.
- Fogagnolo, J. B., Robert, M. H., & Torralba, J. M.** (2006). Mechanically alloyed AlN particle-reinforced Al-6061 matrix composites: Powder processing, consolidation and mechanical strength and hardness of the as-extruded materials, *Material Science and Engineering A*, 426, 85-94.
- German, R. M.** (2014). *Sintering from Empirical Observations to Scientific Principles*. MA, USA: Butterworth-Heinemann.
- Gökçe, A. ve Findık, F.** (2008). Mechanical and physical properties of sintered aluminum powders, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 30(2), 157-164.

- Ibrahim, I. A., Mohamed, F. A., & Lavernia, E. J.** (1991). Particulate reinforced metal matrix composites – a review, *Journal of Materials Science*, 26, 1137-1156.
- Kaczmar, J. W., Pietrzak, K., & Wlosinski, W.** (2000). The production and application of metal matrix composite materials, *Journal of Materials Processing Technology*, 106, 58-67.
- Kaftelen, H., Öveçoğlu, M. L., Henein, H., & Çimenoglu, H.** (2010). ZrC particle reinforced Al-4 wt.% Cu alloy composites fabricated by mechanical alloying and vacuum hot pressing: Microstructural evaluation and mechanical properties, *Material Science and Engineering A*, 527, 5930-5938.
- Kainer, K. U.** (2006). *Metal Matrix Composites: Custom-made Materials for Automotive and Aerospace Engineering*. Weinheim, Germany: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Kang, S-J. L.** (2005). *Sintering: Densification, Grain Growth & Microstructure*. Oxford, UK: Elsevier Butterworth-Heinemann.
- Kaw, A. K.** (2006). *Mechanics of Composite Materials*. Boca Raton, FL: Taylor & Francis.
- Li, P., Tian, W., Wang, D., & Liu, X.** (2012). Grain refining potency of LaB₆ on aluminum alloy, *Journal of Rare Earths*, 30, 1172-1176.
- Lihong, B., Wurentuya, Wei, W., & Tegus, O.** (2014). A new route for the synthesis of submicron-sized LaB₆, *Materials Characterization*, 97, 69-73.
- Liu, Y. B., Lim, S. C., Lu, L., & Lai, M. O.** (1994). Recent development in the fabrication of metal matrix-particulate composites using powder metallurgy techniques, *Journal of Materials Science*, 26, 1999-2007.
- Lu, L., Lai, M. O., & Zhang, S.** (1997). Diffusion in mechanical alloying, *Journal of Materials Processing Technology*, 67, 100-104.
- Lu, L., Lai, M. O., & Ng, C. W.** (1998). Enhanced mechanical properties of an Al based metal matrix composite prepared using mechanical alloying, *Materials Science and Engineering A*, 252, 203-211.
- Lubin, G.** (1982). *Handbook of composites*. New York: Van Nostrand Reinhold Company Inc.
- Lumley, R.** (2011). *Fundamentals of aluminium metallurgy*. Cambridge, UK: Woodhead Publishing Limited.
- Lü, L. & Lai, M. O.** (1998). *Mechanical Alloying*. New York, USA: Springer Science+ Business Media, LLC.
- Mital, S. K., Murthy, P. L. N., & Goldberg, R. K.** (1996). *Micromechanics for Particulate Reinforced Composites*. National Aeronautics and Space Administration (NASA).
- Nishida, Y.** (2013). *Introduction to Metal Matrix Composites: Fabrication and Recycling*. Tokyo, Japan: Springer.

- O'Donnell, G. & Looney, L.** (2001). Production of aluminium matrix composite components using conventional PM technology, *Materials Science and Engineering A*, 303, 292-301.
- Olevsky, E. A.** (1998). Theory of sintering: from discrete to continuum, *Materials Science and Engineering*, R23.41–100.
- Öveçoğlu, M. L.** (1987). *Development of a dispersion strengthened Al-Fe-Ce alloy by mechanical alloying and theoretical modeling of dislocations in composite materials*. (Dissertation). Stanford University, The Department of Materials Science and Engineering, California.
- Pawar, P. B. & Utpat, A. A.** (2014). Development Aluminum Based Silicon Carbide Particulate Metal Matrix Composite for Spur Gear, *Procedia Materials Science*, 6, 1150-1150.
- Pérez-Bustamante, R., Bolaños-Morales, D., Bonilla-Martínez, J., Estrada-Guel, I., & Martínez-Sánchez, R.** (2014). Microstructural and hardness behavior of graphene-nanoplatelets/aluminum composites synthesized by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 615, S578-S582.
- Ramesh, C. S., Ahamed, A., Channabasappa, B. H., & Keshavamurthy, R.** (2010). Development of Al 6063-TiB₂ in situ composites, *Materials and Design*, 31, 2230-2236.
- Ruiz-Navas, E. M., Fogagnolo, J. B., Velasco, F., Ruiz-Prieto, J. M., & Froyen, L.** (2006). One step production production of aluminium matrix composite powders by mechanical alloying, *Composites: Part A*, 37, 2114-2120.
- Sharma, P., Sharma, S., & Khanduja, D.** (2015). A study on microstructure of aluminium matrix composites, *Journal of Asian Ceramic Societies*, 3, 240-244.
- Shi, L., Gu, Y., Chen, L., Yang, Z., Ma, J., & Qian, Y.** (2004). Low-temperature synthesis of nanocrystalline vanadium diboride, *Materials Letters*, 58, 2890-2892.
- Shirvanimoghaddam, K., Khayyam, H., Abdizadeh, H., Akbari, M. K., Pakseresht, A. H., Abdi, F., Abbasi, A., & Naebe, M.** (2016). Effect of B₄C, TiB₂ and ZrSiO₄ ceramic particles on mechanical properties of aluminium matrix composites: Experimental investigation and predictive modelling, *Ceramics International*, 42, 6206-6220.
- Smallman, R. E. & Bishop, R. J.** (1999). *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering: Science, process, applications* (6th ed.). Oxford, UK: Butterworth-Heinemann.
- Soni, P. R.** (2001). *Mechanical Alloying*. Cambridge, UK: Cambridge International Science.
- Sopicka-Lizer, M.** (2010). *High- energy ball milling: Mechanochemical processing of nanopowders*. Cambridge, UK: Woodhead Publishing Limited.
- Stjernstoft, T.** (2004). *Machining of Some Difficult-to-Cut Materials with Rotary Cutting Tools*. (Dissertation). KTH The Royal Institute of Technology, Department of Production Engineering, Stockholm.

- Suresh, S., Mortensen, A., & Needleman, A.** (1993). *Fundamentals of Metal-Matrix Composites*. MA, USA: Butterworth-Heinemann.
- Suryanarayana, C.** (2004). *Mechanical Alloying and Milling*. New York: Marcel Dekker.
- Suryanarayana, C., Ivanov, E., & Boldyrev, V. V.** (2001). The science and technology of mechanical alloying, *Material Science and Engineering A*, 304-306, 151-158.
- Tjong, S. C. & Ma, Z. Y.** (2000). Microstructural and mechanical characteristics of in situ metal matrix composites, *Materials Science and Engineering*, 29, 49-113.
- Torralba, J. M., da Costa, C. E., & Velasco, F.** (2003). P/M aluminum matrix composites: an overview, *Journal of Materials Processing Technology*, 133, 203-206.
- Totten, G. E. & MacKenzie, D. S.** (2003). *Handbook of Aluminum: Physical Metallurgy and Processes* (Vol 1). New York: Marcel Dekker.
- Totten, G. E. & MacKenzie, D. S.** (2003). *Handbook of Aluminum: Alloy Production and Materials Manufacturing* (Vol 2). New York: Marcel Dekker.
- Tsukerman, S. A.** (1965). *Powder Metallurgy*. London, UK: Pergamon Press Ltd.
- Upadhyaya, G. S.** (2002). *Powder Metallurgy Technology*. Cambridge, UK: Cambridge International Science.
- Uşurelu, E. M., Moldovan, P., Butu, M., Ciuca, I., & Dragut, V.** (2011). On the mechanism and thermodynamics of the precipitation of TiB₂ particles in 6063 matrix aluminum alloy, *UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Material Science*, 73 (3), 205-216.
- Zhang, Y., Ma, N., Wang, H., Le, Y., & Li, X.** (2007). Damping capacity of in situ TiB₂ particulates reinforced aluminum composites with Ti addition, *Materials and Design*, 28, 628-632.
- Zhang, M., Yuan, L., Wang, X., Fan, H., Wang, X., Wu, X., Wang, H., & Qian, Y.** (2008). A low temperature route for the synthesis of nanocrystalline LaB₆, *Journal of Solid State Chemistry*, 181, 294-297.
- Zhao, D., Liu, X., Liu, Y., & Brian, X.** (2005). In-situ preparation of Al matrix composites reinforced by TiB₂ particles and sub-micron ZrB₂, *Journal of Materials Science*, 40, 4365-4368.
- Wang, F., Ma, N., Li, Y., Li, X., & Wang, H.** (2011). Impact behavior of in situ TiB₂/Al composite at various temperatures, *Journal of Materials Science*, 46, 5192-5196.
- Warmuzek, M.** (2004). *Aluminum-Silicon Casting Alloys: An Atlas of Microfractographs*. Ohio, USA: ASM International.

ÖZGEÇMİŞ

Ad-Soyad: Ezgi Burcu ERDOĞAN

Doğum Tarihi ve Yeri: 25.11.1989/Fethiye

E-posta : ezgiburcuerdogan@gmail.com

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2013, İstanbul Teknik Üniversitesi, Maden Fakültesi, Cevher Hazırlama Mühendisliği.
- **Yükseklisans** : 2015, İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya-Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Malzeme Mühendisliği.

MESLEKİ DENEYİM VE ÖDÜLLER:

- Birincilik, Mezuniyet, İstanbul Teknik Üniversitesi, 2013.

YÜKSEK LİSANS TEZİNDEN TÜRETİLEN YAYINLAR, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- **Erdoğan E.B.**, Mertdinç S., Tekoğlu E., Ağaoğulları D., Öveçoğlu M.L., 2016. Development and Characterization of LaB₆ Reinforced Al-5 wt.% Si Hybrid Powders and Composites Prepared by Mechanical Alloying and Pressureless Sintering. *Metal 2016: 25th Anniversary International Conference on Metallurgy and Materials*, May 25-27, 2016 Czech Republic, EU.

DİĞER YAYINLAR, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- Baştürkçü H., Yenial Ü., Kökkılıç O., Yüce E., **Erdoğan E.B.**, 2012. Beneficiation of copper, lead and zinc concentrates from examples ore by using environmentally friend reagents. *XII. International Mineral Processing Symposium (IMPS)*, October 10-12, 2012 Bodrum, Turkey.