İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ALÜMİNA – GEÇİŞ METALİ İKİLİ SİSTEMLERİN ZIRH MALZEMESİ OLARAK İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ahmet Burçin BATIBAY

İleri Teknolojiler Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

HAZİRAN 2013

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ALÜMİNA – GEÇİŞ METALİ İKİLİ SİSTEMLERİN ZIRH MALZEMESİ OLARAK İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ahmet Burçin BATIBAY
(521101024)

İleri Teknolojiler Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. M. Lütfi ÖVEÇOĞLU
Eş Danışman : Prof. Dr. Halit TÜRKMEN

HAZİRAN 2013

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 521101024 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi **Ahmet Burçin BATIBAY,** ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı **"ALÜMİNA – GEÇİŞ METALİ İKİLİ SİSTEMLERİN ZIRH MALZEMESİ OLARAK İNCELENMESİ"** başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı :	**Prof. Dr. M. Lütfi ÖVEÇOĞLU** İstanbul Teknik Üniversitesi	.....
Eş Danışman :	**Prof.Dr. Halit Süleyman TÜRKMEN** İstanbul Teknik Üniversitesi	.....
Jüri Üyeleri :	**Doç. Dr. Burak ÖZKAL** İstanbul Teknik Üniversitesi	.....
	Prof. Dr. Gökhan ORHAN İstanbul Üniversitesi	.....
	Prof. Dr. Ziya Engin ERKMEN Marmara Üniversitesi	.....

Teslim Tarihi : **03 Mayıs 2013**
Savunma Tarihi : **04 Haziran 2013**

Anneme ve Babama,

ÖNSÖZ

Bu çalışma süresince bilgi ve tecrübesini benimle paylaşan, yardımını ve hoşgörüsünü benden esirgemeyen, çalışma anlayışını örnek aldığım değerli tez danışmanım Prof. Dr. M. Lütfi ÖVEÇOĞLU'na ve eş danışmanım Prof. Dr. Halit TÜRKMEN'e sonsuz minnettarlığımı sunarım.

Deneysel çalışmalar sırasında her türlü cihazın kullanımı konusunda bana yardımcı olan ayrıca karakterizasyon çalışmalarım boyunca fikirlerini benimle paylaşan Dr. Hasan GÖKÇE'ye teşekkürü bir borç bilirim.

Yüksek lisans tez çalışmam boyunca akademik çalışmalar konusunda bana destek olan, Arş. Gör. A. Umut Söyler'e, Arş. Gör. Faiz Muhaffel'e, Dr. Onur Meydanoğlu'na ve Arş. Gör. Duygu Ağaoğulları'na tüm anlayış ve destekleri için teşekkür ederim.

Beni yetiştiren, maddi ve manevi desteklerini benden hiçbir zaman esirgemeyen, beni ben yapan sevgili annem Rahime BATIBAY'a ve babam Mustafa BATIBAY'a en büyük teşekkürü ve minnettarlığımı sunarım.

Haziran 2013

Ahmet Burçin BATIBAY
Metalurji ve Malzeme Mühendisi

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ ..... **vii**
İÇİNDEKİLER ..... **ix**
KISALTMALAR ..... **xi**
ÇİZELGE LİSTESİ ..... **xiii**
ŞEKİL LİSTESİ ..... **xv**
ÖZET ..... **xix**
SUMMARY ..... **xxi**
1. GİRİŞ **1**
2. SERAMİK MALZEMELER VE ALÜMİNA **3**
2.1 Seramik Malzemelere Genel Bakış 3
2.2 Seramiklerin Sınıflandırılması 4
2.2.1 Yapısal seramikler 5
2.2.1.1 Alümina seramiklerinin kullanım alanları 5
2.2.2 Seramik zırh plakalarının geçmişi ve savunma amaçlı uygulamaları 8
2.2.2.1 Zırh plaka çeşitleri 12
2.2.2.2 Balistik koruma 16
2.2.2.3 Zırh plakalarına uygulanan balistik testler 17
3. MEKANİK ALAŞIMLAMA **19**
3.1 Mekanik Alaşımlamanın Avantajları 21
3.2 Mekanik Alaşımlama Mekanizması 22
3.2.1 Çarpışma süreçleri 27
3.2.2 Difüzyon 28
3.2.3 Mekanik alaşımlama ve hammadde 28
3.2.4 Mekanik alaşımlamada kullanılan öğütücü türleri 29
3.2.5 Mekanik alaşımlamada etkin parametreler 31
3.2.6 Değirmen tipi 32
3.2.7 Öğütme kazanı 33
3.2.8 Öğütme hızı 33
3.2.9 Öğütme zamanı 34
3.2.10 Öğütme malzemesi (Bilya) 35
3.2.11 Bilya-toz ağırlık oranı 36
3.2.12 Kazan doldurma miktarı 37
3.2.13 Öğütme atmosferi 37
3.2.14 Sıcaklık etkisi 38
3.2.15. İşlem kontrol kimyasalı 39
3.2.16 Mikroyapı 39
3.2.17 Presleme 40
3.2.18 Sinterleme 43
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR **47**
4.1 Numune Hazırlama 47
4.2 Mekanik Alaşımlama 48

4.3 Numunelerin Şekillendirilmesi 50
4.4 Peletlerin, Çubukların ve Plakaların Sinterlenmesi 51
4.5 Yüzey Hazırlama İşlemi 52
4.6 Yoğunluk Ölçümü 53
4.7 Sertlik Ölçümü 53
4.8 Kırılma Tokluğu Testi 54
4.9 Mekanik Deneyler 54
4.9.1 Basma deneyi 55
4.9.2 Üç nokta eğme deneyi 55
4.9.3 Balistik test 56
4.10 Karakterizasyon Çalışmaları 56
4.10.1 Optik mikroskop incelemeleri 56
4.10.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri 56
4.10.3 X-ışını difraktometresi (XRD) analizleri 57
5. SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR 59
5.1 Yoğunluk Ölçüm Sonuçları 59
5.2 Sertlik Ölçüm Sonuçları 63
5.3 Kırılma Tokluğu Ölçüm Sonuçları 65
5.4 Mekanik Deneylerin Sonuçları 67
5.4.1 Basma deneyi sonuçları 68
5.4.2 Üç nokta eğme deneyi sonuçları 69
5.4.3 Balistik test sonuçları 71
5.5 Karakterizasyon Sonuçları 75
5.5.1 X-ışınları difraktometresi (XRD) analiz sonuçları 75
5.5.2 Optik Mikroskop ve SEM Analizi 80
6. SONUÇLAR 89
KAYNAKLAR 91
ÖZGEÇMİŞ 95

KISALTMALAR

SEM **:** Taramalı Elektron Mikroskobu
WDS **:** Dalga Boyu Dağılımlı Görünge Gözlemi
XRD **:** X Ray Difraktometrisi
DOP **:** Modifiye Edilmiş Penetrasyon Derinliği
MA **:** Mekanik Alaşımlama
BTO **:** Bilya – Toz Oranı
İPA **:** İzopropil Alkol
PVA **:** Polivinil Alkol
OM **:** Optik Mikroskop
YSZ **:** Yitria Stabilize Zirkonya

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1 : Alüminanın fiziksel özellikleri 7
Çizelge 2.2 : Alümina bileşiminin mekanik özelliklere etkileri. 7
Çizelge 4.1 : Deneysel çalışmalarda kullanılan numunelerin kimyasal kompozisyonu 49
Çizelge 5.1 : Deneylerde kullanılan numunelerin yoğunlukları 59
Çizelge 5.2 : Numunelerin sertlik değerleri 63
Çizelge 5.3 : Numunelerin kırılma tokluk değerleri 66
Çizelge 5.4 : Numunelerin basma dayanımları 68
Çizelge 5.5 : Numunelerin eğme mukavemetleri 69
Çizelge 5.6 : Numunelerin elastisite modül değerleri 74

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : Bir merminin seramik zırh plakaya çarpması 9
Şekil 2.2 : Seramik (B_4C) ve alüminyum katmanlı bir zırh sistemi t = zaman, µ sn, çarpışma sonrası 13
Şekil 2.3 : İkili seramik plaka ve destek plakası zırh sistemi 13
Şekil 2.4 : Kenar optimizasyon değerlendirmesinde kullanılan konfigürasyonlar 14

Şekil 3.1 : Başlangıç tozları ve alaşımlamaya bağlı olarak deformasyon tavırları 23
Şekil 3.2 : MA sırasında toz karışımının Bilya-Toz-Bilya çarpışması 23
Şekil 3.3 : Farklı öğütme sürelerinde Al-%3 karbon karasının toz boyut dağılımı ... 24
Şekil 3.4 : Ni-Ta sistemi için öğütme zamanına bağlı olarak parçacık boyutu değişimi 25
Şekil 3.5 : Tozların birleşme süreçlerinin şematik gösterimi 26
Şekil 3.6 : Farklı tipte ve çalışma prensibine sahip değirmenler a) SPEX (titreşimli) b)Planetary Değirmen c) Atritör(dikey) 31
Şekil 3.7 : Farklı öğütme sürelerinde ve dönme hızlarında Al-%3 karbon karasının toz boyut dağılımı 34
Şekil 3.8 : Farklı öğütme sürelerinde ve dönme hızlarında Al - %3 karbon karasının ortalama toz boyutu 35
Şekil 3.9 : Farklı öğütme sürelerinde Al-%3 karbon karasına atmosfer etkisi 37
Şekil 3.10 : PM 6061 alaşımının farklı sürelerde alaşımlama sonrası mikroyapısı; Alaşımlama süreleri (saat) a)0, b)1.5, c)3, d)4.5, e)6, f)8, g)10, h)16, i)24 41
Şekil 3.11 : a) Çift yönlü soğuk preslemenin şematik gösterimi b) Presleme basıncına bağlı toz ve kalıp etkileşimi 41
Şekil 3.12 : Tek yönlü presleme kalıbı ve presleme basıncına bağlı eş basınç eğrilerinin şematik gösterimi 42
Şekil 3.13 : Çift yönlü presleme kalıbı ve presleme basıncına bağlı eş basınç eğrilerinin şematik gösterimi 43
Şekil 3.14 : Sinterleme sırasında meydana gelen mekanizmaların şematik girişimi . 44
Şekil 3.15 : Sinterleme sırasında meydana gelen gözeneklerin oluşumu ve zamana bağlı tavrının şematik gösterimi 45
Şekil 3.16 : Sıvı faz sinterlemesinin şematik gösterimi 46

Şekil 4.1 : Malvern™ Mastersizer Partikül Boyutu Ölçüm Cihazı 47
Şekil 4.2 : Fritsch™ Gezegen Tipi Öğütücü 48
Şekil 4.3 : Polimer Kaplar ve YSZ Bilyalar 48
Şekil 4.4 : Heraeus™ Etüv 49
Şekil 4.5 : Eksenel Presler (10 ton – 100 ton kapasiteli) 50
Şekil 4.6 : Protherm™ Bağlayıcı Giderme İşlemi için Tüp Fırın 51
Şekil 4.7 : Linn™ 1800 HT Atmosfer Kontrollü Yüksek Sıcaklık Fırını 52
Şekil 4.8 : Precisa™ arşimet terazisi 53

Şekil 4.9 : Micromeritics™ Accupyc II 1340 Piknometre cihazı 53
Şekil 4.10 : CSM™ Nanoindenter 54
Şekil 4.11 : Zwick™ Derinlik Hassasiyetli Makro Sertlik cihazı 54
Şekil 4.12 : Dartec™ üniversal test cihazı. 55
Şekil 4.13 : Schimadzu AUTOGRAPH AGS-J™ Test Cihazı 55
Şekil 4.14 : Leica™ DM 750M Optik Mikroskop 56
Şekil 4.15 : Hitachi TM – 1000 SEM™ Taramalı Elektron Mikroskop 57
Şekil 4.16 : Panalytical X- Pert Pro™ X-ışınları difraktometresi 57

Şekil 5.1 : Numunelerin boyutsal yoğunluk – teorik yoğunluk karşılaştırılması 60
Şekil 5.2 : Numunelerin arşimed yoğunluk – teorik yoğunluk karşılaştırılması 61
Şekil 5.3 : Molibden katkılı plaka örnekleri 62
Şekil 5.4 : Numunelerin boyutsal, arşimed, teorik ve piknometre yoğunluk değerleri 62
Şekil 5.5 : Numunelerin vickers cinsinden sertlik değerleri 64
Şekil 5.6 : Numunelerin GPa cinsinden sertlik değerleri 64
Şekil 5.7 : Numunelerin kırılma tokluk değerleri 66
Şekil 5.8 : Numunelerin basmaya karşı dayanımları 68
Şekil 5.9 : Numunelere ait eğme mukavemetleri 70
Şekil 5.10 : 8 Co (Ticari) numunesi atış öncesi (sol) ve sonrası (sağ) 71
Şekil 5.11 : 8 Co numunesi atış öncesi (sol) ve sonrası (sağ) 72
Şekil 5.12 : 8 Co (Yttriasız) numune atış öncesi (sol) ve sonrası (sağ) 72
Şekil 5.13 : Alümina esaslı numune atış öncesi ve sonrası 73
Şekil 5.14 : Numunelerin Elastisite Modülleri 74
Şekil 5.15 : Kalsine edilmemiş Seydişehir Alümina ile Kalsine Seydişehir Alüminaya ait X ışınları analizi 76
Şekil 5.16 : Seydişehir Alümina ile Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı toz numunelerin X ışınları analizi 77
Şekil 5.17 : Ağırlıkça % 8 Nikel, % 8 Kobalt ve Nikel – Kobalt katkılı toz numunelerin X ışınları analizi 78
Şekil 5.18 : Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı bulk numunelerin X ışınları analizi 79
Şekil 5.19 : Ağırlıkça % 8 Nikel, % 8 Kobalt ve Nikel – Kobalt katkılı bulk numunelerin X ışınları analizi 80
Şekil 5.20 : Seydişehir Alümina numunesinin optik mikroskop görüntüleri a) 100x b) 500x 81
Şekil 5.21 : Seydişehir Alümina numunesinin geri saçınım elektron görüntüsü a) 1000x b) 5000x 81
Şekil 5.22 : Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin optik mikroskop görüntüleri a) 100x b) 500x 82
Şekil 5.23 : Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin geri saçınımlı elektron görüntüsü a) 1000x b) 5000x 82
Şekil 5.24 : Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı yitrium oksit katkısı olmayan seydişehir alümina esaslı numunesinin optik mikroskop görüntüleri a) 100x b) 500x 83
Şekil 5.25 : Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı yitrium oksit katkısı olmayan seydişehir alümina esaslı numunesinin geri saçınımlı elektron görüntüsü a) 1000x b) 5000x 83
Şekil 5.26 : Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı ticari alümina esaslı numunesinin optik mikroskop görüntüleri a) 100x b) 500x 84

Şekil 5.27 : Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı ticari alümina esaslı numunesinin geri saçınımlı elektron görüntüsü a) 1000x b) 5000x 84
Şekil 5.28 : Ağırlıkça % 6 kobalt % 2 nikel katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin optik mikroskop görüntüleri a) 100x b) 500x 85
Şekil 5.29 : Ağırlıkça % 6 kobalt % 2 nikel katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin geri saçınımlı elektron görüntüsü a) 1000x b) 5000x 85
Şekil 5.30 : Ağırlıkça % 4 nikel % 4 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin optik görüntüleri a) 100x b) 500x 86
Şekil 5.31 : Ağırlıkça % 4 nikel % 4 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin geri saçınımlı elektron görüntüsü a)1000x b) 5000x 86
Şekil 5.32 : Ağırlıkça % 6 nikel % 2 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin optik mikroskop görüntüleri a) 100x b) 500x 87
Şekil 5.33 : Ağırlıkça % 6 nikel % 2 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin geri saçınımlı elektron görüntüsü a)1000x b) 5000x 87
Şekil 5.34 : Ağırlıkça % 8 nikel katkılı seydişehir alümina numunesinin optik mikroskop görüntüleri a) 100x b) 500x 88
Şekil 5.35 : Ağırlıkça % 8 nikel katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin geri saçınımlı elektron görüntüsü a) 1000x b) 5000x 88

ALÜMİNA – GEÇİŞ METALİ İKİLİ SİSTEMLERİN ZIRH MALZEMESİ OLARAK İNCELENMESİ

ÖZET

Seramikler, sahip oldukları mekaniksel, termal ve elektriksel özellikler dolayısıyla çok önemli ve stratejik malzemelerdir. Seramik malzemeler, son 20 yılda endüstriyel olarak çok yaygın kullanım alanı bulmuştur. Malzeme bilimi alanındaki çalışmalar, özellikle seramik ve kompozit malzemeler üzerine yoğunlaşmıştır. Malzeme biliminde araştırma-geliştirme faaliyetleri çok pahalı yatırımlar gerektirmektedir. Bu nedenle, bu sektördeki özellikle Amerika ve Japonya gibi teknoloji devi ülkelerde, gerek üniversiteler gerekse özel araştırma-geliştirme laboratuarları, milyonlarca dolarlık bütçeleri ile mevcut seramik malzemelerin kullanım alanlarına göre bazı özelliklerinin iyileştirilmesi ve yeni seramik malzemelerin elde edilmesi yönünde büyük bir hızla çalışmaktadırlar.

İleri teknoloji seramikler adını alan Al_2O_3, ZrO_2, Si_3N_4, SiC, B_4C, CBN, TiC, TiB_2, TiN, AlN gibi seramiklerin pazarı özel uzmanlık isteyen ve yüksek maliyetler nedeniyle itici gücü "performans" olan bir pazardır. Bu performans ise, modern zırhlara karşılık daha hafif savaş araçlarının, kısa süreli hazırlık ile kullanılabilecek bir düzeye gelebilmesi ile ölçülür. Bu hafiflik unsurunu sağlayacak malzemelerden en önemlisi, aracın üzerinde pasif balistik korumayı sağlayacak yüksek etkinlikteki zırh sistemidir. Kara araçlarında metalik zırhların getirdiği ağırlık artışı, aracın manevra yeteneğinin azalmasına, hızın düşmesine ve mekanik parçaların daha fazla aşınmasına neden olmaktadır. Zırhlı personel taşıyıcı gibi kara araçlarında "Add-on armor" olarak adlandırılan ve küçük / orta kalibreli silahlara karşı etkin koruma ve ağırlık tasarrufu sağlayan seramik zırhlar son yıllarda yaygın kullanım alanı bulmaktadır.

Alümina hafifliği ve üstün özellikleriyle, özellikle yüksek sıcaklık fırınlarında geniş çapta kullanılmaktadır. Bunun yanı sıra kesici takım, yatak malzemesi, tekstil endüstrisinde iplik kılavuzu olarak ayrıca elektronik endüstrisinde, zırh yapımında, tıpta implant uygulamalarında ve protezlerde kullanılmaktadır. Ergime noktası 2000

± 30 °C olan alüminyum oksit, düşük sıcaklıklarda kimyasal maddelere ve mekanik yüklere karşı en dayanıklı malzemelerden birisidir.

Bu çalışmada, alüminanın üstün özelliklerinden yararlanılarak, düşük özelliklerini iyileştirmek amacıyla geçiş metalleri ile ikili sistem oluşturması hedeflenmiştir. Bu sistemin günümüz teknolojisinde kullanımını arttırmak, özellikle savunma sanayinde zırh malzemesi olarak uygulanması istenmiştir. Bunun için toz halindeki alümina; kobalt, nikel, molibden gibi geçiş metalleriyle yitrium oksit, PVA yardımıyla yaş öğütmede polimer kaplarda zirkon bilyalarla 30 saat öğütme işlemi yapılmıştır. Elde edilen tozlar eksenel presler yardımıyla pelet, çubuk ve plaka haline getirilerek mekanik testlerdeki dayanımı ve de numunelerin karakterizasyonu yapılmıştır. Mekanik test olarak, basma, 3 nokta eğme, kırılma tokluğu ve en önemlisi zırh malzemesi uygunluğu için balistik test yapılmıştır. Elde edilen sonuçların irdelenmesi için X ışınları ile yapılan faz analizleri (XRD), optik mikroskop (OM), taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizleri yapılmıştır.

Bu çalışmanın sonunda, alüminaya nikel, kobalt ve molibden katkılarının malzemenin özelliklerini iyileştirdiği ve özellikle nikel - kobalt katkısının zırh malzemesi kullanımı için en cazip seçim olduğu tespit edilmiştir. Sonuç olarak, katkılar alüminanın mekanik özelliklerini olumlu yönde etkilemiştir.

EXAMINATION OF BINARY SYSTEMS OF ALUMINA – TRANSITION METAL AS ARMOR MATERIAL

SUMMARY

Ceramics have been used for many thousands of years. Most ceramics exhibit good strength under compression; however, they exhibit virtually no ductility under tension. Ceramics are used in a wide range of technologies such as refractories, spark plugs, dielectrics in capacitors, sensors, abrasives, and magnetic recording media. The space shuttle makes use of 25,000 reusable, lightweight, highly porous ceramic tiles that protect aluminum frame from the heat generated during re-entry into the earth's atmosphere. These tiles are made from high-purity silica fibers and colloidal silica coated with a borosilicate glass. Ceramics also appear in nature as oxides and in natural materials. For example, the human body has the amazing ability to make hydroxyapatite, a ceramic found in bones and teeth. Ceramics are also used as coatings. Glazes are ceramic coatings applied to glass objects and enamels are ceramic coatings applied to metallic objects. Alumina and silica are the most widely used ceramic materials.

Alumina, Al_2O_3, is a very useful industrial material and is the most widely used ceramic. It possesses favorable properties such as high hardness, high compressive strength, excellent wear resistance, good chemical and thermal stability and a high elastic modulus. However, its application as a structural material is limited by its low fracture toughness and low fracture strength. Because cracks easily propagate in ceramics. They fail unexpectedly in service. Therefore, metals (e.g. aluminum, cobalt and niobium) or alloys are added to ceramics to improve their toughness. Since Nihara and co-workers began to report the beneficial effects of nanometer-sized Al_2O_3 particles in 1990s, many studies have shown that the incorporation of nanometer-size metallic second phases in Al_2O_3 can significantly enhance its mechanical and thermal properties. The metal phase has a better thermal conductivity and a greater thermal shock resistance than the monolithic Al_2O_3 ceramics. The metal

phase can also enhance ceramic toughness since metal particles deform plastically and baffle cracks evolution.

A popular mill for conducting MA experiments is the planetary ball mill in which a few hundred grams of the powder can be milled at a time. The planetary ball mill owes its name to the planet-like movement of its vials. These are arranged on a rotating support disk and a special drive mechanism causes them to rotate around their own axes. The centrifugal force produced by the vials rotating around their own axes and that produced by the rotating support disk both act on the vial contents, consisting of material to be ground and the grinding balls. Since the vials and the supporting disk rotate in opposite directions, the centrifugal forces alternately act in like and opposite directions. This causes the grinding balls to run down the inside wall of the vial – the friction effect, followed by the material being ground and grinding balls lifting off and traveling freely through the inner chamber of the vial and colliding against the opposing inside wall – the impact effect. Grinding vials and balls are available in eight different materials – agate, silicon nitride, sintered corundum, zirconia, chrome steel, Cr – Ni steel, tungsten carbide, and plastic polyamide. Even though the linear velocity of the balls in this type of mill is higher than that in the SPEX mills, the frequency of impacts is much more in the SPEX mills. Hence, in comparison to SPEX mills, Fritsch Pulverisette^{TM} mill can be considered lower energy mills.

Armours that contain one or more layers of ceramic material are common in vehicle, aircraft and personal armour systems. The high compressive strength of the ceramic is exploited to promote disruption, erosion and resistance to the penetration of the projectile. The armour material close to the point of penetration undergoes extremely large strains which are accommodated by plasticity and flow in metallic armours. It has been shown that in the case of ceramics, extensive cracking takes place under the projectile, producing granular rubble which supports the load imposed by the projectile. Shokey et al. state that the presence of this densely cracked zone ahead of the penetrator is a prerequisite for penetration. They further state that the confinement of this rubble by the surrounding material creates an effective barrier to penetration and the resistance of this material to flow by inter-particle sliding is an important factor in the effectiveness of the armour. The role of confinement has been recognized and methods which measure properties under confinement similar to the conditions of ballistic impact have been used but there is still a shortfall in the

understanding of the properties of the shattered material. A number of studies have attempted to characterize this shattered material in order to include the effects within numerical models or to provide other parameters which characterize target resistance. High-strain post-yield properties of brittle materials are difficult to be measured as conventional test methods are not applicable, so it is necessary to use either indirect or novel methods to determine mechanical properties.

Understanding the nature of the resistance to penetration by shattered brittle materials is important for two reasons. Firstly, the lack of a multi-hit ability with ceramic materials, when compared to metallic systems, often precludes them from being used in an environment where they would be subjected to very many impacts in a short space of time. After the first impact, it would be expected that the target would be heavily damaged by the bullet and therefore any subsequent projectile would penetrate through already-fractured material. An understanding of the ballistic performance of this fractured material is therefore important. Secondly, the strength of the shattered material and how it varies between different ceramics is an unknown quantity, and this is especially important for when computational models are formulated. In these cases, it is frequently necessary to calibrate the model to fit the experimental data by assuming strength-related constants. Even with this, there is debate with regards to the magnitude of the strength of the damaged material and how it behaves under load. A common way of assessing the ballistic behaviour of a ceramic is by using the depth-of-penetration technique. Depth-of-penetration testing is achieved by firing at a target consisting of an armour tile attached to a ductile backing material and recording the resulting depth-of-penetration (DOP). The measured depth is then compared with a value of penetration depth achieved without the armour tile in place.

Military and security forces worldwide have been forced to adapt to new domestic and international terror threats and to the increased tempo of combat deployments in hostile territory. National sensitivities to casualties and strained defence budgets force engineers to continually adapt existing vehicle platforms to these constantly changing threats. The challenge to offer the highest level of protection with the lowest possible weight is a constant battle of material science, integration technologies and physics. These systems must protect from a range of threats such as direct gun fire, shaped charges, fragmentation and land mines. Owing to its excellent price-efficiency ratio, alumina is the preeminent ceramic armor material for vehicular

applications. Only when an extremely low weight is required (e.g. for personal protection or for helicopters), silicon and boron carbide materials may be used.

In this work, some alumina (Al_2O_3)–transition metal binary systems have been investigated and developed for possible armour applications. Alumina with particle size about 60 μm and a different transition metals such as nickel, cobalt, molybdenum with 99.8% purity and average size 7-9 μm have been provided. High energy planetary ball mill with zirconium (YZP) balls having diameters were employed to produce the alumina based system. The rotational velocity of the mill was 300 rpm. The ball to powder weight ratio was 7:1. Alumina and metals powders were milled for 30 hours until steady-state conditions were achieved.

After ball milling of the powders for a specific time, phase analysis of the powders was studied and recorded for the milled powders and pressed, sintered bulks by XPERT-PRO X-ray diffractometer using Cu Kα radiation at 45 kV and 40 mA settings. The XRD patterns were recorded in the 2θ range between 20^0 and 90^0. The diffaction were analyzed using standard XRD procedures to determine the crystal structures and the obtained phases.

After milling process, alumina based powders were pressed using a pressure of 400 MPa, followed by sintering at 1600 ^{0}C for 2 hours. After that, mechanical tests such as hardness, compression, 3-point bending, balistic were carried on the sintered samples. After experimental procedures, XRD, SEM and optical microscope characterizations were performed on sintered samples.

At the end of this study, metallic additives such as nickel, cobalt and molybdenum improved the properties of alumina, and especially nickel - cobalt dual contribution has been found as the most attractive preference for the use of armor material. As a result, metallic additives have a positive effect on the mechanical properties of alumina.

1. GİRİŞ

Seramikler, sahip oldukları mekaniksel, termal ve elektriksel özellikleri dolayısıyla çok önemli ve stratejik malzemelerdir. Seramik malzemeler son 20 yılda endüstriyel olarak çok yaygın kullanım alanı bulmuştur [1]. Özellikle elektronik ve bilgisayar teknolojisindeki gelişmelere bağlı olarak 80'li yıllardan itibaren başta savunma sanayi, makine ve kimya sanayi gibi sektörlerde metal malzemelere alternatif malzeme olarak hatta tamamen seramik malzemeler kullanılmaya başlanmıştır [2]. Bu süreç, günümüzde de yeni seramiklerin geliştirilmesi ile yeni yeni uygulama alanlarında kullanılması ile sürmektedir.

Malzeme bilimi alanındaki çalışmalar, özellikle seramik ve kompozit malzemeler üzerine yoğunlaşmıştır. Malzeme biliminde araştırma-geliştirme faaliyetleri çok pahalı yatırımlar gerektirmektedir. Bu nedenle bu sektörde söz sahibi olanlar, ekonomileri güçlü olan ülkeler ve firmalardır. Özellikle Amerika ve Japonya gibi teknoloji devi ülkelerde gerek üniversiteler gerekse özel araştırma-geliştirme laboratuarları milyonlarca dolarlık bütçeleri ile yeni seramik malzemelerin elde edilmesi ve mevcut olanların da kullanım alanlarına göre birtakım özelliklerinin iyileştirilmesi yönünde büyük bir hızla çalışmaktadırlar.

Dünya seramik sektöründe bu gelişmeler olurken ülkemiz seramik sektöründe aynı hızda bir gelişmenin olduğu söylenemez. Çünkü daha önce de belirtildiği gibi malzeme bilimi önemli miktarda maddi kaynak akışı gerektirmektedir. Bu da gelişmekte olan ülkeler için istenilen oranda mümkün olmamaktadır. Ülkemiz seramik sektörü daha çok geleneksel seramikler olarak adlandırılan yer ve duvar karosu, vitrifiye ürünler, porselen cam ürünleri alanında gelişmiştir. İleri teknoloji seramikleri alanında özellikle son yıllarda önemli çalışmalar yapılmaktadır. Sadece üniversiteler ve devlete bağlı teknoloji merkezlerinde yapılan araştırma-geliştirme çalışmaları kaynak yetersizliği nedeniyle çok zor şartlar altında devam etmektedir.

Bu tez çalışmasında ülkemizin sahip olduğu yerli hammadde kaynaklarından yararlanılarak ileri teknoloji uygulamalarına (savunma sanayisine) yönelik Alümina

esaslı malzemenin üretimi ile karakterizasyonu yapılmıştır. Ayrıca çeşitli mekanik testler ve mikroyapısal incelemeler yapılarak malzemenin zırh malzemesi olarak kullanılabileceği ortaya konulmaya çalışılmıştır.

2. SERAMİK MALZEMELER VE ALÜMİNA

2.1 Seramik Malzemelere Genel Bakış

Seramik malzemeler farklı bileşimde kristal ve cam yapılı fazları içermekte ve genellikle gözenek ihtiva etmektedirler. Bu farklı yapı bileşenlerinin miktarı ve dağılımları seramik malzemelerin özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Örneğin, yapıda mevcut fazların yerleşim düzenini değiştirmek, yalıtkan olan bir seramik malzemeyi iletken hale getirmekte veya bunun tersi olabilmektedir. Bu nedenle, seramik malzemelerin geliştirilmesi konusunda ana fikir, mikroyapı üzerine yoğunlaşmıştır [3].

Günümüzde seramik malzemelere ilginin artmasının başlıca nedenleri aşağıda belirtilmiştir [4].

a) Yüksek sıcaklıklara dayanıklılık,

b) Kimyasal karalılığın yüksek olması,

c) Çok sert olmaları,

d) Metallerden hafif olmaları (%40 mertebesine varan),

e) Hammadde olarak bol miktarda bulunması ve genellikle metallere kıyasla ucuz olması,

f) Pahalı ve stratejik metallere ihtiyaç göstermemesi,

g) Erozyon ve aşınmaya karşı dayanıklı olmaları,

h) Oksitlenmeye karşı dirençlerinin yüksek olması,

ı) Sürtünme katsayısının düşük olması,

I) Basma kuvvetinin yüksek olması.

2.2 Seramiklerin Sınıflandırılması

Genel olarak tanımlandığında, seramik kapsamına metalik ve organik esaslı olmayan tüm malzemeleri almak mümkündür. Bu bakımdan özellikle doğada bol miktarda bulunan metal oksitleri başta olmak üzere silikatlar, karbürler, nitrürler, borürler, camlar, cam-seramikler ve çimento türündeki malzemeler seramik sınıfına girmektedirler. Ayrıca seramik malzemelerin kendi aralarında metallerle ve polimerlerle yaptıkları kombinasyonlarla "kompozit malzemeler" oluşturmaları mümkündür. Seramik malzemelerin ortak özelliği, bu malzemelerin atomları arasındaki bağlanmanın iyonik, kovalent ya da karma olarak ortaya çıkmasıdır. Bu güçlü bağ sınıfından dolayı seramikler genelde ısıya ve korozyona dayanıklı malzemeler olarak bilinirler [5].

Seramikler genel olarak metallerin oksit, nitrür, karbür ya da borür bileşeni olduklarından, kristal yapıları metallere nazaran daha karmaşık bir durum oluşturur. Bazı durumlarda seramiklerde kristal ve amorf yapının bir kombinasyonu da görülebilmekte ve iç yapının kontrollü olarak istenen yönde tasarımı yapılabilmektedir. Bu bakımdan, seramiklerin bileşim ve mikro yapı açısından istenen kimyasal, fiziksel, ısıl ve, mekanik ve elektriksel ihtiyaçlara göre tasarımlarını mümkün kılar. Özellikle gelişen teknolojilerin getirdiği tasarım kolaylığıyla arzu edilen niteliklere sahip kritik seramik malzeme oluşturulması en önemlileri bilgisayar, iletişim, elektronik ve mikroelektronik gibi dallarda yeni teknolojiler gelişmesine yol açmıştır [2].

Seramik malzemeleri geleneksel ve yüksek teknoloji seramikleri olarak iki ana grupta incelemek mümkündür. Geleneksel seramikler grubuna kilden mamul sıhhi gereçler, fayans, karo ve porselenler, tuğla ve kiremitler ve elektrik izolatör malzemeleri, refrakterler; camlar ve çimento malzemeleri girmektedir. Yüksek teknoloji seramikleri için ise, zaman zaman "modern seramikler", "mühendislik seramikleri", "ince seramikler", "teknik seramikler" gibi tanımlarda kullanılmaktadır. Bu grup, "yapısal seramikler" ve "fonksiyonel seramikler" ikiye ayrılmaktadır. [4].

2.2.1 Yapısal seramikler

Seramik malzemelerin kırılma dayanımı ve aşınma direnci gibi mikroyapısal değişkenlerin etkilenen özellikleri ile sertlik, yoğunluk, ısıl dayanım, yüksek elastik modül gibi kristal yapısı ve atomlar arası bağlanmadan etkilenen özelliklerinin önem kazandığı uygulamalarda kullanılan seramiklere "yapısal amaçlı yüksek teknoloji seramikleri" denmektedir [2]. Bu grupta özellikle Al_2O_3, ZrO_2, Si_3N_4, SiC, B_4C, CBN, TiC, TiB_2, TiN, AlN gibi seramikler tek tek veya çiftli, üçlü veya daha fazla elemanların kombinasyonu ile oluşan kompozitler olarak göze çarpmaktadırlar [2,7]. Tekstil makinelerinde kullanılan aşınmaya dayanıklı sentetik iplik kılavuzları, yüksek hızlı torna tezgahlarında kullanılan kesici seramik takımlar, otomobillerde hızlı ivme sağlayıcı turbo yükleyici, madencilik, çimento sektörü, hafif balistik yelek ve zırhlı araç koruyucu kaplamalarda, modern aç-kapa mekanizmalı musluk, spor malzemeleri uygulamaları yapısal amaçlı yüksek teknoloji seramik malzemeleri grubuna giren örneklerden bazılarını oluşturmaktadırlar. [6].

2.2.1.1 Alümina seramiklerinin kullanım alanları

Günümüzde alümina kimyasalları dünyanın birçok bilimsel, teknolojik ve endüstriyel uygulamalarında araştırılmaktadır. Yüksek sertlik, düşük yoğunluk, ısısal kararlılık ve korozyon dayanımı gibi üstün özellikleri yanı sıra düşük birim maliyeti alümina tüketimini arttırmaktadır. [8,9]

Alüminanın bilimsel keşfi geçen yüzyıl içindedir fakat ticari olarak kullanımı, 1907 yılında yüksek alümina seramik üretimine ait bir patentle başlamıştır [10, 11].

Alümina, yer kürede doğal olarak en fazla bulunan minerallerden boksit içinde bulunur. Dünya alümina üretiminin yaklaşık %90'ı alüminyum metal üretiminde kullanılırken geriye kalan %10'luk kısım ise ısıya dirençli dolgu malzemeleri, pigment, katalist, refrakterler, aşındırıcılar ve seramik malzemelerin üretiminde kullanılırlar. [8,9]

Alüminyum, oksijen, hidrojen, (Al2O3), AlOOH ve Al(OH) olarak üç kristalin bileşim formundadır. Alümina, bir oksit malzemesidir. Değişik modifikasyonları olmasına rağmen ticari kullanım alanına sahip olan α-Al2O3 ‘tür. Kristal yapısı sıkı paketlenmiş hekzagonal sistem olan α alüminanın ergime sıcaklığı 2053 ^{o}C’dir. Kristal yapı içerisinde A1 iyonlarının bulunduğu koordinasyon sayısı 6 olan sıkı

paket pozisyonlarının 2/3'i A1 iyonlarınca doldurulmuş, 1/3'ü ise boş bulunmaktadır [8,9].

Alümina bazlı malzemelerde diğer ürünler SiO2, CaO, MgO olup spinel ve silikat formunda bulunurlar. Alüminanın ilk ticari kullanım alanı buji ve laboratuar malzemeleridir.

Bugün alümina özellikle yüksek sıcaklık fırınlarında geniş çapta kullanılmaktadır. Bunun yanı sıra kesici takım, yatak malzemesi, tekstil endüstrisinde iplik kılavuzu olarak ayrıca elektronik endüstrisinde, zırh yapımında, tıpta implant ve protezlerde kullanılmaktadır.

Ergime noktası 2000 ± 30 °C olan alüminyum oksit düşük sıcaklıklarda kimyasal maddelere ve mekanik yüklere karşı en dayanıklı malzemelerden birisidir. Alümina, suda ya da iyi kalsine edilmişse hem mineral asitlerinde hem de bazlarda çözünmez. Sodyum karbonat, kostik soda ve sodyum peroksit, saf alümina potalarda çok az tahribatla eritilebilir. 1700–1800 °C gibi yüksek sıcaklıklarda, flor gazı dışında bütün gazlara karşı direnç gösterir. Alümina, oksitleyici ve indirgeyici atmosferde 1900°C' ye kadar kullanılabilir. Doğal alümina, korundum halinde fakat feldspat ve killerde olduğu gibi genellikle silikatlarla birlikte bulunur. Alümina aynı zamanda, boksit, diaspor, kriyolit, sillimanit, kyanit, nefelit ve diğer birçok mineralin bileşiminde yer almaktadır. Saf alümina, düşük sıcaklıkta birkaç formda bulunur. Fakat bütün bu formlar zaman, kristal boyutu ve atmosfere bağlı olarak, 750–1200 °C arasında α-alüminaya dönüşür. 1600 °C' nin üzerinde yapılan ısıtma bu dönüşümü hızlandırır.

Alüminadan, gözenekli ve yoğun ürünler yapılır. Gözenekli ürünler genellikle ergimiş alüminadan yapılır ve bunlar 1900 °C' ye kadar çıkan, yüksek sıcaklık fırınlarının astarı olarak kullanılır. Ergimiş alümina % 99,8 Al_2O_3 içerir. Safiyet yükseldikçe, sıcak mukavemet, elektrik ve aşınma direncinde artış kaydedilir.

Bayer yönteminden üretilen ve az miktarda kalsinasyon işlemi gören α-alümina yüksek miktarda ara geçiş fazları gösterdiklerinden seramik sektöründe doğrudan kullanılamazlar. Ülkemizde de Seydişehir Alüminyum İşletmelerinden özellikle elek altı olarak tabir edilen alümina tam alfa yapısına dönüşmemiş olduğundan yapısal seramik uygulamalarında doğrudan kullanılmamaktadır. Elek altı alüminanın çeşitli kalsinasyon ve temizleme işlemleri ile yapısal seramiklerde de kullanılabilirliği TÜBİTAK-M.A.M, Malzeme Bölümü bünyesinde yapılan çalışmalar ile ortaya konmuştur [12].

Alüminanın yüksek sertliği ve mekaniksel dayanımı çalışma esnasında aşınmaya maruz kalan makina elemanları ve mühendislik malzemeleri şeklinde olan kullanımı ön plana çıkarmıştır. Yapısal amaçlı mühendislik uygulamalarının başında korozif olan ve olmayan pompa salmastraları, musluk ve vana contaları, tekstil sektöründe kullanılan iplik kılavuzları, madencilik ve çimento sektöründe kullanılan aşınmaya dirençli plaka kaplamaları, metalleri taşlamada kullanılan seramik taşlama diskleri ve bıçak gibi kesici metalleri keskinleştirmede kullanılan taşlama elemanları sayılabilir. [13].

Alümina ürünler, slip-dökümle, ekstrüzyonla, enjeksiyon kalıbı, soğuk ve sıcak presle şekillendirilebilinir. Şekillendirmede un, polivinil alkol mum, lastik lateks, doğal reçine gibi organik bağlayıcılar ve yağlayıcılar kullanılmaktadır. Çok ince toz boyutuna sahip, tamamen saf alümina ancak Sol-Jel yöntemi ile üretilmektedir [8].

Çizelge 2.1 ve 2.2'de alüminanın özellikleri ve bileşiminin mekanik özelliklerine etkisi verilmiştir.

Çizelge 2.1 : Alüminanın fiziksel özellikleri

Elastik modül (GPa)	210
Spesifik modül (GPa/Mgm^{-3})	100
Ergime sıcaklığı (^{0}C)	2050
Genleşme katsayısı (10^{-6}/K)	8,30
Isıl iletkenlik (W/mK)	25 (100 ^{0}C)
Spesifik elektrik direnci (.cm)	10^8 (1000 ^{0}C)
Elektriksel direnç (ohm.cm)	10^{18}

Çizelge 2.2 : Alümina bileşiminin mekanik özelliklere etkileri

Alümina (% ağ.)	**85**	**95**	**> 99,5**
E-Modülü (GN/m^2)	200	400	400
Basma mukavemeti (N/mm^2)	2000	3000	4000
Eğme mukavemeti (N/mm^2)	250	300	400
Çekme mukavemeti (N/mm^2)	120	240	320
Vickers sertliği (N/mm^2)	1,5*10^4	1,9*10^4	2,3*10^4

2.2.2 Seramik zırh plakalarının geçmişi ve savunma amaçlı uygulamaları

Seramik malzemeler zırh olarak 1. Dünya Savaşından bu yana kullanılmaktadır. Muhtemelen ilk kullanımı Alman tanklarında sert emaye kaplama olarak, hafif silahlardan korunma amacıyla gerçekleşmiştir. 2. Dünya Savaşı döneminde ise askeri hava taşıtlarında kullanılan ilk seramik zırh patentleri ortaya çıkmış, Kore Savaşında ise tankları topçu ateşinden koruyacak çelik ve silikattan imal edilmiş zırhlar kullanılmıştır.

Bor karbürün ilk kullanımı ise alümina ve kompozitlerle beraber Vietnam Savaşında görülmüştür. Bu ürün, hafif silahlara, zırh delici cephaneye karşı koruma amaçlı olarak helikopterler üzerinde ve personel taşıyıcı hava taşıtlarında kullanılmıştır.

1980'lerde ise kara taşıtlarını kurşun gibi, kimyasal ve kinetik enerji tehlikesi arz eden tehditlere karşı balistik koruma özellikli seramik karolar geliştirilmiştir.

Seramik zırhlar özel kuvvetlerce anti terörist ve devrim karşıtı operasyonlar için de kullanılabilmektedir. Böylece keskin nişancıların hedeflerine ulaşmaları mümkün olmamaktadır.

Balistik koruma özelliği taşıyan bu seramikler askeri kara, hava, deniz taşıtlarında veya asker koruma amaçlı kullanılırken, tipik olarak metal veya kompozit malzemeyle desteklenir.

Böylece kurşunun hem ilk katmanda, yani seramik zırhta kırılması, hem de ikinci katmana geçmesi durumunda yön değiştirerek hızını kesmesi ve saplanıp kalması amaçlanır. Bu plaka kombinasyonunun diğer bir avantajı ise yaklaşık olarak, genel anlamda, çeliğin yarısı kadar ağırlığa sahip olmasıdır. [14]

İleri seramikler pazarı özel uzmanlık isteyen ve yüksek maliyetler nedeniyle itici gücü "performans" olan bir pazardır. Bu performansın sağlanması ise, modern zırh karşıtı tehditlere karşılık daha hafif savaş araçlarının, kısa süreli hazırlık ile kullanılabilecek düzeye gelebilmesi ile ölçülür. Bu hafiflik unsurunu sağlayacak malzemelerden en önemlisi aracın üzerinde pasif balistik korumayı sağlayacak yüksek etkinlikteki zırh sistemidir. Kara araçlarında metalik zırhların getirdiği ağırlık artısı aracın manevra yeteneğinin azalmasına, hızın düşmesine ve mekanik parçaların daha fazla aşınmasına neden olmaktadır. Zırhlı personel taşıyıcı gibi kara araçlarında "Add-on armor" olarak adlandırılan ve küçük ve orta kalibreli silahlara karşı etkin koruma ve ağırlık tasarrufu sağlayan seramik zırhlar son yıllarda yaygın kullanım alanı bulmaktadır.

Zırh tasarımında en önemli üç etken olarak ağırlık, fiyat ve performans ortaya çıkmaktadır.

Zırhlarda kullanılacak malzemelerin şu özelliklere sahip olması istenir :

• Düşük yoğunluk

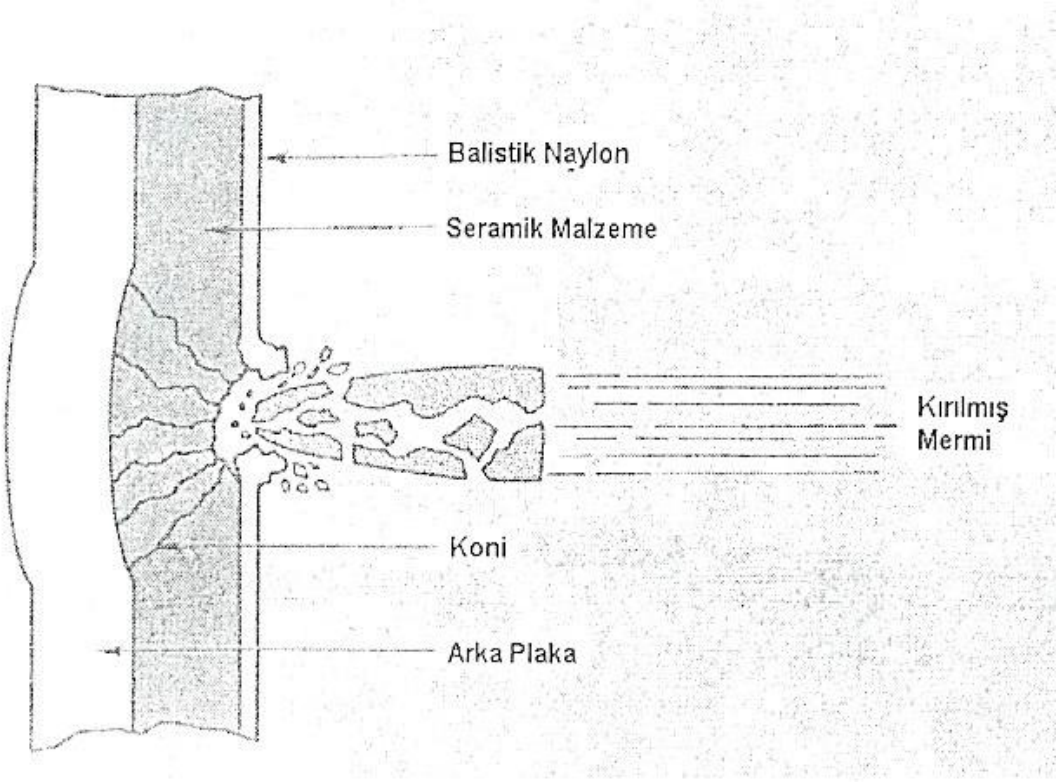
• Yüksek elastisite ve kayma modülleri

• Yüksek akma dayanımı

• Yüksek dinamik çekme dayanımı

Seramikler yukarıdaki ilk üç şartı yerine getirirken metaller yüksek yoğunlukları nedeniyle ağır kalmaktadır. Günümüzde bütün şartları yerine getiren bir malzeme mevcut değildir. Bu durum tasarımcıları farklı arayışlara yöneltmiş ve bunun sonucunda seramik zırh olarak tanımlanan, önde seramik arkada metal veya kompozit iki tabakadan oluşan zırhlar geliştirilmiştir.

Seramik zırhlar çift dayanımlı zırhlar ailesine girmektedir. Burada ön plaka sert, arka plaka ise sünektir. Öndeki sert plaka darbeyle beraber delici nesneyi kırarken arkadaki sünek plaka geri kalan darbe enerjisini emer ve mermi ve seramik parçalarını muhafaza eder. Şekil 2.1'de merminin seramik zırh plakaya çarpması verilmiştir.



Şekil 2.1 : Bir merminin seramik zırh plakaya çarpması

Seramiğin görevi kırılma konisi aracılığı ile mermi enerjisini arka plaka üzerine dağıtmak ve delme süresince mermiyi aşındırmaktır. Bu şekilde, merminin arka plaka üzerinde küçük bir bölgeye temas ederek burada malzeme dayanımını aşan gerilmeler uygulaması ve plakada yerel bir hasar oluşturması önlenir. Delme süresince sert ve aşındırıcı seramik parçacıkları mermiyi aşındırır ve kütlesini azaltır.
Arka plaka malzemesi olarak düşük yoğunluğa sahip olması nedeniyle alüminyum yaygın olarak kullanılmaktadır. Elyaf takviyeli plastik kompozitler de düşük yoğunlukları, yüksek dayanım ve yüksek kopma enerjileri nedeniyle tercih edilmektedir.
Bir merminin seramik zırhı delme mekanizması çok karışık olmasına karşın temel olarak üç bölüme ayrılabilir :

• Mermi ucunun çarpmayla kırılması ve seramik yüzeyinin çok küçük parçacıklar halinde kırılması. Seramiğin kırılması bu aşamada olur.

• Delme aşaması. Mermi, önündeki seramiğe yük uygulayarak seramik plakayı geçmeye çalışırken kırılma konisi aracılığı ile yük arka plakaya iletilir. Arka plaka kopan parçaları bir arada tutarak seramiğin bütünlüğünü korur. Bu arada seramiği geçmeye çalışan mermi aşınır.

• Seramik kırılma konisini geçen mermi arka plakaya ulaşır. Eğer merminin yeterli kinetik enerjisi varsa plakayı delip geçer.

Delip geçme olayının doğası gereği karmaşık olması ve birden fazla parametreye bağlı olması, delip geçmenin analitik yöntemlerle incelenmesini zorlaştırmaktadır. Deneysel çalışma ise oldukça pahalı ve zaman alan bir işlemdir. Bu tür karmaşık olayları çözümlemek için kapsamlı sayısal çözümleme teknikleri kullanmak üçüncü bir yol olarak ortaya çıkmıştır. [15]
Seramik zırh teknolojisi gelecekteki balistik koruma ihtiyaçlarını karşılayabilecek olan, önemli avantajlar sağlayabilen bir teknolojidir. Hafif silah ve makineli tüfek tehditlerine karşılık personelin balistik korunma performans seviyesi hem yüksektir, hem de günümüzde bu konudaki tasarım parametreleri yeterince anlaşılmıştır. Buna karşılık yüksek kalibreli kinetik enerjiye dayalı zırh delici tehditler uzun zamandan bu yana sorunları yeterince çözülememiş bir konudur.
Ana koruma teknolojisi olarak seramiklerin uygulanması, ana gelişmesini son on yılda gerçekleştirmiştir ve bugünkü haliyle hafif silahlara ve ağır makineli tüfeklere karşı kullanılmakta olup esas olarak seramik laminat plaka üzerine metal yapısal zırh halinde, daha yeni olarak ise kompozit tabanlı sistemlerde kullanılmaktadır.

Bugün kullanılan veya gelişmekte olan bazı askeri zırh uygulamaları ise zırh seramik sanayi üreticileri bazında aşağıdaki şekilde verilmiştir :

Armorworks firması (Arizona, A.B.D.) geniş çapta seramik kompozit ürünleri imal etmekte olup helikopter tabanları için 7.62 mm. kalibre mermiden korumak amacıyla alüminyum oksit bazlı zırh sistemi üretmektedir ve koruma namlu hızı için geçerlidir. Bu firmanın ürettiği plakalar helikopter içerisinde gerektiğinde monte edilecek şekilde kullanılmaktadır ve MILSTD-810E çevre testini geçmiştir. (Yüksek ve düşük sıcaklık, güneş radyasyonu, kum ve toz vs.)

Ceradyne Incorporated (California, A.B.D) balistik sınıf dahil olmak üzere geniş çapta ileri seramik ürünler geliştirmekte ve üretmektedir. Bu ürünler sıcak preslenmiş bor karbür, silisyum karbür ve titanyum diborit yanısıra basınçsız sinterlenmiş silisyum karbür ve reaksiyonla bağlanmış ve sinterlenmiş silisyum nitrür malzemelerini içermektedir. Bu firma savaş helikopterlerinin korunması için 1960'larda ilk bor karbür uygulamalarını gerçekleştiren firmadır. Bugün Ceradyne firması seramik zırh göğüs koruma yeleği ve Kobra helikopterleri için balistik korumalı oturma yerleri tasarlamakta, geliştirmekte ve üretmektedir.

Cercom Incorporated (California, A.B.D.) 1985 yılından bu yana geniş çapta ticari ve balistik sınıfta seramik zırh üretmektedir. Kendilerine ait PAD-Pressure Assisted Densification adındaki prosesi kullanarak Cercom firması Amerikan ordusuna büyük miktarda alüminyum nitrür, bor karbür, silisyum karbür, silisyum nitrür, titanyum diborit ve tungsten karbür balistik seramikleri üretmektedir. Cercom firmasının ürettiği sıcak preslenmiş bor karbürden imal parçalar, Tiger helikopterlerinde oturak olarak ve vücut koruma amaçlı küçük ve büyük parçalar olarak Amerikan ordusunda kullanılmaktadır.

German Ingenieurbüro Deisenroth firması (IBD) (Lohmar, Almanya) kendisine ait MEXAS Modular, Expandable Armor Systems adı altında seramik/metal/kompozit tasarımına sahiptir.

Bu tasarım benzerlerinden farklı olmamasına rağmen, daha önce çıktığından günümüzde yaklaşık olarak 39 çeşit araçta kullanılmaktadır. MEXAS mühendislik araçlarında, taktik kamyonlarda ve çeşitli tekerlekli ve paletli muharebe aracında, Avrupa'da çoğu ülkede, Kanada ve A.B.D.'de kullanılmaktadır.

Textron Marine and Land Systems (New Orleans-A.B.D.) firması iki ilginç seramik kompozit uygulamasının ana üreticisi durumundadır. Bunlardan birisi Amerikan Ordusunda kullanılan Army Armored Security Vehicle (ASV) adı altındaki araçta

kullanılan seramik kompozit zırhı MEXAS'a dayanmaktadır. ASV aracı ön, arka ve yan taraflardan 12.70 mm. kalibre zırh delici mermiye karşı korumada başarılıdır. Diğer araç ise Landing Craft Air Cushion-LCAC adı altındaki yüksek hızda seyredebilen, sahil üzerinde tamamıyla amfibi, karaya da oturabilen, 60-75 ton yükü başarılı bir şekilde taşıyabilen araçtır. Bu aracın türbin kutuları da dahil olmak üzere kritik yerleri alüminyum oksit kompozitinden imal edilmiş parçalar tarafından korunmaktadır. [16]

Yukarıda firma bazında verilen savunma amaçlı uygulama örneklerini daha da fazlalaştırmak mümkündür. Ancak, burada kritik nokta, ileri zırh seramik malzeme uygulamalarında araçların rahat hareket edebilmesi için hafiflik, diğeri ise iyi nitelikte balistik korumadır. Bu iki faktör, yukarıda bahsedilen araçlara saldırı esnasında üstün nitelik kazandıran en önemli faktörlerdir.

2.2.2.1 Zırh plaka çeşitleri

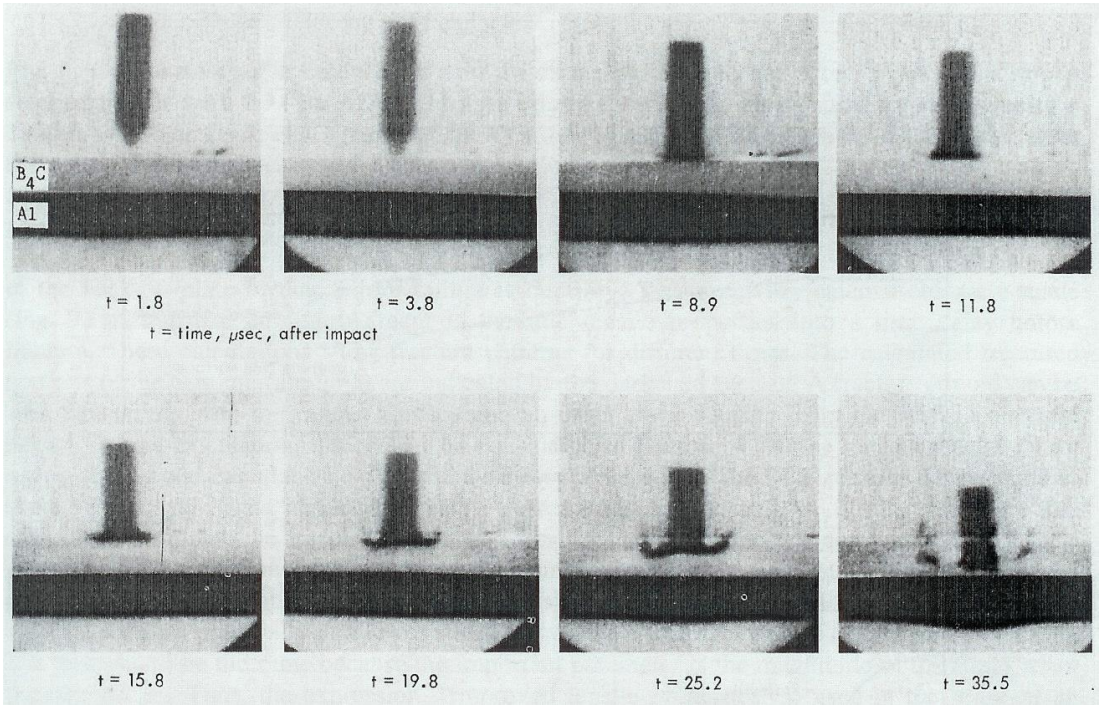
Klasik zırh sistemleri çelik plaka (genelde 4140 cinsi) - alüminyum plaka (genelde 6061 cinsi) ikili sisteminden oluşmaktadır. Modern uygulamaya dayanan deneysel veya üretilmiş seramik zırhlar genellikle Al_2O_3 – SiC gibi seramik matris kompozitlerini, SiC ve B_4C partiküllleriyle güçlendirilmiş borosilikat camlarını, LANXIDETM'i ve Al_2O_3, B_4C, SiC, TiB_2 veya AlN gibi geliştirilmiş monolitik seramikleri içermektedir. İleri seramik malzemelerin zırh uygulamalarında kullanılmasının nedeni üstün balistik performans gösterebilmeleri ve düşük ağırlığa sahip olmalarına dayanmaktadır. Şekil 2.2 mermi çarpması esnasında seramikten imal edilmiş bir plakanın davranışını göstermektedir.

Aşağıdaki şekilde bor karbürden imal edilmiş plaka mermiyi kırmaya, alüminyumdan imal edilmiş plaka ise merminin seramik zırhı geçmesi durumunda durdurmaya yaramaktadır. [17]

Bu durumun zırh seramik malzemelerde günümüzdeki başlıca uygulama prensibini oluşturduğu Gooch tarafından da açıklanmıştır. [16]

Şekil 2.2 'de görülen merminin B_4C plakasına çarpması, üç aşamadan oluşmaktadır :

1) Kırılma
2) Erozyon
3) Yakalama



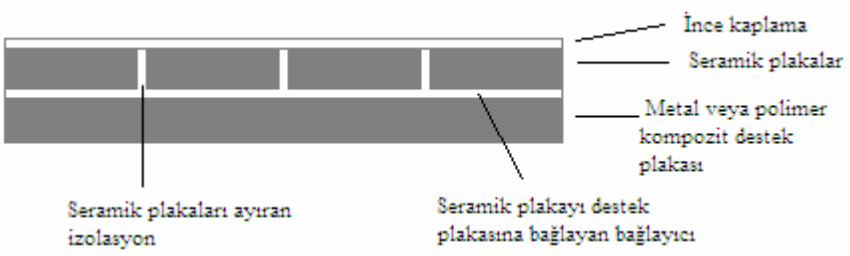
Şekil 2.2 : Seramik (B_4C) ve alüminyum katmanlı bir zırh sistemi t = zaman, μ sn, çarpışma sonrası

Kırılma aşamasında mermi seramik plaka üzerinde kırılmakta, seramik malzemenin sahip olduğu yüksek basma dayancı mermi tarafından yaratılan yüklemeyi karşılamakta, sonuçta mermi parçalanmaktadır.

Seramik zırh penetrasyonunun ikinci aşamasında seramik malzeme çatlamaktadır, ancak seramik malzeme hala mermi çekirdeğinin oluşturduğu tehdide karşı erozyon mekanizmalarıyla karşı koyabilmektedir.

Üçüncü ve son asama olan yakalamada ise seramik malzeme dayancını kaybetmiştir, ancak seramik ve destek malzemesi birleşerek mermi hızını momentum transfer mekanizmasıyla azaltmaktadır.

En iyi balistik sonucu veren seramik/destek plakası oranları uzun yıllardır 2/3 seramik plaka ağırlığı, 1/3 destek plakası ağırlığı olarak bilinmekteydi.

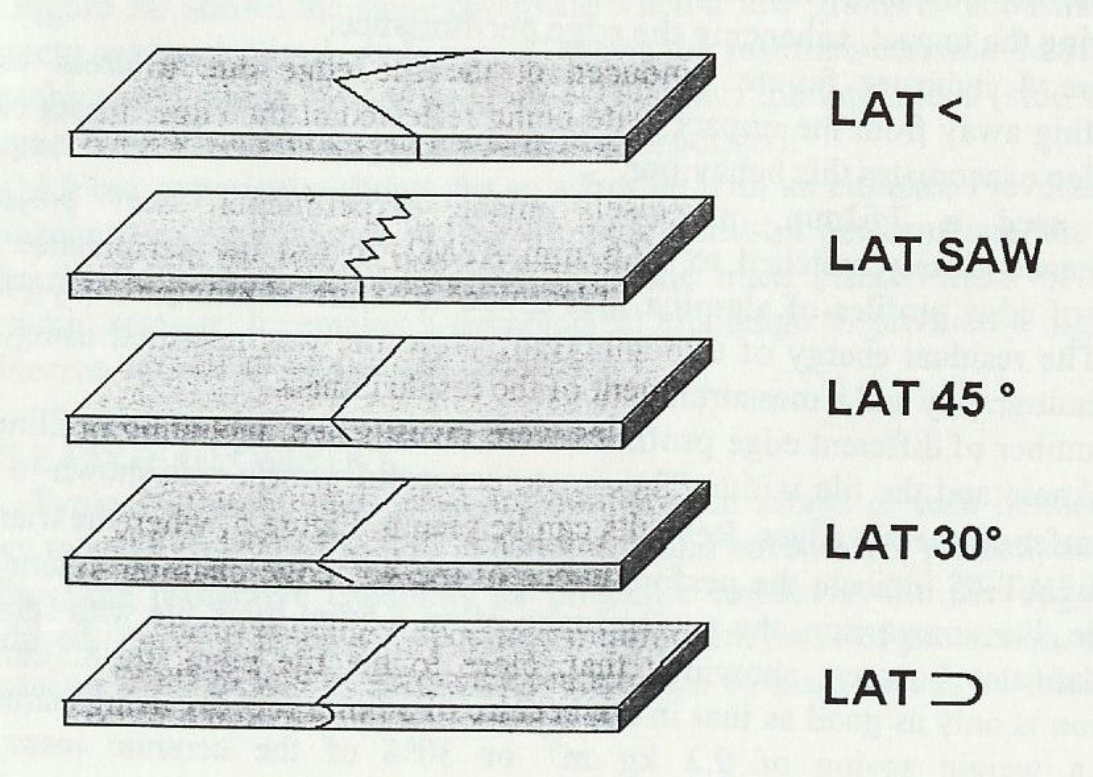


Şekil 2.3 : İkili seramik plaka ve destek plakası zırh sistemi

Şekil 2.2'deki fotoğraflarda ve şekil 2.3'de görülen ikili zırh plakası sistemlerinde en iyi sonucu veren seramik/destek plakası oranını James;

$$T_{cer}/T_{met}\ (optimum) = \frac{\text{v}}{60000}\,\text{x}\,(90 - \text{çarpma}\ açısı)$$

şeklinde ifade etmiştir. Burada; V= hız m/sn., çarpma açısı iki seramik plaka arasında birleşme açısı olarak ele alınmaktadır. [18]



Şekil 2.4 : Kenar optimizasyon değerlendirmesinde kullanılan konfigürasyonlar

Seramik zırhın performansı, sistemin konfigürasyonuyla da yakından ilişkilidir. James B. şekil 2.4'de görülen seramik levhaların birbirine geçme noktalarının balistik yönden hassas noktalar olmaları nedeniyle çeşitli geçme türleri üzerinde 7.62 mm. kalibre mermi ile atışlar denemiştir. Bu atışlar sonunda kenar geçme konfigürasyonunda en başarılı sonucun şekil 2.4'de görülen LAT 45° olduğunu belirtmiştir. Bu konfigürasyonun önemi, seramik plakaya mermi çarpması sonrasında, merminin çarptığı bölge dışında, diğer plakalara geçme uygulanmaması durumunda (90° lik kenarlarla birleştirme durumu) mermiden kaynaklanan kesme gerilmesinin plakaların diğer bölgelerinde de kırılmaya yol açmasında yatmaktadır. 45° açılı geçme her zaman için daha iyi sonuç vermekte olup, bu sayede zırh

seramiğinin kalınlığında azalma yapılarak tümleşik olarak daha iyi sonuç sağlandığı ve seramik zırh ağırlığında %30'a yakın tasarruf sağlandığı belirtilmiştir.

NIJ 0101.04 standardında (Kişisel Vücut Zırhının Balistik Direnci) balistik plaka çeşitleri koruma sağlayabildikleri mermi cinsine göre sınıflandırılmıştır. Bu sınıflama balistik performans seviyeleri göz önüne alınarak yedi sınıfta veya tipte gruplandırılmıştır. Balistik performans her şeyden önce merminin kompozisyonuna, şekline, kalibresine, kütlesine, çarpma açısına ve çarpma hızına bağlıdır. Bu balistik sınıflama zırh çeşitleri şöyledir :

a) Tip I (22LR; 380 ACP)

Bu zırh çeşidi 0.22" (5,60 mm.) yuvarlak burunlu, 2.6 g., 320 m/sn. veya daha az hıza, LR LRN (Long Rifle Lead Round Nose) mermi tipine veya 380 ACP Tüm gömlekli yuvarlak burunlu (FMJ RN-Full Metal Jacketed Round Nose) mermilerine 6,2 g. nominal ağırlıkla 312 m/s hızla çarpmaya dayanan cinstedir.

b) Tip IIA (9 mm, 40 S&W)

Bu zırh çeşidi 9 mm tüm gömlekli yuvarlak burunlu (FMJ RN-Full Metal Jacketed Round Nose) mermilerine 8.0 g. nominal ağırlıkla 332 m/s veya daha az hızla çarpmaya dayanan cinstedir. Ayrıca 40 S&W kalibre tüm metal gömlekli (FMJ-Full Metal Jacketed), 11.7 g nominal ağırlıkta, 312 m/s hızda veya daha az hızda çarpmaya karşı korumalı özelliği olmalıdır. Yukarıda (a) kısmında bahsedilen tehditlere de koruma sağlamalıdır.

c) Tip II (9mm, 357 Magnum)

Bu zırh çeşidi 9 mm tüm gömlekli yuvarlak burunlu (FMJ RN-Full Metal Jacketed Round Nose) mermilerine 8.0 g. nominal ağırlıkla 358 m/s veya daha az hızla çarpmaya dayanan cinstedir. Ayrıca 357 Magnum gömlekli yumuşak burunlu (JSP-Jacketed Soft Point), 10.2 g nominal ağırlıkta, 427 m/s hızda veya daha az hızda çarpmaya karşı korumalı özelliği olmalıdır. Yukarıda (a)ve (b) kısımlarında bahsedilen tehditlere de koruma sağlamalıdır.

d) Tip IIIA (Yüksek Hızda 9 mm; 44 Magnum)

Bu zırh çeşidi 9 mm tüm gömlekli yuvarlak burunlu (FMJ RN-Full Metal Jacketed Round Nose) mermilerine 8.0 g. nominal ağırlıkla 427 m/s veya daha az hızla çarpmaya dayanan cinstedir. Ayrıca 44 Magnum yarı gömlekli bosluk burunlu (SJHP-Semi Jacketed Hollow Point) 15.6 g nominal ağırlıkta, 427 m/s hızda veya daha az hızda çarpmaya karşı korumalı özelliği olmalıdır. Yukarıda (a), (b) ve (c)

kısımlarında bahsedilen tehditlere ve çoğu el tipi tabancalara karşı da koruma sağlamalıdır.

e) Tip III (Tüfekler)

Bu zırh çeşidi 7.62 mm tüm metal gömlekli (FMJ-Full Metal Jacketed) mermilerine (A.B.D. askeri tarif olarak M80 geçmektedir) 9.6 g kütleyle 838 m/s veya daha az hızda çarpmaya karşı korumalıdır. Aynı zamanda yukarıdaki (a), (b), (c) ve (d) kısımlarında geçen tehditlerine karşı da koruma sağlamalıdır.

f) Tip IV (Zırh Delici Tüfekler)

Bu zırh çeşidi 7.62 kalibreli zırh delici (AP-Armor Piercing) mermilere (A.B.D. askeri tarifiyle M2 AP), 10.8 g nominal kütle ağırlığında, 869 m/s veya daha az hızda çarpmaya karşı korumalı olmalıdır. Ayrıca yukarıda bahsedilen (a), (b), (c), (d) ve (e) kısımlarında geçen tehditlere karşı da koruma sağlamalıdır.

g) Özel Tip

Yukarıda adı geçen zırh standart tipleri dışında, tehditlere karşı belli seviyede koruma istenmesi durumunda, kullanıcı kesin kalibreleri ve referans alınacak minimum çarpma hızlarını belirler ve bu standardın da bütün yönleriyle yeterli olduğunu beyan eder. [19]

2.2.2.2 Balistik koruma

Balistik, yerçekimi ve atmosferik şartlar altında ateşlenen veya geri tepmeyle itilen cisimlerin, özellikle de parçacık (şarapnel), mermi ve roketlerin hareketlerini inceleyen bilim dalıdır.

Balistik genelde dört bölüme ayrılır: iç, orta, dış, terminal balistik.

İç balistik, tozların yanmasıyla ve silah veya roketteki gaz yayılmasının yerini tutan olaylardaki termodinamik proseslerle ilgilenir.

Orta balistik, parçacık veya roketin tüp veya fırlatma düzeneğini terk edişi sırasındaki davranışlarıyla ve oluşabilecek bozukluklarla ilgilenir.

Dış balistik, roket, mermi veya parçacığın fırlatma platformunu veya namlu ağzını terk ettikten sonra gerçekleşen, parçacığın genelde 6 boyutlu bir yolu tanımladığı varsayılan hareketleriyle ilgilenir. Burada pratikte önemli olan uçuş performansının (menzilinin) ve de vuruş modelinin belirlenmesidir. Düşük menzillerde, yer çekiminin etkileri, atmosferik şartlar ve itici kuvvet eşit öneme sahiptir. Eğer ateşli silahlar kullanılıyorsa, yüksek irtifalarda hava direncinin etkisi azalır ve böylece parçacığa gök mekaniği hükmetmeye başlar.

Terminal balistik, hedeflerine ulaşan parçacıkların etkilerini açıklar. [20]

2.2.2.3 Zırh plakalarına uygulanan balistik testler

Seramik zırh plakalarına uygulanan on türde balistik test yöntemi mevcuttur :

a) NDP (Deforme Etmeyen Penetrasyon-Non Deforming Penetration)

Tipik Olarak yumuşak metaller ve sert hedefler için kullanılır. Betona, kireçtaşına ve diğer jeolojik malzemelere uygulanır. Bu penetrasyon modunda hedef direncinin izole edilmesi amacıyla birçok araştırma yapılmaktadır.

b) PEN (Penetrasyon Derinliği, Doğrudan ya da Ters Çarpma-Penetration Depth Direct or Reverse Impact)

Penetrasyon-hız eğrileri, penetrasyon direnci, penetrasyon hızı, penetrasyon tükenme hızı ile ilgilidir.

c) DOP (Modifiye Edilmiş Penetrasyon Derinliği-Modified Depth of Penetration)

Performans hedeflerinin seramik kalınlığına karşılık fonksiyonunun belirlenmesiyle ilgilidir. TAD'ye benzer, tek farkı yarı sonlu konfigürasyona sahip olmasıdır.

d) DWE (Çarpma Testleri-Dwell Tests)

Toplam ara yüz yenme durumları. Burada yüzey üzerinde merminin hasara uğratılması ve yapının buna verdiği karşılık ölçümlenir.

e) DPT (Çarpma/Penetrasyon Geçişi-Dwell/Penetration Transition)

Burada hız, seramiğin başarısız olacağı kesme dayancını veya geçiş gerinimini tanımlayacak bir yük oluşturur.

f) FTG (Sabit Hedef Geometrisi-Fixed Target Geometry)

Genel zırh tipi konfigürasyonlarda malzeme karşılaştırma deneyine dayanmaktadır. Özellikle eğimli olarak kullanılır.

g) TCA (Tandem Kompozit Zırhı-Tandem Composite Armor)

Hasarlı malzemenin kullanılmasını en aza indirecek konfigürasyon.

h) VBL (Balistik Limit Hızı (V50) veya Artık Veri-Ballistic Limit Velocity (V50) or Residual Data)

Kabul edilebilir zırh için tipik gereksinimler, ayrı ayrı testlerle artık penetratör karakteristikleri ölçülebilmektedir.

i) BAD (Zırh Arkası Kırıntıları- Behind Armor Debris)

Bir penetratörün öldürücülüğünü veya bir hedefin hassasiyetini aynı düzeydeki bir tehditle ölçümler.

j) TAD (Hedef Yüzey Yoğunluğu Performans Haritaları-Target Areal Density Performance Maps)

Optimuma yakın zırh konfigürasyonlarının belirlenmesine yardım eder. Bu konudaki teoriler, ortaya çıkan verilerle, değişik tehditlerin varlığına karşılık birtakım öngörülerde bulunmayı içerir. [21]

3. MEKANİK ALAŞIMLAMA

Mekanik alaşımlamanın sağlamış olduğu avantajlar neticesinde son yıllarda kullanım alanı oldukça genişlemiştir. MA genellikle homojen dağılımlı ısıl veya kimyasal işlemlere başvurmadan gerçekleştirilen, bir katı hal reaksiyonudur. Klasik alaşımlama işlemleri sırasında karşılaşılan ergime problemleri, heterojenlik, işlemler sırasında meydana gelen istenmeyen reaksiyonlar, MA ile ortadan kaldırılabilir. Aynı zamanda ekonomik ve uygulama alanının geniş olması büyük avantajlar sağlar. Bunların başında modern ve birbiri ile karışamaz elementlerin karıştırılabilmesi gelir. Bunu başka tekniklerle gerçekleştirmek mümkün değildir. MA sistemi sırasında meydana gelen karışım katı-katı bir karışım olduğu için denge diyagramlarının belirlediği şartların dışına çıkılabilir. Mekanik alaşımlama, tozların paslanmaz çelik kazanlarda sertleştirilmiş çelik bilyalar veya tungsten bilyalar ile istenilen sürelerde öğüterek ve karıştırarak yapılan bir alaşımlama işlemidir. Oksitlenmeye karşı öğütme sırasında genellikle argon gazı kullanılır. Eğer nitrürleme gibi bir işlem de varsa atmosfer olarak azot (N2) kullanılabilir. Eğer kullanılan tozlar yumuşak ise, işlem kontrol kimyasalı olarak % l-2 hacim oranında stearik asit ilavesi gerekebilir (bunun dışında pek çok farklı işlem kontrol kimyasalı da kullanılabilir). Üretilecek tozun miktarına toz boyutuna ve daha birçok parametreye göre üretilmiş değişik amaçlı MA değirmenleri vardır. [22,23]

MA'nın tarihi gelişimi gözden geçirildiğinde, ihtiyaçların karşılanmasında teknolojinin paralel bir gelişim gösterdiği tespit edilebilir. 1966 yılında John BENJAMİN ve arkadaşları (P.D. Merica Res. Lab. of the NİCHEL COMP INCO) tarafından geliştirilen bir yöntemdir. MA sayesinde yüksek sıcaklık dayanımlı oksit parçacıklarıyla takviye edilmiş Ni bazlı süper alaşımlar üretilmiştir. Uygulama sonrasında elde edilen malzemelerle gaz türbinleri içinde arzu edilen özelliklerin sağlaması amaçlanmıştır. Aynı ekip, 1970'lerde farklı denemeler sonucunda bilyalı öğütme tekniği ile en uygun sonuçlan almışlardır. Çünkü bu metot sayesinde partiküllerin yüksek deformasyonundan dolayı kırılması ve tekrar soğuk kaynaklanması işleminin ardışıklığı, ince partiküllerin üretilmesine imkan vermektedir. Oksit dağılımıyla güçlendirilmiş (ODS) süper alaşımlarda sürünme

dayanımı oldukça iyidir. ODS ile üretilen ilk nikel bazlı alaşım 1977 yılında bir motorda kullanılmıştır. MA yönteminin gelişmesiyle birlikte kullanım alanları yaygınlaşmıştır. En başta bu gelişmenin öncü sektörleri havacılık sanayi ve otomobil endüstrisi olmuştur. [24]

MA yöntemi ile ihtiyaç duyulan hafif, mukavemetli, korozyon direnci yüksek ve yüksek sıcaklık performansı artırılmış malzeme üretimi mümkündür. Bu sektörel ihtiyaç artışı 1970'lerin sonu ve 80'lerin başında özellikle Al gibi hafif malzemeler üzerinde yapılan çalışmalara ağırlık verilmesine neden olmuştur. 1980'lerin başlarında, amorf yapılı intermetaliklerin öğütülesi, Ni-Nb gibi tozların karıştırılması, daha sonra kararsız ve yan kararlı sistemlerin geliştirilmesi sağlanmıştır. 1980'lerin sonlarına doğru yapılan araştırmalarda, amorf yapılı malzemelere, farklı alaşımların sentezlenmesi, aşın doymuş katı çökeltilere, ikincil ara fazların üretimi gibi konulara ağırlık verilmiştir. MA yönetimiyle aynı zamanda yan kararlı fazların, amorf malzemelerin, sermetlerin ve organik - seramik - metalik gibi karmaşık yapılarında üretimi mümkündür. 1990'ların başlarında Al-Ti alaşımlarının geliştirilmesinden sonra genellikle farklı alaşımların geliştirilmesi yerine, işlem basamaklarının ve MA sonrası uygulanan işlemlerle yapısal değişiklikler sağlayan çalışılmalara hız verilmiştir. Nano boyutlu tozların MA yöntemiyle üretimi sağlanmıştır. Buna paralel olarak Fe ve Ni bazlı alaşımların (MA754 - MA956) üretimi de gerçekleştirilmiştir.

Aynca MA yöntemiyle oda sıcaklığında farklı tozların reaksiyona girmesi ile sarf malzemelerden çeşitli kimyasal bileşime sahip malzemelerin üretimi de gerçekleştirilmiştir. [25]

Örneğin, oda sıcaklığında CuO ile Ca tozlarının birlikte karıştırılması şeklinde saf Cu elde edilebilir.

MA ile RSP (hızlı soğutma işlemi) birbirlerine yakın metotlar olduğu için sık sık mukayese edilirler. Katı karışabilirlik sınırlan MA ve RSP teknikleriyle birçok metalik sistem için oldukça genişletilmiştir. Buna karşın MA yöntemi ile RSP'ye göre aşın doymuşluk oram daha yüksek malzeme üretimi mümkündür. Oda sıcaklığında çok az ya da hiç karışımı sağlanamayan malzemelerin eriyebilirlik aralığı genişletilmektedir.

Kompozit ve seramik esaslı malzemelerin kullanım alanlarının gelişmesi MA yönetimi ile üretilen metal esaslı malzemeler üzerine yapılan araştırmaların yavaşlamasına neden olmuştur. Ancak, halen özellikle hafif alaşımların takviye

edilmesi, farklı üretim teknikleri ve ara işlem basamaklarının değişmesiyle yeni geliştirilen alaşımların performansları artırılmaktadır. [26,27,28]

3.1 Mekanik Alaşımlamanın Avantajları

Mekanik alaşımlama yöntemi, deneysel ve üretim süreçleri olarak tüm ikili, üçlü ve çoklu sistemlere kolaylıkla uygulanabilmektedir. Bu yüzden MA tekniği üretim ve ticari anlamda çeşitli avantajlar sunmaktadır. Bu avantajları şu şekilde sıralanabilir:

- MA işlemi, bir katı hal işlemi olmasından dolayı, normal ergitme teknikleriyle üretilmesi zor ve/veya olanaksız olan elementlerin (WC-Co gibi) üretilebilmesi,
- Birbiri içinde sıvı fazda (Cu-Pb) veya katı fazda (Fe-Cu) çözünmeyen elementlerin alaşımlanması,
- Oldukça farklı ergime sıcaklığına sahip malzemelerden intermetaliklerin üretilebilmesi,
- Katı-sıvı-gaz şeklinde alaşımlama sırasında oksit, nitrür ve karbürlerin takviye edilebilmesi
- Termodinamik olarak, alaşımlamada kompozisyon sınırlaması yoktur. Böylece çok geniş ve sıra dışı alaşımların elde edilmesi mümkündür,
- Matris içindeki homojen dağılmış partiküller sayesinde dislokasyon hareketleri engelleyen bariyerlerin oluşturulması,
- Partiküller sayesinde, toparlanmayı ve yeniden kristalleşmeyi engellenmesi veya yavaşlatılması, böylece malzemelerin yüksek sıcaklık kararlılığının artırılması,
- MA ile elde edilen tozların yapısında tamamen homojenlik sağlanabilir. Böylece segregasyon problemi minimuma indirilebilir.
- Korozyon ve aşınma direnci yüksek, termal kararlılığı gelişmiş uygun malzeme üretilebilmesi,
- Bir seferde oldukça fazla miktarda tozun üretilebilmesi ve alaşımlanması,
- Depolanma ve fabrikasyon kolaylığı,
- Sinterleme ile birlikte kritik sıcaklıklarda ısıl işlem imkanı,
- Nano kristalli malzemelerin üretimine elverişlilik,

- İstenilen reaksiyonları oluşturması veya hızlandırması,
- Presleme ve sinterleme işlemleriyle %100 yakın yoğunlukta parça üretilmesi,

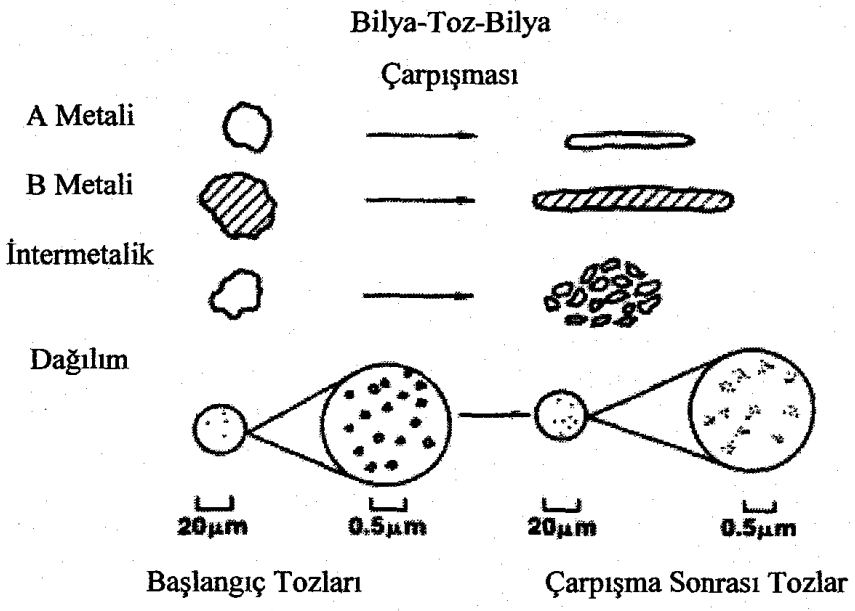
3.2 Mekanik Alaşımlama Mekanizması

MA işlemleri genellikle homojen dağılıma sahip, kontrollü ve oldukça ince tozlardan oluşan çoğunlukla bir katı hal reaksiyonu şeklinde gerçekleşen kuru ve yüksek enerjili öğütme işlemidir. [29]

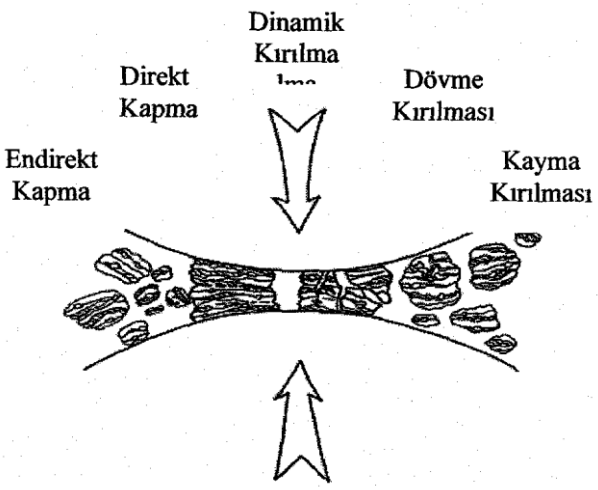
MA işlemi sırasında tozun ortalama boyutu, boyutsal dağılımı, şekli ve diğer yapısal özellikleri işlem sırasında kontrol edilir. MA işlemleri genellikle klasik yöntemlerin, kimyasal reaksiyonların veya ingot metalürjisi gibi metotların kullanımının yetersiz kaldığı noktalarda oldukça iyi sonuçlar verir. MA yöntemi ile temel çalışmalar biri sünek, diğeri gevrek iki farklı malzemenin kırılma kaynaklanma esnasına dayalı ardışık tekrarlar şeklinde homojen ve ince bir yapısal bütünlük sağlaması amaçlanmıştır. Metodun gelişmesi ve işlem basamakları sırasında kullanılan parametrelerin, yapısal etkinliğinden yararlanılarak çok farklı alaşım elementlerinin birlikte kullanımı gerçekleşmiştir. Genellikle üzerinde durulan temel parametreler; hammadde, öğütme türü, bilya toz oram, öğütme hızı, öğütme zamanı, öğütme atmosferi, değirmen sıcaklığı gibi etkilerdir.

Oluşturulacak alaşım içerisinde metal ya da metal olmayan malzemelerin oranları belirlenir ve yüksek enerjili değirmene (değirmen tipi farklı olabilir) şarj edilir. Mekanik olarak alaşımlanacak başlangıç tozları ve onların deformasyon karakteristikleri şematik olarak Şekil 3.1'de gösterilmiştir.

Yüksek enerjili öğütme sırasında toz parçacıkları hızla yassılaşır, soğuk kaynaklanır, kırılır ve tekrar kaynaklanır. İki çelik bilya çarpıştığında bir miktar toz aralarında sıkışır. Tozlar katlanarak lameler olarak bürünürler. Her çarpışmada yaklaşık 0.2 mg. ağırlığında 1000 parçacık sıkışır. Çarpışma süreçleri, toz-bilya, bilya-cidar, karıştırıcılar-bilya şeklinde farklılık gösterir. Bu süreçlerin tümü etkindir, ancak en etkilisi bilya-bilya çarpışmasıdır. Bu durum Şekil 3.2'de gösterilmiştir



Şekil 3.1 : Başlangıç tozları ve alaşımlamaya bağlı olarak deformasyon tavırları



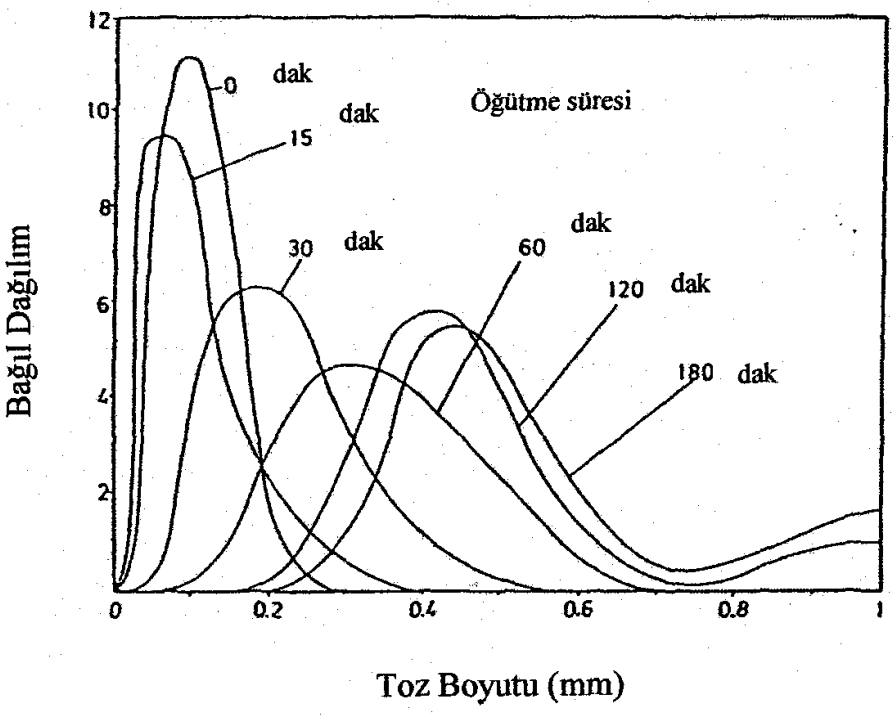
.

Şekil 3.2 : MA sırasında toz karışımının Bilya-Toz-Bilya çarpışması

Çarpma kuvveti toz parçacıklarını plastik deformasyona uğratır, bu da deformasyon sertleşmesine (pekleşmesine) ve kırılmaya neden olur. Oluşan yeni yüzeyler parçacıkların kaynaklaşmasını sağlar. Buna bağlı olarak parçacık boyutunda bir artış meydana gelir. Kullanılan toz karakteristiğine göre (sünek-sünek veya sünek-kınlgan) parçacıkların kaynaklaşması ve büyük parçacıkların oluşma eğilimi yüksektir. Parçacıkların yüzey-hacim oram başlangıçtakinin üç katına ulaşabilir. Kimyasal kompozisyonda herhangi bir değişme olmaksızın katmanlı bir yapı

meydana gelir. Devam eden deformasyonla birlikte deformasyon pekleşmesi artar, yorulma mekanizmasıyla ve/veya katmanların ayrılmasıyla kırılma devam eder. Bu mekanizma ile oluşan parçacıklar, birleştirici kuvvetler olmadığı zaman, boyut olarak küçülme eğilimindedirler. Bu aşamada kırılma etkin parametredir. Darbelere bağlı olarak yapı incelmeye devam ederken, parçacıkların boyutu aynı kalır.

Sonuç olarak parçacık içindeki katmanlar arası mesafe azalırken, sayısı da artar. Bununla birlikte öğütme işlemi sırasında parçacıkların boyutlarındaki küçülme kabiliyeti oldukça düşüktür (%1'den küçük). Öğütme sırasında kullanılan eneğinin çoğu ısı olarak açığa çıkar. Fakat az bir miktarı da tozların elastik ve plastik deformasyonunda kullanılır. Belli bir öğütme zamanından sonra, ortalama parçacık boyutunu artıran, kaynaklanma hızı ve ortalama kompozit parçacık boyutunu azaltan, kırılma hızı arasında bir denge yakalandığında durağan bir durum elde edilir. Şekil 3.3'de görüldüğü gibi zaman ilerledikçe toz boyutları küçülürken boyut dağılım aralığı genişlemektedir. Bu aralık MA uygulanan tozların süneklik ve gevreklik karakteristiği ile doğrudan ilgilidir.

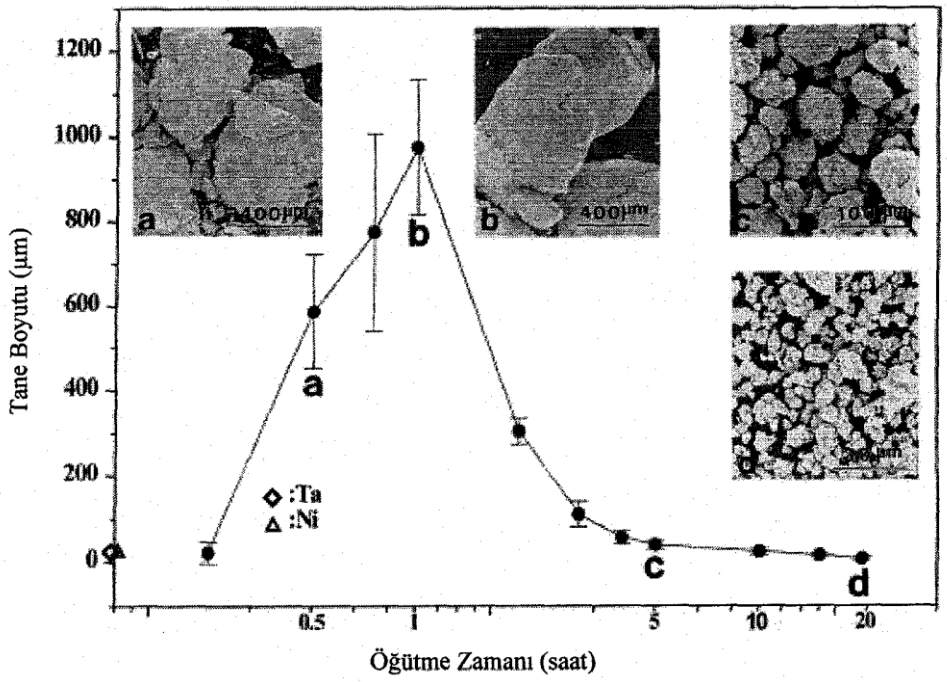


Şekil 3.3 : Farklı öğütme sürelerinde Al-%3 karbon karasının toz boyut dağılımı

Küçük parçacıklar kırılmadan deformasyona dayanabilir ve büyük parçacıklar, kaynaklanma eğilimindedirler. İnce ve çok büyük parçacıkları ortalama boyuta

yaklaştıran zamana bağlı genel bir eğilim vardır [30]. Artık parçacıklar bileşim olarak ilk şarj oranlarını içerirken, deformasyondan dolayı sertlik doyuma ulaşır. Bu aşamada parçacık boyut dağılım aralığı daralmıştır [31]. Ni-Ta sistemi için bu durum Şekil 3.4'de verilmiştir.

MA sırasında aşın deformasyona maruz kalan parçacıklarda dislokasyonlar, boşluklar, istifleme hataları ve artan tane sınırı gibi çeşitli kristal hatalar görülür. Bu hatalı yapı, çözen elementlerin matris içerisinde çözebilme kabiliyetini artırır. İncelen yapıyla birlikte difüzyon mesafeleri de azalır.



Şekil 3.4 : Ni-Ta sistemi için öğütme zamanına bağlı olarak parçacık boyutu değişimi

Öğütme esnasında az da olsa sıcaklıktaki artışla birlikte kısa mesafe difüzyon hızı artar ve böylece alaşım elementlerinin homojenizasyonuda artar. Alaşımlama normalde oda sıcaklığında gerçekleşirken, bazen alaşımlamanın yapılabilmesi için alaşımlanmış tozun yüksek sıcaklıkta tavlanması gerekebilir. Bu işlem özellikle intermetaliklerin oluşumunda kullanılır.

MA işlemini gerçekleştiren özel ekipmanların yanı sıra pek çok etkin parametre vardır (başlangıç toz karakteristiği, içeriği, zaman vb.). Fakat, çoğu durumda iç yapının incelme hızı, öğütme hızıyla kabaca bir logaritmik ilişkidedir. Bu yüzden, başlangıç tozlarının boyutu nispeten önemsizdir. Karışımın türüne bağlı olarak,

lameler arası mesafeler birkaç dakika ile bir iki saatte nanometre boyutlarına inebilir. MA'nın nano kristalli malzeme üretmek için yaygınca kullanılmasının sebebi budur [32,33]. Temel olarak alaşımlama sırasında üç ana karışımdan bahsedilir; sünek-sünek, sünek-kınlgan ve kırılgan- kırılgan mekanik alaşımlama.

Sünek-sünek kırılma, kaynaklanmanın soğuk olmasından dolayı oldukça etkin bir mekanizmadır. Benjamin ve arkadaşları iki farklı sünek tozla yaptıkları çalışmalarda bu yaklaşımı analiz etmişlerdir. MA'nın ilk aşamalarında, tozların katmanlı pankek şeklini aldıkları gözlemlenmiştir. Sünek tozlar, genellikle işlem sırasında bilya üzerine sıvanarak kirlenmeyi önler ve öğütme elemanları da böylece fazla aşınmaz. Fakat bu sıvama işleminin ilerleyen saflarında heterojenliğine neden olmamalıdır.

Tozlar katmanlaşmaya devam ederken, toz boyutlarının arttığı gözlenir. MA zamanı ilerledikçe deformasyon sertleşmesine bağlı olarak tozların kırılma eğilimi artar. Artan sertlik ve kırılganlığa bağlı daha homojen bir kompozisyona ve şekle sahip tozlar oluşur. MA işlemine devam edildiğinde, katı çökeltiler, intermetalikler, hatta amorf fazların oluşumu söz konusu olur. Katmanlar arası mesafe öylesine azalır ki optik olarak gözlenemez. Sünek-kınlgan alaşımlamada ilk temel örnek ODS alaşımlarıdır. Çünkü matris içerisine ince dağılımlı oksit parçacıkları takviye edilmiştir.



Şekil 3.5 : Tozların birleşme süreçlerinin şematik gösterimi

Alaşımlamanın ilk aşamalarında sünek tozlar katmanlaşırken, sert parçacıklar kırılarak küçülürler (Şekil 3.5). Belirli bir inceliğe erişen sert parçacıkların daha da incelmesi yumuşak tozlar tarafından engellenir. Sünek tozlar belirli bir deformasyon pekleşmesine ulaşıncaya değin bu işlem devam eder. Oluşan katmanlar arasına sert parçacıklar da dağılır. Eğer bu işlemler sırasında kırılgan faz çözünürse sünek homojenlik de sağlanır. Tozların homojen bir dağılıma sahip olması pek çok parametreye bağlıdır. İşlem sırasında alaşımlamanın olması kırılgan tozların diğer malzeme içerisindeki katı çözünebilirliğine bağlıdır. Bu işlemin etkinliği ilk toz boyutu ve katmanlar arası mesafeye göre de farklılık gösterebilir.

Kırılgan-kırılgan alaşımlama sisteminde ilk bakışta alaşımlamanın mümkün olmayacağı düşünülebilir. Aralarında kaynaklanma oluşmaması alaşımlaşmayı ortadan kaldırır. Ancak Si-Ge ve Mn-Bi gibi sistemlerde bu işlemin gerçekleştiği rapor edilmiştir. [34] İntermetaliklerin üretiminde de bu yönteme başvurulmuştur [35]. Temel olarak bu sistemde, tozlar arası bir ufalanma geçerlidir ve bu inceleme doyum noktasına kadar devam edebilir [36]. Tozlar her ne kadar sert olsalar da aralarında meydana gelen deformasyon sertleşmesi (pekleşme) farklılığından dolayı, bir birleşme ve homojen alaşımlama gerçekleştirilebilir, işlem sırasında IKK kullanılması ile sistem daha da aktif hale gelebilir. Bu sistemlerde cihazın aşınması ve tozların kirlenme problemi oldukça fazladır.

Tüm bu mekanizmaların etkinliği malzemenin yapısıyla doğrudan ilişkilidir. MA işlemi yapılırken etkin olan farklı parametreler de vardır. Bunları öğütme sırasında kullanılan ekipman ve işlem parametreleri altında inceleyebiliriz.

3.2.1 Çarpışma süreçleri

Çarpışan bilyaların nispi hızı MA işleminin mekaniğini tanımlamada çok önemlidir. MA işleminde bu hızlar kullanılan öğütme cihazı geometrisi ve işleme karakteristikleri bazında yaklaşık olarak deneysel bir şekilde belirlenebilir. Ön çarpışma hız aralıklarının atritör için saniyede metrenin ondalığında, spex ve yatay değirmenler için ise saniyede metreye ulaştığı belirlenmiştir.

Tozlu çarpışmalarda ise topaklanan toz parçacıklarının aralarında sıkışmaları Öğütücü bilyalara göre çok küçüktür. Bu nedenle çarpışan cisimleri yüzeylerinin toza göre sonsuz eğrilikte olduklarını kabul etmek oldukça geçerli bir yaklaşımdır. Tozlu çarpışmalar bu nedenle iki paralel tabaka arasında özel bir mini dövme işlemi

olarak düşünülebilir. Atritörde serbest bilya hareketi nedeniyle çarpışmalar çok farklı türde gerçekleşir buna bağlı olarak tozlara farklı mekanik kuvvetler etki eder. Birbirine yakın tozlarda kesme kuvveti etkinken, bilyalar arasındaki tozlara darbe kuvveti etki eder. Aynı etkiler kollar ve bilyalar arasında da gerçekleşir. Çarpışmadan ve dönme yönünden kaynaklanan farklılık, sistem içerisinde gelişi güzel yönlenmeler doğurur. Atritörlerde diğer sistemlere göre temel farklılık kollar ile bilyalar arasında oluşan bu etkidir. Kol-bilya-toz-kazan çarpışmaları şeklinde gerçekleşen bu kombinasyonlar temelde atritörün birim alanda harcanan kuvvetin maksimum enerjiye dönüşümünü sağlar. Bu da minimum enerji ile maksimum öğütme anlamına gelir. Bu çarpışma süreçlerinin etkin olabilmesinde BTO ve öğütme hızı en etkin parametrelerdir.

3.2.2 Difüzyon

Mekanik alaşımlamada reaksiyon oranları, ilk kontak bölgeleri ve üretim kademeleri süresince reaksiyona giren elemanların birbirleri içerisindeki difüzyonu ile değişir [37]. Pek çok katı-hal reaksiyonları için parçacıkların ilk temas alam sabittir ve buna bağlı olarak difiizyon da sınırlıdır. Bundan dolayı katı hal işlemleri sıcaklığa aşın derecede bağlıdır ve reaksiyonlar ısıl olarak gerçekleşir. Mekanik olarak geliştirilmiş reaksiyonlar için, reaksiyon oranlan (belli şartlar altında) ve sıcaklıktaki düşme, faz değişmesi ile artar. Katı-hal reaksiyonlarının oda sıcaklığında oluşmasını engelleyen olumsuzluklar, çok sayıda şartın bir arada bulunması ve mekanik alaşımlama ile ortadan kaldırılabilir [38-40]. Difüzyonun gerçekleşmesinde diğer bir etken de tozların reaktiflik derecesidir. Yüzeyde oluşabilecek oksit ve/veya benzeri tabakalar difüzyonu etkiler. Bu etki sinterlemede olduğu gibi, film şeklinde bir engelleyici şeklindedir. Bu yüzden kullanılan atmosfer çok önemlidir.

Alaşımlamanın türüne bağlı olarak difüzyon sürecini hızlandırıcı etkisinden dolayı öğütme sırasında ısının öğütücüde yükselmesine (belli değerlere kadar) izin verilebilir. Ancak bunun olumsuz etkileri göz önünde bulundurulmalıdır (tozun kirlenmesi, aşınma olayları gibi).

3.2.3 Mekanik alaşımlama ve hammadde

MA işleminde kullanılan tozların parçacık boyutu yaklaşık olarak 1 μm-200 μm arasında değişen saf metaller, esas alaşımlar, ön alaşımlanmış tozlar ve refrakter

bileşikler olarak gruplandırılabilir. Dağılımla dayanımı artırılmış malzemeler genellikle karbür, nitrür, ve oksit katkısını içerir. Oksitler en yaygın olandır (Y_2O_3, AI_2O_3, ThO_2 vb.) fakat bunların yanı sıra çok farklı refrakter malzeme tozları da kullanılmaktadır [41].

MA'nın ilk uygulamalarında tozların %15 kadarı tutucu olarak görev yapması, sıkıştırılması ve deforme edilebilirliğin artması için sünek malzemelerden oluşurdu. Son yıllarda başarılı bir şekilde tamamen kırılgan olan malzemelerin alaşımlanması gerçekleştirilmektedir [42]. Bununla birlikte sünek-sünek, sünek-kınlgan ve kırılgan-kırılgan tozlar kullanılarak yeni alaşımlar üretilmektedir. Yeni uygulamalarda katı tozlara sıvı karışımlar ilavesi ile mekanik alaşımlama gerçekleştirilmektedir [43,44]. Bu işlemde kullanılan sıvı düşük sıcaklıklarda öğütme işlemine katılırsa, ıslak öğütme gerçekleştirilmiş olur [45]. Islak öğütmede toz boyutları kuru öğütmeye göre daha küçüktür. Amorf yapıların elde edilmesi ıslak öğütmede daha kolaydır [46]. Ancak bu işlem sırasında tozların kirlenmesi ve ara bileşiklerin oluşması gibi problemlerle karşılaşılabilir. Daha sonrasında, ön sinterleme ve sinterleme sırasmda gözenek oluşum eğilimi olumsuz etkilerdendir. Tüm bu sistemler ve reaktif malzemeler üzerine çalışmalar devam etmektedir [47].

3.2.4 Mekanik alaşımlamada kullanılan öğütücü türleri

MA'nın önemli bir kısmım teşkil eden öğütme işlemi, tane boyutunu küçültme, harmanlama ve alaşımlama gibi evreleri kapsar. Bu aşamalarda amaca yönelik çok çeşitli öğütücüler kullanılır. Öğütücüler ve/veya değirmenler kapasiteleriyle, öğütme verimlilikleriyle, soğutma ve ısıtma gibi ek üniteleriyle farklılık gösterirler.

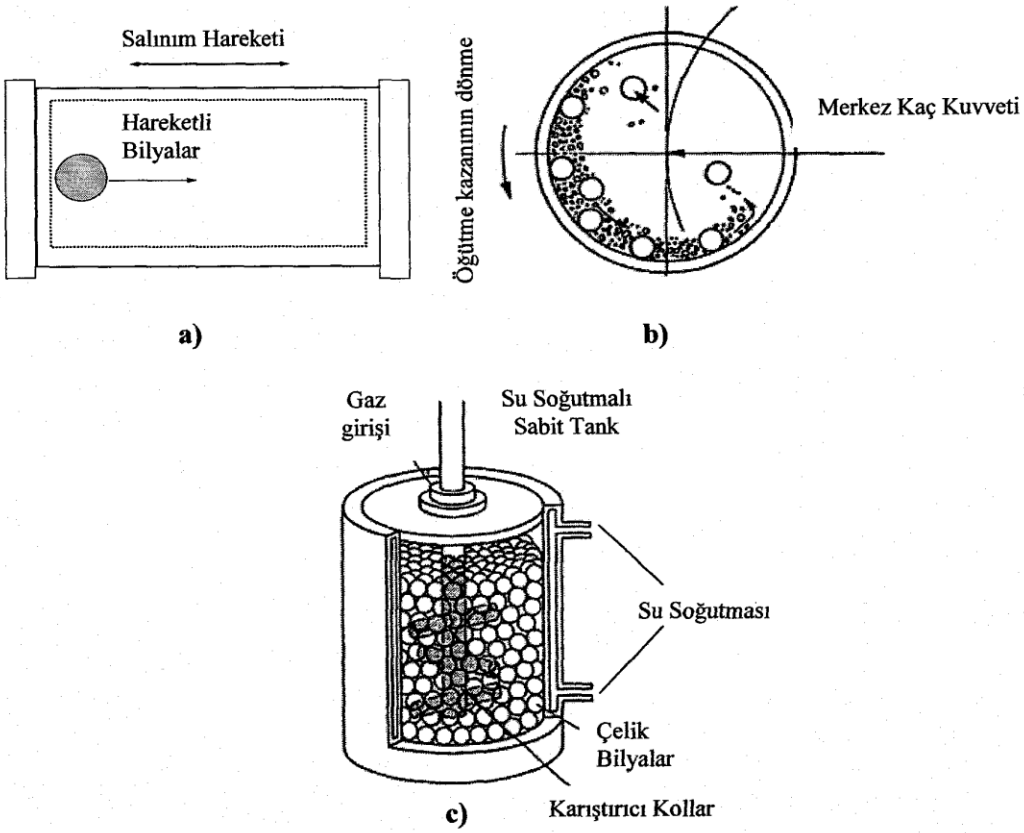
Bir defasında yaklaşık 10-20 g. toz öğütebilen SPEX değirmenler gibi karıştırıcılar (Şekil 3.6-a) genellikle laboratuar araştırmaları ve alaşımları eleme amaçlı kullanılırlar. Sahip oldukları hazne, tozu ve öğütme bilyaların tutar ve dakikada ileri ve geri birkaç bin defa salınım hareketi yaptırır. Haznenin her bir salınımıyla bilyalar tozlara çarpar ve haznenin sonu tozu hem öğütür hem de karıştırır. Bilyaların vuruş kuvveti anormal büyüktür. Bu yüzden, bu değirmenler yüksek enerjili tür olarak düşünülebilir. En son tasarlanan değirmenler, öğütülen miktarı artırmak için tozu eşzamanlı olarak iki haznede öğütme imkanına sahiptirler. SPEX türü değirmenlerin yüksek enerjisinden kaynaklanan sıcaklık artışı ve koruyucu atmosfer karşılaşılan

temel problemlerdir. Bu tip MA cihazlarının yeni tiplerinde öğütme zamanını uzatmak için basınçlı soğutma kullanılmaktadır.

MA deneylerini yapmak için diğer bir öğütücü de "planetary" bilyalı değirmendir (Şekil 3.6-b). Bu değirmende birkaç yüz gram toz bir defada öğütülebilir. Bu değirmenler haznelerinin gezegen gibi hareket etmesinden dolayı 'planetary' ismini alırlar. Bunlar dönen bir destek diski üzerine yerleştirilirler ve kendi eksenleri etrafındaki hareketlerim, özel bir mekanizmadan alırlar. Kendi eksenleri etrafında dönen hazneler tarafından oluşan merkezkaç kuvveti ve dönen destek disk tarafından oluşturulan ilave kuvvetle beraber hazne içinde öğütülen malzeme ve öğütme bilyalarına etki ederler. Hazne ve destek diski zıt yönlerde döndüğü için merkezkaç kuvvetler sıra ile benzer ve zıt yönlerde etkir. Bu öğütme, bilyalarının haznenin iç duvarlarından aşağıya doğru kaymasına sebep olur. Sürtünme etkisi, öğütülen malzeme ve öğütme bilyalarının serbest kalıp hazne içerisinde, serbest dolaşması ve karşı duvara çarpmasıyla devam eder. Bu tür değirmendeki bilyaların doğrusal hızı, SPEX değirmenlerinkinden daha fazla olsa bile, vuruş frekansı, SPEX değirmenlerde çok daha fazladır. Bu yüzden, SPEX değirmenlere göre daha düşük enerjili değirmenler olarak düşünülebilir.

Bir diğer MA değirmen çeşidi olan atritör, (yüksek enerji ileri üretme yapabilen bir bilyalı değirmen) içerisinde bir seri karıştırıcılar bulunduran dikey bir silindirden oluşur. Biri diğerine dik yerleştirilen karıştırıcılar, kazan içerisindeki bilyalara enerji verir. Bilyaların kazan (tank, hazne) duvarıyla, birbirleriyle ve karıştırıcı mil arasındaki çarpışmalarıyla toz boyutunun küçülmesine sebep olur. Bazı boyut küçülmelerinin parçacıklar arası çarpışma ve bilya kaymasıyla oluştuğu görülür.

Güçlü bir motor karıştırıcıyı çevirir ve bu çevrilen karıştırıcı da sabit silindir içerisindeki çelik bilyaları ve tozlan hareket ettirir. Atritörler, içerisinde bir seferde çok miktarda tozun (0.1 kg'dan 40 kg'a kadar) öğütülebildiği değirmenlerdir (Şekil 3.6-c). Atritörler çeşitli boyut ve kapasitelere sahiptirler. Atritör tipi değirmenlerde Şekil 3.6 c'de görüldüğü gibi farklı atmosferlerde işlem yapmak mümkündür. Aynı zamanda, dış kazan etrafında dolaşan soğutma sıvısı yardımı ile işlem sırasında sıcaklığın kontrollü de mümkündür. Öğütme tankının paslanmaz çelik, alüminyum oksit, silisyum karbür, silisyum nitrür, zirkon, lastik ve poliüretanla kaplı paslanmaz çelikten olanları mevcuttur.



Şekil 3.6 : Farklı tipte ve çalışma prensibine sahip değirmenler a) SPEX (titreşimli) b)Planetary Değirmen c) Atritör(dikey)

Atritörün çalışma prensibi; öğütülecek toz öğüten malzemeyle birlikte sabit bir tank içerisine konur. Bu karışım daha soma kollu bir mille hareket ettirilir, bu mil yaklaşık 250 dev/dak.'dan başlayan hızlarda döner. Öğütme zamanı pek çok parametreye bağlı olarak değiştirilebilir. İşlemin verimli olabilmesi için tüm sistemlerde malzemeye göre optimizasyon yapılmalıdır. Farklı ihtiyaçlardan doğan, ticari ve deneysel amaçlı çok farklı türlerde tasarımlar da vardır.

3.2.5 Mekanik alaşımlamada etkin parametreler

Mekanik alaşımlama kompleks bir işlemdir. Bu yüzden istenilen ürün fazım ve/veya mikroyapıyı elde etmek için bazı işlem parametrelerinin optimizasyonu gerekir. Tozun son içeriğini etkileyen önemli parametrelerden bazıları şunlardır;

- Değirmen tipi
- Öğütme kazam (konteyner,tankı, kabı vb.)
- Öğütme hızı

- Öğütme zamanı
- Öğütme malzemesi (Bilyaların) tipi, boyutu, boyut dağılımı
- Bilya- toz ağırlık oranı
- Kazan doldurma miktarı
- Öğütme atmosferi
- Öğütme sıcaklığı
- İşlem kontrol kimyasalı (İKK)

Bütün bu değişkenler birbirinden tamamen bağımsız değildirler. Örneğin, optimum öğütme zamanı değirmen tipine, öğütme elemanının boyutuna, öğütme sıcaklığına, bilyaların tozla ağırlık oram ve benzerlerine bağlıdır.

3.2.6 Değirmen tipi

Ticari amaçlı kullanılan yüksek kapasiteli değirmenler de üretilmiştir. Bunların 1200 kg ağırlığa kadar çıkarılan yapılabilmektedir. Öğütme genellikle, laboratuar şartlarında hızlı ve en az kirlenme ile yapılır. Öğütülecek tozun miktarının artması zamanım da etkiler. Örneğin SPEX türü bir değirmende elde edilen 20 dak. sonrasındaki özellikleri, ticari amaçlı bir değirmende yakalamak yaklaşık 20 saati bulabilir [48]. Çarpışma hızı ve değirmen içi enerji miktarı toz boyutunu ve özelliklerini etkileyen en önemli parametrelerdir. Bu yüzden yeni tasarımlarla hem kirlenme problemleri en aza indirilmeye çalışılırken, hem de kısa sürelerde yüksek miktarlarda tozlar elde edilmeye çalışılmaktadır [49]. Özellikle araştırmacılar yüksek enerjili değirmen üretmeye iten çalışmalardan birisi de uzun süreli çalışmayı gerektiren amorf yapıların üretimidir [50,51]. Çalışmaların birçoğu fazla miktarda ve kısa sürelerde malzeme üretmeyi amaçlamaktadır.

MA yapmak için çeşitli türde değirmenler bulunmaktadır. Bu değirmenler kapasitelerine, işlem hızlarına ve öğütme sıcaklığını değiştirerek işlemi kontrol etme ve tozların kirlenmesini azaltma kabiliyetlerine göre farklılıklar gösterir. Toz çeşidine, tozun miktarına ve gerekli olan son içeriğine bağlı olarak, uygun bir değirmen seçilebilir. Özellikle, üretilecek tozun oksitlenme karakteristiğine bağlı olarak kullanılacak olan atmosferin seçimi çok önemlidir. Genellikle, SPEX türü

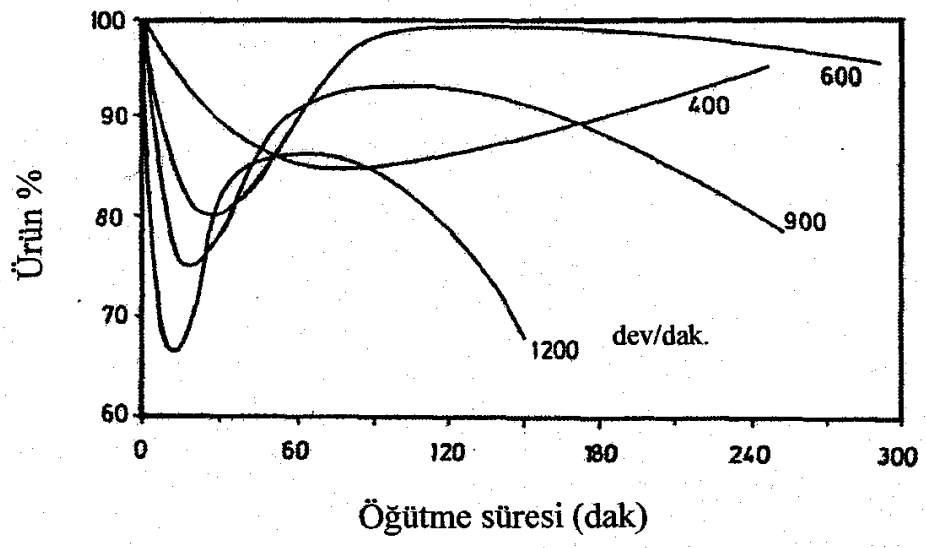
karıştırıcı değirmenler, tozlan karıştırma amaçlı kullanılırken planetary ve atritör tipi değirmenler daha fazla miktarda alaşımlanmış toz üretiminde kullanılırlar. Bundan başka, ticari ve farklı amaçlara yönelik değişik tasarımlı değirmenlerde bulunmaktadır [52].

3.2.7 Öğütme kazanı

Öğütme kazanı MA uygulanacak malzeme için (öğütme tankı, kabı, hazne, tekne, veya kase kullanılan diğer bazı terimlerdir) önemlidir. Çünkü öğütme elemanın haznenin iç duvarlarına çarpmasından dolayı bir kısım malzeme kopup tozun içerisine karışabilir. Bu, tozu kirletebilir veya kimyasal bileşimini değiştirebilir. Eğer öğütme haznesinin malzemesi tozun bileşiminden farklı ise toz hazne malzemesiyle kirlenebilir. Diğer taraftan, eğer iki malzeme aynı ise, tozun içine karışacak ilave element hesaba katılarak doğru önlemlerin alınması gerekir. Sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş kromlu çelik, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, WC-Co, çelik ve rulman çeliği öğütme haznesi yapımında en çok kullanılan malzeme türlerindendir. Etkileşim durumuna bağlı olarak kaplama yapılmış kazanlarda kullanılmaktadır. Kazanın seçimi alaşımlanacak malzeme türüne göre değişebilir.

3.2.8 Öğütme hızı

MA işleminde en önemli etkenlerden biri öğütme hızıdır. Değirmen dönme hızı arttıkça toza aktarılan enerjinin daha fazla olacağı açıktır. Ancak, değirmen tasarımına bağlı olarak ulaşılabilecek maksimum hızda, belirli sınırlamalar vardır. Örneğin, geleneksel bilyalı değirmenlerde artan dönme hızına paralel olarak bilyaların hareket hızı da artar. Kritik hızın üzerinde, bilyalar merkez kaç kuvvetinin artmasından dolayı haznenin iç duvarlarına yapışır ve darbe kuvveti oluşturmak için aşağı düşmezler. Bu yüzden, kullanılan maksimum hız kritik hızdan biraz az olmalıdır ki bilyalar etkin biçimde çarpışma enerjisi oluşturmak için tepe yükseklikten aşağıya düşebilsinler veya çarpışma süreci etkin olabilsin. Şekil 3.7'de görüldüğü gibi MA süresince tüm parametrelerin iç dinamiği birbiri ile ilintilidir. MA işleminin hızının artması alaşımlama süresini azaltırken toz kaybım artırabilir.



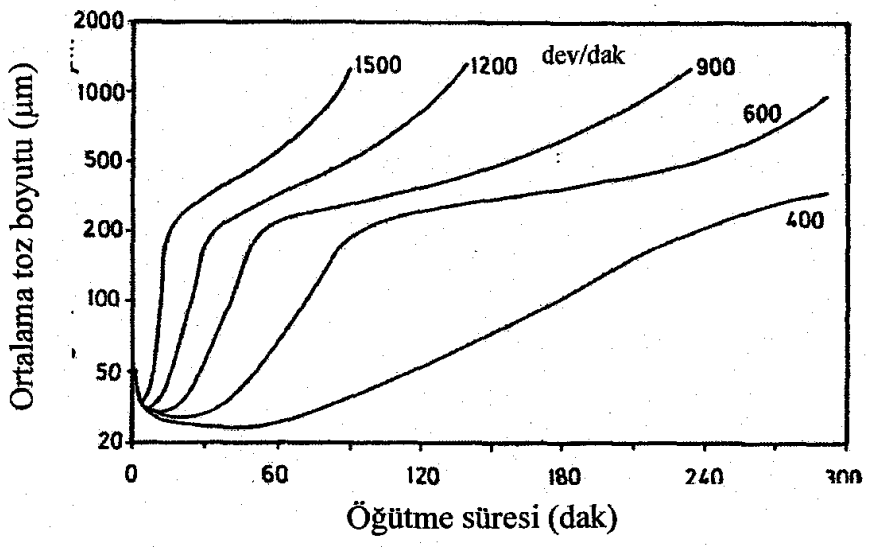
Şekil 3.7 : Farklı öğütme sürelerinde ve dönme hızlarında Al-%3 karbon karasının toz boyut dağılımı

Maksimum hıza diğer bir sınırlama da yüksek hızlarda (veya yüksek öğütme yoğunluklarında) haznenin sıcaklığının yüksek değerlere ulaşmasıdır. Bazı durumlarda örneğin, tozun homojenleştirilmesini ve alaşımlaşmayı iyileştirmek için difüzyonun gerektiği yerlerde, sıcaklık artışı faydalı olabilir. Fakat genellikle bu artış dönüşüm işlemini hızlandırdığı için ve aşırı doymuş katı çözeltilerin veya öğütme esnasında oluşan kararsız fazların ayrışmasına sebep olduğu için zararlı olabilir [53]. Ayrıca, oluşan yüksek sıcaklık, tozu kirletebilir. Nanokristal oluşumu esnasında ortalama kristal boyutunun arttığı ve artan dinamik yeniden kristalleşmeden dolayı yüksek öğütme yoğunluklarında iç deformasyonun azaldığı gözlenmiştir [54]. Farklı tür değirmenlerde erişilen maksimum sıcaklıklar birbirinden çok farklıdır. Isının olumsuz yönde etkilediği sistemlerde soğutma sistemleri devreye girer. Soğutma sıvısı olarak sistemin türüne bağlı olarak gaz veya sıvı kullanılabilir.

3.2.9 Öğütme zamanı

Öğütme zamanı en önemli parametredir. Normalde zaman, toz parçacıkları arasındaki kırılma ve soğuk kaynaklanmanın sabit duruma eriştiği an olarak seçilir. Kullanılan sistemin hızı arttıkça toz boyutu daha kısa sürede küçülür ve homojen bir dağılım sergiler (Şekil 3.8.). Gerekli MA/öğütme zamanı kullanılan değirmen tipine, öğütme yoğunluğuna, bilya-toz oranına ve öğütme sıcaklığına bağlı olarak değişir.

Bu zamanlar, yukarıdaki parametrelerin her bir kombinasyonu için ve her özel toz sistemi için belirlenmelidir. Fakat, toz gereğinden fazla öğütülürse kirlenmenin artacağı ve bazı istenmeyen fazların oluşacağı bilinmelidir. Bu yüzden tozun sadece gerekli miktarda öğütülmesi ve daha fazla öğütülmemesi istenir. Nanokristalli malzeme üretiminde zamanın artması, tasarımda tüm parametrelerin gözden geçirilmesi ve optimum şartların elde edilmesini gündeme getirir. Bu yüzden nano fazların üretimi için özel tasarımlar geliştirilmiştir.



Şekil 3.8 : Farklı öğütme sürelerinde ve dönme hızlarında Al - %3 karbon karasının ortalama toz boyutu

3.2.10 Öğütme malzemesi (Bilya)

Sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş kromlu çelik, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, WC-Co ve rulman çeliği en çok kullanılan öğütme malzemeleridir (bilyalardır). Bunların dışında özel amaçlı seramik esaslı bilya kullanımı da yaygındır. Bilyaların, toz üzerine yeterli vuruş kuvveti oluşturabilmesi için yeterli büyüklükte olmalıdırlar. Karışan tozun fazla kirlenmesini önlemek amacıyla, öğütme haznesinin ve öğütme elemanının aynı malzemeden yapılmış olması istenir. Öğütme elemanının boyutu da öğütme verimliliğim doğrudan etkiler. Genelde, büyük boyutlu (ve yüksek yoğunluklu) öğütme elemanı daha verimlidir. Çünkü bilyaların artan ağırlığı toz parçacıklarına daha fazla vurma enerjisi transfer eder. Ancak aşırı iri bilyalar toz boyunun incelmesini engelleyebilir. Bilyaların seçiminde ve

kullanımında çok farklı metotlar izlenir (yüzey kaplama, farklı boyutlarda bilya kullanımı gibi).

3.2.11 Bilya-toz ağırlık oranı

Kullanılan bilya malzemeleri genellikle yüksek dayanmalı, aşınma direnci yüksek malzemelerdir. Kullanılan bilyalar tek tip olabileceği gibi farklı boyutlara sahip bilyalar da olabilir. Bu durumda bilyaların aynı miktarda enerjiye sahip olmaması söz konusudur. Bu işlem sadece büyük bilya çapından dolayı tozların belirli bir boyutun altına inmediği durumlarda kullanılabilir. Farklı boyuttaki bilyaların kullanımının, eneıji miktarım artırabileceği rapor edilmiştir [55]. Bilyaların seçimi genellikle alaşımlama yapılacak tozun yapısıyla ve kimyasal özelliklerine göre değişebilir. Kullanılan bilyalar genellikle sert metaller, oksit ve seramik esaslı malzemeler ve çok farklı kompozisyonlara sahip malzemelerin kullanımı da mümkündür.

Bilyaların ağırlığının toz ağırlığına oram, bazen dolum oram olarak da adlandırılır. Bu parametre öğütme işleminde önemli bir değişkendir. Bu, birçok araştırmacı tarafından 1:1 [56] gibi küçük değerlerden, 220:1 [57] gibi büyük değerlere kadar çeşitli oranlar kullanılmıştır. Genelde, 10:1 oram SPEX değirmen gibi küçük kapasiteli değirmenlerde tozun öğütülmesinde en çok kullanılan orandır. Fakat, öğütme büyük kapasiteli, atritör benzeri bir değirmende gerçekleştirilirse, yüksek bir bilya-toz oranı,(BTO) 50:1 'e kadar ya da daha yüksek 100:1 oranlarda kullanılabilir. Bu oranın artması elde edilen toplam enerjiye bağlı olarak alaşımlama zamanını azaltırken, tozların kirlenmesi gibi olumsuz etkiler de hızlandırabilir.

Bilya-toz oranı, öğütülen tozda belli bir fazı elde etmek için gerekli zaman üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Bilya-toz oram ne kadar yüksek olursa gerekli zaman da o kadar kısa olur. Yüksek bilya-toz oranında, bilyaların ağırlık oranındaki artıştan dolayı, birim zamandaki çarpışma sayısı artar ve sonuç olarak toz parçacıklara daha çok enerji iletilir. Bu yüzden alaşımlama daha çabuk gerçekleşir. Yüksek enerjiden dolayı ısı artar. Bu da tozun içeriğinin değişmesine neden olabilir. Zamana ve BTO'na bağlı olarak amorf faz oluşabilir, hatta sıcaklık artışı yeterli ise yeniden kristalleşmeyi tetikleyebilir.

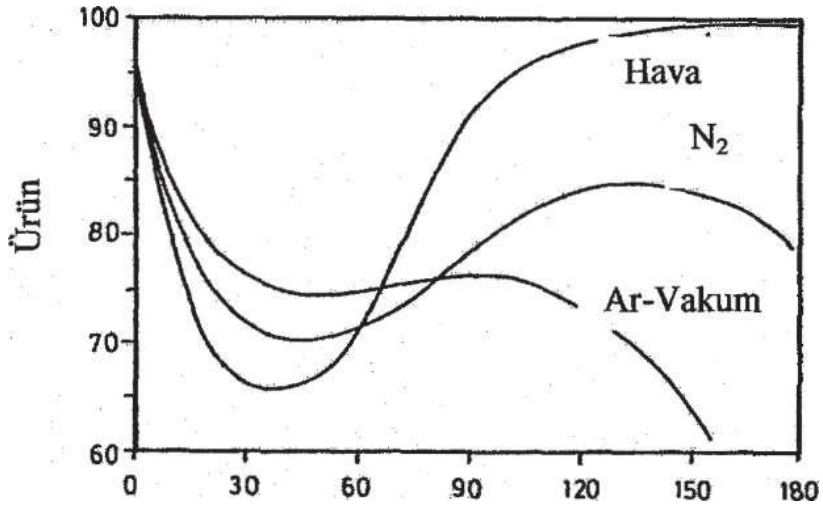
Daha önce belirtildiği gibi MA'nın 'yumuşak' şartlan (düşük bilya-toz oram değerleri, düşük dönme hızı vb.) dengeli olmayan fazlar oluştururken 'sert' şartlar denge fazlan oluşturduğu görülmüştür [58].

3.2.12 Kazan doldurma miktarı

Bilyaların ve toz parçacıklarının öğütme kabı içinde serbestçe hareket etmesi için yeterli miktarda bir alanın olması, tozların üzerine etkiyen vurma kuvvetlerini artırır bu da sonuçta toz parçacıklarının alaşımlanmasını hızlandırır. Bu yüzden, haznenin toz ve bilyalarla doldurulma miktarı önemlidir. Bilyaların ve tozun miktarı çok fazla ise, üretim hızı çok yavaşlar. Bilyaların etrafta dolaşması için yeterli bir alan yoktur ve bu yüzden vurma enerjisi düşüktür. Dolayısıyla, haznenin fazla doldurulmamasına dikkat edilmelidir. Kabın doluluk miktarının az ise, enerji artışından kaynaklanan kirlenme sorunlar yaşanabilir. Genelde haznenin % 50'si boş bırakılmalıdır. Doldurma miktarı şartlara ve Öğütme yapılacak alaşım elementlerine göre çok az değişiklikler gösterir.

3.2.13 Öğütme atmosferi

Öğütme atmosferi esas olarak tozun kirlenmesine etki eder. Bu yüzden, öğütme sırasında tankın ya havası boşaltılmalıdır ya da argon ve helyum gibi asal gazlarla doldurulmalıdır. Yüksek saflıktaki argon oksitlenmeyi ve/veya tozun kirlenmesini engellemek için en yaygın kullanılan gazdır. Şekil 3.9'da farklı atmosferde MA uygulanmış Al-%3C tozlarının zamana bağlı tavırları verilmiştir.



Şekil 3.9 : Farklı öğütme sürelerinde Al-%3 karbon karasına atmosfer etkisi

Oksitlenmenin genelde azot atmosferinin varlığıyla engelleneceği veya minimize edileceği belirtilmiştir. Azotun metal tozlarıyla etkileştiği ve sonuç olarak bazı sistemlerde öğütme esnasında kirlenmeyi engelleyemediği görülmüştür.

Özel amaçlar için öğütme sırasında farklı atmosferler de kullanılmıştır. Nitrür oluşturmak için azot ve amonyak yaygın olarak kullanılmaktadır [59]. Hidrojen atmosferi ise hidrid üretmek için kullanılmıştır [60]. Haznenin içinde havanın olması toz içerisinde oksitlerin ve nitrürlerin oluşmasına neden olur. Özellikle tozlar, yapılan itibariyle reaktifseler, öğütme esnasında asal bir atmosferin kullanılması doğru alaşımlamanın yapılabilmesi için önemlidir. Reaktif malzemelerde, oksit türevi takviye elemanlarının alaşımlama sırasında kendiliğinden oluşturulması da mümkündür. Ancak, oluşturulan oksidin büyüklüğünün ve miktarının kontrol edilmesi güçtür.

3.2.14 Sıcaklık etkisi

Öğütme sıcaklığı, öğütülen tozun içeriğinin kararlaştırılmasında bir diğer önemli parametredir. Üretilen son fazın, bir katı çözelti, intermetalik, nanoyapı, veya bir amorf faz olmasında, bağımsız olarak alaşım fazlarının oluşumunda, difüzyon işlemi etkin olduğundan, öğütme sıcaklığının alaşım sisteminde önemli bir etkiye sahip olduğu söylenebilir.

Ayrıca, bölgesel arayüzey sıcaklıklarının yapışma olaylarına etkisi de önemlidir. Geleneksel metal işleme operasyonlarında yapılan işin yaklaşık % 95'nin ısıya dönüştüğü bilinen bir gerçektir. Benzer olayın MA esnasında oluşmaması için herhangi bir sebep yoktur. Çünkü MA işlemi de bir dizi plastik deformasyondan oluşmaktadır. Bunun da ısı artışına neden olması kaçınılmazdır.

Öğütme sıcaklığının bilerek değiştirildiğini rapor eden sadece birkaç araştırma vardır. Bu işlem ya öğütme kazanma sıvı azot damlatılıp sıcaklığı düşürerek ya da öğütme haznesinin sıcaklığım elektrikle artırarak yapılmıştır. Bu araştırmalar, öğütme sıcaklığının katı çözelti seviyesindeki değişimi incelemek ya da farklı sıcaklıklarda ya bir amorf fazın veya bir nanokristal yapının oluşumunu belirlemek için yapılmıştır.

Bu sıra dışı çalışmaların dışında genellikle MA işlemleri malzemenin türüne bağlı olarak oda sıcaklığına yakın sıcaklıklarda yapılmaktadır. Genellikle bu sıcaklığın sabit tutulmasında kazan çevresinde soğutucu gaz ya da sıvıların sirkülasyonu sağlanır. Aksi halde sıcaklık artışları hem aşın miktarda aşınmalara hem de tozun

kirlenmesine neden olabilir. MA sırasında ilave edilen İKK'ların da ısı artışım engellediğine dair bilgilerde bulunmaktadır.

3.2.15. İşlem kontrol kimyasalı

MA işlemi, deformasyona bağlı kaynaklanma ve kırılma şeklinde gerçekleşir. Özellikle sünek tozların kaynaklanma ve sıvanma eğilimi yüksektir. Bu tozların kırılmaya olan direnci, incelmeyi geciktirir. MA sırasında ilave edilen kimyasallar sayesinde kaynaklaşmanın yanı sıra kırılma da etkin hale gelir. Kullanılan bu kimyasallar gaz, sıvı ve katı halde olabilirler (hegzan, heptan, oktan, etanol, etil asetat, grafit metanol, sodyum klorür, stearik asit, çinko stearat gibi). İlave edilen kimyasallar genellikle kırılmayı hızlandırırken, yağ türevleri tozlar tarafından emilebilir. Genelde ilave edilen miktar %1,5 civarındadır. İlave edilen kimyasal, yapı içerisinde sürekli olarak kalabildiği gibi, işlem soması sinterleme gibi ilave işlemler sırasında bünyeden atılabilir. İlave edilen bazı kimyasallar bileşikler oluşturup (hidrokarbonlar, karbonhidratlar, oksitler, karbürler gibi) matris içerisinde homojen ya da heterojen olarak dağılırlar. Oluşan bu ince parçacıklar, genellikle dayanımı ve sertliği olumlu yönde etkilerler. Bazı durumlarda yapı içerisine giren hidrojen de amorf yapı üretiminde katalizör etkisi yapabilir.

Kullanılan işlem kontrol kimyasalı, MA soması elde edilecek tozun saflık derecesini doğrudan etkiler. Bu etki olumsuz sonuçlara neden olmuyorsa kimyasalın kullanımı işlem süresini kısaltırken, toz boyutunda incelenmesi hızlandırabilir. Aslında, kullanılan kimyasal, kompozisyonun bileşimini her ne kadar değiştiriyorsa da işlem süresini kısaltması kirlenme miktarını azaltmaktadır. İşlem kontrol kimyasalının hacme oranla katılması ve işlem sırasında oluşabilecek bileşiklerine dikkat edilmesi gerekir. Özellikle sinterleme sırasında bünyeden uzaklaştırılacak olan İKK'larının gaz dönüşümlerinde ekstra gözenek oluşturmamasına dikkat edilmelidir.

3.2.16 Mikroyapı

MA sırasında oluşan mikroyapı, katılan tozların özelliklerine, şekline, boyutlarına sünekliğine ve benzeri birçok özelliğine bağlıdır. Sünek ve yumuşak tozların kullanımı durumunda MA işleminin başlangıç safhalarında tabakalı bir yapı oluşur. Bu işlem aşamalı olarak toz tabakaları arasındaki difuzyonun da yardımıyla mekanik olarak yorulan tozlar incelir ve homojenleşir [61,62].

Alaşımlama süresince tekrar eden kaynaklaşma ve kırılma işlemi değirmen hızına bağlı olarak gerçekleşir. Mikroyapıya, bilya çarpışmalarının kinetik enerjisinin, sıcaklığın ve atmosferin etkili olduğu belirlenmiştir [59]. MA işleminden önce ve sonra tozların karakterizasyonu gereklidir. Toz boyutları, fazlar, yüzey alanları ve üretim şekilleri belirlenmelidir. Aynı işlemler presleme ve sinterleme sonrasında da tekrarlanmalıdır.

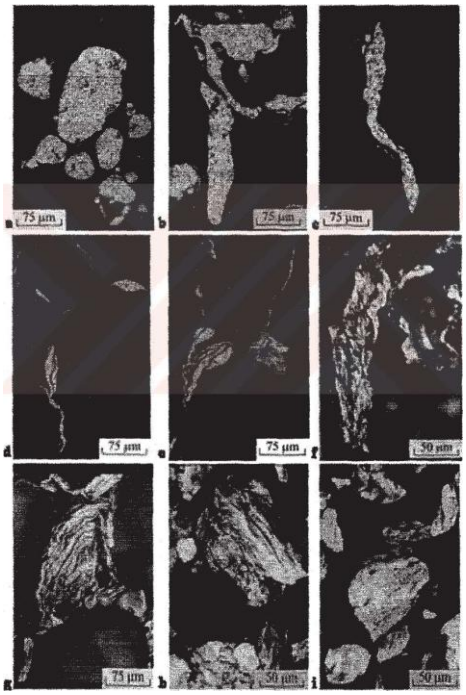
Geleneksel toz karakterizasyon metotları MA sonrası tozlar için de kullanılabilir. Toz boyut ve şekilleri için doğrudan ölçme, optik mikroskop veya SEM çalışması da yapılabilir. Toz boyutları ölçülürken genellikle topaklanmış tozlara dikkat edilmelidir. Bir toz parçacığı birçok tozun birleşmesi (yapışması) şeklinde görülebilir. Hatta bu difüze olmuş aynı kristal diziliminde birkaç toz şeklinde de olabilir. Amorf yapıya sahip malzemelerde çok farklı metotlarla analizi sonuçlandırmak mümkündür (X-Ray, Nötrondifraksiyon vb). Bunların belirlenmesinde diferansiyel termal analiz gibi (DTA) metotları da kullanılabilir. Nanofazlı yapıların tespit edilmesinde tane yapısının çok küçük olması gibi problemler yaşanabilir. Tek başına mikroyapı incelemelerinin yetersiz kaldığı durumlarda farklı analiz metotları kullanılabilir.

Şekil 3.10'da PM 6061 alaşımının farklı sürelerde alaşımlama soması mikroyapısı görülmektedir. İşlemin ilk zamanlarında (a,b,c) tozlar granüllü yapıda iken Alaşımlamanın ileri safhalarında katmanlaşma meydana geliyor. Zaman ilerledikçe (g, h, i) katmanlar arası mesafe azalıyor ve toz boyutu küçülüyor. Bu sistematik, malzemeden malzemeye ve işlem parametrelerine bağlı olarak değişiklik gösterebilir.

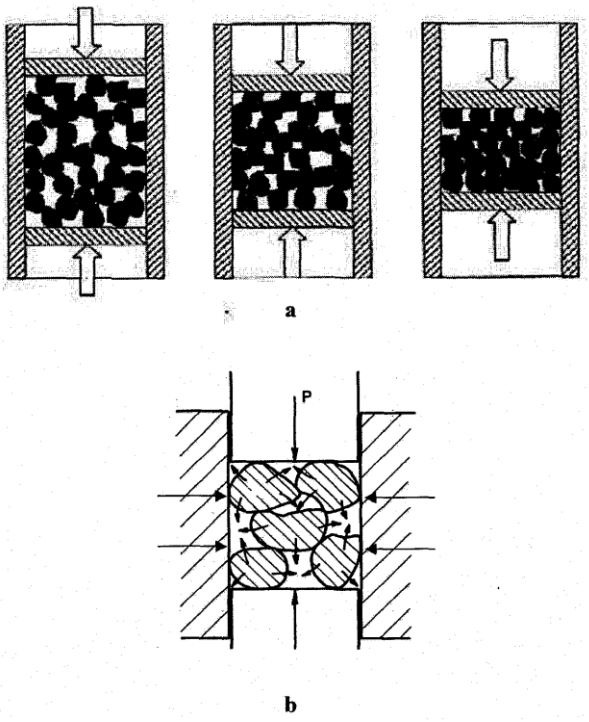
3.2.17 Presleme

Yüksek performanslı tam yoğunlukta mamul üretmek için hızlı katılaştırılmış tozlar, şerit malzemeler veya MA uygulanmış tozlar kullanılabilir. Hızlı katılaştırılmış veya MA ile üretilmiş tozların birleştirilmesinde genellikle, sıcak presleme, sıcak haddeleme, sıcak dövme ve izostatik presleme kullanılır. Tüm bu işlemler preslenecek malzeme türüne bağlı olarak soğuk şartlarda veya oda sıcaklığının üstünde yapılabilir. Ancak, bazı soğuk şartlarda presleme basıncının yüksek olması kullanılan kalıp ve malzemeye uygun olmayabilir. Şekil 3.11'de çift yönlü

preslemeye bağlı olarak tozların kendi aralarında ve kalıpla meydana getirdiği etki-tepki ilişkisi görülmektedir.

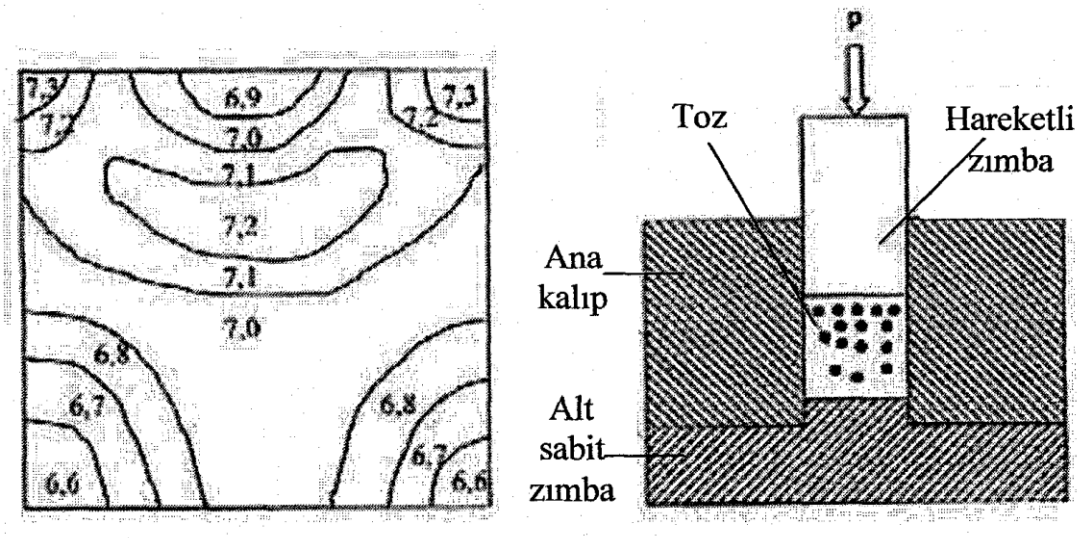


Şekil 3.10 : PM 6061 alaşımının farklı sürelerde alaşımlama sonrası mikroyapısı; Alaşımlama süreleri (saat) a)0, b)1.5, c)3, d)4.5, e)6, f)8, g)10, h)16, i)24

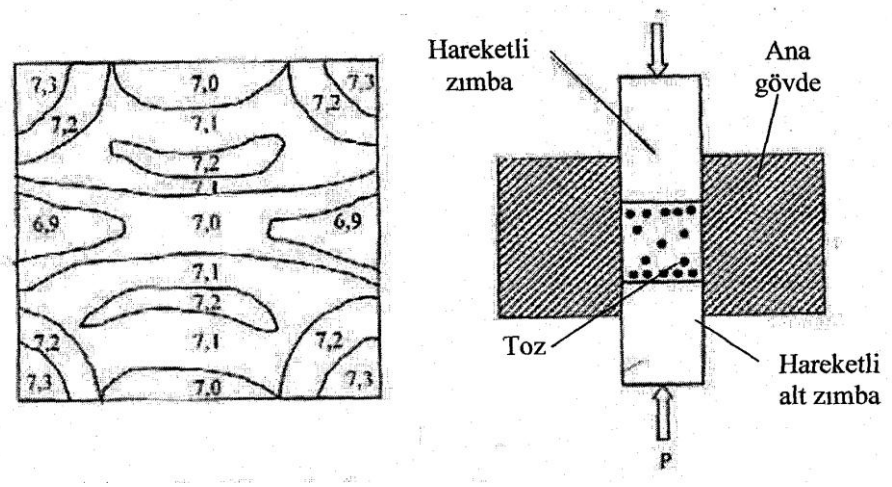


Şekil 3.11 : a) Çift yönlü soğuk preslemenin şematik gösterimi b) Presleme basıncına bağlı toz ve kalıp etkileşimi

Kalıp içerisine doldurulan tozlar basıncın etkisi ile sıkışır ve deforme edilebilme özelliğine bağlı olarak son şeklini alır. Genellikle, soğuk presleme aşamalarında tam yoğun kütle elde etmek için, tozların sıkışabilirliğini ve akışkanlığım artıran yağlayıcılar kullanılabilir. Kullanılan bu yağlayıcılar, kalıp aşınmasını engeller, kalıptan kütlenin çıkarılmasını kolaylaştırır, tozlar arasında sürtünmeyi azaltır ve enerji kayıplarını minimuma indirir. Bazı işlem kontrol kimyasalları hem MA sırasında hem de presleme aşamalarında işlevsel rol oynar. Kullanılan bazı yağlayıcıların sinterleme sonrası gözenekliliğe ve istenmeyen kimyasal tepkimelere yol açması başlıca problemlerdir. Bu nedenle kullanılan kimyasalların malzemeye uygunluğu önemlidir Sıcak presleme işlemine tabi tutulan numunelerin yoğunlukları, soğuk olarak üretilmişlere olanlara göre daha iyidir. Aynı zamanda sıcak işleme tabi tutulan malzemelerin, sinterleme süreleri ve sıcaklıkları aşağılara çekilebilir [63,64].
Soğuk preslemenin teorisini bakıldığında, kullanılan presleme türüne bağlı olarak (Tek yönlü, çift yönlü, izostatik, titreşimli vb) farklı yoğunluk dağılımı verirler. Şekil 3.12'de görüldüğü gibi tek yönlü bir kalıpta eş basınç eğrileri çift yönlü kalıba göre farklılık göstermektedir. (Şekil 3.13)



Şekil 3.12 : Tek yönlü presleme kalıbı ve presleme basıncına bağlı eş basınç eğrilerinin şematik gösterimi



Şekil 3.13 : Çift yönlü presleme kalıbı ve presleme basıncına bağlı eş basınç eğrilerinin şematik gösterimi

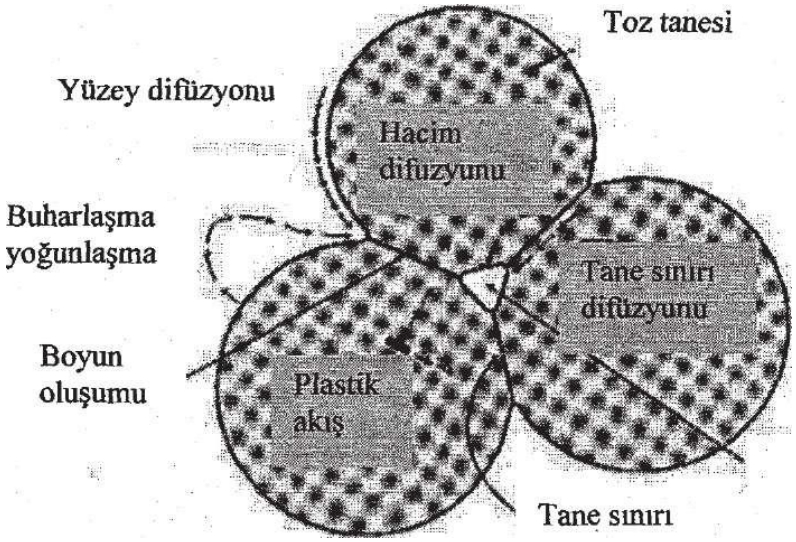
İzostatik preslemede ise eş basınç eğrileri kalıp şekline bağlı olarak hemen her yerde aynıdır. Ancak bu kalıpların her şekle uygulanması zor veya mümkün değildir. Diğer sistemlere göre maliyetinin yüksekliği de bir dezavantajdır.

Temel olarak presleme işlemlerinde uygulanan kuvvete bağlı olarak öncelikle tozların akış mekanizması ve ardından deformasyon süreçleri gelir. Deformasyon sırasında meydana gelen kaynaklaşma işlemi kütlenin ham yoğunluğunu belirler. Her malzemenin soğuk şartlarda belirli bir sıkıştırılabilirlik sının vardır. Bunun üstündeki değerlerde uygulanan basıncın hemen hemen hiç bir etkisi yoktur. Preslemede malzemenin temel özellikleri işlemi doğrudan etkiler. Genellikle ilave tedbirler, tozların kaynaklanmasını, akıcılığının artırılmasını, kalıp aşınmasının azaltılmasını, alman son şeklin muhafazasını ve malzemenin kalıptan çıkarılmasını sağlar.

3.2.18 Sinterleme

Sinterleme, yüksek sıcaklıkta parçacıkların birleştirilmesi işlemidir. İşlem genellikle erime noktasının altında atomik boyutta gerçekleşir. Ancak bazı malzemelerde bu işlem sıvı faz bölgesinde de yapılır. Bölgesel birleşmenin olduğu yerde boyun noktasının büyümesiyle işlem başlar (Şekil 3.14.). Boyun oluşumu parçacık şekline (uygulanmışsa presleme basıncına) ve malzemeye göre farklılıklar gösterebilir. Parçacıkların sinterlenmesinde, atomik hareketleri yüzey enerjisi engelleyebilir. Birim alana düşen yüzey enerjisi atomik çapla ters orantılıdır. Küçük parçacıkların spesifik yüzey alanı küçük, enerjileri yüksektir. Buna bağlı olarak da sinterlenmeleri daha hızlıdır. Ancak tüm yüzey alam sinterleme için geçerli değildir. Katı

kristallerde her temas noktasında taneler, tane sınır enerjisiyle birleşir. Tane sınırları atomik hareketlilik açısından önemli bölgelerdir. Sinterleme mekanizması atomların bir yolda kütlesel akışı gibidir. Metalik malzemelerde bu olay genellikle difüzyon şeklinde, yüzeyde bulunan tane sınırı hareketi ve kristal kafeslerin geçişi şeklindedir. Bu difüzyon hareketleri parçacıkların geometrisine bağlı olarak modellenebilir ve hareket enerjisi ve kinetiği hesaplanabilir. Sinterleme sırasında temas halindeki parçacıklar temas noktalarından difüzyonla hareket eder ve bu hareketlilik toz boyutu son halini alıncaya değin sürer. İlk toz çapı ile son çapın birbirine oran genellikle; ilk çap=D, ise Son çap= l,26xD olur.



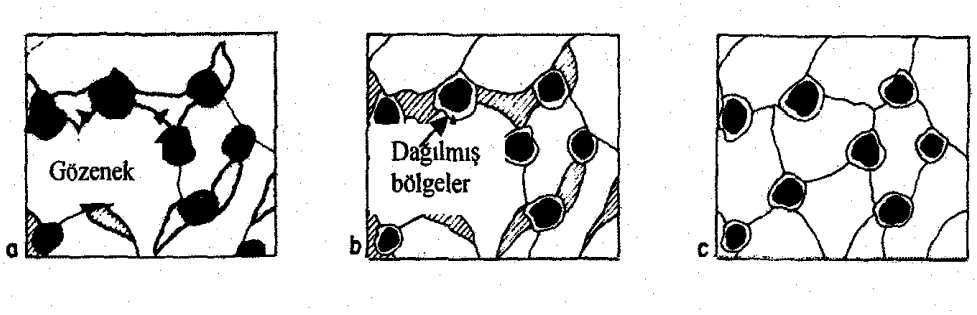
Şekil 3.14 : Sinterleme sırasında meydana gelen mekanizmaların şematik girişimi

Sinterlemeyi etkileyen pek çok faktör vardır (Toz boyutu, sıcaklık, alaşım elementleri ham yoğunluk, sinterleme atmosferi v.b.). Sinterleme mekanizmasının etkin olabilmesinde en önemli etken preslenecek ve sinterlenecek tozların yüzeyinde oksit veya sinterlemeyi olumsuz etkileyecek tabakaların oluşmamasıdır. Eğer oksit tabakaları oluşmuşsa ve presleme sırasında kınlmamışsa sinterleme hiç olmaz ya da çok verimsiz gerçekleşir.

Ancak, sinterleme soması malzemenin mekanik ve tüm işlevsel özelliklerine en etkin sonuç parça içerisinde oluşan boşluk ya da gözenek miktarıdır. Her ne kadar bu oluşumlarda presleme basıncı ve malzemenin özellikleri etkinse de, sinterleme soması gözeneklilik miktarı da çok önemlidir. Sinterleme sırasında her ne kadar ebatlarda değişiklik istenmese de, boşlukların giderilmesi için katı transfer işlemlerinin olması beklenir. Bunlar, hacimsel difüzyon, tane sınırı difüzyonu,

plastik akış ve sıvı akışı şeklindedir. Şekil 3.15 ve 3.16'da sinterleme sırasında gözeneklerin oluşum mekanizması görülmektedir. Bu gösterim bir genel oluşum mekanizmasıdır ve malzemeden malzemeye değişiklik gösterebilir. Karışım tozlarının sinterlenmesinde denge diyagramları dikkate alınmalı ve büyük farklar varsa hacimsel oranlarına göre uygun sinterleme sıcaklığı seçilmelidir.

Sinterlemenin ileri aşamalarında toz sınırları kalkar ve tane büyümeye devam eder. Ancak büyümenin ileri safhalarında gözenekler tamamen tane içlerine hapis olur. Bu istenmeyen bir durumdur. Eğer sinterlenen numunede gözenek şekli dairesel hal almışsa sinterlemenin son aşamasına erişildiği anlaşılabilir. Bu son aşamada hiçbir zaman %100 yoğunluk elde edilmez. Sinterleme işleminin ardından yoğunluk artışı için farklı metotlar uygulanmaktadır (ekstrüzyon, haddeleme gibi). Toz parçaların yoğunluk problemi çok önemlidir ve en büyük handikaptır.

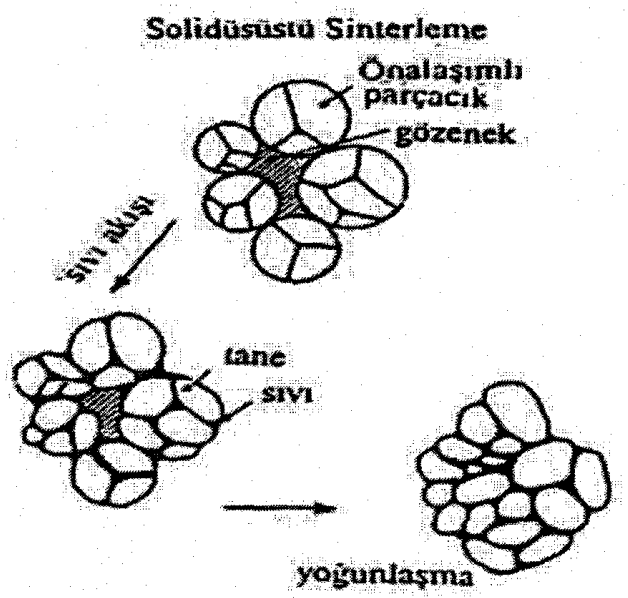


Şekil 3.15 : Sinterleme sırasında meydana gelen gözeneklerin oluşumu ve zamana bağlı tavrının şematik gösterimi

Son zamanlarda tam yoğun malzeme elde etmek için sıkça kullanılan bir metotta sıvı faz sinterlemesidir. Bu işlemde, katı fazların yanı sıra sıvı faz da oluşur. Sıvı faz difüzyon hızım büyük ölçüde arttırarak parçacıklar arası bağ oluşum hızım arttırır. Bu oluşum gözenek yapısı, mukavemeti, iletkenliği, manyetik özellikleri korozyon dayanımım büyük oranda etkiler.

Yüksek sıcaklıkta ve sürekli sıvı faz sinterleme işleminde, içyapıda sürekli olarak bulunan sıvı faz hızlı yoğunluk artışı ve tane büyümesine neden olur. Başlangıçta katıyı ıslatan sıvının, katı parçacıklar üzerine uyguladığı kuvvetler yardımıyla parçacıkların yeniden düzenlenmesi sonucu hızlı bir yoğunluk artışı olur. Yeniden düzenlenme ile erişilen yoğunluk artışı, oluşan sıvı faz miktarına, parçacık büyüklüğüne ve katının sıvı fazda çözünürlüğüne bağlıdır. Sıkıştırılmış kütle içerisindeki gözenek miktarının azalması sıvı faz akışım güçleştirir. Bu nedenle yoğunlaşma hızı giderek azalır. Belirli bir aşamadan sonra çözünürlük ve yayınma

(difüzyon) daha etkin hale gelerek, çözünme ve tekrar çökelme safhasına geçilir. Bu safhada yoğunlaşma ve tane büyümesi, olgunlaşması ve tane şekli oluşumunun her ikisi de difüzyon kontrollü işlemlerdir. Bu işlemlerin oluşabilmesi için katı fazın sıvı fazda çözünürlüğünün olması gerekir. Alaşım oluşumu ile ergime sıcaklığının düşmesi sinterleme özelliğinin iyileştiğinin bir göstergesidir.



Şekil 3.16 : Sıvı faz sinterlemesinin şematik gösterimi

Şekil 3.16'da gösterildiği gibi, ısıtma sırasında her toz parçacığı içerisinde sıvı faz oluşur. Bu durum parçacıkların tekrar parçalanmasına sebep olmakta ve karıştırılmış tozlara oranla sıvı faz dağılımı daha homojen olmaktadır. Sıvı oluşumuyla birlikte yoğunluk artışı çok hızlı olmakta ve artan sıvı miktarıyla orantılı olarak yoğunluk artmaktadır.

Sinterleme sonrasında elde edilen mamuller boyutsal olarak son şekline sahip oldukları için genellikle ek bir işleme gerek duymazlar ancak, bazı ürünler için talaşlı imalata da gerek duyulabilir. Son ürünlerde yapılması gereken bu ilave işlemler genellikle maliyeti artırdıklarından arzu edilmezler. Çünkü genelde yüksek mukavemete ve aşınma direncine sahip olan bu ürünlerin işlenmesi oldukça güçtür. Bunların işlenmesinde özel takımlar ya da özel teknikler kullanılır. Toz metalürjisi ile üretilen parçaların en önemli özellikleri son şekle sahip olmalarıdır ve bu büyük avantajlar sağlar. Bunun için geliştirilen ve üzerinde halen çalışmaların devam ettiği pek çok yeni yöntem vardır (İkinci presleme, ikinci sinterleme, lazer sinterleme vb.).

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1 Numune Hazırlama

Bu çalışma kapsamında mekanik alaşımlama ile alümina tozlarının farklı geçiş metal katkılarıyla, gezegen tipi öğütücüde işleme konulup, sonucunda hafif zırh malzemesi olarak kullanılması için gerekli olan özellikleri taşıyıp taşımadığını öğrenmek amacıyla üretimi, karakterizasyonu ve mekanik testleri yapılmıştır.

Çalışmada ana malzeme olarak kullanılan Alümina, Konya'da faaliyet gösteren Seydişehir firmasından temin edilmiştir. Öncelikle olarak başlangıç malzemesi olan alümina tozunun karakterizasyonu Panalytical Xpert Pro X ışını difraktometresi (XRD) ve partikül boyut ölçümleri Şekil 4.1'deki Malvern^{TM} Mastersizer cihazı kullanılarak yapılmıştır. Malzemenin partikül boyutu 60 – 65 μm aralığındadır. Alüminaya ek olarak kullanılan geçiş metalleri ise; nikel, kobalt ve molibdendir. Geçiş metallerin ortalama partikül boyutları ise 4 – 7 μm aralığındadır.



Şekil 4.1 : Malvern^{TM} Mastersizer Partikül Boyutu Ölçüm Cihazı

Önce Seydişehir firmasından alınan alümina'nın yapısındaki gamma fazlarının tamamen yok etmek için 1200 ^{0}C de 1 saat sürede kalsine işlemi yapılmıştır. Daha sonra tekrar XRD analizi yapılarak dönüşümün tamamen gerçekleştiği görülmüştür.

4.2 Mekanik Alaşımlama

Şekil 4.2'de gösterilen gezegen tipi öğütücüde, Şekil 4.3'de verilen yaş öğütme için kullanılan polimer kaplara 1:7 oranında 100 gram malzeme yanında 700 gram Yitria stabilize zirkonya (YSZ) bilya olacak şekilde ayarlanmıştır.



Şekil 4.2 : Fritsch™ Gezegen Tipi Öğütücü



Şekil 4.3 : Polimer Kaplar ve YSZ Bilyalar

100 gram malzeme ise çizelge 4.1 de gösterildiği gibi farklı oranlarda farklı elementler kullanılarak hazırlanmıştır.

Çizelge 4.1 : Deneysel çalışmalarda kullanılan numunelerin kimyasal kompozisyonu

Numune Adı	Al_2O_3 (gr)	Co (gr)	Ni (gr)	Mo (gr)	Y_2O_3 (gr)	PVA (gr)
Seydişehir Alümina	100	-	-	-	1	2
8 Co	92	8	-	-	1	2
8 Co (Yttriasız)	92	8	-	-	-	2
8 Co (Ticari)	92	8	-	-	1	2
8 Ni	92	-	8	-	1	2
6 Ni 2 Co	92	2	6	-	1	2
4 Ni 4 Co	92	4	4	-	1	2
2 Ni 6 Co	92	6	2	-	1	2
8 Mo	92	-	-	8	1	2
2 Mo 6 Ni	92	-	6	2	1	2
4 Mo 4 Ni	92	-	4	4	1	2

Yukarıdaki çizelgedeki oranlarda polimer kaplara konulan numuneler 700 gram YSZ bilya ilavesinin ardından yaş öğütme işlemi için bilya yüzeyinin üzerine kadar izopropil alkolle doldurulmuştur. Kapağı sıkıca kapatılan kapların ağızları bantlanarak öğütme sırasında malzeme kaybının önlenilmesi amaçlanmıştır. İstenilen partikül boyutuna yani mikronun altına inmesi için gerekli olan süre 30 saat olarak belirlenmiştir. 30 saat öğütme işlemi ardından yaş öğütmeye maruz bırakılan numuneler polimer kaplardan alınarak (bilyaların üzerindeki yaş numuneler de dahil) Şekil 4.4'deki etüvde kurumaya bırakılmıştır. Yaş öğütme işleminden çıkan numunelerin etüvde kurtulmasının ardından yapılan incelemelerde partikül boyutunun 400 nm seviyelerine ulaştığı gözlemlenmiştir.

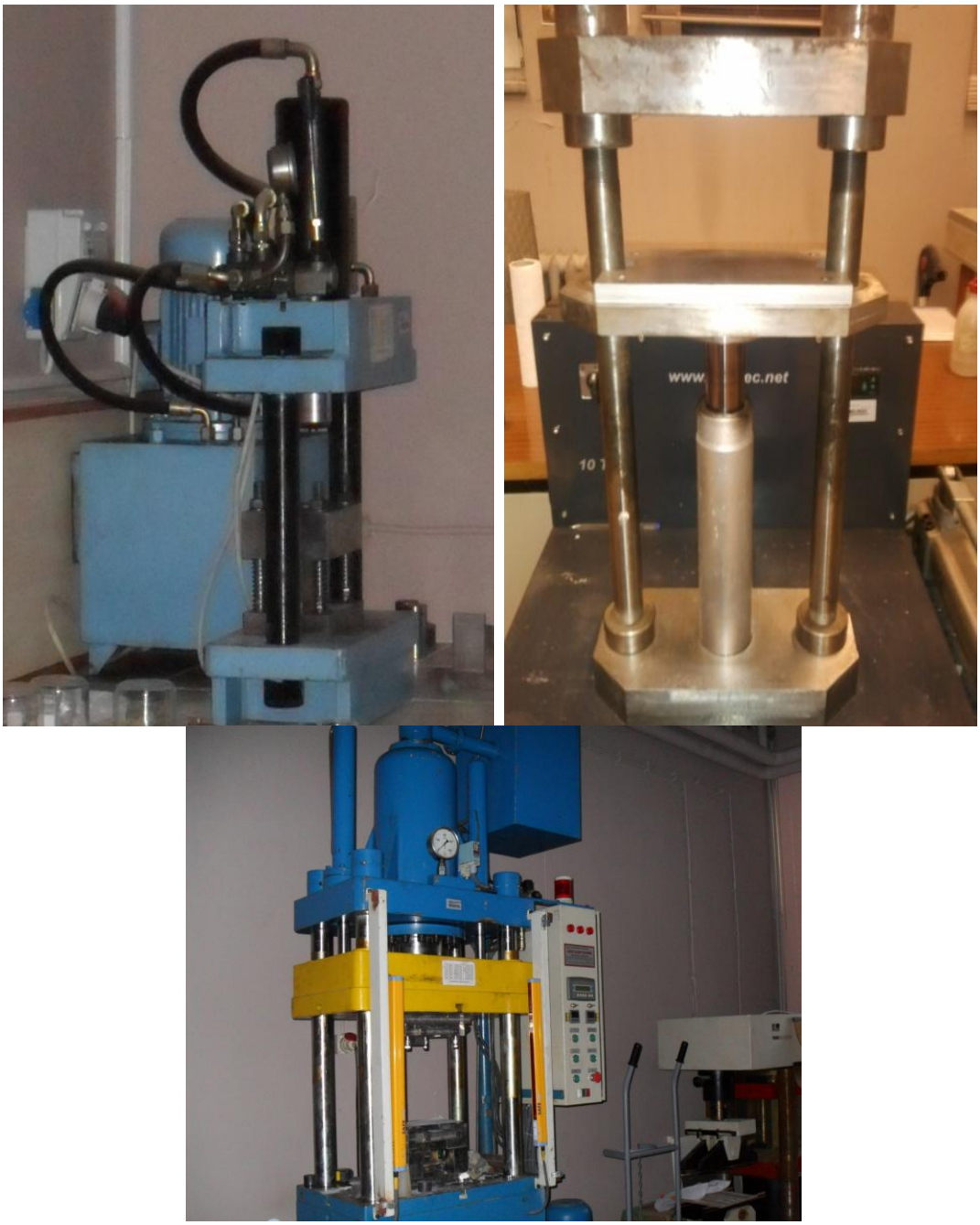


Şekil 4.4 : Heraeus^{TM} Etüv

4.3 Numunelerin Şekillendirilmesi

Öğütülerek mikron altı parçacık boyutuna indirilen karışımlardan şekil 4.5'de verilmiş olan tek eksenli preslerde pelet, çubuk ve plaka şeklinde numuneler preslenmiştir. Peletlerin çapı ortalama 10,5 - 12 mm ve yüksekliği de 5 – 11 mm arasındadır.

Şekillendirme işlemlerinde ortalama 400 MPa basınçla yapılmıştır.



Şekil 4.5 : Eksenel Presler (10 ton – 100 ton kapasiteli)

4.4 Peletlerin, Çubukların ve Plakaların Sinterlenmesi

Numunelere sinterleme prosesini uygulamadan önce numunelerde bulunan bağlayıcı özellikteki malzemeleri gidermek için Şekil 4.6'daki tüp fırında Argon gazı altında 2 ^{0}C / dk ısıtma hızı ve 3 ^{0}C / dk soğutma hızı ile 650 ^{0}C de 1 saat 20 dk bağlayıcı giderilmiştir. İşlemin dakikada 2 - 3 ^{0}C gibi yavaş ısınma ile yapılması numunelerde oluşacak çarpılmaların önüne geçmek ve herhangi bir deformasyon oluşmadan numuneleri düzgün bir şekilde elde etmek içindir.



Şekil 4.6 : Protherm^{TM} Bağlayıcı Giderme İşlemi için Tüp Fırın

Bütün peletler, çubuklar ve plakalar bağlayıcı giderme işlemi yapıldıktan sonra sinterleme işlemi için hazır hale gelmiştir. Yüksek sıcaklıkta sinterleme işlemi yapılacak olmasından ve numunelere herhangi bir hasar oluşmaması için sinterleme vakum ve argon atmosferi altında Şekil 4.7'deki Linn^{TM} 1800 HT atmosfer kontrollü fırında yapılmıştır.

Proses şu şekilde yapılmıştır:

- Oda sıcaklığından 300 ^{0}C sıcaklığa kadar vakum altında 5 ^{0}C / dk
- 300 ^{0}C den 1200 ^{0}C ye kadar argon altında 5 ^{0}C / dk
- 1200 ^{0}C den 1600 ^{0}C ye kadar argon altında 3 ^{0}C / dk
- 1600 ^{0}C de argon altında 2 saat bekleme
- 1600 ^{0}C den oda sıcaklığına kadar 7 ^{0}C / dk



Şekil 4.7 : Linn^{TM} 1800 HT Atmosfer Kontrollü Yüksek Sıcaklık Fırını

4.5 Yüzey Hazırlama İşlemi

Numuneler sırasıyla 240-320-400-600-800-1000-1200 ve 2400 numara SiC zımpara kağıtlarında sulu zımparalama işlemine tabi tutulmuştur. Daha sonra sırasıyla 3 μ ve 1 μ elmas aşındırıcı ile 300 – 400 rpm hızlarda çuhada parlatılmıştır.

4.6 Yoğunluk Ölçümü

Numunelerin yoğunluk ölçümleri 220 g kapasiteli 0,1 mg hassasiyet ile ölçüm yapan Precisa^{TM} marka hassas terazinin arşimet yoğunluk ölçümü ekipmanları kullanılarak hesaplanmıştır. Şekil 4.8'de kullanılan hassas terazi görülmektedir.



Şekil 4.8 : Precisa^{TM} arşimet terazisi

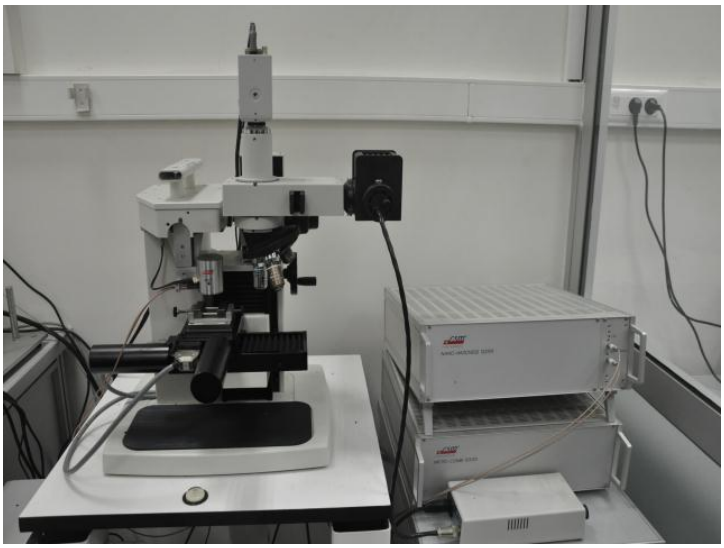
Ayrıca Şekil 4.9'da görülen gaz piknometresinde numunelerin piknometre yoğunluk (gerçek yoğunluk) değerleri bulunmuştur.



Şekil 4.9 : Micromeritics^{TM} Accupyc II 1340 Piknometre cihazı

4.7 Sertlik Ölçümü

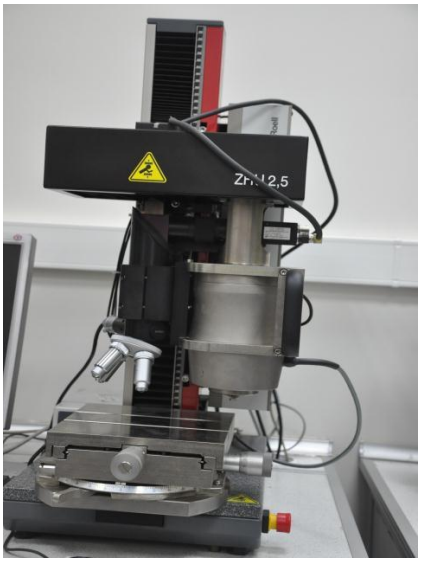
Şekil 4.10'da gösterilen CSM^{TM} Instrument nano indentasyon test cihazında yüzey hazırlama işlemi sonrası numunelerin sertlik değerleri alınmıştır. Bu işlemde mikro sertlik ölçümü en az 10 başarılı sertlik ölçümünün ortalaması alınarak yapılmıştır.



Şekil 4.10 : CSM^{TM} Nanoindenter

4.8 Kırılma Tokluğu Testi

Şekil 4.11'deki Zwick^{TM} Derinlik Hassasiyetli Makro Sertlik cihazı kullanarak numuneler 5 kg yük altında çatlak oluşturulmuştur. Çatlak ilerlemesi ve sertlik değerleri sayesinde kırılma tokluğu hesaplanmıştır.



Şekil 4.11 : Zwick^{TM} Derinlik Hassasiyetli Makro Sertlik cihazı

4.9 Mekanik Deneyler

Bu kısımda numunelere basma, 3 nokta eğme ve balistik testler yapılmıştır. Testlerin yapılması için preslerde peletler ve çubuklar hazırlanmış ve sinterleme işlemi ardından deneylerde kullanılmıştır.

4.9.1 Basma deneyi

Basma deneyleri 10,5 mm çapında, 11 mm yüksekliğinde peletler yapılmıştır. Basma testi 250 kN kapasiteli Şekil 4.12'de gösterilen Dartec™ marka üniversal test cihazında 1 mm/dak. basma hızında yapılmıştır.



Şekil 4.12 : Dartec™ üniversal test cihazı.

4.9.2 Üç nokta eğme deneyi

Eğme testi Şekil 4.13'deki 10 kN kapasiteli Schimadzu AUTOGRAPH AGS-J™ marka üniversal test cihazında mesnetler arası 30 mm alınarak 1 mm/dak. hız ile gerçekleştirilmiştir. (5x8x40) mm boyutlarında olan çubuk numuneler teste tabi tutulmuştur.



Şekil 4.13 : Schimadzu AUTOGRAPH AGS-J™ Test Cihazı

4.9.3 Balistik test

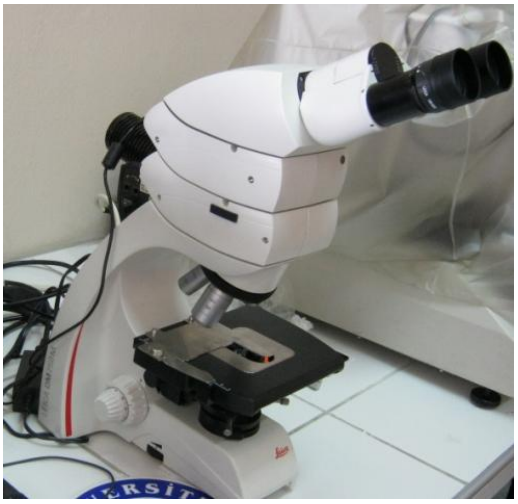
Balistik test işlemi Otokar firması Adapazarı tesislerindeki atış poligonunda yapılmıştır. Bu uygulama esnasında 7.62 WC zırh delici anti tank mermisi, yaklaşık 30x30x6 mm. ölçülerinde plakalara ~930 m./sn. hızla atılmıştır. DOP test metoduna göre değerlendirme yapılmıştır.

4.10 Karakterizasyon Çalışmaları

Taramalı elektron mikroskobu (SEM), X-ışını difraktometresi (XRD) ve optik mikroskop (OM) numunelerin mikroyapı ve faz karakterizasyonunda kullanılmıştır.

4.10.1 Optik mikroskop incelemeleri

Parlatma işlemi sonrası numuneler Şekil 4.14'deki Leica™ DM 750M marka mikroskopta mikroyapının belirlenmesi amacıyla incelenmiştir.



Şekil 4.14 : Leica™ DM 750M Optik Mikroskop

4.10.2 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri

Numunelerin parlatılmış yüzeylerde görülebilecek hatalar ile beraber mikroyapısal özelliklerin belirlenmesi amacıyla Şekil 4.15'deki Hitachi TM-1000 SEM™ marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır.



Şekil 4.15 : Hitachi TM – 1000 SEM^{TM} Taramalı Elektron Mikroskop

4.10.3 X-ışını difraktometresi (XRD) analizleri

X-ışını difraksiyonu, malzemelerin kristalografik özelliklerinin ve içerdikleri fazların belirlenmesini sağlayan hasarsız analiz yöntemidir. Toz numunelere uygulanan X-ışını difraksiyonu sonucu kristal yapısının yanı sıra, tane boyutu ve tercihli yönlenme gibi özellikler belirlenebilir. Aynı zamanda, içerdiği fazlar hakkında bilgi sahibi olunmayan numunelerin analizi sonucunda elde edilen verilerin ilgili veri tabanı ile karşılaştırılması sonucu numunenin içerdiği fazlar belirlenebilir. Rietveld analizi gibi yöntemlerin kullanılmasıyla numunenin içerdiği bileşiklerin göreceli olarak miktarsal oranları belirlenebilir. Numunelerin kalitatif faz analizinde Panalytical X-Pert Pro^{Tm} X-ışınları difraktometresi (XRD) 45 kV ve 40 mA şartlarında CuKα radyasyonu kullanılarak çalıştırılmıştır. 2θ=20°–90° olarak alınmış ve tarama yapılmıştır. Şekil 4.16'da bu cihaz gösterilmektedir.



Şekil 4.16 : Panalytical X- Pert Pro^{Tm} X-ışınları difraktometresi

5. SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR

5.1 Yoğunluk Ölçüm Sonuçları

Çizelge 4.1'de kimyasal kompozisyonları verilen sinterlenerek üretilmiş numunelerin boyutsal, arşimed, teorik ve piknometre yoğunlukları hesaplanarak Çizelge 5.1'de gösterilmiştir.

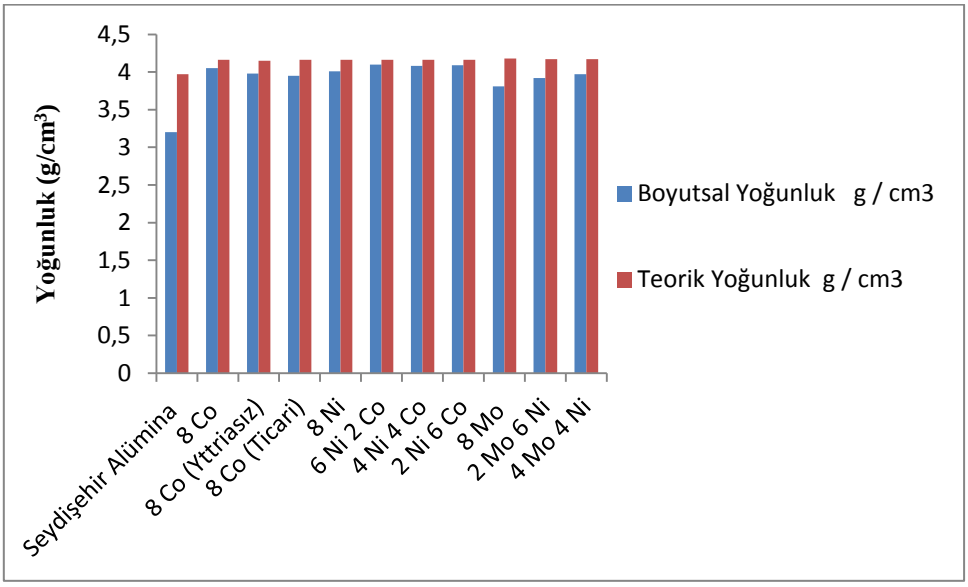
Çizelge 5.1 : Deneylerde kullanılan numunelerin yoğunlukları

Numune Adı	Boyutsal Yoğunluk g / cm^3	Arşimed Yoğunluk g / cm3	Teorik Yoğunluk g / cm3	Gaz Piknometre Yoğunluk (g/cm^3)
Seydişehir Alümina	3,2	3,841	3,97	4,0603
8 Co	4,05	4,085	4,161	4,2027
8 Co (Yttriasız)	3,98	4,13	4,15	4,2101
8 Co (Ticari)	3,95	4,08	4,161	4,2146
8 Ni	4,01	4,087	4,161	4,237
6 Ni 2 Co	4,098	4,12	4,161	4,2036
4 Ni 4 Co	4,08	4,13	4,161	4,2395
2 Ni 6 Co	4,09	4,132	4,161	4,2286
8 Mo	3,81	3,958	4,18	
2 Mo 6 Ni	3,92	4,05	4,17	
4 Mo 4 Ni	3,97	4,06	4,17	

Yukarıdaki çizelgede, numunelerin pelet, çubuk ve plaka örneklerinin, yoğunluk ortalamaları alınarak hesaplanmıştır. Her bir numune için 10 sonuç değerlendirilerek yoğunlukları hesaplanmıştır. Çizelgeden de anlaşılacağı gibi, her numune için boyutsal yoğunluk değerleri, arşimed yoğunluk değerlerinden düşük olduğu anlaşılmaktadır. Şekil 5.1'de numunelerin boyutsal yoğunluklarıyla teorik yoğunlukları karşılaştırılması verilmiştir. Numuneler ölçümleri yapılmış, hacimleri hesaplanmış, ağırlıkları tartılmış ve bu değerlerin işlemi sonucu boyutsal yoğunlukları hesaplanmıştır. Boyutsal yoğunluk değerleri incelendiğinde en düşük değerin seydişehir alüminaya ait olduğu saptanmıştır. Alüminaya nikel, kobalt ve molibden katkısı numunelerin yoğunluklarını arttırmıştır. Bir numune dışında bütün numunelerde yitrium oksit katkısı yapılmıştır. Ağırlıkça % 8 kobalt içeren

numunelerde boyutsal yoğunluk farkının sebebi; alüminanın ticari ya da Seydişehir kullanılıp kullanılmaması ve yitrium oksit katkısının olup olmasına bağlı olduğu görülmektedir.

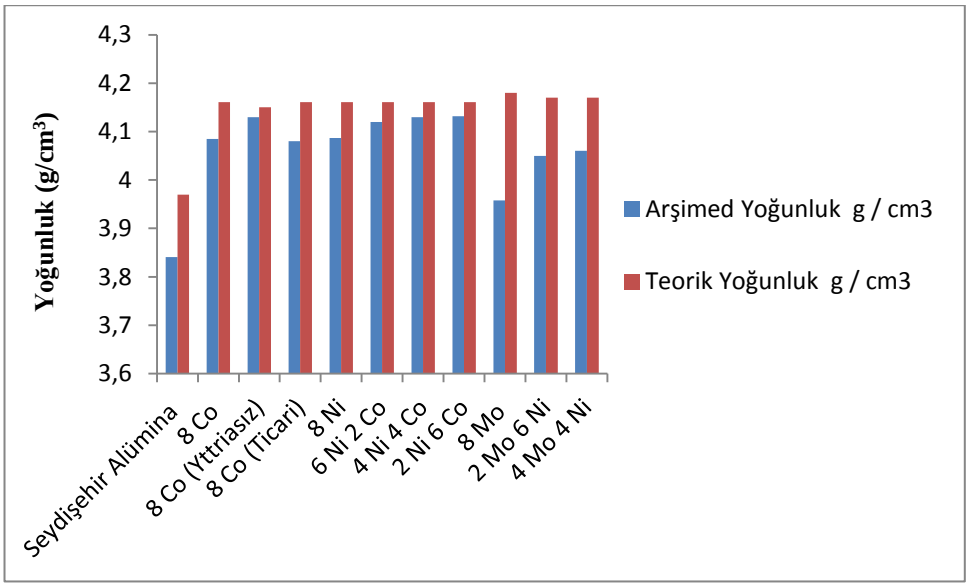
Boyutsal yoğunlukta en yüksek değerler nikel ve kobalt katkılı numunelerde gözlemlenmiştir. Ağırlıkça % 8 nikel içeren yitrium oksit katkılı numune ile ağırlıkça % 8 nikel içeren yitrium oksit katkılı numune incelendiğinde; birbirine yakın yoğunluk değerlerine sahip nikel ve kobalt elementlerinin aynı oranda katılmalarına rağmen sinterleme işlemi sonrasındaki boyutsal yoğunluk değerleri farklılık göstermektedir. Aynı numuneye nikel ve kobalt katkısı beraber yapıldığında boyutsal yoğunluk incelemesinde en iyi değerler elde edilmiştir. Şekil 5.1 de numunelerin boyutsal yoğunluk – teorik yoğunluk karşılaştırılması verilmiştir. Karşılaştırmalardan çıkan sonuç ise, nikel, kobalt ve nikel – kobalt katkılı numuneler yüksek yoğunluk oranlarına sahip değerler yakalamıştır. Bu değerler % 95 – 98,5 değerleri arasında değişmektedir. Bu değerler de numunelerin iyi sinterlendiğini göstermektedir.



Şekil 5.1 : Numunelerin boyutsal yoğunluk – teorik yoğunluk karşılaştırılması

Numuneler için arşimed yoğunluk değerlerine bakıldığında; boyutsal yoğunluk değerlerinden daha iyi ve daha doğru sonuç elde edilmiştir. Arşimed terazisindeki ölçümde her numune için en az 10 pelette ölçüm yapılmıştır. Ölçümler sonucunda saf halde olan referans numune alüminanın en düşük yoğunluk değerine sahip olduğu ortaya çıkmıştır. Nikel, kobalt ve molibden katkısı numune yoğunluklarını

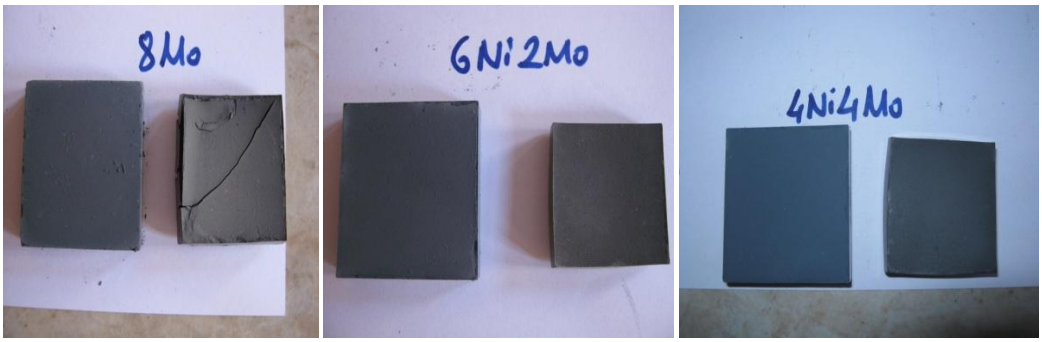
arttırmıştır. En yüksek değerler kobalt ve nikel katkılı numunelerde gözlemlenmiştir. Molibden ve molibden – nikel katkılı numuneler kobalt ve nikel katkılı numuneleri yoğunluk değeri olarak yakalayamamıştır. Kobalt ve nikel katkılı numuneler kadar iyi sıvı faz sinterlemesi olmamıştır. Şekil 5.2 de numunelerin arşimed yoğunluk değerlerinin teorik yoğunlukla karşılaştırılması yapılmıştır.



Şekil 5.2 : Numunelerin arşimed yoğunluk – teorik yoğunluk karşılaştırılması

Şekil 5.2 de görülen arşimed yoğunluk değerlerinin teorik yoğunluk değerlerine oranına bakıldığında; numunelerin ne kadar iyi sinterlendiği, numune içindeki malzemelerin birbiri içine ne kadar iyi difüze olduğu sonucu ele alınmıştır. Numunelerde en yüksek arşimed yoğunluk değerleri kobalt ve nikel – kobalt katkılı numunelerde görülmüştür. Ağırlıkça % 8 kobalt içeren yitrium oksit katkısız numune % 99,5 yoğunluk değeriyle en yüksek yoğunluk değerine sahip numune olmuştur. Nikel – kobalt katkılı numuneler % 99 – 99,3 değerleriyle kobalt katkılı numuneye yakın yoğunluk değerleri göstermiştir. Molibden katkılı numunelerde ise % 91 – 95 yoğunluk oranı değerleri göstermiştir.

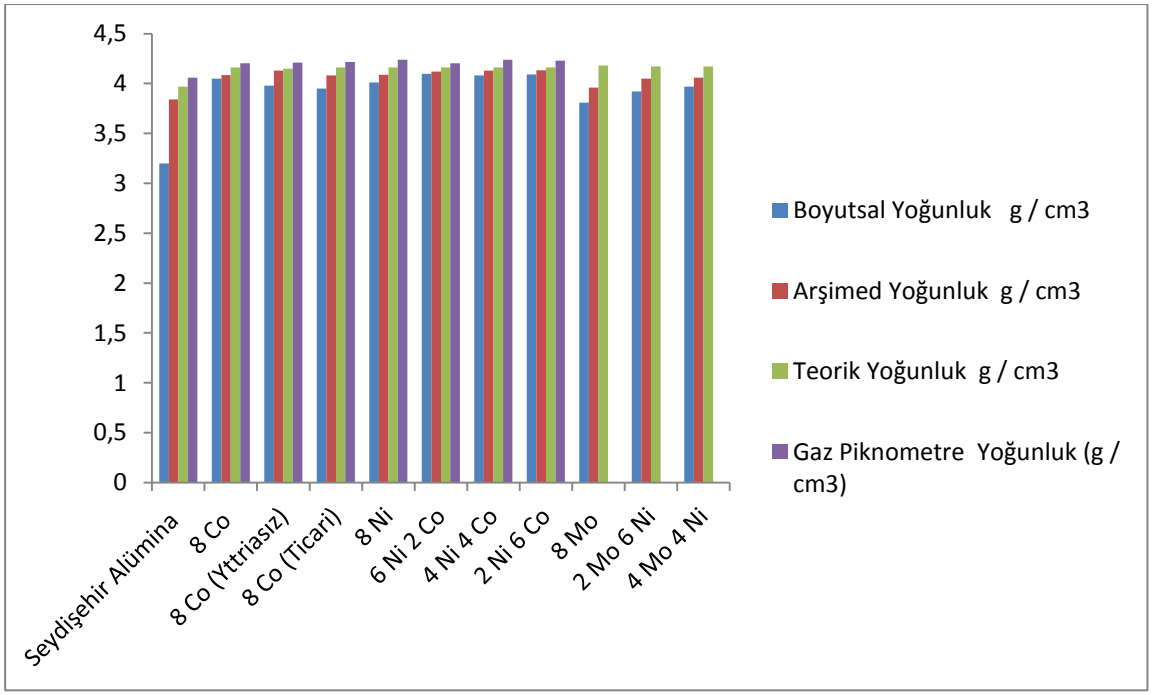
Numunelerin yoğunluk ortalamalarında genellikle pelet ve çubuk numuneler, plaka numunelere nazaran daha doğru sonuç vermektedir. Bazı plaka, pelet ve çubuk numunelerde sinter sonrasında çatlamalar olmuştur. Bu numuneler yoğunluk hesabına katılmamıştır. Molibden katkılı numuneler sinter işlemi sonucunda çarpılmalara uğramış. Ölçüm yapmayı zorlaştıracak şekilde şekil değiştirmiş ve çatlamıştır. Bu durum Şekil 5.3'de görülmektedir.



Şekil 5.3 : Molibden katkılı plaka örnekleri

Molibden katkılı plakalar yukarıdaki sebeplerden dolayı balistik test için uygun şartları sağlayamadığından, peletler ve çubuklar da şekil değişikliği ve çatlaklardan dolayı diğer testlere tabi tutulmamıştır. Molibden katkısı az miktar olduğundan numunede şekil değiştirme ve çatlama az olmuştur. Az miktarda kullanıldığında yüzey gerilimini azaltıp ara tabaka oluşturmuştur. Molibden katkısı arttıkça, numunelerde deformasyon gözlemlenmiştir.

Numunelerin gaz piknometresinde hesaplanan yoğunluk değerleri, Şekil 5.4'de boyutsal, arşimed ve teorik yoğunluk değerleriyle birlikte verilmiştir.



Şekil 5.4 : Numunelerin boyutsal, arşimed, teorik ve piknometre yoğunluk değerleri

Piknometrede hesaplanan değerler numuneler için gerçek yoğunluk değerlerini vermektedir. Bu değerler incelendiğinde, numunelerin teorik yoğunluk değerlerinden yüksek değerler elde ettiği görülmüştür. Yaş öğütme sırasında kullanılan zirkonya bilyaların aşınması, numunelerin yoğunluk değerlerinin teorik yoğunluk değerlerinden yüksek çıkmasına neden olmuştur.

5.2 Sertlik Ölçüm Sonuçları

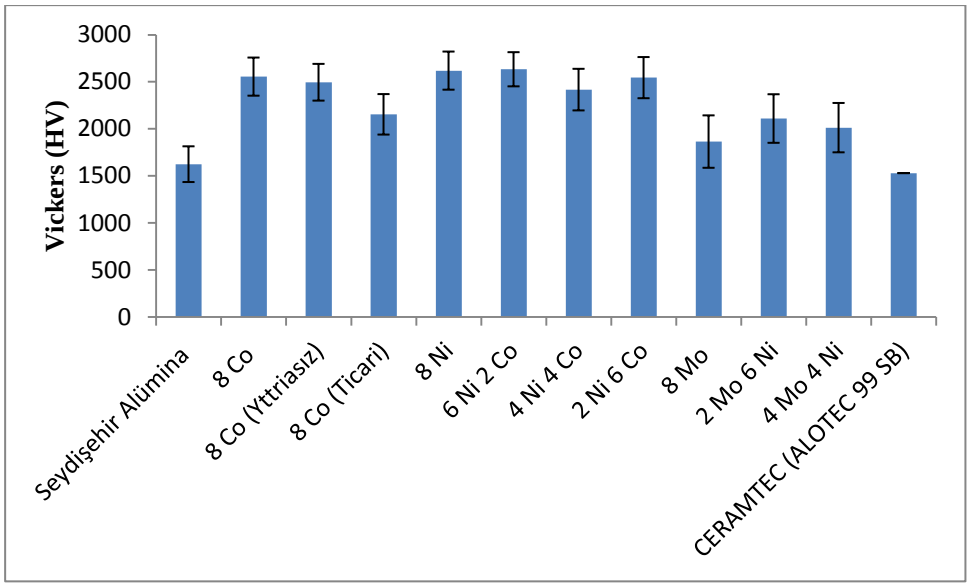
Üretilen numunelerin her birinden 10 adet ölçüm yapılmıştır. Sonuçların sağlıklı olması için numunenin farklı bölgelerinden belli aralıklarla ölçümler alınmıştır. Elde edilen sonuçlar Çizelge 5.2'de gösterilmektedir.

Çizelge 5.2 : Numunelerin sertlik değerleri

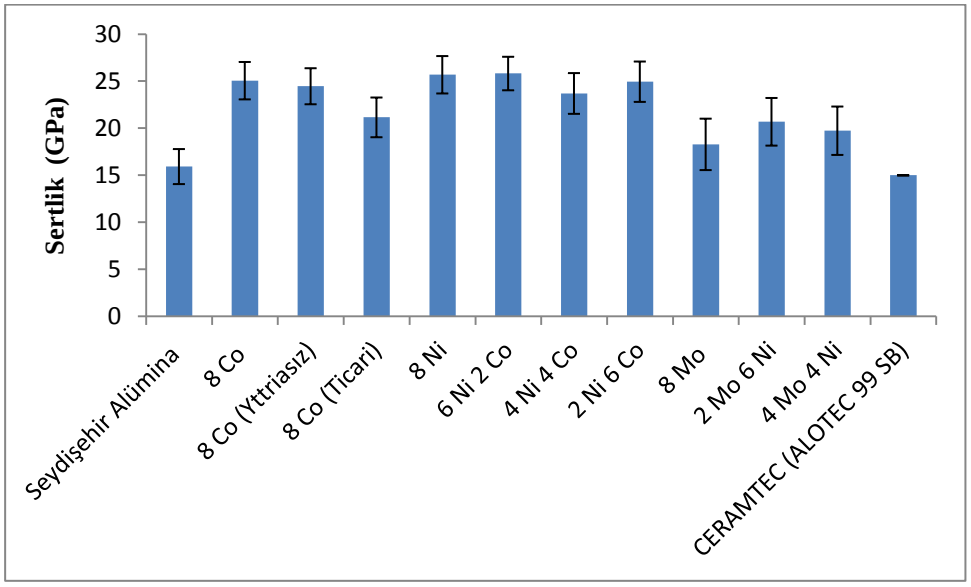
Numune Adı	Mikro Sertlik	
	Vickers (HV)	GPa
Seydişehir Alümina	1624,32±189,9	15,93±1,86
8 Co	2555,03±202,63	25,06±1,98
8 Co (Yttriasız)	2495,14±195,34	24,47±1,91
8 Co (Ticari)	2154,16±215,32	21,16±2,11
8 Ni	2618,78±202,68	25,69±1,98
6 Ni 2 Co	2633,31±181,56	25,82±1,78
4 Ni 4 Co	2416,89±220,96	23,702±2,16
2 Ni 6 Co	2544,17±218,7	24,951±2,14
8 Mo	1864,6±278,61	18,29±2,73
2 Mo 6 Ni	2109,4±258,17	20,69±2,53
4 Mo 4 Ni	2012,73±262,35	19,74±2,57
CERAMTEC	1529,12	15,00

Çizelgede de görüldüğü gibi alümina saf haldeki sertlik değeri geçiş metali ilavesiyle artış göstermiştir. Molibden katkısı artış sağlamakla beraber, nikel ve kobalt kadar etki yapmamıştır. Numunelerin sertlik değerleri Şekil 5.5 ve Şekil 5.6'da standart sapma değerleri ile birlikte verilmiştir.

Saf alümina sertlik değerleri literatür değerlerine yakın bir değer göstermiştir. Alüminaya kobalt ilavesi numunenin sertliğini hatırı sayılır oranda artırmıştır. Ağırlıkça % 8 kobalt içeren 2 numuneden yitrium oksit katkılı numune yüksek değere sahip olmuştur. Bu sonuç, yitrium oksit katkısının malzemenin sertliğine olumlu yönde etki ettiği söylenebilir.



Şekil 5.5 : Numunelerin vickers cinsinden sertlik değerleri



Şekil 5.6 : Numunelerin GPa cinsinden sertlik değerleri

Ağırlıkça % 8 kobalt içeren ticari alümina esaslı numune ise, seydişehir alümina esaslı numunelerin altında bir sertlik değeri tespit edilmiştir. Bu da bize % 99,9 safiyete sahip ticari alüminanın sertlik değerinin, seydişehir alümanın sertlik değerinden daha düşük olduğunu göstermektedir.

Molibden katkılı numuneler incelendiğinde; saf alümina numuneye oranla sertlik değerleri iyi sonuç vermiştir. Ağırlıkça % 2 molibden % 6 nikel içeren alümina esaslı numune diğer molibden katkılı numunelerden daha yüksek sertlik değeri vermiştir. Molibden katkısı arttıkça malzemenin sertliği azalmıştır. Molibden yanına nikel katkısı arttıkça sertlik değeri artmıştır.

Nikel katkılı numunelerde ise durum biraz daha farklıdır. Ağırlıkça % 2 nikel % 6 kobalt içeren numunenin sertliği, ağırlıkça % 4 nikel % 4 kobalt katkılı numune sertliğinden fazla; ağırlıkça % 6 nikel % 2 kobalt içeren numune sertliğinden daha düşük değerdedir. Ağırlıkça % 6 nikel % 2 kobalt içeren numune sertlik değeri bakımından bütün üretilen numuneler arasında en yüksek değere sahip olmuştur. Ağırlıkça % 8 nikel içeren numune sertliği ise ağırlıkça % 6 nikel % 2 kobalt içeren numuneden daha düşük sertlik değerine fakat diğer nikel katkılı, kobalt katkılı ve molibden katkılı numunelerden daha yüksek sertlik değeriyle ikinci en yüksek sertliğe sahip olmuştur.

Bütün numunelerde alümina yanına ağırlıkça % 8 geçiş metali (nikel – kobalt – molibden) katkısı yapılmıştır. Nikel ile kobaltın birarada katkılanmasıyla oluşturulan numunelerde; nikel / kobalt oranının malzemenin sertlik değeri üzerinde etkili olduğu gözlemlenmiştir. Malzemenin sertlik değeri, nikel / kobalt oranının 1'den büyük olduğu durumlarda 2633,31 HV, 1'e eşit olduğu durumlarda 2416,89 HV, 1'den küçük olduğu durumlarda da 2544,17 HV olarak ölçülmüştür. Bu değerler incelendiğinde nikel oranının artması ve kobalt oranının azalması ile sertlik değerlerinin artış gösterdiği tespit edilmiştir.

Sertlik değerleri incelenmesinde son olarak Otokar firmasının balistik testte kullandığı ETEC Gmbh CERAMTEC Alotec 99 SB ürününün sertlik değeri karşılaştırma yapmak için firmadan öğrenilmiştir. Bu ürünün sertlik değeri, bizim kullanmış olduğumuz seydişehir alümina numunesinin sertlik değerinden düşük olduğu ortaya çıkmıştır. Alümina esaslı ve geçiş metali (nikel, kobalt ve molibden) katkılı numuneler saf alümina numunesinden yüksek sertlik değerine sahip olduğu görülmüştür. Bu sonuç, geçiş metali katkılı numunelerin CERAMTEC ürününe göre çok daha yüksek sertlik değerlerini ulaştığını göstermektedir.

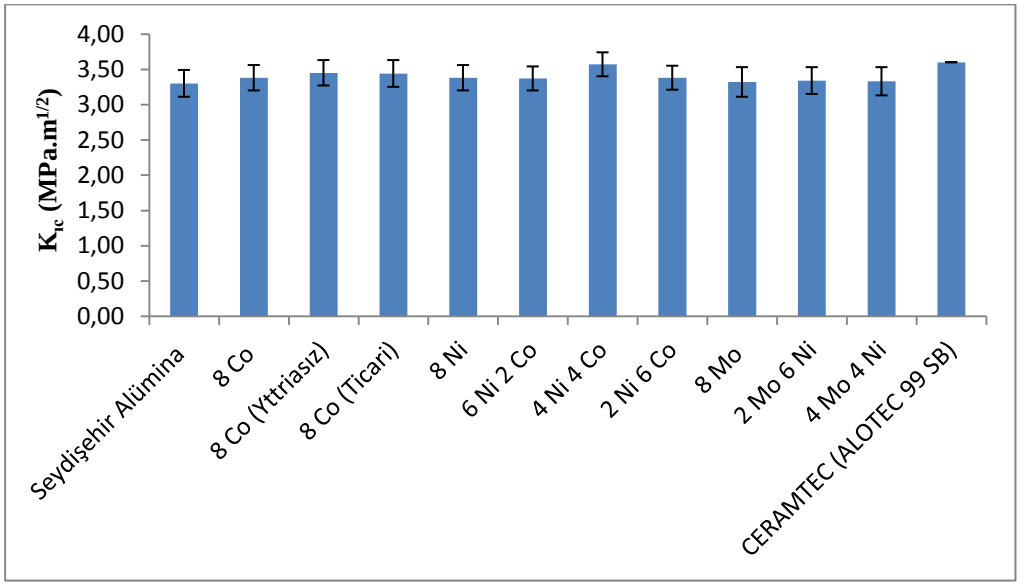
5.3 Kırılma Tokluğu Ölçüm Sonuçları

Pelet numunelere uygulanan teste 5 kg yük altında tabi tutularak çatlak oluşumu sağlanmıştır. Yatay ve dikey çatlak boyları ve diyagonal uzunlukları kullanılarak elastisite modülü ve vickers sertlik değerleri de hesaba katılarak kırılma tokluğu bulunmuştur ve çizelge 5.3 te gösterilmiştir.

Çizelge 5.3 : Numunelerin kırılma tokluk değerleri

Numune	Kırılma Tokluğu $K_{ıc}$ (MPa.m$^{1/2}$)
Seydişehir Alümina	3,30±0,19
8 Co	3,38±0,18
8 Co (Yttriasız)	3,45±0,18
8 Co (Ticari)	3,44±0,19
8 Ni	3,38±0,18
6 Ni 2 Co	3,37±0,17
4 Ni 4 Co	3,57±0,17
2 Ni 6 Co	3,38±0,17
8 Mo	3,32±0,21
2 Mo 6 Ni	3,34±0,19
4 Mo 4 Ni	3,33±0,20
CERAMTEC	3,60

Üretilen numunelerin kırılma tokluk değerleri firmanın kullandığı ürünün kırılma tokluk değerleri ile kıyaslandığında, hiçbir numunede istenilen tokluk değerine ulaşılamamıştır. Numunelerin hiçbirinde çatlak ilerlemesini engellemek için mekanizmalar yeterince oluşmamıştır. Şekil 5.7'de numunelerin çatlak oluşumu sonrasında hesaplamalar sonucundaki kırılma tokluk değerleri verilmiştir.



Şekil 5.7 : Numunelerin kırılma tokluk değerleri

Kırılma tokluk değerleri incelendiğinde, saf seydişehir alümina numunesi CERAMTEC ürününün tokluk değerlerini yakalayamamıştır. Saf alümina esaslı numune tokluk değeri olarak firmanın kullandığı üründen 0,30 MPa.m$^{1/2}$ daha az tokluk değeri göstermiştir. Üretimi yapılan numuneler, firmanın kullandığı ürünün

tokluk değerinin altında sonuç vermiştir. Bu durum, sinterleme esnasında oluşan problemlerin bir diğer deyişle iyi bir sıvı hal sinterlemesi gerçekleşmediğini, numunelere olumsuz yönde etkilediğini gösterebilir. Üretimi yapılan numunelerin kırılma tokluk değerleri, saf seydişehir alümina numunesinin tokluk değerinden yüksek sonuç vermiştir. Numuneler saf alüminaya kıyasla daha az gevrek ve kırılgan yapıya sahip olmuştur.

Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı numunelerde kırılma tokluk değerleri incelendiğinde, yitrium oksit katılıp katılmaması ve alümina olarak ticari alüminanın kullanılması tokluk değerinin değişimine neden olmuştur. Ağırlıkça % 8 kobalt, yitrium oksit katkılı numune en düşük kırılma tokluk değerine sahip olmuştur. Yitrium oksit katkısı yapılmaması numunenin kobalt katkılı numuneler arasında en yüksek tokluk değeri elde etmesine neden olmuştur. Ticari alümina kullanılması da numunenin tokluk değerini etkilemiştir. Ağırlıkça % 8 kobalt, yitrium oksit katkılı seydişehir alümina esaslı numune 3,38 $MPa.m^{1/2}$ değer gösterirken, aynı oranda kobalt ve yitrium oksit katkılı ticari alümina esaslı numune 3,44 $MPa.m^{1/2}$ tokluk değerine sahip olmuştur.

Nikel katkılı numunede saf seydişehir alümina numunesinden daha yüksek tokluk değeri vermiştir. Nikel – kobalt katkılı numunelerde ise eşit oranda katılım numunenin en yüksek kırılma tokluk değerine sahip olmasına neden olmuştur. Ağırlıkça % 4 nikel % 4 kobalt katkılı numune, firmanın kullandığı ürünü tokluk değerleri bakımından en çok zorlayan numune olmuştur. Üretimi sırasında gerekli tedbirler alınıp, iyileştirmeler yapıldığı takdirde firmanın kullandığı ürünün yerini alabilir.

Molibden katkılı numuneler saf seydişehir alümina numunesine kıyasla yüksek tokluk değeri vermesine rağmen, diğer numunelerden daha az tokluk değeri vermiştir. Molibden katkısı numunenin tokluğunu olumsuz yönde etkilemiştir.

5.4 Mekanik Deneylerin Sonuçları

Bu kısımda numunelerin performansının belirlenmesinde kullanılan basma, üç nokta eğme ve zırh malzemesi kullanılmasında en önemli testlerden biri olan balistik test sonuçları irdelenmiştir. Bu deneyler için eksenel pres yardımıyla standartlara uygun numuneler hazırlanmıştır.

5.4.1 Basma deneyi sonuçları

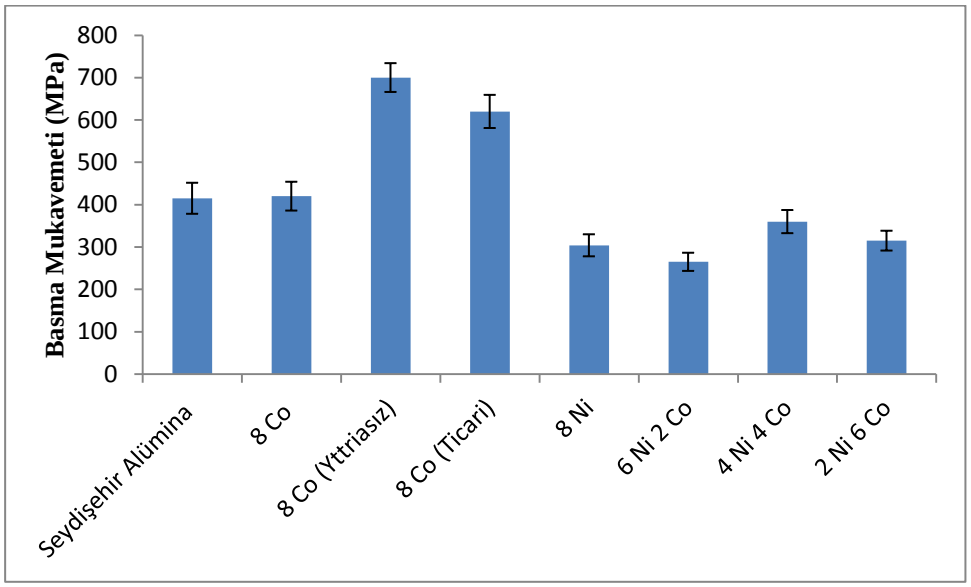
Çizelge 5.4 de numunelerin basma testi sırasında gösterdiği mukavemet değerleri verilmiştir.

Çizelge 5.4 : Numunelerin basma dayanımları

Numune	Basma Mukavemeti (MPa)
Seydişehir Alümina	415±36,6
8 Co	420±34
8 Co (Yttriasız)	700±34
8 Co (Ticari)	620±39,1
8 Ni	304±26
6 Ni 2 Co	265±21,45
4 Ni 4 Co	360±27,32
2 Ni 6 Co	315±23,4

Her numune için 8 örnek, basma testine tabi tutulmuştur. Basma testi sonuçları Şekil 5.7 de ayrıntılı bir biçimde ele alınmıştır.

Geçiş metalleriyle desteklenmiş de olsa seramik yapısını gösteren numuneler basmaya karşı direnç göstermişlerdir. Kobalt katkılı numuneler saf alüminadan fazla basma direnci göstermektedir. Alüminaya kobalt katkısı basma mukavemetini yükseltmiştir. Nikel katkılı numuneler ise saf alüminadan düşük basma mukavemetine sahip olmuşlardır.



Şekil 5.8 : Numunelerin basmaya karşı dayanımları

Saf alümina içeren numune, nikel ve nikel – kobalt katkılı numunelere göre daha yüksek basma dayanımı göstermiştir. Sırasıyla ağırlıkça % 2, % 4, % 6 nikel ve % 6,

% 4, % 2 kobalt katkısında basma dayanımı 265 MPa, 360 MPa ve 315 MPa olmuştur. Üç değer de saf alümina esaslı numunenin altında basma değeri vermiştir. Ağırlıkça % 8 nikel içeren numunenin basma dayanımı da 304 MPa olmuştur. Sadece nikel ve kobaltın aynı oranda katıldığı numunede basma dayanımı saf alümina numuneye yakın değere ulaşmıştır. Nikel ve kobaltın alaşımlamada bir arada bulunması, alüminanın basma dayanımının düşmesine sebep olmuştur.

Ağırlıkça % 8 kobalt içeren yitrium oksit katkılı, yitrium oksit katkısız Seydişehir alümina esaslı ve aynı oranda kobalt ve yitrium oksit içeren ticari alümina esaslı numuneler saf Seydişehir alümina esaslı numuneden yüksek basma mukavemetleri göstermiştir. Kobalt katkısının basma direncini artırdığı gözlemlenmiştir. Yitrium oksit katkısı olmayan numunede en yüksek basma dayanımına sahip numune olurken, ticari alümina kullanılan numune en yüksek ikinci değere sahip olmuştur.

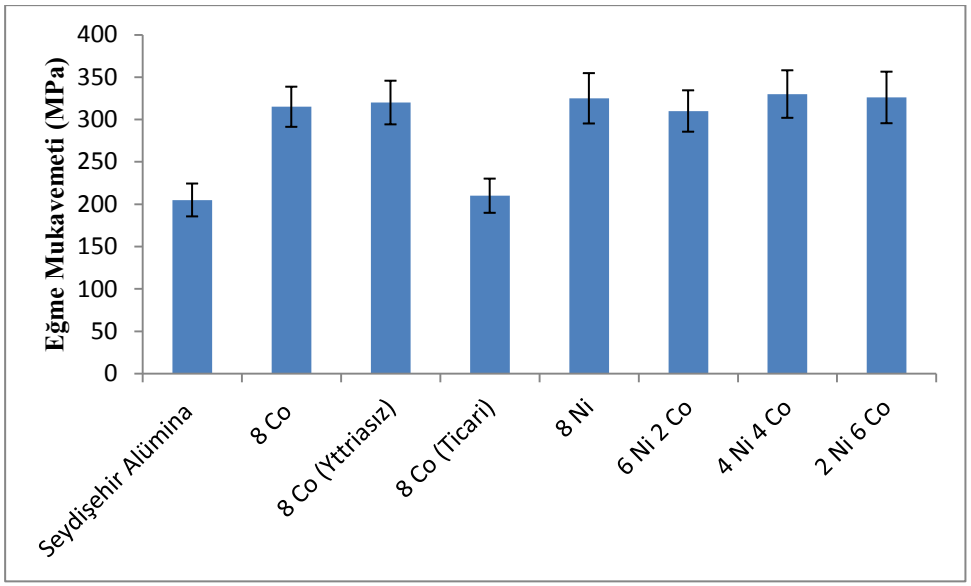
5.4.2 Üç nokta eğme deneyi sonuçları

Numunelere etkiyen yük ve elastik deformasyon arasındaki ilişkiyi incelemek ve bu ilişkiden yola çıkarak malzemenin bazı mekanik özelliklerinin tespit edilmesi amaçlanmıştır. Numunelerin seramik esaslı olması, deney sonucunda hepsinin kırılmasına neden olmuştur. Bu da numunelerin dayanabileceği maksimum eğme mukavemetidir. Çizelge 5.5 de numunelere ait eğme mukavemetleri verilmiştir.

Çizelge 5.5 : Numunelerin eğme mukavemetleri

Numune	Eğme Mukavemeti (Mpa)
Seydişehir Alümina	205±19,4
8 Co	315±23,7
8 Co (Yttriasız)	320±25,76
8 Co (Ticari)	210±20,18
8 Ni	325±29,73
6 Ni 2 Co	310±24,41
4 Ni 4 Co	330±28,05
2 Ni 6 Co	326±30,42

Eğme dayanımları kobalt ve nikel katkılı numuneler için saf alüminaya nazaran artış göstermiştir. Eğilmeye karşı daha fazla dayanım ise nikel katkılı numunelerde olduğu Şekil 5.8 de gösterilmiştir.



Şekil 5.9 : Numunelere ait eğme mukavemetleri

Saf Seydişehir Alümina numunesi eğme dayanımına karşı yüksek bir direnç gösteremeyerek en düşük eğme mukavemet değerine sahip olmuştur. Numunenin eğmeye karşı direncinin düşük olması, ne kadar gevrek yapıda olduğunu kanıtlamaktadır.

Nikel – kobalt numuneler eğme dayanımları sonucunda en yüksek değerlere ulaşmıştır. Ağırlıkça % 4 nikel % 4 kobalt katkılı alümina esaslı numune, en yüksek eğme mukavemet değerini göstermektedir. Nikel katkısı azaltılıp, kobalt katkısı artırılırsa, numunenin eğme mukavemeti önce artmakta sonra düşmektedir. Kobalt katkısı azaltılıp, nikel artırıldığında da numunenin eğme mukavemeti önce düşmekte sonra artmaktadır. Ağırlıkça % 8 nikel içeren numune ile ağırlıkça % 8 kobalt içeren numunelere bakıldığında eğme mukavemet değerine nikelin daha olumlu yönde etki ettiği söylenebilir.

Ağırlıkça % 8 kobalt içeren numunelerin eğme mukavemet değerleri incelendiğinde; yitrium oksit katkılı ve yitrium oksit katkısız numuneler en yüksek değerler gösteren nikel – kobalt katkılı numunelerle yarışacak seviyede değerler vermiştir. Seydişehir alümina yerine ticari alümina kullanılan numune ise saf Seydişehir alümina numunesine yakın bir değer göstermiştir. Ticari alümina esaslı numune de kobalt katkısı numunenin eğme dayanımını diğer numunelere etki ettiği kadar etkilememiştir.

5.4.3 Balistik test sonuçları

Balistik testler, Otokar firmasının Sakarya'daki merkezinde yapılmıştır. Balistik testler firma izinleri nedeniyle sadece üç numunede yapılabilmiştir. Diğer numunelere test yapılamamıştır. Balistik testler, modifiye edilmiş penetrasyon derinliği (DOP) metodu kullanılarak yapılmıştır. Plaka şeklinde preslenmiş ve sinterlenmiş numuneler hazırlanmıştır. Plakaların DOP metoduyla test edilmesinde boyutları önem arz etmektedir. Plaka kalınlığı en önemli parametrelerden biridir. Test sonucunda hesaplanacak elastisite modülü değerleri için numune boyutları kullanılmıştır. Numunelerin boyutları yaklaşık 30 mm x 30 mm x 6 mm civarındadır. Plaka numuneler reçine yardımıyla birbirine yapıştırılarak, test için uygun hale getirilmiştir. Son olarak plaka numuneler, alüminyum AL 5083 alaşımından sac malzemeye sabitlenmiştir. Merminin numuneye ulaşıp alüminyum sac içerisinde ne kadar ilerlemesi testin sonucunu göstermektedir.

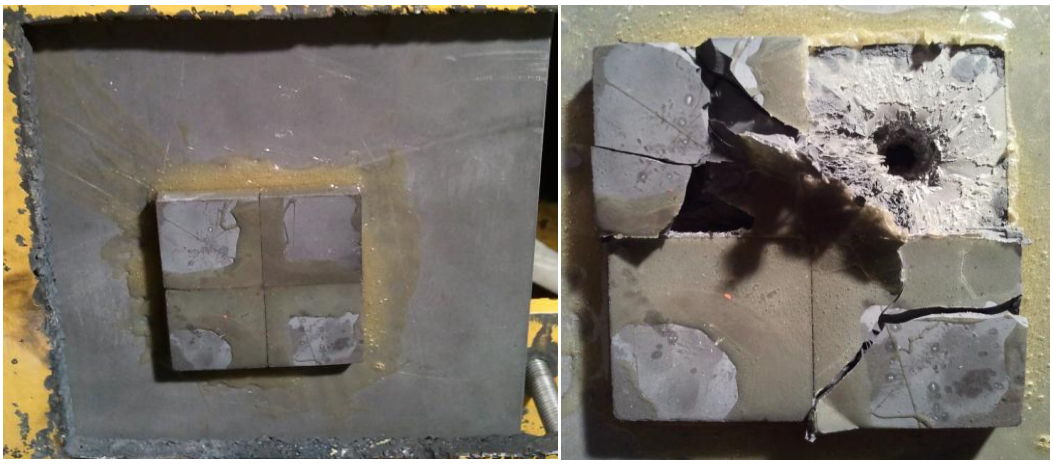
DOP metoduyla 7,62 mm WC mermi 930 m/s hızla 30 metre uzaklıktan numunelere gönderilmiştir. Balistik test, ağırlıkça % 8 kobalt içeren üç numuneye uygulanmıştır. Şekil 5.10'da ağırlıkça % 8 kobalt katkılı ticari alümina esaslı numuneye uygulanan testin görüntüleri verilmiştir.



Şekil 5.10 : 8 Co (Ticari) numunesi atış öncesi (sol) ve sonrası (sağ)

Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı ticari alümina numunesi atış sonrası kontrollerinde merminin alüminyum malzemeye 43,5 mm ilerledikten sonra durduğu anlaşılmıştır.

Şekil 5.11'de ağırlıkça % 8 kobalt ve yitrium oksit katkılı seydişehir alümina numunesinin test görüntüleri verilmiştir.



Şekil 5.11 : 8 Co numunesi atış öncesi (sol) ve sonrası (sağ)

Ağırlıkça % 8 kobalt ve yitrium katkılı Seydişehir alümina numunesi atış sonrası kontrollerinde merminin alüminyum malzemeye 45 mm ilerledikten sonra durduğu anlaşılmıştır.

Şekil 5.12'de ağırlıkça % 8 kobalt katkılı Seydişehir alümina numunesinin yitrium oksit katkısız halinin test görüntüleri verilmiştir.



Şekil 5.12 : 8 Co (Yttriasız) numune atış öncesi (sol) ve sonrası (sağ)

Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı yitrium oksit katkısız Seydişehir alümina numunesi atış sonrası kontrollerde 1.merminin plakanın köşesine isabet etmesi nedeniyle bir atıl daha yapılmıştır. 1.merminin hasara yol açtığı bölgeye yakın bölgeden 2.merminin isabet etmesi doğru bir sonuç vermemekle beraber diğer iki numuneye nazaran iyi bir sonuç vermiştir. Mermi alüminyum malzemede 42 mm ilerledikten sonra durduğu saptanmıştır.

Şekil 5.13'de firmanın kullandığı ürünün test görüntüleri verilmiştir.



Şekil 5.13 : Alümina esaslı numune atış öncesi ve sonrası

Firmanın kullandığı ürünün atış sonrası kontrollerde merminin alüminyum malzemede 25 mm ilerledikten sonra durduğu saptanmıştır.

Firmanın kullandığı ürünün değerlerini yakalayabilmek için tam atmosfer kontrollü bir sinterleme ve sinterleme süresinin uzatılması gerekmektedir. (Firmanın kullandığı ürün 1600 ^{0}C'de 6 – 8 saat sinterleme işlemi yapılmıştır) izostatik (CIP ya da HIP) presle numune hazırlanması da ürüne yakın sonuçlar hatta daha iyi sonuçlar elde etmesi açısından önemli olacaktır.

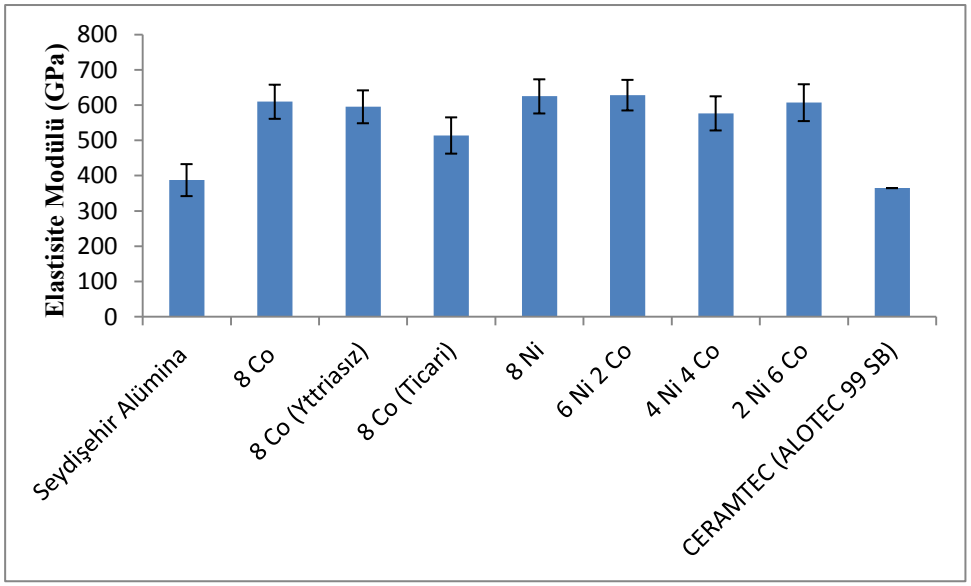
Diğer mekanik testlere de bakacak olursak, numunelerden nikel – kobalt katkılı özellikle ağırlıkça % 4 nikel % 4 kobalt katkılı numunenin testi yapılmış olsaydı, yapılan numunelerden daha iyi sonuç hatta isteğe uygun bir ürün elde edilebileceği düşünülmektedir.

Numunelerin özellikleri incelenmesinde elastisite modülü de önemli bir yer teşkil etmektedir. Kırılma tokluğu, sertlik değerleri ne kadar önemliyse elastisite modülü de o derece önemlidir. Numunelerin ve firmanın kullandığı ürünün elastisite modül değerleri Çizelge 5.6'da gösterilmiş ve Şekil 5.13'de standart sapma değerleriyle birlikte verilmiştir.

Numunelerin elastisite modülleri, iz bırakma (indentasyon) yöntemiyle sertlik değerlerinin hesaplanmasının ardından elde edilmiştir. Elde edilen değerler sertlik sonuçlarıyla doğru orantılıdır. Sertlik değeri yüksek numunelerde elastisite modül değeri de aynı oranda yüksektir. Sertlik değeri yükseldikçe numuneler daha kırılgan bir yapıya sebep olmuştur.

Çizelge 5.6 : Numunelerin Elastisite Modül Değerleri

Numune Adı	Elastisite Modülü (Gpa)
Seydişehir Alümina	387,62±45,32
8 Co	609,72±48,36
8 Co (Yttriasız)	595,43±46,62
8 Co (Ticari)	514,06±51,4
8 Ni	624,94±48,37
6 Ni 2 Co	628,41±43,33
4 Ni 4 Co	576,76±48,37
2 Ni 6 Co	607,13±52,19
CERAMTEC (ALOTEC 99 SB)	365



Şekil 5.14 : Numunelerin Elastisite Modülleri

Firmanın kullandığı ürün, numunelerin elastisite modülü değerlerinden düşük değer göstermiştir. Kırılma tokluğu yüksek olan ürün balistik testte numunelere karşı üstünlük sağlamıştır.

Seydişehir alümina numunesinin elastik modül değeri, firmanın kullandığı ürünün değerinden yüksek diğer numunelerden düşük değerdedir. Numuneye geçiş metali katkısı numunelerin elastisite modülü değerlerine olumlu etki yapmıştır.

Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı numunelerde yitrium oksit varlığı veya ticari alümina kullanımı numune elastisite modül değerini değiştirmiştir. Yitrium oksit katkılı numune yaklaşık 610 GPa, yitrium oksit katkısız numune yaklaşık 595 GPa ve ticari alümina katkılı numune yaklaşık 514 GPa elastisite modülü değerine sahiptir.

Ağırlıkça % 8 nikel katkılı numune sertlik değeri ile doğru orantılı olarak 624 GPa elastisite modülü değerine ulaşmıştır. Seydişehir alüminaya nikel katkısı elastisite modül değerinin artışına neden olmuştur.

Nikel – kobalt katkılı numunelerde ağırlıkça nikel – kobalt katkıları elastisite modül değerini değiştirmiştir. Ağırlıkça % 6 nikel % 2 kobalt katkılı numune yaklaşık 628 GPa, % 4 nikel % 4 kobalt katkılı numune yaklaşık 577 GPa ve % 2 nikel % 6 kobalt numune yaklaşık 607 GPa elastisite modülü değerine sahiptir.

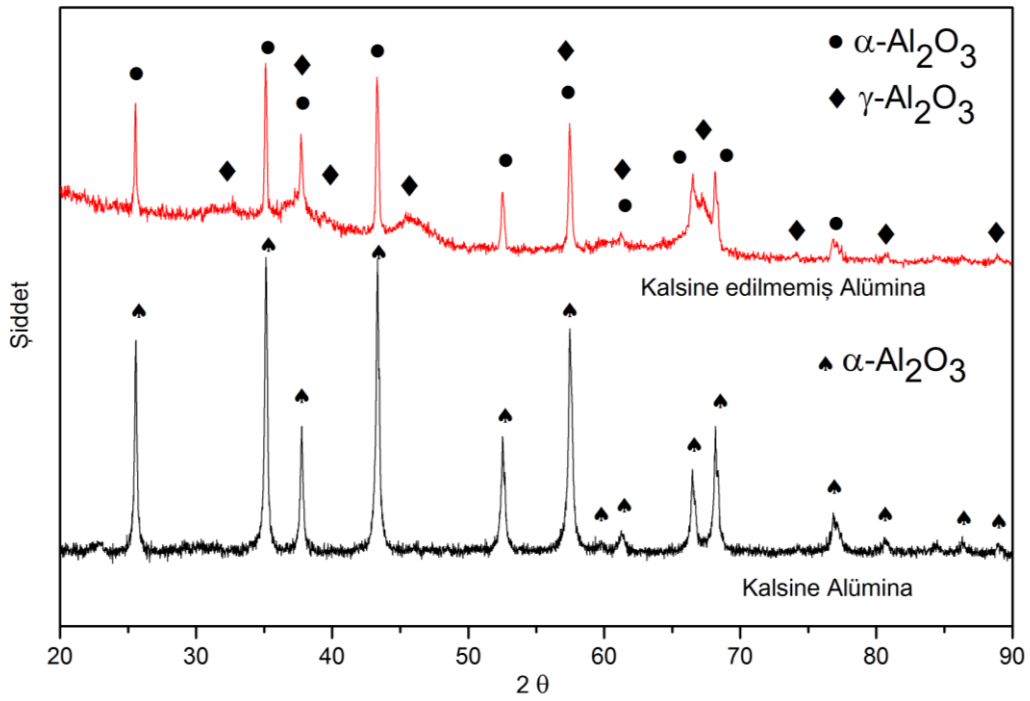
Numunenin tek başına elastisite modülünün yüksek olması balistik testten iyi sonuç çıkarması anlamına gelmemektedir. Firmanın kullandığı üründe olduğu gibi elastisite modülü çok yüksek olmamasına rağmen, kırılma tokluk değerinin yüksek olması nedeniyle testten iyi bir sonuç elde edilmiştir. Aynı şekilde ağırlıkça % 4 nikel % 4 kobalt katkılı numune orta düzeyde elastisite modülüne ve firmanın kullandığı ürüne yakın kırılma tokluğuna sahip olması nedeniyle balistik test yapılması durumunda iyi bir sonuç elde edilmesi ihtimal dahilindedir.

5.5 Karakterizasyon Sonuçları

5.5.1 X-ışınları difraktometresi (XRD) analiz sonuçları

Öncelikle öğütme sonrasında elde edilen toz numuneler için faz analizleri yapılmıştır. X-ışını difraktometresi ile her bir tozun analizi yapılarak her biri içindeki mevcut kristal fazlar tespit edilmiştir. Böylece kullanılacak olan hammaddelerde sıcaklıkla hangi reaksiyonların gerçekleşebileceği tahmin edilmeye çalışılmıştır. Numuneler bileşimindeki malzemelerin piklerini vermişlerdir. Numunelerin yaş öğütme işleminden sonra pres öncesi durumunun XRD analizinin yapılmasından önce, ana malzeme olarak kullanılan Seydişehir alüminanın kalsine edilmemiş hali ile kalsinasyon işlemi sonrasındaki, üretim aşamasında kullanılan halinin XRD faz analizi Şekil 5.15'de gösterilmiştir. Kalsine edilmemiş alümina XRD analizinde, α-Al_2O_3 ve γ-Al_2O_3 fazları görülmüştür. Şekil 5.15'de R-3c uzay grubuna ait hekzagonal yapıda α-Al_2O_3 (JCPDS Kart Numarası: 98-002-8102) ve Fd-3m uzay grubuna ait kübik yapıda γ-Al_2O_3 (JCPDS Kart Numarası: 98-006-7690) fazlarının pikleri görülmektedir. Kalsine işlemi öncesi alüminada, sektörde kullanıma uygun olan ve daha çok tercih edilen α-Al_2O_3 fazı yoğun olmakla beraber geçiş alümina olarak bilinen γ-Al_2O_3 fazı da görülmektedir. Kalsine işlemi gerçekleştirildikten sonra Seydişehir alüminaya XRD analizi yapılmıştır. Analiz sonucunda R-3c uzay

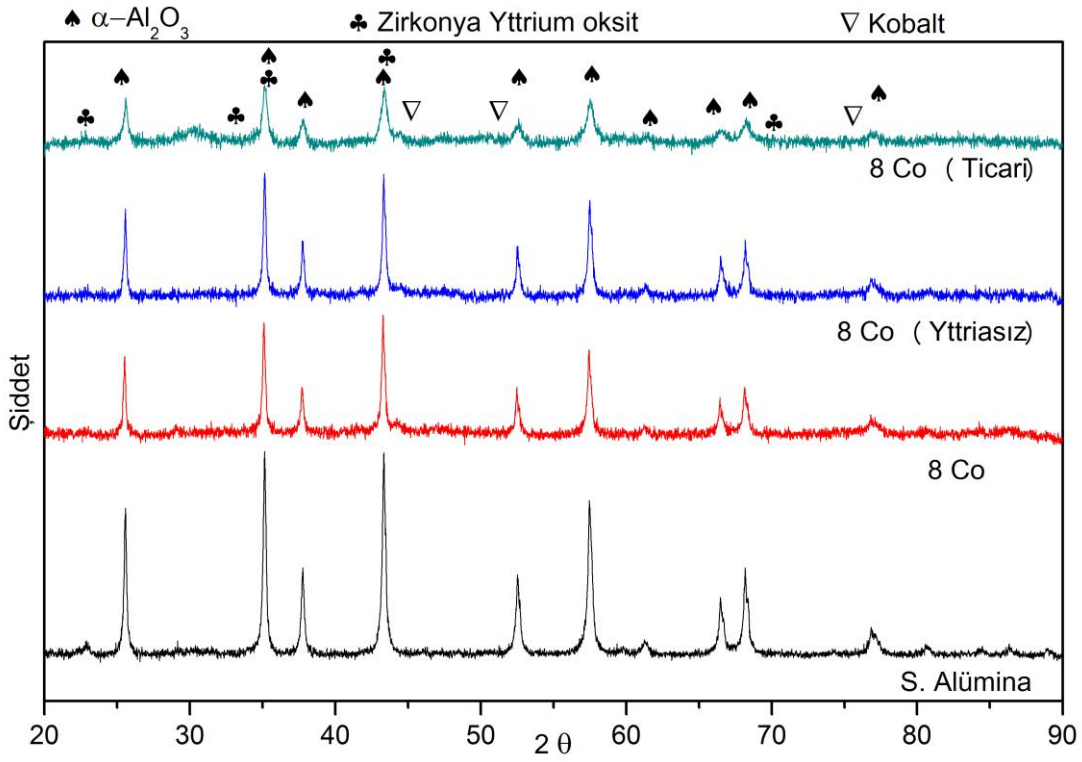
grubuna ait hekzagonal yapıda korondum (α-Al_2O_3) (JCPDS Kart Numarası: 98-001-1669) fazının pikleri görülmüştür. Kalsinasyon işlemi sonucu, XRD analizi sonucuyla desteklenerek üretim için tercih edilen α-Al_2O_3 yapısı yakalanmıştır. Kalsine edilmiş alümina, kalsine edilmemiş alümina tozuna nazaran daha şiddetli pikler vermiştir. Bu da kristalizasyonun daha iyi gerçekleştiğini göstermektedir.



Şekil 5.15 : Kalsine edilmemiş Seydişehir Alümina ile Kalsine Seydişehir Alüminaya ait X ışınları analizi

Yaş öğütme işleminden sonra elde edilen ağırlıkça % 8 kobalt katkılı tozların ve seydişehir alümina tozuyla beraber XRD analizleri Şekil 5.16'da verilmiştir. Şekil 5.16'da seydişehir alümina tozunda analiz sonucunda R-3c uzay grubuna ait hekzagonal yapıda korondum (α-Al_2O_3) (JCPDS Kart Numarası: 98-001-1669) ve P 42/nmc uzay grubuna ait tetragonal yapıda zirkonyum yitrium oksit (JCPDS Kart Numarası: 98-004-9936) fazlarının pikleri görülmüştür. Zirkonyum yitrium oksit, yaş öğütme sonrasında eklenen yitrium oksit ile öğütme işlemi için kullanılan zirkonya bilyalar XRD analiz sonucuna göre tozun yapısında gözlemlenmiştir. Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı tozların XRD incelenmesinde R-3c uzay grubuna ait hekzagonal yapıda korondum (α-Al_2O_3) (JCPDS Kart Numarası: 98-001-1669) pikleri görülmüştür. Ticari alümina esaslı kobalt katkılı toz da korondum fazında pikler görülmüştür. Fm-3m uzay grubuna ait kübik yapıda (JCPDS Kart Numarası: 98-005-2973) kobalt pikleri toz haldeki yaş öğütme sonrası numunelerde çok belirgin olmasa

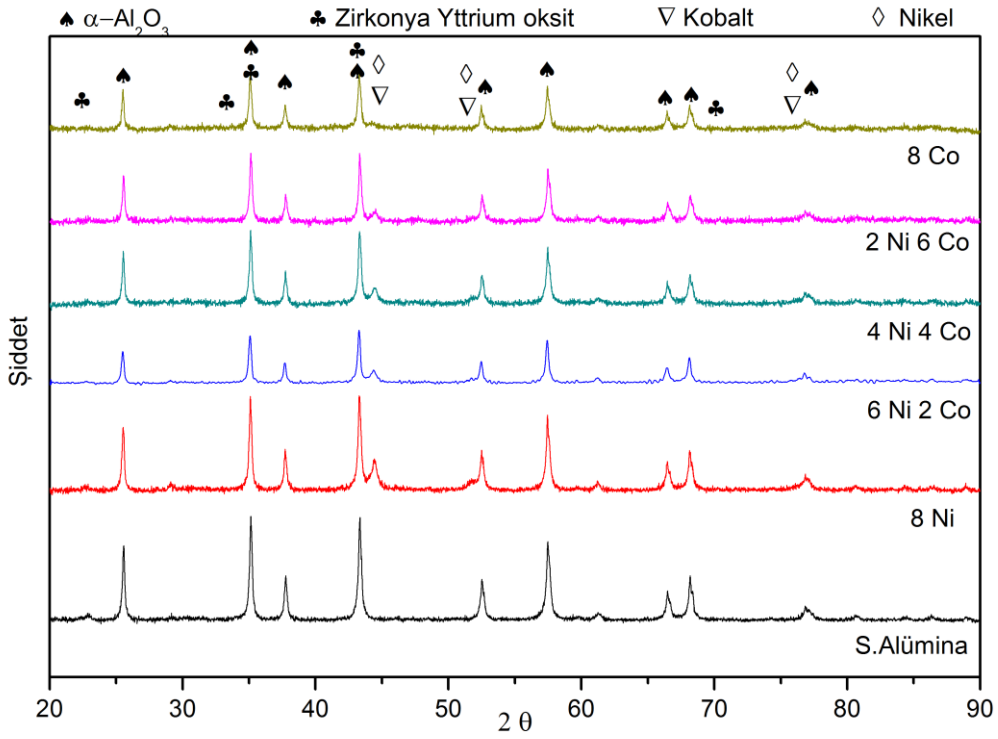
da gözlemlenmiştir. Kullanılan X ışınları analiz cihazında bakır tüp (CuKα) yardımıyla faz analizi yapılmaktadır. Bu durum da bakırın kobaltı fazla absorblaması nedeniyle istenilen kobalt pik şiddetleri yeterince görülmemiştir. P 42/nmc uzay grubuna ait tetragonal yapıda zirkonyum yitrium oksit (JCPDS Kart Numarası: 98-004-9936) ticari alümina ve seydişehir alümina esaslı tozlarda görülmüştür. Yitrium oksit katkısı olmayan kobalt katkılı tozda zirkonyum yitrium oksit pikleri yeterince görülmemiştir.



Şekil 5.16 : Seydişehir Alümina ile Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı toz numunelerin X ışınları analizi

Yaş öğütme işleminden sonra nikel, kobalt ve nikel – kobalt katkılı tozların XRD analizi Şekil 5.17'de verilmiştir. Nikel, kobalt ve nikel – kobalt katkılı tozların XRD analizi sonucunda R-3c uzay grubuna ait hekzagonal yapıda korondum (α-Al_2O_3) (JCPDS Kart Numarası: 98-001-1669) ve P 42/nmc uzay grubuna ait tetragonal yapıda zirkonyum yitrium oksit (JCPDS Kart Numarası: 98-004-9936) fazlarının pikleri görülmüştür. Nikel katkılı tozlarda, yukarıda belirtilen analiz sonuçlarındaki fazlara ek olarak Fm-3m uzay grubuna ait kübik yapıda (JCPDS Kart Numarası: 98-005-3006) nikel pikleri görülmüştür. Nikel – kobalt tozlarda, ek olarak Fm-3m uzay grubuna ait kübik yapıda (JCPDS Kart Numarası: 98-005-3006) nikel ve Fm-3m uzay grubuna ait kübik yapıda (JCPDS Kart Numarası: 98-005-2973) kobalt

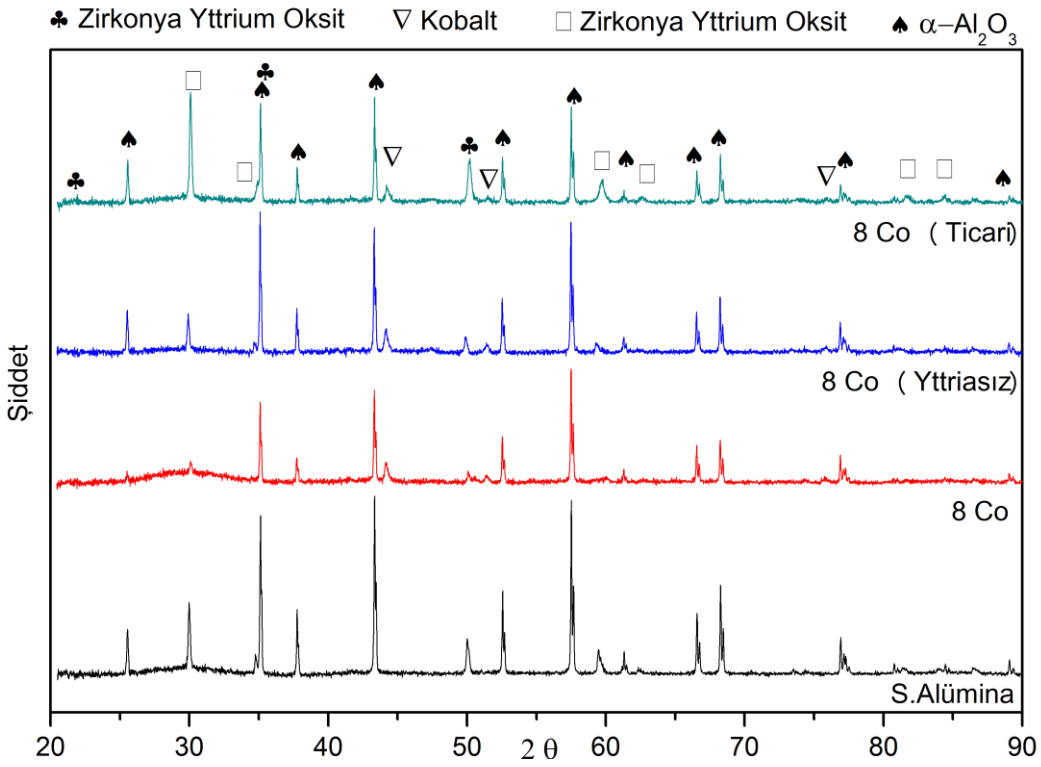
fazlarının pikleri görülmüştür. Analiz sonucunda nikel ve kobalt pikleri birbirine yakın 2 θ değerlerinde ve nikel – kobalt katkılı tozlarda birlikte görüldüğü gözlemlenmiştir. XRD cihazında kullanılan CuKα tüpün, nikeli kobalt kadar absorblamaması nikelin piklerinin kobalta nazaran daha şiddetli görülmesini sağlamıştır.



Şekil 5.17 : Ağırlıkça % 8 Nikel, % 8 Kobalt ve Nikel – Kobalt katkılı toz numunelerin X ışınları analizi

Yaş öğütme sonrası analizleri yapılan tozlardan eksenel pres yardımıyla numuneler hazırlanmış, bağlayıcı giderme yapılmış ve sinterlenmiştir. Sinterleme işleminden sonra ağırlıkça % 8 kobalt katkılı numunelerin XRD analizi Şekil 5.18'de verilmiştir. Analiz sonucunda ağırlıkça % 8 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı ve ağırlıkça % 8 kobalt katkılı ticari alümina esaslı numunelerde R-3c uzay grubuna ait hekzagonal yapıda korondum (α-Al_2O_3) (JCPDS Kart Numarası: 98-001-1669) fazının pikleri görülmüştür. Sinterleme işlemi öncesine göre pik şiddetleri artmıştır. Bu da kristalizasyonun daha iyi gerçekleştiğini göstermektedir. Şekil 5.18'de gösterilen numunelerin hepsinde (ağırlıkça % 8 kobalt katkılı yitrium oksit katkısı olmayan numune hariç) sinter öncesinde tek faz zirkonyum yitrium oksit bulunurken, sinter sonrası iki farklı fazda zirkonyum yitrium oksit gözlemlenmiştir. P 42/nmc uzay grubuna ait tetragonal yapıda zirkonyum yitrium oksit (JCPDS Kart Numarası:

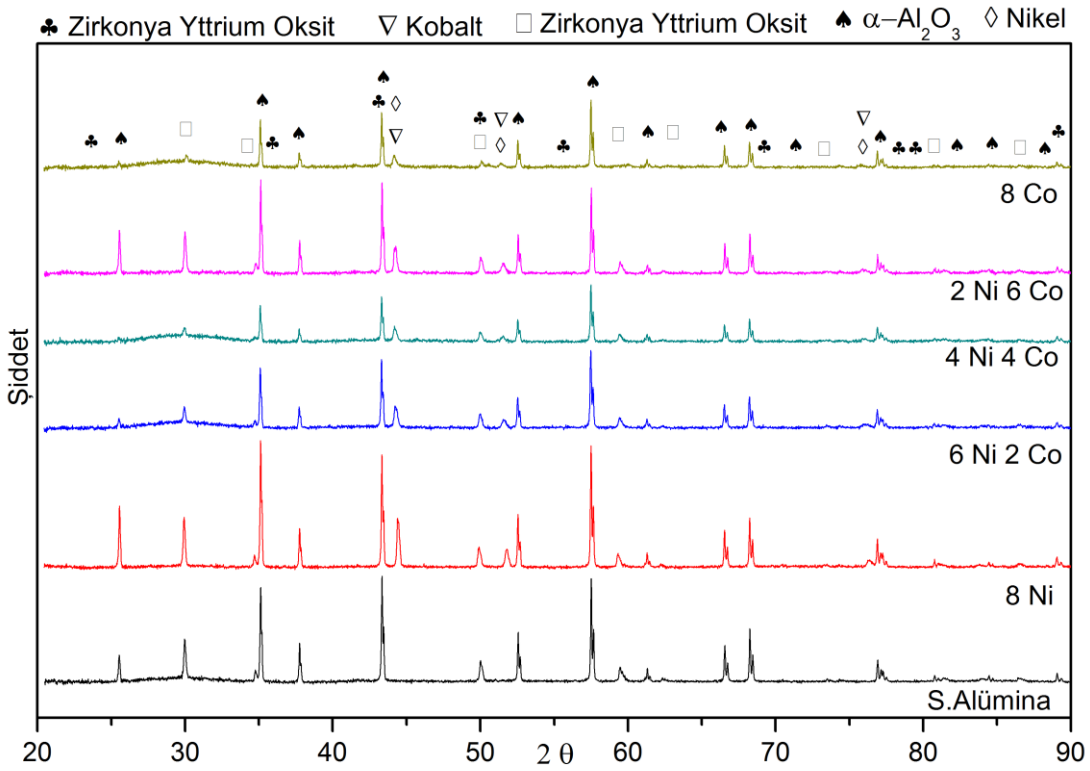
98-004-9936) ile Fm-3m uzay grubuna ait kübik yapıda zirkonyum yitrium oksit (JCPDS Kart Numarası: 98-002-1284) fazlarının pikleri Şekil 5.18'deki numunelerin hepsinde görülmüştür. Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı yitrium oksit katkısı olmayan numune sinter öncesinde gözlemlenemeyen zirkonyum yitrium oksit fazı, sinter sonrasında YZP (Yitrium oksit ile kararlı hale getirilmiş zirkonya) bilyalardan gelen zirkonya ve ytttrium oksit nedeniyle iki farklı fazda zirkonyum yitrium oksit olarak gözlemlenmiştir.



Şekil 5.18 : Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı bulk numunelerin X ışınları analizi

Sinterleme işleminden sonra nikel, kobalt ve nikel – kobalt katkılı numunelerin XRD analizi Şekil 5.19'da gösterilmiştir. Nikel, kobalt ve nikel – kobalt numunelerin XRD analizi sonucunda R-3c uzay grubuna ait hekzagonal yapıda korondum (α-Al_2O_3) (JCPDS Kart Numarası: 98-001-1669), P 42/nmc uzay grubuna ait tetragonal yapıda zirkonyum yitrium oksit (JCPDS Kart Numarası: 98-004-9936) ve Fm-3m uzay grubuna ait kübik yapıda zirkonyum yitrium oksit (JCPDS Kart Numarası: 98-002-1284) bütün numunelerde görülmüştür. Nikel – kobalt katkılı numunelerin analizi sonucunda yukarıdaki analiz sonucundaki fazlara ek olarak Fm-3m uzay grubuna ait kübik yapıda (JCPDS Kart Numarası: 98-005-3006) nikel ve Fm-3m uzay grubuna ait kübik yapıda (JCPDS Kart Numarası: 98-005-2973) kobalt fazlarının pikleri görülmüştür. Nikel katkılı numunelerde yukarıdaki analiz sonucundaki fazlara ek

olarak Fm-3m uzay grubuna ait kübik yapıda (JCPDS Kart Numarası: 98-005-3006) nikel pikleri görülmüştür.

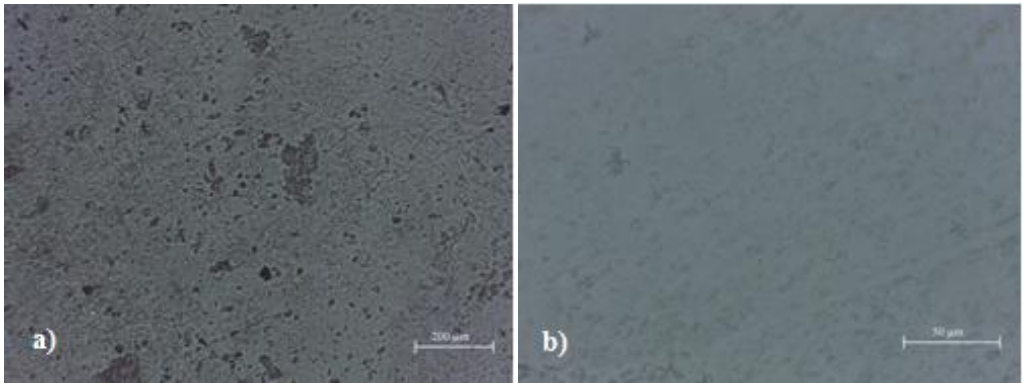


Şekil 5.19 : Ağırlıkça % 8 Nikel, % 8 Kobalt ve Nikel – Kobalt katkılı bulk numunelerin X ışınları analizi

5.5.2 Optik Mikroskop ve SEM Analizi

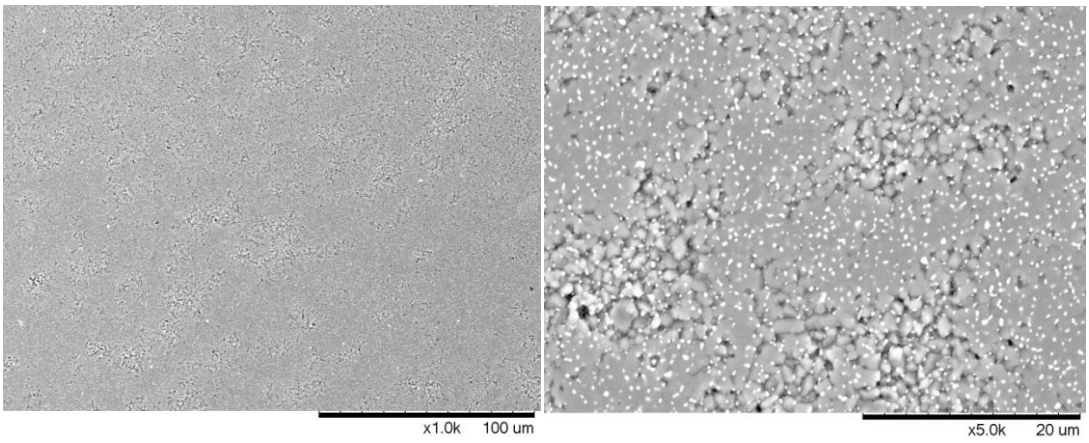
Elektron mikroskobu ile sinterlenmiş olan numunelerin mikroyapılarına bakmadan önce daha selektif bir çalışma için optik mikroskop çalışması yapılmıştır. Optik mikroskop çalışmasından önce belirlenen numuneler birtakım ön işlemlere tabi tutulmuşlardır. Bu işlemler zımpara ile numune yüzeylerinin düzgün ve temiz hale getirilmesi ve çuha ile cihazda parlatma işlemi yapılmasıdır. Parlatma işlemi ışık mikroskobunda mikroyapı net bir şekilde görülünceye kadar devam etmiştir.

Yaş öğütme aşamasından geçmiş, sinterlenmiş seydişehir alümina numunesinin optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.20'de verilmiştir. 100x ve 500x büyütmedeki görüntüler XRD analiz sonuçlarıyla eşleştirildiğinde, numunede ana fazın alümina olduğu, zirkonya ve yttrianın dağılmış bir şekilde mikroyapıda göründüğü gözlemlenmiştir. Yüzeydeki hatalar numunenin optik mikroskoptaki görüntüsünde görülmüştür. Bu hataların parlatma esnasında numuneden kopan parçalardan dolayı oluşmuş olduğu düşünülmektedir.



Şekil 5.20 : Seydişehir Alümina numunesinin optik mikroskop görüntüleri a) 100x b) 500x

Seydişehir alümina numunesinin SEM görüntüleri Şekil 5.21'de incelenmiştir.

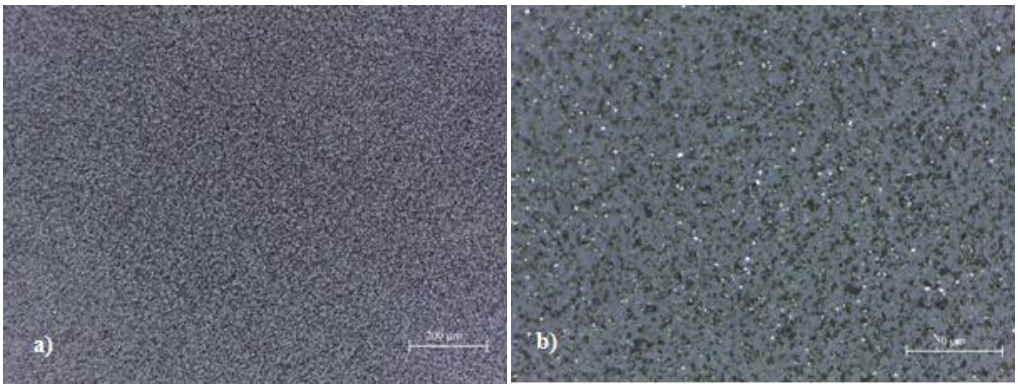


Şekil 5.21 : Seydişehir Alümina numunesinin geri saçınım elektron görüntüsü a) 1000x b) 5000x

SEM görüntülerine bakıldığında homojen bir dağılıma sahip olduğu görülmektedir. Gri renkte görülen bölge çoğunlukla alümina fazını içerirken, beyaz renkte görülen bölge ya da noktalar zirkonya ve yitrium oksiti göstermektedir.

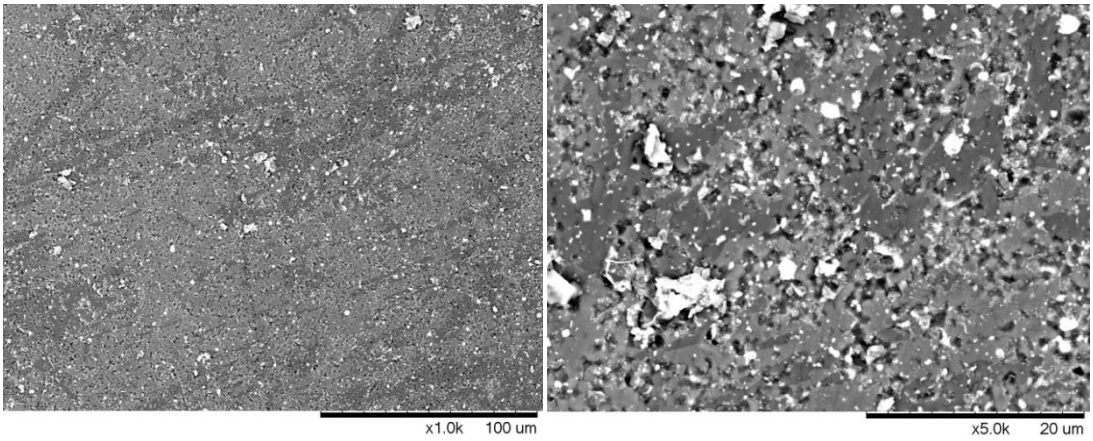
Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı numuneye ait optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.22'de verilmiştir.

Optik mikroskop görüntüleri göstermektedir ki; alümina içinde kobalt katkısı homojen bir dağılım göstermektedir. Görüntü alınan bölgelerde alümina içinde kobalt dağılımı homojen olarak ve yer yer de öğütmeden gelen YSZ görülmektedir.



Şekil 5.22 : Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin optik mikroskop görüntüleri a) 100x b) 500x

Numunenin SEM görüntüleri Şekil 5.23'de gösterilmiştir.

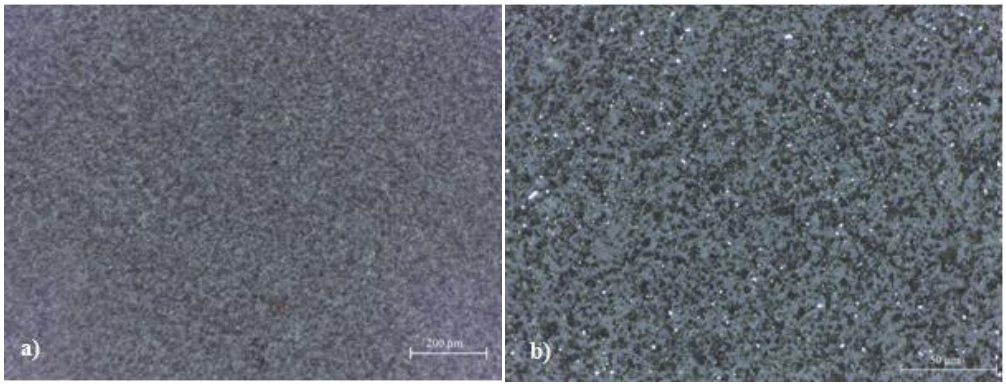


Şekil 5.23 : Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin geri saçınımlı elektron görüntüsü a) 1000x b) 5000x

SEM görüntülerinde optik mikroskop görüntülerine paralel olarak alümina fazı içerisinde kobaltın dağılım gösterdiği görülmektedir. Beyaz bölgelerde alümina yanında zirkonya ve kobalt görülürken, koyu bölgelerde alümina tek başına daha yoğun görülmektedir. Zirkonya ve yitrium oksit varlığı beyaz bölgelerde daha yoğun şekilde olduğu düşünülmektedir.

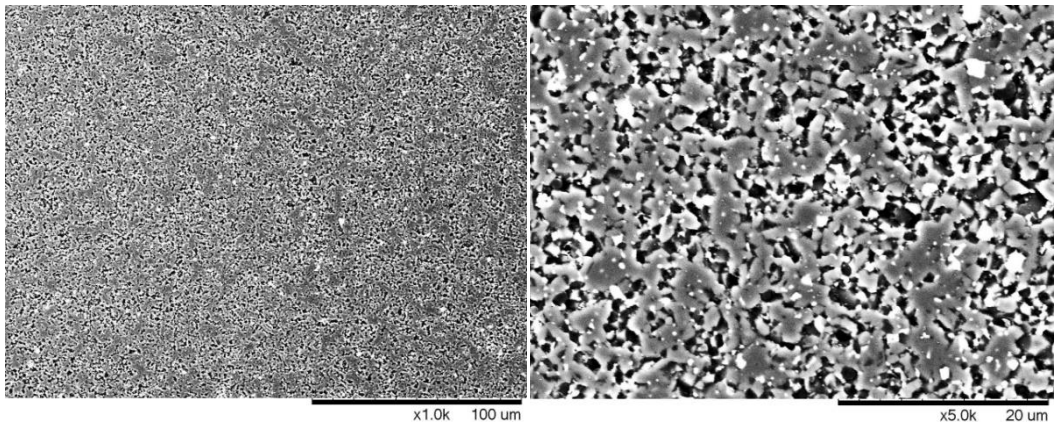
Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı yitrium oksit katkısı olmayan seydişehir alümina esaslı numunenin optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.24'de verilmiştir.

Yitrium oksit katkısı olmayan kobalt katkılı numunenin optik mikroskop görüntülerinde kobaltın alümina içerisinde homojen bir dağılım gösterdiği görülmektedir.



Şekil 5.24 : Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı yitrium oksit katkısı olmayan seydişehir alümina esaslı numunesinin optik mikroskop görüntüleri a) 100x b) 500x

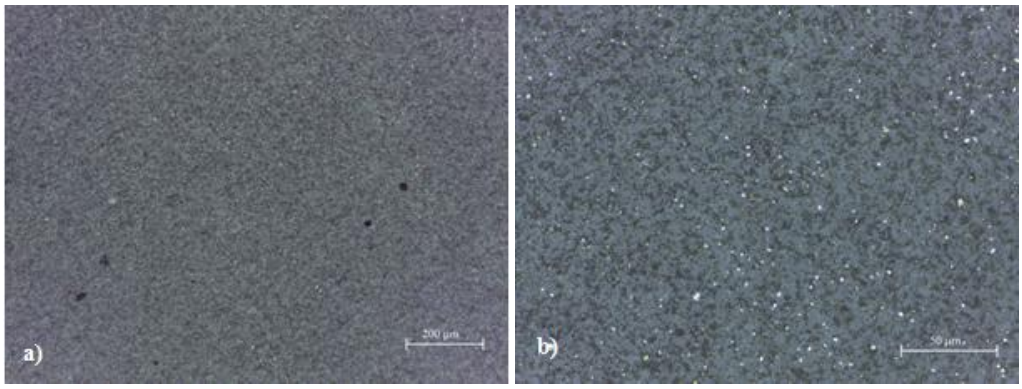
Numunenin SEM görüntüleri Şekil 5.25'de verilmiştir.



Şekil 5.25 : Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı yitrium oksit katkısı olmayan seydişehir alümina esaslı numunesinin geri saçınımlı elektron görüntüsü a) 1000x b) 5000x

SEM görüntüleri ele alınarak numuneye WDS (Dalga boyu dağınımlı görünge gözlemi) ile genel olarak bölgesel analizler yapılmıştır. WDS'de elementel olarak alüminyum, oksijen, kobalt ve zirkonyaya rastlanılmıştır. Her bölgede alüminyum ve oksijen bulunmuştur. Numunede alümina içerisinde kobalt ve yer yer de zirkonya gözlemlenmektedir. Beyaz renkteki bölgede ise alüminyum, kobalt ve dağılmış olarak zirkonya varlığına rastlanılmıştır. Koyu renkteki bölgede ise alüminyum ve oksijen bol miktarda görülmüştür. Koyu renkteki bölgede kobalt ve zirkonya diğer bölgelere nazaran çok daha az seviyededir.

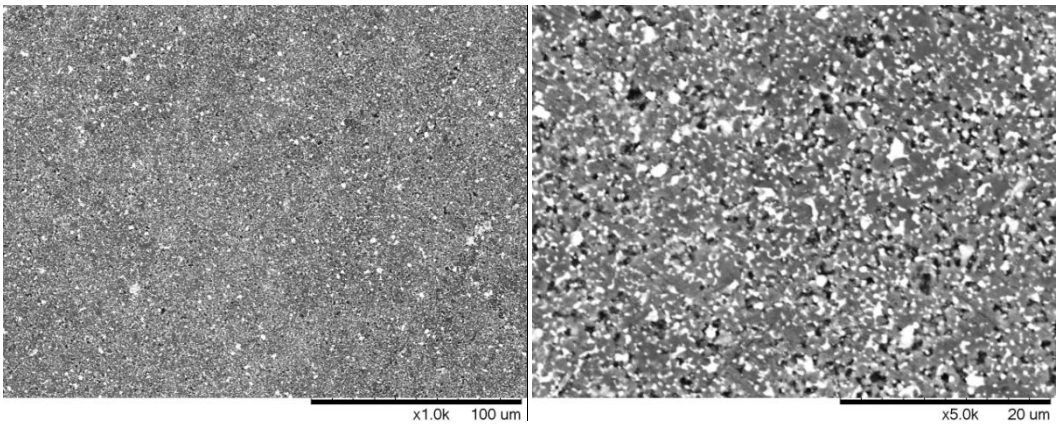
Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı ticari alümina esaslı numunenin optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.26'da verilmiştir.



Şekil 5.26 : Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı ticari alümina esaslı numunesinin optik mikroskop görüntüleri a) 100x b) 500x

Optik mikroskop görüntülerinde diğer kobalt katkılı numunelere yakın bir dağılım göstermiştir. Alümina içerisinde kobalt homojen şekilde dağılım yapmıştır.

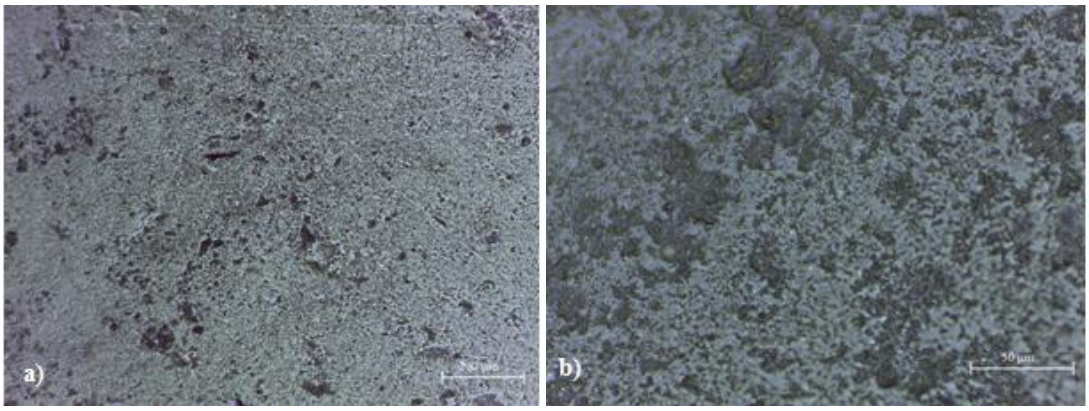
Numunenin SEM görüntüleri Şekil 5.27'de gösterilmiştir.



Şekil 5.27 : Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı ticari alümina esaslı numunesinin geri saçınımlı elektron görüntüsü a) 1000x b) 5000x

Numune SEM görüntüsünde farklı kontrastlarda bölgeler görülmüştür. Ağırlıkça % 8 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı numuneye nazaran alüminanın tek başına daha yoğun bulunduğu koyu bölge bu numunede daha azdır. Beyaz renkle gösterilen bölgede alümina, kobalt ve zirkonya ile birlikte bulunmuştur. Gri renkle gösterilen bölgede ise kobalt ve zirkonya varlığı beyaz renkle gösterilen bölgeden daha az olduğu düşünülmektedir.

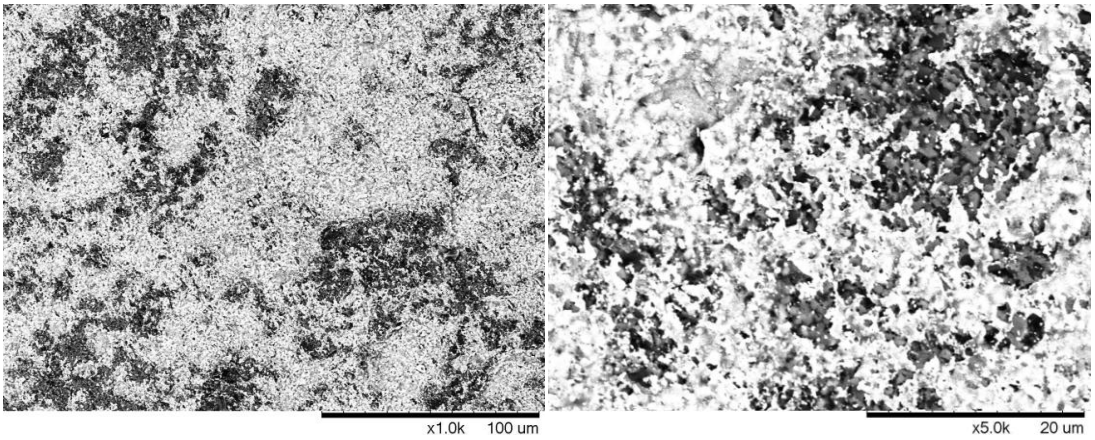
Ağırlıkça % 6 kobalt % 2 nikel katkılı seydişehir alümina esaslı numunenin optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.28'de verilmiştir.



Şekil 5.28 : Ağırlıkça % 6 kobalt % 2 nikel katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin optik mikroskop görüntüleri a) 100x b) 500x

Nikel – kobalt katkılı numunenin optik mikroskop görüntüsünde esas faz olarak alüminanın görüldüğü, nikel ve kobaltın belirli bölgelerde yoğun biçimde bulunduğu görülmektedir. Nikel ve kobaltın yüzeyde daha çok biriktiği gözlemlenmiştir.

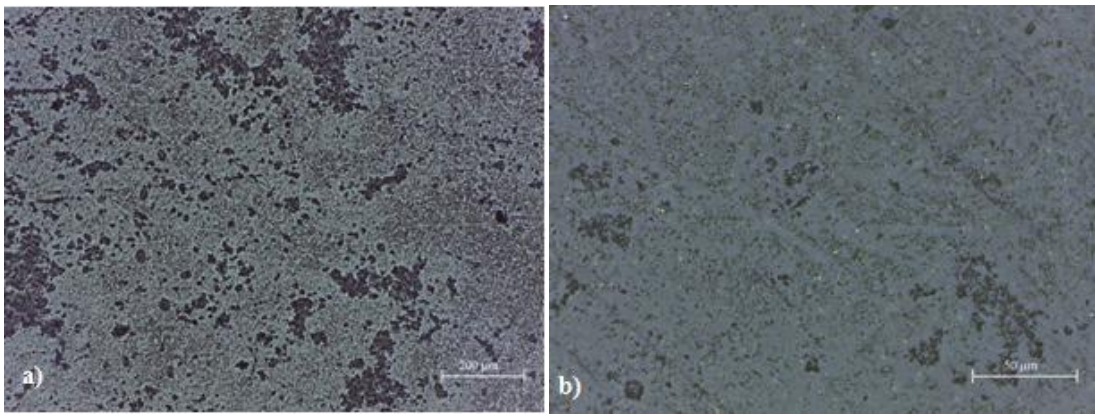
Numunenin SEM görüntüleri Şekil 5.29'da verilmiştir.



Şekil 5.29 : Ağırlıkça % 6 kobalt % 2 nikel katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin geri saçınımlı elektron görüntüsü a) 1000x b) 5000x

SEM görüntülerine bakıldığında nikel ve kobaltın bazı bölgelerde daha yoğun göründüğü gözlemlenmiştir. Numune yüzeyinde nikel – kobalt birikimi daha yoğun olmuştur. Nikel – kobalt katkılı numunelerde sadece kobalt katkılı numunelere nazaran öğütme sırasında yapıya daha fazla zirkonya katılmıştır. Koyu bölgelerde alümina fazının etkin olduğu görülmüştür. Beyaz bölgelerde alümina fazına ek olarak; nikel, kobalt,zirkonya ve yitrium oksit fazları da bulunmaktadır. Alümina fazı bütün yapıda hakim şekildedir.

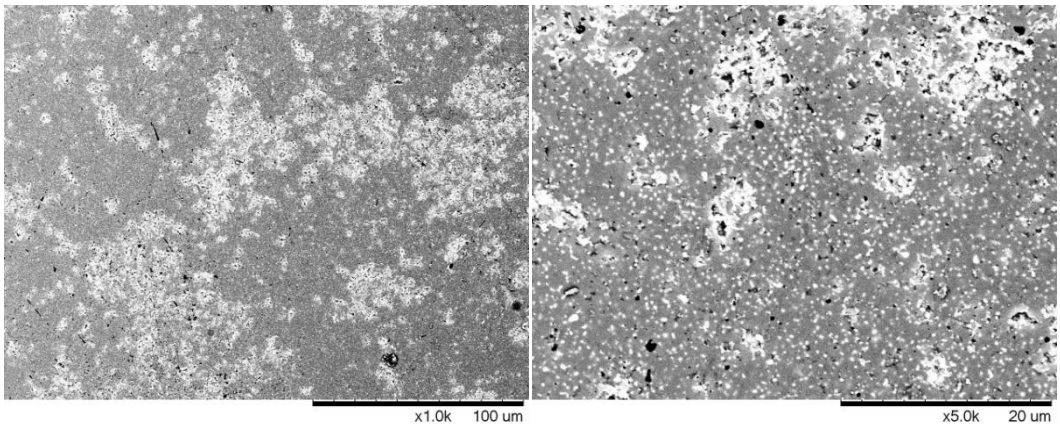
Eşit oranda nikel – kobalt katkılı numunenin optik görüntüleri Şekil 5.30'da verilmiştir.



Şekil 5.30 : Ağırlıkça % 4 nikel % 4 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin optik görüntüleri a) 100x b) 500x

Eşit oranda katkılı nikel – kobalt numunenin optik görüntüleri incelendiğinde, alüminanın ana faz olduğu ancak belli bölgelerde nikel ve kobaltın yoğunlaştığı görülmektedir.

Numunenin SEM görüntüleri Şekil 5.31'de verilmiştir.

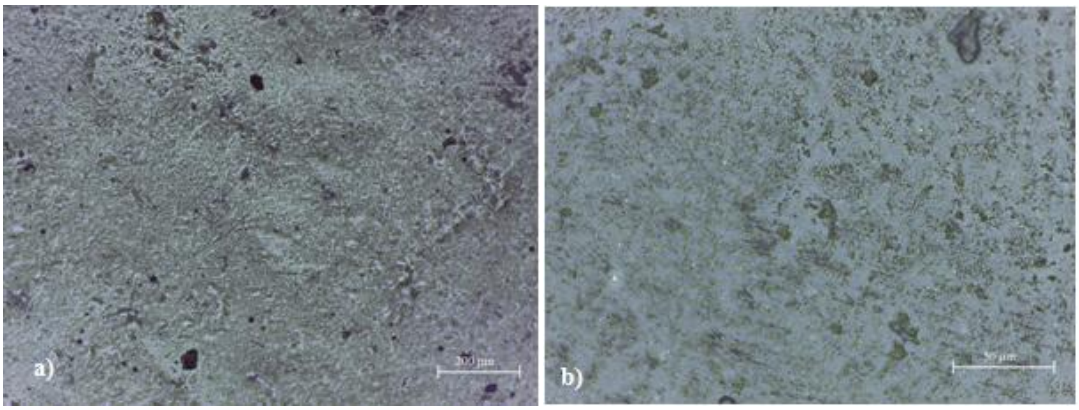


Şekil 5.31 : Ağırlıkça % 4 nikel % 4 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin geri saçınımlı elektron görüntüsü a)1000x b) 5000x

Numunenin SEM görüntülerine bakılarak WDS analizi yapılmıştır. Farklı bölgelerden alınan analizler sonucunda numunede alüminyum, oksijen, nikel, kobalt, zirkonya ve yttria elementlerinin varlığı tespit edilmiştir. Sadece kobalt katkılı numunelere nazaran daha çok zirkonya varlığına rastlanmıştır. Nikel ve kobaltın birarada bulunması, numunenin zirkonya bilyaları daha çok aşındırmasına neden olmuştur. Gri bölgelerde alüminanın yoğun halde bulunduğu belirlenmiştir. Nikel, kobalt, zirkonya ve yttria az da olsa bu bölgede bulunmuştur. Beyaz bölgelerde ise nikelve kobalt yoğunluğu fazla şekilde görülmüştür. Zirkonya ve yttria numunede

dağılmış bir şekilde gözlemlenmiştir. Gri bölgede az beyaz bölgede dah yoğun olduğu halde bulunmaktadır.

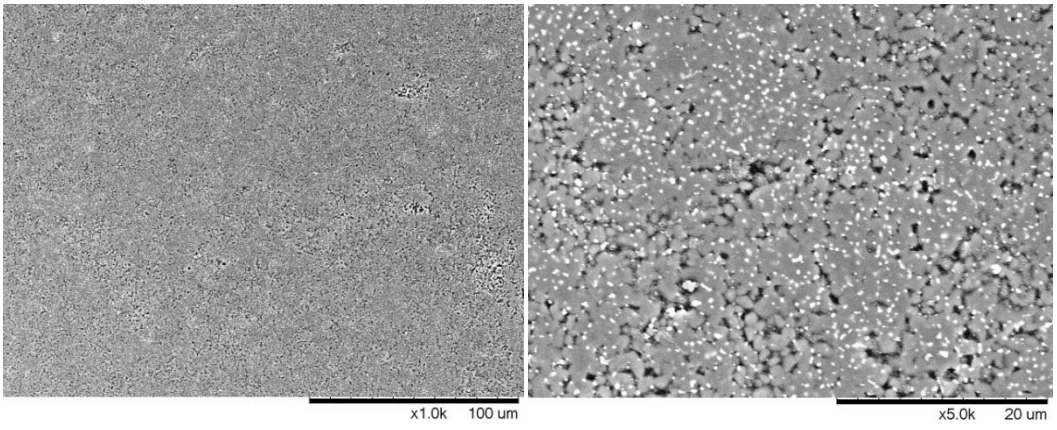
Ağırlıkça % 2 kobalt % 6 nikel katkılı numunenin optik görüntüleri Şekil 5.32'de verilmiştir.



Şekil 5.32 : Ağırlıkça % 6 nikel % 2 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin optik mikroskop görüntüleri a) 100x b) 500x

Alümina ana faz olarak görülürken nikel ve kobalt bazı bölgelerde yoğunlaşma göstermiştir. Numune diğer nikel – kobalt numunelere nazaran daha homojen bir dağılım göstermiştir.

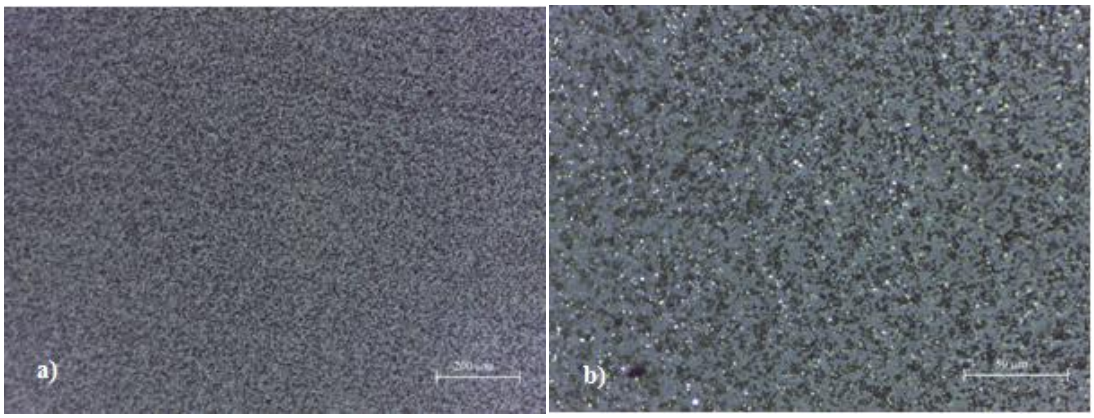
Numunenin SEM görüntüleri Şekil 5.33'te verilmiştir.



Şekil 5.33 : Ağırlıkça % 6 nikel % 2 kobalt katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin geri saçınımlı elektron görüntüsü a)1000x b) 5000x

Numunede nikel miktarının fazla olması yapının daha homojen dağılım yapmasında neden olmuştur. Gri renkli bölgelerde alümina esas faz olarak bulunmakta nikel ve kobalt az da olsa bulunmaktadır. Beyaz bölgelerde ise nikel ve kobalt daha yoğun bulunmuştur. Zirkonya ve yitria da beyaz bölgede daha yoğun olmakla beraber yapıda dağılmış halde bulunmuştur.

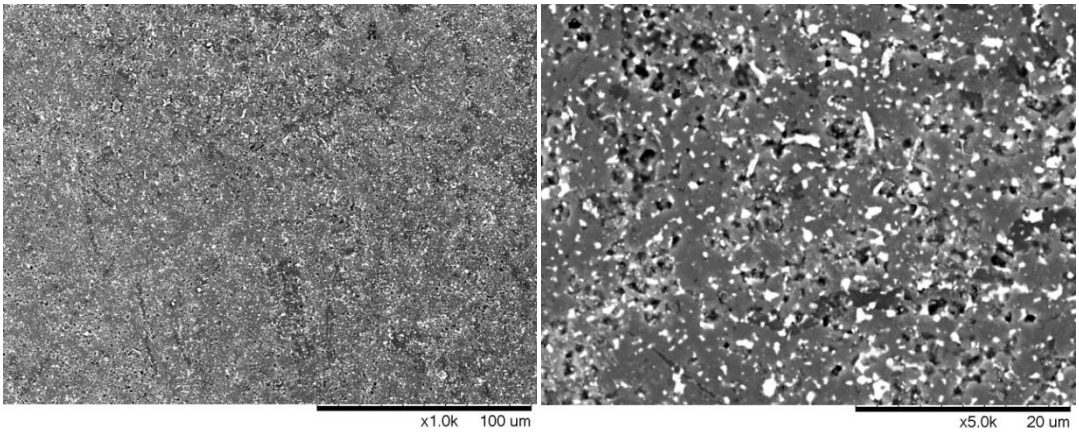
Son olarak ağırlıkça % 8 nikel katkılı Seydişehir alümina esaslı numune optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.34'de incelenmiştir.



Şekil 5.34 : Ağırlıkça % 8 nikel katkılı seydişehir alümina numunesinin optik mikroskop görüntüleri a) 100x b) 500x

Alümina, nikel ile beraber bulunduğu bu numunede homojen bir dağılım göstermiştir. Sadece kobalt katkılı ya da sadece nikel katkılı seydişehir alümina esaslı numunelerde optik mikroskop görüntülerinde homojen bir dağılım görülmüştür. Nikel – kobalt katkılı numunelerde ise nikel ve kobalt belirli bölgelerde yoğun halde görülmüştür.

Nikel katkılı numunenin SEM görüntüleri Şekil 5.35'de verilmiştir.



Şekil 5.35 : Ağırlıkça % 8 nikel katkılı seydişehir alümina esaslı numunesinin geri saçınımlı elektron görüntüsü a) 1000x b) 5000x

SEM görüntülerinde üç farklı renkte yapılar bulunmaktadır. Alümina bütün yapılarda bulunmaktadır. Koyu bölgede alümina fazı yoğun olarak görülmüştür. Zirkonya ve yttria bütün yapılarda dağılmış halde bulunmuştur. Gri bölgede ise nikelin daha yoğun olduğu görülmüştür. Beyaz bölgede ise alümina, nikelin yanında zirkonya ve yttria yoğun bulunmuştur.

6. SONUÇLAR

Alüminaya geçiş metali ilavesi ile mekanik özelliklerini önemli ölçüde şekilde geliştirmiştir. Geçiş metali olarak kullanılan metallerden nikel ve kobalt, alüminanın mekanik özelliklerini önemli ölçüde iyileştirmiş ve zırh malzemesi olarak gelecekte ürün olarak kullanılmasında katkı için ilk sırayı almıştır. Molibden katkısı malzemeyi olumsuz etkilemiştir. Malzemede makro çatlaklar oluşmuştur ve malzemenin ara yüzey gerilimini arttırmıştır.

Üretimi yapılan numunelerden ağırlıkça % 4 nikel % 4 kobalt katkılı Seydişehir alümina esaslı numune firmanın kullandığı ürüne en yakın kırılma tokluk değeri elde etmiştir. Balistik testte kırılma tokluk değerinin ne kadar önemli olduğu düşünülürse, numunenin testi yapılmış olsaydı iyi bir sonuç verme ihtimali yeterince yüksektir.

Balistik test sonucunda istenilen sonuçlar alınamamasına rağmen, sebepleri araştırılıp nasıl bir yol izlenilmesi planlanıp, alümina – geçiş metali sisteminin zırh malzemesi olarak kullanılması için nelerin yapılabileceği araştırılmalıdır.

Önümüzdeki yıllarda malzeme bazlı mühendislik olarak nitelendirilen Ar-Ge faaliyetleri, ürün geliştirme, imalat tasarım gibi etkinliklerin aynı anda müşteri ile birlikte oluşturulması konusu önem kazanacaktır. Buna karşılık maliyetlerin daha düşük, kalitenin daha yüksek olması, ürünlerin daha kısa zamanda pazara sürülebilmesi önem kazanacaktır. Alüminanın ileri seramik malzemeler içerisinde sahip olduğu üstün özellikler ve bu malzeme ile ilgili araştırmaların günümüze kadar, işin doğası gereği nispeten kısıtlı kalmış olması, bundan sonra bu ileri malzeme ile ilgili yapılabilecek araştırmaların ve çalışmaların bir göstergesidir. Alümina esaslı malzemelerin savunma sanayinde insan hayatını koruyabilecek, insan üzerinde olduğu kadar hava taşıtlarında da kullanılabilecek önemli bir ileri malzeme olduğu, bu nedenle de Ar-Ge ile açığa çıkarılan önemli miktarda bilginin gizli kaldığı unutulmamalıdır.

Bu çalışması esnasında tozların preslenmesinde kullanılan eksenel pres yerine CIP ya da HIP kullanılması laminasyonu önleyerek daha uygun numune elde etmemizi sağlayacaktır.

KAYNAKLAR

[1] **Saito, S**., (1988). Advanced Ceramics, Oxford University Pres, ISBN-13: 978-0198563358.

[2] **Barsoum, M.**, (1997). Fundamentals of Ceramics, McGraw-Hill Inc., Singapur, ISBN-13: 978-0070055216.

[3] **Geçkinli, E.**, (1992). İleri Teknoloji Malzemeleri (1. Baskı), İstanbul Teknik Üniversitesi Basımevi, 288 s, İstanbul.

[4] **Reed, J.,** (1995), Principles of Ceramic Processing, Wiley-Interscience, New York, ISBN-13: 978-0471597216

[5] **Richerson, D.**, (1992), Modern Ceramic Engineering, NewCastle Library, Newyork, ISBN-13: 9780824786342

[6] **Heimann, R. B.,** (2010). Classic and Advanced Ceramics, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KGaA, Weinheim, ISBN: 978-3-527-32517-7.

[7] **Ichinose, N.**, (1987), Introduction to Fine Ceramics: Applications in Engineering, John Wiley & Sons, ISBN-13: 978-0471914457.

[8] **Lee, W. E., Rainforth, M.,** (1994). Ceramic Microstructures, Cambridge University Press, London, ISBN: 0 412 43140 8.

[9] **Mostaghaci, H.**, (1996). Advanced Ceramic Materials (Key Engineering Materials), CRC Press, ISBN-13: 978-0878497454.

[10] **Değerli S.,** (2002). Bayer Prosesinin Ara Atık Ürünü Olan Alüminyum Hidroksit Kabuğundan Aktif Alümina Eldesi, *Yüksek Lisans Tezi*, Yıldız Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul.

[11] **Önel, K.,** (1995). Süreksiz SiC katkılı alüminyum matrisli kompozitler (1. bölüm), *Metalurji Dergisi*, Ankara, 46-53

[12] **Toy ,Ç ve Baykara,T**, (1994). 21. Yüzyılın Malzemesi Seramikler: *Bilim ve Teknik Dergisi*, **4**, 317, 6-13.

[13] **Mostaghaci, H**, (1996). Advanced Ceramic Materials, Transtech, Key Engineering, ISBN : 0878497455

[14] **Bengisu M.,** (2001). Engineering Ceramics, Springer Verlag, ISBN : 3-540-67687-2

[15] **Çakır T., Yıldırım O., Ögel B**., (2004). Zırhlı Araçlarda 7.62 AP Mermilerine Karşı Seramik Ön Yüzlü Zırhların Kullanımı, OTEKON '04, *Otomotiv Teknolojileri Kongresi*,

[16] **Gooch W.A. Jr.,** (2001). An Overview of Ceramic Armor Applications, U.S. Army Research Laboratory, *Ceramic Armor Materials by Design*, The American Ceramic Society.

[17] **Wilkins M.L., Honodel C., Sawle D.,** (1967). An Approach to the study of light armor, Lawrence Livermore National Laboratory, Livermore, CA Report No: UCRL-50284,

[18] **James B.,** (2001). Practical Issues in Ceramic Armor Design, Defence Science and Technology Laboratories, *Ceramic Armor Materials by Design*, The American Ceramic Society.

[19] **NIJ 0101.04**, (2001). Ballistic Resistance of Personal Body Armor-National Institute of Justice Standard, New York.

[20] **Çalık M.,** (2004). Zırh Tasarımında Kullanılan Farklı Geometriye Sahip Kompozit Kabukların Balistik Özellikleri, *Yüksek Lisans Tezi*, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyonkarahisar.

[21] **Normandia M. J., Gooch W.,** (2001). An Overview of Ballistic Test Methods of Ceramic Materials, *Ceramic Armor Materials by Design*, The American Ceramic Society

[22] **Leavy R. B., Brannon R.M., Strack O. E.,** (2010). The use of sphere indentation experiments to characterize ceramic damage models, *International Journal of Applied Ceramic Technology,* **7**, 606-615

[23] **Lee, P.Y., Yang, J.L. and Lin, H.M**., (1998). Amorphization behaviour in mechanically alloyed Ni-Ta powders, J.*Mater.*Sci., 33(1), 235-239.

[24] **Suryanarayana, C.,** (2004). Mechanical Alloying and Milling, Marcel Dekker, ISBN 0-8247-410

[25] **Besterci, M. and Kohutek,K. Süleleiova**, (1999). Analysis of spatial arrangement of particles in thin foil of AI-AI_4C_3 material, *Journal of Materials Science,***34**, 1055-1060.

[26] **Benjamin, J. S. and Violin T.E.,** (1974). The Mechanism of Mechanical Alloying, *Metallurgical Transactions*, **5**, 1929-1933.

[27] **Ivanov, E.,** (1992). Preparation Cu_x Hg_{1-x} solid solutions by mechanical alloying, *Mater. Sci. Forum.,* **88-90**, 475-480,

[28] **Niihara, K.,** (1991), New design concept of structural ceramics, *Journal of Ceramic Society*, **99**, 974-982

[29] **Fischer, J. J., and Weber, J. H.,** (1990). Mechanical Alloying, *Advanced Materials &* Process, **10**, 43-50

[30] **Benjamin, J.S., Gilman, P. S.,** (1983). Mechanical Alloying, *Annual Review of Materials Science*, **13**, 279-300

[31] **Rodriguez, J. A., Gallardo, J. M. and Herrera, E. J.,** (1990). Structure and properties of attrition-milled aluminum powder, *Journal Materials Science*, 32, 3535-3539

[32] **Koch, C. C.,** (1993). The synthesis and structure of nanocrystalline materials produced by mechanical attrition: A review**,** Nanostructured Materials, **2**, 109-129.

[33] **Suryanarayana, C.,** (1995). Nanocrystalline Materials, *International Materials Review,* **40**, 41-64.

[34] **Davis, R. M., Koch, C. *C.*,** (1987). Mechanical alloying of brittle components: Silicon and germanium**,** *Scripta Metallurgica*, **21**, 305-310.

[35] **Lee, P. Y., Koch, C. C.,** (1987). Formation of amorphous Ni-Zr alloys by mechanical alloying of mixtures of the intermetallic compounds $Ni_{11}Zr_9$ and $NiZr_2$, *Applied Physics Letters*, **50**, 1578-1580.

[36] **Maurice, D. R., and Courtney, T. H.,** (1994). Modelling of mechanical alloying: partI deformation coalescence and fragmentation mechanisms, *Metallurgy and Materials Transactions A*, **25**, 147-158

[37] **Maurice, D. R., and Courtney, T. H.,** (1995). Modelling of mechanical alloying: partII development of computational modelling programs, *Metallurgy and Materials Transactions A*, **26**, 2431-2435.

[38] **Schaffer, G. B., McCormick, P. G.,** (1992). On the kinetics of mechanical alloying, *Metallurgical Transactions A*, **23,** 1285-1290.

[39] **Schaffer, G. B., McCormick, P. G.,** (1990). Displacement reactions during mechanical alloying, *Metallurgical Transactions A*, **21,** 2789-2794.

[40] **Schaffer, G. B., McCormick, P. G.,** (1991). Anomalous combustion effects during mechanical alloying, *Metallurgical Transactions A*, **22**, 3019-3024.

[41] **Knibloe, J. R., Wright, W. K., Sikka, W. K**., (1988). Elevated temperature behavior of Fe_3Al with chromium additions, *Materials Science and Engineering A,* **153**, 382-386.

[42] **Chan, R.W**., (1991). Materials Science and Technology : A comprehensive treatment Processing of metals and alloys, Vch Pub, ISBN-10: 08957338023

[43] **Ogino, Y., Murayama, S., Yamasaki T.,** (1991). Influence of milling atmosphere on amorphization of chromium and Cr-Cu powders by ball milling, *Journal of Less Common Metals*, **168**, 221-235

[44] **Yamazaki, T., Terayama, K., Shimazaki, T., Sugimoto, K. J.,** (1997). Mechanical alloying between Ni powder and liquid Ga, *Journal of Materials Science Letters*, **16,** 1357-1359.

[45] **Okada, K., Kikuchi, S., Ban. T., Otsuka, N.J.,** (1992). Mechanochemical effect for some Al_2O_3 powders by wet grinding, *Journal of Materials Science Letters***, 11,** 471-474.

[46] **Dolgin, B.P., Vanek, M.A., McGory, T. and Ham, D.J.,** (1986). Journal of *Non-Cryst. Solids*, **87** , 281- 289.

[47] **Harris, J. R., Wattis, J. A. D. and Wood, J. V., (**2001). A comparison of different models for mechanical alloying, *Acta Materialia*, **49**, 3991-4003

[48] **Yamada, K., Koch, C.C.,** (1993). The influence of mill energy and temperature on the structure of the TiNi intermetallic after mechanical attrition, *Journal of Materials Research*, **8**, 1317-1326.

[49] **Chen, T., Hampikian, J. M., and Thadhani, N. N.,** (1995). Syntesis and characterization of mechanically alloyed and shock-consolidated nanocrystalline NiAl intermetalic, *Acta Materialia*, **47**, 2567-2579

[50] **Basset, D,, Motteazzi, P., Miani, F.,** (1993). Designing a high energy ball-mill for synthesis of nanophase materials in large quantities, *Materials Science and Engineering,* **168**, 149-152.

[51] **Ivanov, E., Grigorieva, T., Golubkova, G., and Kimura, Boldryev, V.,** (1988). Synthesis of nickel aluminides by mechanical alloying, *Journal of Materials Letters,* **7**, 51-54

[52] **Eisen, W. B., Ferguson, B. L., German, R. M., Iacocca, R., Lee, P. W., Madan, D., Moyer, K., Sanderow, H., Trudel, Y.,** (1998). ASM Handbook Volume 07: Powder Metal Technologies and Applications, ASM International, ISBN: 978-0-87170-387-3.

[53] **Kosmac, T., and Courtney, T. H.,** (1995). Milling and mechanical alloying of inorganic nonmetallics, Journal of Materials research, **7**, 1519-1525

[54] **DeBarbadillo, J. J.**, (1994). Mechanical alloying for structural applications, ASM International, ISBN-13: 9780871704924.

[55] **Kwon, N., Kim, G., Song, B., and Lee, H.,** (2001). Synthesis and properties of cubic zirconia-alumina composite by mechanical alloying, Materials Science Engineering A, **299**, 185-194

[56] **Alkebro, J., Colin, S. B., Mocellin, A. and Warren, R.,** (2000). *M*echanical alloying of alumina-yttria powder mixtures, *Journal of the European Ceramic Society*, **20**, 2169-2174

[57] **Zhang, X., Lu, G., Hoffmann, M. J. and Metselaar, R.,** (1995). Properties and interface structures of Ni and Ni-Ti alloy toughened Al_2O_3 ceramic composites, *Journal of the European Ceramic Society,* **15**, 225-232

[58] **Suryanarayana, C., Ivanov, E., Noufi, R., Contreras, M. A., and Moore, J .J.,** (1999). Phase selection in a mechanically alloyed Cu–In–Ga–Se powder mixture, *Journal of Materials Research,* **14,** 377-383.

[59] **Suryanarayana, C., and Aqeeli, N. A.,** (2013). Mechanically alloyed nanocomposites, *Progress in Materials Science*, **58**, 383-502

[60] **Neikov, O. D.,** (2009). Mechanical Alloying, Handbook of Non-ferrous Metals powders, 63-79

[61] **Schwarz, R.B., Petrich, R., and Saw, C.K.,** (1985). The synthesis of amorphous Ni-Ti alloy powders by mechanical alloying, Journal of Non-Crystalline Solids, **76**, 281-302.

[62] **Hellstern, E., Schultz**, L., (1988). Progress of the amorphization reaction during mechanical alloying in Fe-Zr, *Journal of Applied Physics*, Volume **63**, 1408.

[63] **Upadhaya, K.,** (1993). Plasma synthesis and processing of materials, Warrendale, P. A. TMS.

[64] **Froes, F. H. and De Bardadillo, J.,** (1990). Structural applications of mechanical alloying, ASM International, Materials Park, Ohio.



ÖZGEÇMİŞ

Ad Soyad: Ahmet Burçin BATIBAY

Doğum Yeri ve Tarihi: Afyon, 05.09.1985

Adres: Kimya-Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü
İTÜ, 34699, İstanbul-Türkiye

E-Posta: batibay@itu.edu.tr

Lisans: Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Cumhuriyet Üni.

Mesleki Deneyim ve Ödüller: Lisans Bölüm 1. ve Fakülte 2.