

**T.C.
KASTAMONU ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**MAGNEZYUM MATRİSLİ KARBÜR TAKVİYELİ
KOMPOZİTLERİN TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ İLE
ÜRETİMİNİN TAGUCHİ METODU İLE OPTİMİZASYONU**

Tayeb Taher Kalefa ELFARAH

**Danışman
Jüri Üyesi
Jüri Üyesi
Jüri Üyesi
Jüri Üyesi**

**Prof. Dr. Özkan KÜÇÜK
Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK
Doç. Dr. Serkan ISLAK
Doç. Dr. Ercan KARAKÖSE
Yrd. Doç. Dr. Hakan ÇOLAK**

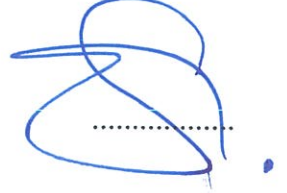
**DOKTORA TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**

KASTAMONU-2018

TEZ ONAYI

Tayeb Taher Kalefa ELFARAH tarafından hazırlanan "Magnezyum Matrisli Karbür Takviyeli Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemi İle Üretiminin Taguchi Metodu İle Optimizasyonu" adlı tez çalışması aşağıdaki jüri üyeleri önünde savunulmuş ve oy birliği ile Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Ana Bilim Dalı**'nda **DOKTORA TEZİ** olarak oybirliği/oy çokluğu ile kabul edilmiştir.

Danışman	Prof. Dr. Özkan KÜÇÜK Kastamonu Üniversitesi
Jüri Üyesi	Prof. Dr. Özgür ÖZTÜRK Kastamonu Üniversitesi
Jüri Üyesi	Doç. Dr. Serkan ISLAK Kastamonu Üniversitesi
Jüri Üyesi	Doç. Dr. Ercan KARAKÖSE Çankırı Karatekin Üniversitesi
Jüri Üyesi	Yrd. Doç. Dr. Hakan ÇOLAK Çankırı Karatekin Üniversitesi



01/02/2018

Enstitü Müdür V. Doç. Dr. M. Altan KURNAZ



TAAHHÜTNAME

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildirir ve taahhüt ederim.

İmza
Tayeb Taher Kalefa ELFARAH



TEŞEKKÜR

En içten şükranlarımı sunmak isterim, Allah'a ve onun muazzam hakimiyetine ve Allah'ın yüce görkemine şükürler olsun, nimetlere ve iyi işlere şükürler olsun, dualar ve huzur Hz. Muhammed'in üzerine olsun. Allah'ın duaları mesajı ileten ve insanlığı yönlendiren, ulusa, ailesine ve dostlarına tavsiyelerde bulunan Hazreti Muhammed'in üzerine olsun.

Tez danışmanım olan Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı öğretim üyesi sayın Prof. Dr. Özkan KÜÇÜK hocama değerli rehberliğinden, teşvikinden, motive etmesinden ve bu tezi başarılı bir şekilde süresi içinde bitirmem için zamanında yaptığı yardımlardan ötürü minnettar olduğumu belirtmek isterim.

Aynı şekilde Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı öğretim üyesi sayın Doç. Dr. Serkan ISLAK hocama yardımları ve işbirliği için minnettarım. Ayrıca tüm anabilim dalı öğretim üyelerine, Merkezi Araştırma Laboratuvarı çalışanlarına, KÜBAP-01/2014-25 nolu proje ile doktora çalışmamı destekleyen Kastamonu Üniversitesi'ne, özellikle Sayın Arş. Gör. Cihan ÖZORAK ve Şeydanur KAYA'ya yaptıkları yardımlarından dolayı teşekkürü borç bilirim. Arkadaşlarıma ve yakınlarıma da nazik destekleri için müteşekkirim.

Ayrıca tezimi, her zaman benim için dua eden sevgili Anneme ve çalışmalarım sırasında bana en çok desteği veren, sabırla ve hassasiyetiyle yanımda olan eşime ithaf ediyorum.

Son olarak, çalışmamın her aşamasında gösterdikleri teşvikleri, sabırları ve motivasyonları için ayrıca yaptıkları katkılar ve fedakarlıklar için aileme teşekkür ederim.

Tayeb Taher Kalefa ELFARAH
Kastamonu, Şubat, 2018

ÖZET

Doktora Tezi

MAGNEZYUM MATRİSLİ KARBÜR TAKVİYELİ KOMPOZİTLERİN TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİNİN TAGUCHİ METODU İLE OPTİMİZASYONU

Tayeb Taher Kalefa ELFARAH

Kastamonu Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Malzeme Bilimi Ve Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Özkan KÜÇÜK

Magnezyum düşük yoğunluğu, yüksek özgül ısı kapasitesi ve yüksek ses absorpsiyonu sayesinde birçok sektörde kullanılabilir bir metaldir. Özellikle otomotiv ve havacılık sektöründe hafifliği dolayısıyla tercih edilir. Ancak bu koşulların sağlanabilmesi de kolay olmamış, alüminyuma göre daha maliyetli olmasından dolayı magnezyumun kabul görmesi uzun zaman almıştır. Düşen maliyetler neticesinde magnezyum da endüstride kendine yer bulmaya başlamıştır. Mg ve alaşımlarının mukavemetini arttırmak amacıyla katı çözeltiler ve intermetalik fazlar oluşturarak dayanımın artırılması gerekir. Fakat bu fazlar yüksek sıcaklıklarda dayanım özelliklerini kaybettiklerinden Mg ve alaşımlarının yoğunluğu düşük ve sert partiküllerle takviyelendirilmesi gerekmektedir.

Bu çalışmada, magnezyum alaşım matrisli kompozit malzemelerin Taguchi metodu kullanılarak optimum üretim parametreleri belirlenmiştir. Üretim parametreleri olarak, ilave edilen tanecik türü, tanecik katkı miktarı, sinterleme süresi ve sinterleme sıcaklığı seçilmiştir. Çıktı olarak, bağıl yoğunluk (%), eğilme dayanımı ve HB10 sertliği değerlerine bakılarak optimum üretim parametreleri belirlenmiştir. Mg ve alaşımlarının döküm yöntemi ile üretimi problemlili olduğu için bu çalışmada sıcak presleme yöntemi tercih edilmiştir. Bu işlem öncesi tozların homojen karışımı ve Mg ve alaşım elemanın, alaşım oluşturması için turbulada karıştırma işlemi kullanılmıştır. Mg matrisli kompozit malzemelerde takviye malzemesi olarak seramik esaslı karbür tanecikler kullanılmıştır. Karbür olarak B₄C, SiC, Mo₂C ve TiC karbürleri tercih edilmiştir. Üretilen malzemelerin mikroyapı ve faz bileşimi incelemesi optik mikroskop (OM), taramalı elektron mikroskobu (SEM), X-ışın difraktogramı (XRD), X ışını enerji dağılım spektrometresi (EDS) ile yapılmıştır. Malzemelerin sertlikleri Universal Sertlik Ölçme Cihazı ile ölçülmüştür. Malzemelerin bağıl yoğunlukları Archimedes prensibine göre tespit edilmiştir. Malzemelerin eğme dayanımı özellikleri üç noktalı eğme test düzeneği ile yapılmıştır.

Bağıl yoğunluk (%), eğilme dayanımı ve HB10 sertliği değerlerini optimum yapan parametre seviyeleri, sinterleme sıcaklığı 500°C, sinterleme süresi 5 dakika, katkı

maddesi B₄C ve katkı oranı ise % 2.5 olarak tespit edilmiştir. Bu koşullar altında edilen değerler, bağıl yoğunluk 98.74(%), sertlik 87.16 HB10 ve eğilme dayanımı 193.65 MPa'dır.

Üretilen Mg-Al alaşımlarının, NaCl ve Na₂SO₄ çözeltilerinde farklı pH ve konsantrasyon değerlerinde korozyon davranışı araştırılmıştır. NaCl ve Na₂SO₄ çözeltilerinde magnezyum alaşımlarının korozyon hızı genel olarak artan konsantrasyon ve azalan pH ile arttığı tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Taguchi yöntemi; optimizasyon; metal matrisli kompozitler; mikroyapı; korozyon.

2018, 144 Sayfa
Bilim Kodu: 91

ABSTRACT

Ph.D. Thesis

OPTIMIZATION USING TAGUCHI APPROACH OF PRODUCTION OF MAGNESIUM MATRIX COMPOSITES REINFORCED CARBIDE USING POWDER METALLURGY

Tayeb Taher Kalefa ELFARAH

Kastamonu University
Institute of Science
Department of Material Science and Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Özkan KÜÇÜK

Magnesium is used in many fields because it has a very high specific strength and good processing capacity, making it a meaningful alternative to the aerospace and automotive industries. However, these conditions are not easy to achieve, because the cost is higher than aluminium, magnesium has been accepted for a long time. Due to the decline in the cost of magnesium has begun to occupy a place in the industry. In order to increase the strength of Mg and alloys, the strength of the solid solution and the intermetallic phase must be formed in the microstructure. However, since the phase is lost at high temperatures, Mg and its alloys must be reinforced with low density and high hardness particles.

In this study, the optimum production parameters of the magnesium alloy matrix composites using the Taguchi method will be determined to determine their degree of corrosion resistance. Select the mechanical alloy time, enhanced, enhanced dosage, sintering time and sintering temperature as the production parameters. Optimum production parameters were determined by looking the relative density (%), bending strength and HB10 hardness values. Since the production of Mg and the alloy by the casting method is problematic, hot pressing is preferred in this study. Prior to this operation, a mechanical alloying process will be used to ensure uniform mixing of the powder. Ceramic-based carbide particles will be used as Mg-based composites as reinforcing materials. In addition, B₄C, SiC, Mo₂C and TiC carbides as carbides are preferred. The phase and microstructure of the composites were examined by optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD) and X-ray energy dispersive spectroscopy (EDS). The hardness of the material will be measured by a universal hardness measuring device. The relative density measurement will be carried out using the Archimedes method. The bending strength characteristics of the material will be carried out using a three-point bending test apparatus.

The parameter levels which make to optimum the relative density (%), bending strength and HB10 hardness were founded as sintering temperature of 500 °C, sintering time of 5 minutes, additive material B₄C and additive rate 2.5%. The

optimum values obtained under these conditions are a relative density of 98.74 (%), a hardness of 87.16 HB10 and a bending strength of 193.65 MPa.

The effects of pH and concentration on the corrosion behaviour of Mg-Al alloys in NaCl and Na₂SO₄ solutions were investigated. The corrosion rate of magnesium alloys in NaCl and Na₂SO₄ solutions generally increases with increasing concentration and decreasing pH.

Key Words: Taguchi method; optimization; metal matrix composites; microstructure; corrosion.

2018, 144 Pages
Science Code: 91

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	v
ABSTRACT.....	vii
İÇİNDEKİLER	ix
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xiii
TABLolar DİZİNİ	xiv
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xv
1. GİRİŞ	1
1.1. Magnezyum Matrisli Kompozitler	1
1.2. Korozyon	4
1.2.1. Metal Korozyonunun Prensipleri.....	4
1.2.2. Korozyonun Elektrokimyasal Niteliği	5
1.2.3. Korozyon Türleri	5
1.2.4. Mg-Alaşımlarının Korozyon Özellikleri	6
1.2.5. Korozyon Testi	6
1.3. Mekanik Özellikler	7
1.3.1. Çekme Testi	7
1.3.2. Basma Testi	8
1.3.3. Eğme Testi	8
1.3.4. Sertlik Testi.....	8
1.3.5. Sünme Testi	8
1.3.6. Darbe Testi.....	9
1.3.7. Yorulma Testi	9
1.4. Taguchi Yöntemi	9
1.4.1. Taguchi Yöntemi Dört Adımda Uygulanır.....	10
1.5. Hedefler	10
2. LİTERATÜR TARAMASI.....	12
2.1. Metal Matrisli Kompozitler (MMK)	12
2.2. Parçacık Takviyeli Metal Matrisli Kompozitler (PTMMK)	13
2.2.1. Matris Tanımı ve Seçimi	14

2.2.2. Takviye Seçimi	15
2.2.3. MMK'in İşlenmesi Mekanik Özellikleri İyileştirir	15
2.2.3.1. Toz metalurjisi	16
2.2.3.2. Karıştırmalı döküm	16
2.2.3.3. Püskürtme	17
2.2.3.4. Reaksiyon işlemi (in situ kompozitler)	19
2.2.3.5. Eriyik penetrasyon yöntemi.....	20
2.2.3.6. Sıkıştırılmalı döküm infiltrasyonu	20
2.2.3.7. Pnömatik döküm infiltrasyonu	21
2.2.3.8. Dekompresyon penetrasyonu	22
2.3. Magnezyum Matrisli Kompozitlerin Güçlendirilmesi	22
2.4. Magnezyum ve Alaşımlarının Toz Metalurjisi İçin Güncel İşlemler.....	23
2.4.1. PM İşleme Yolları.....	24
2.4.2. Mekanik Öğütme	25
2.4.3. Mekanik Alaşımlama.....	25
2.4.4. Toz Sıkıştırma.....	28
2.4.5. Sinterleme	29
2.4.6. Katı Hal Sinterlemesi.....	29
2.4.7. Sıvı Faz Sinterlemesi	30
2.4.8. Mg Tozunun Sinterlenmesi.....	31
2.5. Mg-MMK'lerin Mekanik Özellikleri	32
2.5.1. Çekme Mukavemeti.....	32
2.5.2. Süneklik	33
2.5.3. Sertlik.....	34
2.5.4. Young Modülü.....	34
2.6. Saf Mg ve Mg-Matrisli Kompozitlerin Korozyon Özellikleri	34
2.6.1. Saf Magnezyumun Korozyon Özellikleri.....	34
2.6.2. Çevresel Etkiler	35
2.6.3. Sulu Çözelti Genellikle Korozyona Uğrar.....	35
2.6.4. Özel İyonları İçeren Çözeltilerde Korozyon.....	37
2.6.5. Havadaki Korozyon	38
2.7. Magnezyum Alaşımı Korozyon Şekli	40
2.7.1. Galvanik Korozyon.....	40

2.7.2. Gerilmeli Korozyon Çatlaması	42
2.7.3. Korozyon Yorulması	43
2.7.4. Çukur Korozyonu	43
2.7.5. Lif Şeklindeki Korozyon	44
3. MATERYAL VE METOT	45
3.1. Malzeme Özellikleri ve Üretim Yöntemleri.....	45
3.2. Mekanik Özellikler.....	48
3.2.1. Yoğunluk Ölçümü	49
3.2.2. Sertlik Ölçümü.....	50
3.2.2.1. Brinell Sertlik Testi.....	50
3.2.3. Üç Nokta Eğme Testi.....	53
3.3. Mikroyapı İncelemesi.....	53
3.4. Korozyon Deneyi	54
3.4.1. Numune Hazırlama.....	54
3.4.2. Elektrokimyasal Test Kurulumu.....	55
3.4.2.1. Sodyum klorürün elektrolit çözeltisinin hazırlanması	55
3.4.2.2. Polarizasyon direnci	56
3.4.2.3. Test parametreleri.....	57
3.4.2.4. Daldırma testleri.....	57
3.5. Mikroskopik ve Yüzey Karakterizasyon Yöntemleri.....	58
3.5.1. Optik Mikroskopi	58
3.5.2. Taramalı Elektron Mikroskobu.....	59
3.5.3. X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi.....	61
3.6. Taguchi Yöntemi.....	62
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	69
4.1. İstatistiksel Hesaplamalar.....	69
4.2. SEM-EDS ve XRD Çalışmaları	74
4.3. Elektrokimyasal Korozyon Deneyi	92
4.3.1. % 3.5 NaCl Çözeltisinde Elektrokimyasal Korozyon Deneyi.....	92
4.3.2. % 3.5 NaCl Solüsyonunda Magnezyum Matrisli Kompozit Numunelerinin Korozyon Hızı	102
4.3.3. Daldırma Testleri	105
4.4. NaCl ve Na ₂ SO ₄ Çözeltilerinde Elektrokimyasal Korozyon Deneyi.....	106

4.4.1. NaCl Çözeltisinde Elektrokimyasal Korozyon Deneyi	106
4.4.2. Na ₂ SO ₄ Çözeltisinde Elektrokimyasal Korozyon Deneyi	109
4.5. Optik Mikroskopu	111
4.6. 500°C’de 5 Dakika Sinterlenen Mg-Al - %2.5 B ₄ C’nin Korozyon Öncesi ve Korozyon Sonrası SEM-EDS Analizi	117
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	128
KAYNAKLAR	130
EKLER	141
ÖZGEÇMİŞ	144

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

MMK	Magnezyum Matrisli Kompozitler
PTMMK	Parçacık Takviyeli Metal Matrisli Kompozitler
PM	Toz Metalurjisi
SCC	Gerilmeli Korozyon Çatlama
CR	Korozyon hızı (mpy)
OM	Optik mikroskopi
SEM	Taramalı elektron mikroskopisi
EDS	Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi
XPS	X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi
ANOVA	Varyans analizi
S/N	Sinyal gürültü oranı
MMK	Metal Matrisli Kompozitler
SNL	Daha büyük daha iyidir için performans özellikleri
SNS	Daha küçük daha iyidir için performans özellikleri
Y _i	i.nci deneyin performans değeri
μ	Performans değerinin toplam ortalaması
X _i	i.nci deneyde kullanılan parametre seviyesi kombinasyonunun sabit etkisi
e _i	i.nci deneydeki rastgele hata
Ω (db)	Omega dönüşümüne tabi yüzde değerinin desibel değeri
P	Deneyel olarak elde edilen ürünün yüzdesi
Se	iki stveart sapma güven sınırı
n	matris deneyindeki satır sayısı, doğrulama deneyi veya deneysel kombinasyon n _{Ai} , n _{Bi} , n _{Ci} , ... için tekrar sayısı: parametre seviyesi A _i , B _i , C _i , ... için tekrar sayısı
n _r	

TABLÖLAR DİZİNİ

	Sayfa
Tablo 2.1. Oda Sıcaklığında In-situ Magnezyum Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri	33
Tablo 2.2. Ağırlıkça %8 TiC/AZ91D matrisli kompozit ve AZ91D alaşımının mekanik özellikleri	33
Tablo 2.3. Metal Stveart EMF Serileri.....	41
Tablo 2.4. Magnezyumun tipik korozyon potansiyeli ve genel magnezyum ikinci fazı (%5 NaCl çözeltilerinde Mg(OH) ₂ 'nin duyarsızlaştırılmasından 2 saat sonra).....	41
Tablo 3.1. Kompozit üretimde kullanılan parametreler ve seviyeler.....	45
Tablo 3.2. Taguchi deney tasarımı.....	46
Tablo 4.1. Üretim parametrelerine göre deneysel tasarım planı ve deney sonuçları.....	71
Tablo 4.2. Optimum çalışma koşulları, öngörülen ve gözlemlenen değerler ve güven sınırları	73
Tablo 4.3. Bağlı yoğunluk için tasarımın varyans analizi (%).....	73
Tablo 4.4. Sertlik için yapılan tasarımın varyans analizi	74
Tablo 4.5. Eğilme dayanımı için tasarımın varyans analizi	74
Tablo 4.6. % 3.5 NaCl solüsyonunda Mg-Al kompozitleri üzerindeki korozyon etkilerinin deneysel sonuçları	94
Tablo 4.7. % 3.5 NaCl solüsyonunda daldırma testi.....	105
Tablo 4.8. NaCl ve Na ₂ SO ₄ Çözeltilerinin Konsantrasyonu.....	106

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 1.1. Sıkı İstifli Altıgen Kristal Yapı Örneği.....	1
Şekil 2.1. Metal matrisli kompozitlerin farklı türleri	13
Şekil 2.2. Karıştırılmalı döküm şeması	17
Şekil 2.3. Püskürtme döküm şeması	18
Şekil 2.4. Gaz Basıncılı Dökümün Şematik Gösterimi	21
Şekil 2.5. Al ve Mg PM en yaygın PM yol haritasıdır.....	25
Şekil 2.6. Mekanik alaşımlama sırasında toz karışımının bilya-toz- bilya çarpışması	26
Şekil 2.7. Tek eksenli soğuk sıkıştırma için endüstriyel presleme dizisi.....	29
Şekil 2.8. Sıvı faz sinterlemesi mekanizmalarının şematik gösterimi	31
Şekil 2.9. 25°C'de magnezyum-su sistemi için elektrokimyasal potansiyel-pH dengesi grafiği.....	37
Şekil 2.10. ASTM B117 tuz sis testi sonrası galvanik korozyon test silindiri.....	40
Şekil 2.11. a) Dış Galvanik korozyon. b) İç Galvanik korozyon	41
Şekil 2.12. Korozyon yorulma çatlaklarının çoklu dizisi.....	43
Şekil 2.13. Çukurcuk korozyonu, Mg-Alaşımlarının yüzeyinde küçük delik.....	44
Şekil 3.1. Toz mikseri (Turbule)	47
Şekil 3.2. Soğuk preslemenin şematik çizimi	47
Şekil 3.3. (a) Grafit kalıplara koyma ve (b) kalıpları sıkma	48
Şekil 3.4. Brinell sertlik testi	51
Şekil 3.5. Sertlik test makinesi	52
Şekil 3.6. Üç nokta eğme testi cihazı	53
Şekil 3.7. Elektrokimyasal deneyleri için numune hazırlama prosedürleri	54
Şekil 3.8. Öğütme ve parlatma ekipmanı	55
Şekil 3.9. GAMRY Cihazları	56
Şekil 3.10. Polarizasyon Direnç Grafiğinin Bilgisayar Ekran Görüntüsü	57
Şekil 3.11. Optik mikroskop görüntüsü	59
Şekil 3.12. Taramalı elektron mikroskobu görüntüsü.....	61
Şekil 4.1. Bağlı yoğunluk için parametre seviyelerine göre SN_{ort} değerleri.....	71
Şekil 4.2. Sertlik için parametrelere göre SN_{ort} değerleri	72
Şekil 4.3. Eğilme dayanımı için parametre seviyelerine göre SN_{ort} değerleri.	72
Şekil 4.4. 400°C'de 1 dakika boyunca sinterlenen Saf Mg-Al numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi	76
Şekil 4.5. 400°C'de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 2.5 SiC numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi	77
Şekil 4.6. 400°C'de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %5 Mo ₂ C numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi	78
Şekil 4.7. 400°C'de 7 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al -% 10 TiC numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi	79
Şekil 4.8. 400°C'de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 5 SiC numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi	80
Şekil 4.9. 450°C'de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - 10% B ₄ C numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi	81

Şekil 4.10. 450°C’de 5 dakika boyunca sinterlenen modifiye edilmemiş (Mg AL) numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi.....	82
Şekil 4.11. 450°C’de 7 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 Mo ₂ C numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi	83
Şekil 4.12. 500°C’de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 Mo ₂ C numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi	84
Şekil 4.13. 500°C’de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %5 TiC numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi	85
Şekil 4.14. 500°C’de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 B ₄ C numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi	86
Şekil 4.15. 500°C’de 7 dakika boyunca sinterlenen yanmamış (Mg-Al) numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi	87
Şekil 4.16. 550°C’de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - 2.5% TiC numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi	88
Şekil 4.17. 550°C’de 3 dakika boyunca sinterlenen modifiye edilmemiş (Mg-Al) numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi.....	89
Şekil 4.18. 550°C’de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 SiC numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi	90
Şekil 4.19. 550°C’de 7 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %5 B ₄ C numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi	91
Şekil 4.20. XRD grafikleri	92
Şekil 4.21. 400°C’de 1 dakika boyunca sinterlenen saf (Mg-Al) numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	93
Şekil 4.22. 400°C’de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 2.5 SiC numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	94
Şekil 4.23. 400°C’de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 5 Mo ₂ C numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	95
Şekil 4.24. 400°C’de 7 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - 10% TiC numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	95
Şekil 4.25. 400°C’de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 5 SiC numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	96
Şekil 4.26. 450°C’de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 B ₄ C numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	96
Şekil 4.27. 450°C’de 5 dakika boyunca sinterlenen modifiye edilmemiş (Mg-Al) numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	97
Şekil 4.28. 450°C’de 7 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - 2.5% Mo ₂ C numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	97
Şekil 4.29. 500°C’de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 Mo ₂ C numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	98
Şekil 4.30. 500°C’de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %5 TiC numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	98
Şekil 4.31. 500°C’de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 B ₄ C numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	99
Şekil 4.32. 500°C’de 7 dakika boyunca sinterlenen yanmamış (Mg-Al) numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	99
Şekil 4.33. 550°C’de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - 2.5% TiC numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	100

Şekil 4.34. 550°C'de 3 dakika boyunca sinterlenen modifiye edilmemiş (Mg-Al) numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	100
Şekil 4.35. 550°C'de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - 10% SiC numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	101
Şekil 4.36. 550°C de 5 dakika sinterlenen Mg-Al - 10% SiC numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri.....	101
Şekil 4.37. Numune 1, 2, 3 ve 4 için magnezyum matrisli kompozitlerin korozyon hızı	102
Şekil 4.38. Numune 5, 6, 7 ve 8 için magnezyum matrisli kompozitlerin korozyon hızı	102
Şekil 4.39. Numune 9, 10, 11 ve 12 için magnezyum matrisli kompozitlerin korozyon hızı	103
Şekil 4.40. Numune 13, 14, 15 ve 16 için magnezyum matrisli kompozitlerin korozyon hızı	103
Şekil 4.41. Tüm magnezyum matrisli kompozitlerin korozyon hızı karşılaştırması (Tablo 4.1 de verilen 16 adet deney şartlarında elde edilen numuneler için)	104
Şekil 4.42. Tüm magnezyum matrisli kompozitlerin korozyon hızı karşılaştırmasının Logaritmik grafiği (Tablo 4.1 de verilen 16 adet numune için)	104
Şekil 4.43. pH = 2 ile NaCl çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu.....	107
Şekil 4.44. pH = 3 ile NaCl çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu.....	107
Şekil 4.45. pH = 8 ile NaCl çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu.....	108
Şekil 4.46. pH = 11 ile NaCl çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu.....	108
Şekil 4.47. pH = 2 ile Na ₂ SO ₄ çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu.....	109
Şekil 4.48. pH = 3 ile Na ₂ SO ₄ çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu.....	110
Şekil 4.49. pH = 8 ile Na ₂ SO ₄ çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu.....	110
Şekil 4.50. pH = 11 ile Na ₂ SO ₄ çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu.....	111
Şekil 4.51. 400°C'de 1 dakika boyunca sinterlenen Saf (Mg-Al) numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası.....	111
Şekil 4.52. 400°C'de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 SiC numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	112
Şekil 4.53. 400°C'de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 5 Mo ₂ C numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	112
Şekil 4.54. 400°C'de 7 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 TiC numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	112

Şekil 4.55. 400°C'de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 5 SiC numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	113
Şekil 4.56. 450°C'de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 B ₄ C numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	113
Şekil 4.57. 450°C'de 5 dakika boyunca sinterlenen (Mg-Al) numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	113
Şekil 4.58. 450°C'de 7 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 Mo ₂ C numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	114
Şekil 4.59. 500°C'de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 Mo ₂ C numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	114
Şekil 4.60. 500°C'de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %5 TiC numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	114
Şekil 4.61. 500°C'de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 B ₄ C numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	115
Şekil 4.62. 500°C'de 7 dakika süreyle sinterlenen (Mg-Al) numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	115
Şekil 4.63. 550°C'de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 TiC numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	115
Şekil 4.64. 550°C'de 3 dakika boyunca sinterlenen modifiye edilmemiş (Mg-Al) numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	116
Şekil 4.65. 550°C'de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 SiC numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	116
Şekil 4.66. 550°C'de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 SiC numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası	116
Şekil 4.67. Korozyon öncesi 500°C'de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 B ₄ C numunesinin SEM Fotoğrafı ve EDS analizi	117
Şekil 4.68. Korozyon sonrası 0.01M NaCl içinde 500°C'de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - 2.5% B ₄ C numunesinin SEM Fotoğrafı ve EDS analizi	118
Şekil 4.69. Korozyon sonrası 0.02M NaCl içinde 500°C'de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B ₄ C numunesinin SEM Fotoğrafı ve EDS analizi	119
Şekil 4.70. Korozyon sonrası 0.6M NaCl içinde 500°C'de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B ₄ C numunesinin SEM Fotoğrafı ve EDS analizi	120

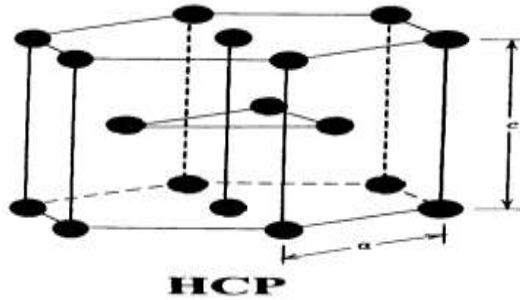
Şekil 4.71. Korozyon sonrası 1M NaCl içinde 500°C'de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B ₄ C numunesinin SEM Fotoğrafı ve EDS analizi	121
Şekil 4.72. Korozyon sonrası 2M NaCl içinde 500°C'de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B ₄ C numunesinin SEM Fotoğrafı ve EDS analizi	122
Şekil 4.73. Korozyon sonrası 0.01M Na ₂ SO ₄ içinde 500°C'de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B ₄ C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi	123
Şekil 4.74. Korozyon sonrası 0.2M Na ₂ SO ₄ içinde 500°C'de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B ₄ C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi	124
Şekil 4.75. Korozyon sonrası 0.6M Na ₂ SO ₄ içinde 500°C'de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B ₄ C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi	125
Şekil 4.76. Korozyon sonrası 0.8M Na ₂ SO ₄ içinde 500°C'de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B ₄ C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi	126
Şekil 4.77. Korozyon sonrası 1M Na ₂ SO ₄ içinde 500°C'de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B ₄ C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi	127

1. GİRİŞ

Kompozit, biri takviyeli faz diğeri matris faz olarak adlandırılan malzemenin içine gömülü olan iki malzemenin bir kombinasyonudur. Takviye malzemesi lif, laminat veya tanecik biçiminde olabilir ve matris malzemesi ise metal, seramik, karbon veya polimer olabilir. Kompozit malzeme, genellikle ana malzemeye göre daha kuvvetli ve daha sağlam bir lif veya parçacık fazına sahiptir ve bir ana taşıyıcı öge olarak görev yapmaktadır. Kompozit malzemeler eşsiz özelliklere sahip oldukları için sayısız uygulamalarda tercih edilmektedir.

1.1. Magnezyum Matrisli Kompozitler

Magnezyum, tüm yapısal metalleri içerisinde 1.74 g/cm^3 lük en hafif yoğunluğa, iyi ısı yayılımına, iyi sönümlenme ve iyi elektromanyetik kalkanlama özelliklerine sahip, ticari olarak kolay bulunabilir bir metaldir. Küresel ölçekte bakıldığında belki de en yaygın olan metaldir. Magnezyum ve alaşımlarının hegzagonal sıkı paket (HSP) yapılarından dolayı oda sıcaklığında deforme olmaları zordur (Şekil 1.1). Bu alaşım, düşük sıcaklıklarda daha az hareketli sistemlerde kısıtlı yeteneğe sahiptir. Magnezyum orta derece düşük bir indirgeme sıcaklığına sahiptir ve bu nedenle döküm için kolaylıkla çözünebilir. Ayrıca, kimyasal olarak nispeten kararsızdır ve sulu ortamlarda korozyona karşı oldukça duyarlıdır. Aslında korozyon doğal özelliklerinden ziyade, daha fazla metalin içindeki safsızlıklardır. Son olarak, magnezyum tozu havada ısıtıldığında kolayca tutuşabilir ve toz hali büyük bir dikkatle ele alınmalıdır.



Şekil 1.1. Hegzagonal Sıkı Paket Kristal Yapı Örneği (Avedesian vd., 1999)

Mükemmel mekanik özelliklere ve düşük yoğunluğa sahip malzemelere olan ihtiyaç, 1960'lı yılların başında metal matrisli kompozitlerin (MMK) geliştirilmesine yol açmıştır (Avedesian vd., 1999).

Gerekli tüm özellikleri karşılayan yapısal malzemeleri bulmak zor olduğundan kompozit malzemelerin geliştirilmesi güçtür (Avedesian vd., 1999; Kaczmar, vd., 2000) .

Hafif ve sağlam malzemeler elde etmek için metallerin, süneklik, tokluk, ısıl iletkenlik ve elektriksel iletkenlik gibi özellikleri ile seramiklerin, yüksek mukavemet ve modül gibi özellikleri birleştirilerek metal matrisli kompozitler geliştirilmektedir. Uygun seramik takviyelerinin ilave edildiği metal matrisli kompozitler, temel alaşımlara kıyasla yüksek mukavemet, yüksek modül ve iyi yüksek sıcaklık performansına sahiptir. Nispeten kolay üretimi, maliyeti ve neredeyse izotropik niteliğinden ötürü, giderek daha fazla geliştirilen MMK'ler otomotiv uygulamaları için, süreksiz fiber takviyelileri içermektedirler (Avedesian vd., 1999; Huda vd., 1995). Son zamanlarda, birçok parçacık takviyeli kompozitlerde, seramik parçacıklarının yüksek özgül modül ve çekme dayanımı, yüksek aşınma direnci ve mükemmel ısıl iletkenliği nedeniyle seramik parçacıkları, otomotiv ve havacılık uygulamalarında magnezyum (Mg) esaslı kompozitlerin geliştirilmesi için kullanılmıştır (Sharma ve Das, 2007; Furuya vd., 2000). Alüminyumdan % 35 ve çelikten ise dört kat daha hafif olduğu için magnezyum doğal bir adaydır (Gray ve Luan, 2002). Magnezyum, polimere benzer bir yoğunluğa sahip, fakat daha iyi mekanik ve fiziksel özelliklere sahiptir. Bu nedenle, düşük yoğunluklu kompozitlere yönelik talep özellikle otomotiv endüstrisinde olduğu için, magnezyum kaplama ana malzemesi olarak seçilir. Çünkü bu kompozitler monolitik metaller ve alaşımlara göre belirli avantajlara sahiptir (Mordike ve Ebert, 2001). Nadir toprak elementlerini içeren magnezyum alaşımları gibi pahalı magnezyum alaşımları, yüksek sıcaklıklarda dahi yüksek mukavemet kazanabilir. Düşük ısıl genleşme katsayısı, daha yüksek elastisite modülü ve aşınma direnci gibi diğer özellikler yalnızca güçlü magnezyumun ikinci aşamasının ilave edilmesiyle elde edilebilir. Bu nedenle, Mg esaslı kompozit malzemeyi iyileştirmek için uygun seramik parçacıkların kullanılması, düşük elastisite modülü, yüksek sıcaklık

mukavemetinin hızlı bir şekilde kaybedilmesi ve yüksek sıcaklıklarda zayıf sürünme direnci gibi magnezyumun başlıca kısıtlamalarından bazılarını telafi edebilir (Kaczmar vd., 2000; Kainer, 2006). Toz metalürjisi, penetrasyon, püskürtmeli şekillendirme, mekanik alaşımlama gibi in-situ olmayan yöntemler ile ekstrüzyon dökümü, döküm ve karma döküm gibi farklı döküm tekniklerini de içererek, parçacık iyileştirmeli Mg-MMK üretimi için çeşitli teknikler bulunmaktadır (DeForce vd., 2011). Öte yvean, matris-takviye arasında çok ince, düzgün dağılımlı seramik takviyeli termal olarak stabil bir arayüz oluşumu nedeniyle in-situ işlemlerle MMK'ler mükemmel mekanik özelliklere sahiptir. TiC ve TiB₂ seramik parçacıkları, düşük yoğunluklu, yüksek erime noktasına, iyi ısıl ve kimyasal kararlılığa, yüksek sertliğe ve mükemmel aşınma direncine sahip oldukları için magnezyum esaslı malzemeler için uygun takviyeler olarak düşünülür. (Lindroos ve Talvitie, 1995; Dasgupta, 2012). Ayrıca, TiB₂ ile Mg'un kristal kafes yapısı uygundur (Duffy, 1996). In-situ TiC ve TiB₂ parçacık takviyeli Mg matrisli kompozitler, kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS) ve yeniden biçimlendirme ve seyreltme gibi çeşitli teknikler kullanılarak imal edilmiştir. Örneğin, Ma, Wang, Wang ve Jiang, (2005) düşük maliyetli Al-Ti-B₄C sisteminin ana alaşım yolunu kullanarak SHS teknolojisi ile TiB₂-TiC/Mg esaslı kompozitleri imal etmişlerdir. İlk önce başlangıç malzemesinde B ve/veya C yerine B₄C kullanmışlardır. Diğer taraftan, Xiuqing, Haowei, Lihua, Xinying ve Naiheng (2005) RD teknolojisini kullanarak TiB₂-TiC/Mg-esaslı kompozitleri ve Al-Ti-B₄C sinterlenen blokların özelliklerini başarılı bir şekilde üretmişlerdir. In-situ TiC-TiB₂/Mg matrisli kompozitleri hazırlamak için kullanılan bu tekniklerin tümünün Ti tozunun Ti-B₄C sisteminde başlangıç malzemesine katılmasına bağlı olduğunu ve Ti-B₄C sisteminin reaktif olarak kullanıldığını belirtmek önemlidir. Ara ürünler Ti ve B₄C arasındaki reaksiyonu arttırır. Bununla birlikte, bu alüminyum, halen kütleme esnasında eriyen magnezyum içine yayılmaktadır ve Mg₁₇Al₁₂ (gamma fazı) oluşturur, bu da ana malzemede sınırlı sünekliğe neden olur (Kainer, 2003). İlâveten, yüksek sıcaklık mukavemeti ve sürünme direncindeki magnezyum alaşımı zayıftır ve bu durum zayıf Mg/Mg₁₇Al₁₂ arayüzünden kaynaklanmaktadır (Lü vd., 2000). In-situ reaksiyon infiltrasyon teknikleri olarak bilinen yenilikçi bir süreç, in situ TiC ve TiB₂ partikülleri ile takviye edilmiş magnezyum matrisli kompozitleri hazırlamak için kullanılabilir. Bu teknikte, aynı ve/veya iki süreç gerçekleşir. Birincisi, erimiş metalin kapiler kuvvet

penetrasyonudur. İkincisi ise, geliştirilmiş fazın sentezlenmesi için başlangıç tozu ve erimiş metal arasındaki in situ reaksiyondur. Bu teknoloji sayesinde magnezyum esaslı kompozit malzemeyi geliştirmek için seramik parçacıkları başarıyla yapılmış ve bu da maliyeti büyük ölçüde düşürmüştür (Rosso, 2006). Bu nedenle, teknoloji yüksek maliyet gerektiren diğer MMK sorunlarının üstesinden gelebilir. Şu ana kadar, Ti (TiC) ve (B₄C) non-Al (TiC-TiB₂)/Mg matrisli kompozitlerle ilgili üretim çalışması yapılmamıştır. Ayrıca, in situ reaksiyon emdirme teknikleri Ti-B₄C sistemleri kullanılarak magnezyum esaslı kompozitler hazırlamak için daha önce kullanılmamıştır. Ancak bazı araştırmacılar (Kainer, 2003; Zhang Vd., 2006; Kulekci, 2008) Ti ve C malzemesi ile TiC/Mg esaslı kompozitler üretmek için bu tekniği kullanmışlardır.

1.2. Korozyon

"Korozyon"un tanımı nispeten karmaşık bir sorundur, çünkü bu terimin kapsamı sürekli genişlemektedir. Literatürdeki en başarılı tanımlardan biri "korozyon, bir maddenin (genellikle bir metalin) veya özelliklerinin çevre ile reaksiyona girmesinden dolayı bozulması"dır (González-Garcia vd., 2007). Bu, sadece seramik, polimerler ve doğal malzemeler gibi her türlü malzemeyi içerdiği için değil, aynı zamanda korozyonun doğasındaki ve maddenin kendisindeki değişimleri de içerdiği için geniş bir tanımdır. Bununla birlikte, Shreir ve diğerleri (González-Garcia, González ve Souto, 2007)'nin ortaya koyduğu üzere, bozulma kavramına yönelik destek tanımı, özellikle metal korozyonunda, korozyonla ilgili tüm olayları açıklamamaktadır. Bazı durumlarda malzemeyi bozulmaya karşı koruyan belirli bir ortamın varlığında metal üzerinde yüzey oksit tabakasının oluşumu buna açık bir örnektir. Bu bağlamda, malzeme ve ortam arasındaki etkileşim kavramının tanımı ve özelliklerin dönüştürülmesi daha kapsamlı bir biçimde ortaya konulabilir.

1.2.1. Metal Korozyonunun Prensipleri

Metal korozyonu ve sulu çözelti ile temas nedenleri çok kolay anlaşılır ve termodinamiğin ikinci prensibine dayanır. Metali oluşturan atomların sıralı hali en kararlı biçimde değildir. Çünkü tüm malzemeler en büyük karışıklığa sahip olacaktır. Kimyasal potansiyelini azaltmak için, yüzey atomları, metalin kristal yapısını terk

eder ve iki durumun kimyasal potansiyeli (veya serbest enerjisi) eşit olana kadar solüsyon içinde çözünür. (González-Garcia vd., 2007).

1.2.2. Korozyonun Elektrokimyasal Niteliği

Metalin korozyonu hemen hemen her zaman, metal yüzeyinde oluşan ikiden fazla elektrokimyasal tepkimenin sonucudur. Elektrokimyasal reaksiyonu gerçekleştirmek için dört ana öge gereklidir: bir anot (veya atomların oksitlendiği ve çözülmeye bir etki olarak, metal yüzeyinde elektronların negatif bir yükünü bıraktığı anodik bir işlem), katot (veya indirgeyici çözülmeye bir maddenin varlığı ve anot reaksiyonunu tüketen elektronların katot reaksiyonu ile), elektrolit (iyonik maddeyi metal yüzeye iletmekten sorumlu olan elektrolit), ve elektronik devre (anodik reaksiyonda üretilen elektronlar için) (DeForce vd., 2011).

1.2.3 .Korozyon Türleri

Bu bölümde anlatılan farklı korozyon türlerinin sınıflandırılması (Kulekci, 2008) genel düzenlemelere uygundur. Ancak, yazar genellikle en yaygın işlem sürecini kabul etse de, genellikle belirli kategori ve adlandırma çeşitlerinde aynı fikirde değildir. Sonuç olarak, burada sıralanan listelerin çoğu gösterilen sıraya göre düzenlenmiştir ve sınıflandırılmaz. Ana korozyon şekilleri aşağıdaki gibidir:

1. Homojen Korozyon
2. Galvanik korozyon
3. Aralık Korozyonu
4. Çukurcuk korozyonu
5. Tanelerarası Korozyon
6. Alaşımızlaştırma veya Seçici Korozyon
7. Erozyon Korozyonu
8. Ortamın katkısı ile meydana gelen çatlamlar
9. Biyolojik Korozyon

Homojen korozyonda, çözünme tüm yüzeyin normal atomik katmanının kaybına sebep olur. Bu korozyon şeklinde en büyük kalite kaybı söz konusudur. Fakat

aşınmanın homojen olması nedeniyle bileşenlerin maruz kalan parçalarının ömrünü doğru bir şekilde tahmin edebilirsiniz. Bu amaçla, anot ve katodun yüzey boyunca rasgele dağılmış olduğu ve pozisyonunu devamlı şekilde rastgele değiştirdiği kabul edilir. Bu, pek çok metalürji ve bileşimsel tekdüzelik gerektirdiğinden, en yaygın aşınma biçimi değildir. Öte yandan, homojen korozyonun tanımında biraz heterojeniteye izin verilmektedir. Sözü edilen homojen aşınma örneklerinin çoğu, asidik ortamdaki karbon çeliğinin korozyona uğramasıdır. Korozif çözeltiler söz konusu olduğunda, iki farklı metal veya alaşım bir araya getirildiği zaman (doğrudan temas veya elektrik teması ile) elektrokimyasal korozyon gerçekleşebilir. Farklı korozyon potansiyellerinden dolayı, metallere biri (en aktif) korozyona uğrayacak ve diğeri ise (daha yüksek bir potansiyelli) bir katodik reaksiyon (gaz azaltma işlemi veya metal azaltma ve biriktirme) korozyonu olarak korunacaktır.

1.2.4. Mg-Alaşımının Korozyon Özellikleri

Magnezyum alaşımları genel olarak iki kapsamlı kategoriye ayrılır: (1) alüminyum içeren ana alaşım elementleri ve (2) alüminyum içermeyen ve az miktarda zirkonyum taneleri içeren alaşımlardır. En çok kullanılan magnezyum alaşımları alüminyum (% 10'a kadar), çinko (%3'e kadar) ve manganez (%2.5'e kadar) magnezyum alaşımlarıdır. Diğer metaller, özellikle Fe, Cu, Ni ve Si tercihen %0.4-0.6'dan fazla olmayacak şekilde çok az miktarlarda bulunur (Cheng vd., 2007). Magnezyum alaşımının korozyonu, yüzey filminin özelliklerine göre belirlenir. Magnezyum alaşımı üzerindeki filmin özellikleri, Mg-Alaşımının metalürjik ve çevresel faktörlerine bağlıdır. Magnezyum metalürjisi, alaşım ve safsızlık elementleri, faz komponentleri ve mikroyapıları içerir. Metalürjik işlem, magnezyum alaşımının korozyon direncini arttırmak için etkili araçlar sunabilir.

1.2.5. Korozyon Testi

Elektrokimyasal teknikler, gerçek yaşam yapılarına uygulamaları ile birlikte laboratuvarlarda korozyon çalışması için en yaygın şekilde kullanılan tekniklerdir. Uygulamada elektrokimyasal tekniklerin sık kullanılmasının nedeni, takviye korozyonunun neden olduğu erken bozulmaya bağlı olarak artık sağlık koşullarının kolaylaştırılmasını gerektiren kompozit sayısının artmasıdır. Buna ek olarak,

başlangıç dönemlerinde çeşitli korozyon testleri yaparak erken yaş davranışlarını belirlemek için farklı bileşenlerin kısa dönem performansını değerlendirmek gerekmektedir.

- 1- Elektrokimyasal ölçüm
- 2- Yarı-göze gerilimi ölçümü
- 3- Potansiyodinamik polarizasyon ölçümü

1.3. Mekanik Özellikler

Uygulanan yüke karşı gösterilen tepki ile ilgili olan özellikler malzemenin mekanik özellikleridir. Metalin mekanik özellikleri, malzemenin etkinlik aralığını ve beklenen kullanma ömrünü belirler. Mekanik özellikler, malzemelerin sınıflandırılmasına ve tanımlanmasına yardımcı olmak için de kullanılırlar. En yaygın görülen özellikler: çekme testi, sıkıştırma testi, eğme testi, sertlik testi, sünme testi, darbe testi, yorulma testi ve hızlandırılmış yaşlandırma testleridir. Bu sekiz temel testte bile, mevcut ekipmana, test malzemesine ve diğer pek çok faktöre bağlı olarak işlemde birçok değişiklik görülmektedir.

1.3.1. Çekme Testi

Çekme testi, farklı malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemek için çok önemli bir test yöntemidir. Bu özellikler, bileşenleri tasarlamak amacıyla gerekli kullanım gereksinimleri incelemekte çok yararlıdır. Çekme testleri, numuneye tek eksenli bir yük uygularken, numunenin zıt yönlerde hareket eden iki çapraz başlık arasında tutulduğu çekme testleri olarak da bilinir. Test, esas olarak, uygulanan yüke karşı malzemenin direncini ölçer. Uygulanan yük statik olabilir veya zamanla ve deformasyonla yavaşça artabilir (Shackelford vd., 2010). Çapraz başlığın hareketi hızı veya gerinim (deformasyon, şekil değiştirme) hızı olarak adlandırılacak olan numunenin hızına neden olur. Eğer kullanılan gerinim hızı farklıysa, çekme deneyinde de aynı malzeme kullanılır. Bu nedenle, çekme testinde gerinim hızı çok önemlidir. Toplam gerinim hızı oldukça düşüktür ($10^{-4} \sim 10^{-2} \text{s}^{-1}$). Buna ek olarak, malzemenin mekanik özellikleri farklı sıcaklıklarda değiştiğinden dolayı test sıcaklığı bir başka önemli husustur. Test sıcaklığı arttıkça malzemenin mukavemeti

genellikle azalır. Uygulanan yüke göre yer deęiřtirme deęerini çekme testinin bir sonucu olarak elde ederiz (Pavese, Fino, ve Badini, 2014)

1.3.2. Basma Testi

Numuneyi çekmek yerine, numune çekme testindeki aynı cihaz kullanılarak ezilme yüklerine maruz bırakılır. Birçok malzeme benzer uzanım ve basım modülleri ve mukavemet sergiler ve bu nedenle büyük sıkıřtırma kuvvetlerine dayanması beklenmedikçe, malzemeler genelde basma testisine tabi tutulmazlar. Bununla birlikte, birçok polimerin ve kompozitlerin basma mukavemetleri çekme mukavemetlerinden önemli orvea farklıdır.

1.3.3. Eğme Testi

Kırılgan malzemeleri test etmek için kullanılır. Numune, uygulanan bir kuvvet altında bozulmaya başladığında, üst kısım basma gerilmesine uğrarken alt kısım çekme gerilmesine maruz kalır.

1.3.4. Sertlik Testi

Sertlięi ölçmek için düzinelerce teknik olsa da, en yaygın olanı, Brinell sertlik testidir. Çukur izin büyüklüęü malzemenin sertlięini belirlemek için kullanılır.

1.3.5. Sünme Testi

Sünme, bir malzemenin zaman içindeki plastik deformasyonunu (genellikle yükseltilmiş sıcaklıklarda) ifade eder. Yüksek sıcaklıkta bir malzemeye sürekli bir gerilim uygulveığında, uzayabilir ve sonuç olarak akma dayanımının altına düşebilir. Nihayetinde, malzemedeki yer deęiřtirmeler nedeniyle sünme oluşur. Bazı polimerler ve lehim de dahil birçok malzemedede, sünme nispeten düşük sıcaklıklarda görülür.

1.3.6. Darbe Testi

Tokluk bir malzemenin darbeye karşı direncini tanımlar. Bir darbe testinde, bir çekiç belirli bir başlangıç yüksekliğinde bir sarkaca sabitlenir ve serbest bırakılır. Numunenin yönlendirilmesi, belirli test tekniklerine bağlı olarak değişir.

1.3.7. Yorulma Testi

Bir malzeme nihai olarak kırılıncaya kadar akma dayanımı altında birçok çekme ve sıkıştırma işlemlerinden geçirilir.

1.4. Taguchi Yöntemi

İkinci Dünya Savaşı'ndan sonra Müttefikler, Japon telefon sisteminin kalitesinin çok kötü olduğunu ve uzun vadeli iletişim için uygun olmadığını tespit ettiler. Sistemi iyileştirmek için İttifak karargah merkezleri, en gelişmiş iletişim sistemlerini geliştirmek için araştırma tesisleri kurulmasını önerdi. Japonya ve Taguchi, ürün kalitesini geliştirmek ve Ar-Ge verimliliğini arttırmaktan sorumlu Elektronik Haberleşme Laboratuvarını (ECL) kurdular. Mühendislik deneyleri ve testleri için çok fazla zaman ve para harcı ve göze alındı. Yaratıcı beyin fırtınası süreci nadiren kaynak harcamalarını en aza indirmeye odaklanır. Taguchi, denetim, tarama ve geri dönüşüm sürecinin kaliteyi arttırmadığını belirtti. Yapılan hiçbir inceleme kaliteyi ürüne geri getiremez. Bu nedenle, kalite kavramının geliştirilen korunma üzerine dayanması gerektiğini düşünmektedirler. Taguchi, mühendislik deneyleri sürecini en iyi hale getirmek için yeni yöntemler geliştirmeye başladı. Ona göre, kaliteyi arttırmanın en iyi yolu onu ürün içinde tasarlamak ve oluşturmaktır. Günümüzde Taguchi olarak bilinen teknolojiyi geliştirdiler. Asıl katkısı, matematik formülünün deneysel tasarımında değil, beraberinde getirdiği felsefede yatmaktadır. Felsefesi, geleneksel uygulamalardan farklı olan benzersiz ve güçlü bir kalite geliştirme tekniğini oluşturmasıdır. Çevre, makine aşınması ve “çetin” veya etkilenmeyen mevsimsel ve günlük değişimlerin diğer harici etkenleri için üretim sistemi geliştirmiştir. Felsefesi çok kapsamlı bir etkiye sahiptir, ancak üç basit kavrama dayanmaktadır. Tekniği tamamen bu üç fikirden gelmektedir. (Viswanathan, 2005)

1. Üründe kalite denetim yapılmaksızın tasarlanmalıdır.
2. Hedeften sapmayı en aza indirgeyerek daha iyi kalite elde edilebilir ve ürün, kontrol edilemeyen çevresel faktörlerden etkilenmeyecek şekilde tasarlanmalıdır.
3. Maliyetin niteliği stveart sapmanın bir fonksiyonu olarak ölçülmelidir ve zarar, sistem genelinde ölçülmelidir.

1.4.1. Taguchi Yöntemi Dört Adımda Uygulanır

1. Ürün/proses, önemli kalite özellikleri ve tasarım parametrelerine yönelik beyin fırtınası yapılır.
2. Tasarım ve deney aşaması.
3. En iyi durumu belirlemek için sonuçlar analiz edilir.
4. Testi onaylamak için en iyi şartlar kullanılır.

Proses tasarım parametreleri, imalat ve proses parametrelerini kontrol edebilen optimum şartların belirlenmesinde kullanılır. İki ürün ve proses tasarım parametresindeki amaç; etkenlerin en iyi ürün değerini seçerek kontrol edilebilmesi ve elde edilen değişim ve kontrol edilemeyen etkenler için proses değişiminin en aza indirilmesidir (Ghani, Choudhury ve Hassan, 2004).

1.5. Hedefler

Magnezyum alaşımı, çok yüksek bir özgül mukavemet ve iyi bir işleme kapasitesine sahiptir ve bu da onu havacılık ve otomotiv endüstrisi için ilgi çekici alternatif malzeme haline getirmektedir. Bununla birlikte, magnezyumun yüksek maliyeti nedeniyle bu koşullar kolay değildir, magnezyum uzun zamandır kabul görmektedir ve bu yüzden endüstride bir yere sahip olarak görünmektedir. Magnezyum alaşımının mukavemetini arttırmak için, mikroyapıda katı eriyik ve alaşım aşamasının oluşturulması gerekir. Ancak, yüksek sıcaklıklardaki mukavemet kaybından dolayı, magnezyum alaşımı düşük yoğunluklu ve yüksek sertlikte parçacıklarla takviye edilmelidir.

Bu çalışmada, magnezyum alaşım matrisli kompozit malzemelerin Taguchi metodu kullanılarak optimum üretim parametreleri belirlenmeye çalışılmıştır. Mg ve alaşımlarının döküm yöntemi ile üretimi problemlili olduğu için bu çalışmada sıcak presleme yöntemi tercih edilmiştir. Bu işlem öncesi tozların homojen karışımı ve Mg ve alaşım elemanın, alaşım oluşturması için turbulada karıştırma işlemi kullanılmıştır. Mg matrisli kompozit malzemelerde takviye malzemesi olarak seramik esaslı karbür tanecikler kullanılmıştır. Ayrıca, karbür olarak B_4C , SiC , Mo_2C ve TiC karbürleri tercih edilmiştir. Bu çalışmanın temel amacı:

1. Magnezyum Matrisli Kompozitlerin Mekanik özelliklerinin karakterizasyonu gerçekleştirmek,
2. Magnezyum esaslı metal matris kompozitlerinin korozyon davranışını incelemek,
3. Taguchi Yöntemini kullanarak elementlerin birleşimini optimize etmek, Mg esaslı kompozit malzemelerin mekanik özelliklerini ve korozyon davranışını iyileştirmektir.

2. LİTERATÜR TARAMASI

2.1. Metal Matrisli Kompozitler (MMK)

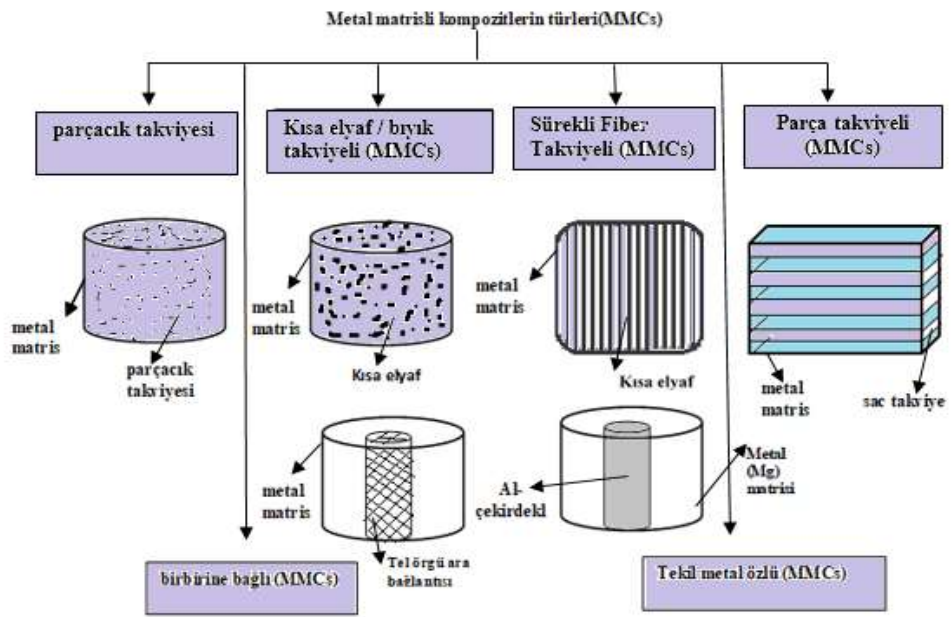
Metal matrisli kompozit, en az iki bileşenden oluşur; ana malzemesi metal olacaktır ve takviye malzemesi ise ya başka bir metal ya da bir seramik ya da bir organik bileşik gibi başka bir malzeme olabilir. En az üç madde varsa, bu kompozitler karma kompozit olarak adlandırılır. Yapısal uygulamalarda, matris genellikle alüminyum, magnezyum veya titanyum gibi daha hafif bir metaldir. Takviye sürekli veya süreksiz olabilir. Sürekli takviye, karbon fiberler veya silisyum karbür gibi lifleri içerir. Süreksiz takviyeler ise kıllar, kesikli lifler veya taneciklerdir. Mühendislik tasarımında, iyi mekanik özellikleri olan yeni malzemeler bulmak çok ilgi çekicidir. Bu malzemeyi geliştirmek için, metal matrisli kompozitlerin (MMK) en iyi seçeneklerden biri olduğu gösterilmiştir. Tüm kompozitler gibi metal matrisli kompozitler (MMK); fazlardan biriyle elde edilemeyen özelliklerin sağlanması için kimyasal ve fiziksel olarak en az iki farklı faz ile uygun şekilde dağıtılır (Pardo vd., 2008). Bileşenler mikro düzeyde olup çözünmez. Takviye malzemesi lif, parçacık veya pul şeklinde olabilir. Matris fazının malzemesi genellikle kesintisizdir. Arzu edilen şekli oluşturmak için matris, takviye edici malzemeyi korurken, takviye edici malzeme ana malzemenin tüm mekanik özelliklerini iyileştirir. Tasarım doğru olduğunda, yeni kompozit malzeme her malzemedan daha iyi mukavemet gösterir (Gasem ve Al-Qutub, 2002). Kompozit sistem örnekleri arasında betonarme ve grafit lifleri yer almaktadır. Tanımı gereği, MMK, geleneksel metal alaşımlama dışındaki proseslerle üretilmektedir. Polimer matrisli muadilleri gibi, bu kompozitler de genellikle önceden var olan iki bileşenin bir araya getirilmesiyle hazırlanır (Huda, Hashmi ve El-Baradie, 1995). MMK'in genel türleri Alüminyum matrisli kompozitler, Magnezyum matrisli kompozitler, Titanyum matrisli kompozitler ve Bakır matrisli kompozitlerdir.

Genel olarak, takviye malzemesi türüne göre, metal matrisli kompozitler, üç kategoriye ayrılabilir:

1. Parçacık Takviyeli MMK (PTMMK),

2. Kısa lif veya kıl takviyeli MMK ve
3. Sürekli lif veya sac takviyeli MMK.

En-boy oranı, bu takviye çeşitlerini ayırt etmek için kullanılır. En-boy oranı, takviye malzemesinin uzunluğunun çapa (veya kalınlığa) oranıdır. Eşit parçacıklar söz konusu olduğunda, bu oran kabaca aynıdır (Chawla ve Chawla, 2006). Şekil 2.1 metal matrisli kompozitlerin farklı türlerini göstermektedir.



Şekil 2.1. Metal matrisli kompozitlerin farklı türleri (Jiang vd., 2005).

2.2. Parçacık Takviyeli Metal Matrisli Kompozitler (PTMMK)

Düzensiz şekilde geliştirilen MMK kombinasyonu parçacıkları ve kısa kılları veya lifleri içerir. PRMMK, kolay üretim, düşük maliyet ve izotropik olması nedeniyle, fiber takviyeli MMK'nin otomotiv uygulamaları için daha uygundur (Tjong ve Ma, 2000; Ye ve Liu, 2004). Ayrıca, düzensiz veya partikül halindeki takviyeler; fiber hasarları, küçük çaplı ek tutarsızlık, fiber-fiber teması ve kapsamlı arayüz reaksiyonları gibi MMK'nin artan üretim problemleri ile baş edebilir (Nutt, 1984). PRMMK, takviye edilmiş hacim fraksiyonu; yüksek hacim fraksiyonu ve düşük hacim fraksiyonu gibi iki grupta düzenlenebilir. Hacimsel olarak yaklaşık %40'dan daha fazla bir konsantrasyona sahip bir hacim fraksiyon malzemesi, parçacıkları elde

etmek için bir sistem oluşturabilir. Bu malzemeler genellikle tozun yüzeyine sıvı metal sızdırmak suretiyle işlenmektedir. 1990'lı yıllarda, bu malzemeler oldukça iyi oluşmuş takviyeler gerektiren elektronik gruplama uygulamalarında ortaya çıkmıştır. Daha sonra tekrar seramik partiküllerinin çoğu, plastisite ve dayanıklılığı binanın amalgam seviyesine eşit tutmak için seramik hacminin tam olarak %30'u kadarı olmayan düşük hacimli parçacık takviyeli metal matrisi ile tamamen çevrelenmektedir (Evans, San, Marchi ve Mortensen 2003). Genel olarak, kil parçacık takviyeli metal örgü kompozitleri, ızgara malzemelerinden daha iyi performans gösterir. Özellikler aşınma direnci, sönümlenme sınırı ve ısıl uzayabilirlik gibi kompozit seramik hacmini değiştirerek uyarlanabilir. Şimdiye kadar çeşitli PRMMK çerçeveleri üretilmiştir. Yüksek özgül modülü ve mukavemeti, yüksek aşınma direnci ve inanılmaz ısı iletkenliği göz önüne alındığında seramik parçacık takviyeli magnezyum matrisli kompozitler otomotiv, havacılık ve elektronik uygulamalarında etkilidir (Guan vd., 2004; Mordike ve Ebert, 2001).

2.2.1 Matris Tanımı ve Seçimi

Matris, içine takviye elemanının konduğu ve tamamen sabit olduğu katı bir malzemedir. Bu, iki kelepçenin tam olarak birlikte olmasından ziyade malzemedeki herhangi bir noktaya matris üzerinden ulaşma anlamına gelmektedir. Yardımcı uygulamalarda, matris genellikle alüminyum, magnezyum veya titanyum gibi daha hafif bir metaldir ve yönetilebilir desteği desteklemektedir. Bileşikteki matrisin nedeni, matrisi istenen geometri ve ölçülerde şekillendirmek için takviyeli parçacıkları katı bir malzeme içerisinde birleştirmek ve malzeme gövdesindeki dış yükleri absorbe etmek ve dağıtmaktır. Ek olarak, ana malzeme, fazı, mekanik hasar, etrafını çevreleyen ortamdan kaynaklanan korozyon ve gelişmiş temas gibi dış etkilerden korur. PRMMK ağ malzemesi olarak Al, Mg, Si, Ti, Cu, Ni, Fe ve Pb gibi yardımcı amalgam çerçeveleri kullanılmıştır. Her durumda, alüminyum, magnezyum ve titanyum bileşikleri, özellikle düşük yoğunluk ve önemli ısıl iletkenlik gerektiren uygulamalar için en yaygın kullanılan ağ olarak kabul edilir (Ibrahim, Mohamed, ve Lavernia, 1991).

2.2.2 Takviye Seçimi

Kompozitlerin mekanik özelliklerini etkileyen en önemli etkenlerden biri, türü, boyutu ve dağılımı ile takviyedir. MMK için takviye malzemeleri; karbürler (örn., SiC, B₄C ve TiC), nitrürler (örn., Si₃N₄, AlN), oksitler (örn., Al₂O₃.9SiO₂), ve element malzemeleri (C, Si) içerir. Bu takviyeler sürekli lifler, kesilmiş lifler, kıllar, yapraklar veya mikro parçacıklar biçiminde olabilir. Örneğin, SiC, alüminyum ve magnezyum MMK'nin bu formlarının tümünde kullanılırken, karbon ve silisyum lifler alüminyum, magnezyum ve bakır esaslı kompozitlerde kullanılmaktadır (Geiger ve Jackson, 1989). RMMK seramik takviyeleri, elastisite modülü, çekme dayanımı, yoğunluk, erime sıcaklığı, ısıl kararlılık, ısıl genleşme katsayısı, boyut ve şekil ve matris malzemesine uygunluk temel alınarak seçilebilir. Geliştirilmiş fazın yoğunluğu, elastisite modülü ve çekme dayanımı süreksiz şekilde takviyeli MMK'nin yapısal verimliliğini etkiler. Öte yandan, takviye malzemesinin ve matris malzemesinin kimyasal kararlılığı ve uyumluluğu malzemenin üretimi ve son uygulaması için vazgeçilmezdir. Ayrıca bu, ana malzeme ve ana malzeme arasındaki termal uyumsuzluk gerginliği etkiyi geliştirmek için termal döngüye maruz bırakılan kompozit malzeme için de önemlidir (İbrahim vd., 1991). Bu nedenle, nervürlü çelik seçimi genel olarak, parçacık şekli, kompozit malzeme imalat yöntemleri, maliyet ve kompozit malzemelerin uygulanması gibi faktörler ile belirlenir (Leon-Patino, 2001). Magnezyum alaşımının güçlendirilmesinin amacı, takviyesiz matrisin elastisite modülü, yüksek sıcaklık mukavemeti, aşınma direnci ve ısıl genleşme gibi kritik özelliklerini geliştirmektir (Kainer, 1991).

2.2.3 MMK'in İşlenmesi Mekanik Özellikleri İyileştirir

PRMMK'nin mikroyapısını ve mekanik özelliklerini geliştirmek için uzun yıllar çeşitli işleme teknikleri kullanılmıştır. Bu işleme teknikleri iki gruba ayrılabilir: gerekli malzeme üretimi ve isteğe bağlı katılaştırma veya şekillendirme işlemleri (Chou, 1993). Parçacık metal örgü kompozitlerinin imalatı için en yaygın olarak kabul edilen sistemler arasında toz metalurjisi, çamur atma, duşlama, eriyik penetrasyonu ve kabul edilebilirlik hazırlığı bulunmaktadır (in situ parçacık gelişimi) (Wang vd., 2004). Bu stratejiler, parçacık takviyeli magnezyum matrisli

kompozitlerin ilgili kısımlarında kısaca tartışılacaktır. Bu çalışmanın özellikleri göz önüne alındığında, inceleme tepki işleme (in situ) ve eriyik sızdırması yoluyla PRMMK üretim sistemine odaklanmaktadır.

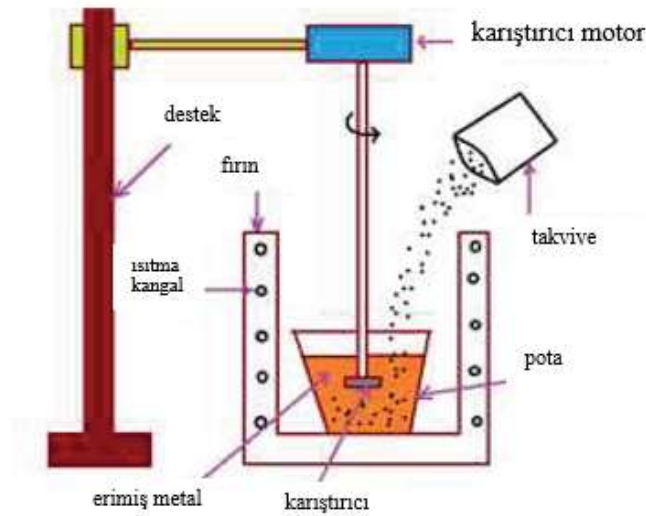
2.2.3.1. Toz metalurjisi

Toz metalürjisi işleminde, matris ve takviye edici toz karıştırılır, sıkıştırılır, gazdan arındırılır ve daha sonra kontrollü bir sıcaklıkta veya vakum içinde belirli bir sıcaklıkta sinterlenir. İşleme yönteminin temel avantajları nispeten yüksek bir hacim oranında nervürlü çelik eklenmesi ve matris alaşımlı kompozitlerin imalatı ve sıvı döküm yoluyla karışmazlığı arttırıcı sistem olarak özetlenebilir. Bununla birlikte, gerekli alaşım tozunun maliyeti ve malzeme üretim sürecinin karmaşıklığı nedeniyle, bu işlem seri üretim için ideal değildir (Ibrahim vd., 1991). SiC p/AZ91, B₄C p/Mg , TiC p/Mg ve TiB₂ p/Mg gibi çeşitli magnezyum esaslı kompozitler toz metalürjisi kullanılarak imal edilmiştir (Xiu vd., 2006).

2.2.3.2. Karıştırılmalı döküm

Genel olarak karıştırılmalı döküm işlemi, parçacıkların veya gevşek liflerin mekanik olarak karıştırılmış bir erimiş matris alaşımına katılmasını içerir. Kürleme işlemi sonrası, döküm matrisindeki dağınık fazın istenen dağılımı elde edilebilir (Leon-Patino, 2001; Hashim vd., 1999). Karıştırılmalı döküm, süreksiz metal matrisli kompozitlerin imalatı için umut vadeden bir yöntem olarak düşünülebilir. İşleme yöntemi basit ve esnektir ve seri üretimin avantajları için uygundur. Metal matrisli kompozitler üretmek için kullanılan tüm kürleme yöntemleri için en basit ve en uygun maliyetli yöntemi temsil ettiği için caziptir (Surappa, 1997). Skibo ve Schuster (1989)'a göre, kompozit malzemeleri üretmek için bir döküm yöntemini kullanma maliyeti, rakip yöntemlerin maliyetinin yaklaşık üçte biri ile onda biri civarındadır. Bu da alüminyum esaslı kompozitler için bu yöntemi en popüler çalışma yöntemi yapmaktadır. Bununla birlikte, partiküller ile sıvı metal arasındaki zayıf ıslanabilirlik ve parçacıkların sıvıya göre yoğunluğu, işlemin asıl problemleridir (Hanumanth ve Irons, 1993). İlaveten, kürleme esnasında metalin büzülmesine bağlı büzülme, döküm kompozit malzemenin kütlesini temsil eden gaz gözenekliliğiyle sonuçlanır (Leon-Patino, 2001). Bu nedenle, metal matrisli kompozit malzemenin bu yöntemle

üretiminde dikkate alınması gereken faktörlerle takviye malzemesinin homojen dağılımının elde edilmesi zor olup, iki çeşit parçacık ve sıvı metal arasındaki ıslanabilirlik zayıftır. Bu nedenle, bu yöntem metal matris kompozitleri üretmek için kullanıldığında dikkate alınması gereken faktörler, takviye maddesinin düzgün bir dağılımının sağlanması, iki parçacık arasındaki kötü ıslaklık ve sıvı metal, gözeneklilik takviye malzemesi ile matris alaşımı arasında metal matris kompozitleri ve kimyasal reaksiyonlar. Bu nedenle, takviye malzemesinin matris alaşımına eşit olarak dağıtılmasıyla ve bu malzemeler arasındaki ıslanabilirliği veya bağlanmayı optimize ederek, gözeneklilik seviyesini en aza indirgeyen ve malzemeyi ana alaşımla (Cp-Mg kimyasal olarak saf magnezyum gibi) takviye etme ihtimalini ortadan kaldıran en iyi performansa sahip bir metal matrisli kompozit malzemenin gerçekleştirilmesi mümkündür ve SiC partikülleri ile takviye edilmiş AZ91 (Poddar vd., 2007) farklı matris birleşimleriyle magnezyum kompozitlerini kullanarak bu yöntem ile hazırlanmış ve işlem Şekil 2.2’de gösterilmiştir.



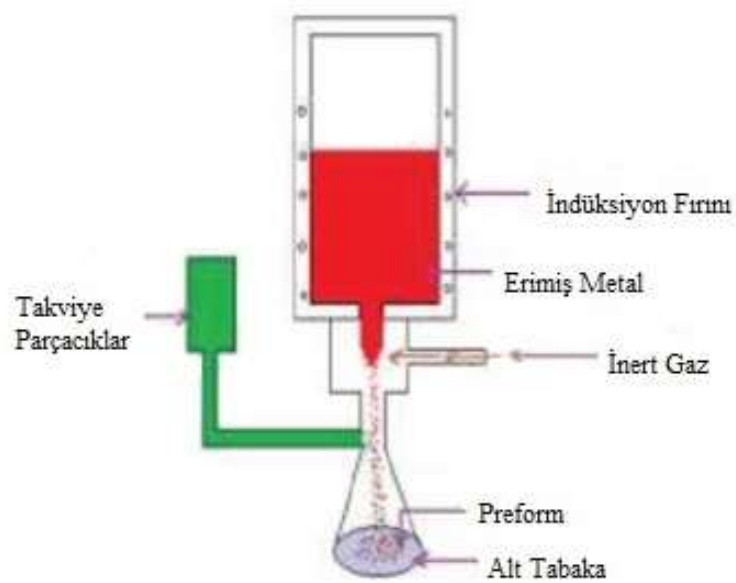
Şekil 2.2. Karıştırılmalı döküm şeması (Hynes vd., 2016)

2.2.3.3. Püskürtme

Püskürtme şekillendirme veya püskürterek kaplama, erimiş malzeme damlacıklarının, yığın metalik malzeme oluşturmak için yüksek hızda ana malzemeye etki etmesi için atomize edildiği bir prosestir. Metal matrisli

kompozitlerde, süreksiz takviye partiküllerin, eriyik halindeki veya kısmen eritilen metal damlacıklarındaki partiküler maddelerin kompozit içine akmasını sağlamak için metal spreyleyicilerle birlikte enjeksiyonu yapılır. Birikim hızı yaklaşık 6 ile 10 kg/dakika aralığında olup damlacık hızı ise yaklaşık 20 ila 40 m/s arasındadır. Seramik parçacıkları genellikle püskürtülen metal matris kompozitlerinde homojen şekilde dağılır (Lloyd, 1994). Bu yöntemin gerçekleşme sürecini göstermek için 1970'lerde ve 1980'lerde Osprey Limited (Neath, UK) The Commercial Eagle Act geliştirildi (Clyne ve Withers, 1995). Osprey MMK malzemesi ikincil işleme ile ortadan kaldırılabilen güçlü arayüz bağlama ve yaklaşık %5'lik gözeneklilik gibi iyi mikroyapı özelliklerine sahiptir (Clyne ve Withers, 1995). Püskürtme şekillendirme parametreleri ile kompozitlerin mikroyapıları ve mekanik özellikleri arasındaki ilişkiyi inceleyen, püskürtülerek şekillendirilen magnezyum esaslı kompozitleri kullanan birçok çalışma vardır (Luthringer Hort ve Feyerabend, 2012).

Bu yöntemin silisyum takviyeli QE22 alaşımının mikroyapı ve özellikleri üzerinde büyük etkisi olduğu belirlenmiştir (Ebert, Moll ve Kainer, 1997). Bununla birlikte, püskürtme işleminin uygulandığı kompozitler genel olarak şekil 2.3'de gösterildiği gibi, yüksek soğutma hızlarına sahip sinüzoidal matris arayüzüne sahip olmayan, ince tanecik, gözeneklilik ve gevrek faz gibi mikroskobik yapısal özellikler sergilerler (Luthringer vd., 2012).



Şekil 2.3. Püskürtme döküm şeması (Hynes vd., 2016)

2.2.3.4 Reaksiyon işlemi (in situ kompozitler)

Son otuz yılda, kayda değer sayıda çalışma metal matrisli kompozitlerin geliştirilmesine odaklanmıştır (MMK). Kompozit malzemelerin diğer kompozit üretim yöntemlerinden farklı olarak, in situ sentez, bir kompozit malzemenin üretimi sırasında bir metal eriyik içindeki bileşenler arasında veya bileşenler ile bileşikler arasında takviye edici bir malzemenin sentezlenmesi yöntemidir (Wang vd., 2003; Jiang vd., 2003). Böylece, matris alaşımının homojen dağılımı son reaksiyon ürünlerinden biridir. In situ MMK'nin geleneksel MMK'ye göre şu avantajları vardır: (a) elde edilen takviyenin boyutları daha küçüktür, homojen dağılmıştır ve termodinamik açıdan kararlıdır, bu da daha iyi mekanik özellikler ve daha düşük sıcaklıkta bozulma ile sonuçlanır, (b) geliştirilmiş (c) malzeme takviye edilmiş seramik fazın hacimce yüksek bir yüzdesi ile kolaylıkla kalıplanabilir (Chen vd., 2005). Beklenen reaksiyonun termodinamik açıdan olumlu olması gerekir. Reaksiyon kinetiği, hazırlama işlemini uygulanabilir hale getiren oldukça hızlı bir proses gerektirir (Ye ve Liu, 2004). İn situ seramik faz takviyesi ile metal matris kompozitlerinin (MMK) yapısını ve özelliklerini optimize etmek için son birkaç on yıl boyunca çeşitli işleme teknikleri geliştirilmiştir. Bununla birlikte, literatürde bu işleme yönteminin terminolojisi tutarsız ve kafa karıştırıcıdır. Koczak ve Premkumar (1993) in situ reaksiyonların gaz-sıvı, sıvı-katı, sıvı-sıvı gibi başlangıç aşamasına göre sınıflandırılabilirliğini önerirken, işleme yöntemleri için resmi bir terminoloji belirlemeye çalışmışlardır. Buradan hareketle, in situ MMK işleme ısısı, imalat ve işleme yöntemlerine sınıflandırılma yapılmıştır; Magnezyum matrisli kompozit teknolojisinin işlenmesinde (in situ hazırlanması) reaksiyon prosesi dört kategoriye ayrılmaktadır; (a) katı-sıvı reaksiyon prosesi; (b) buhar-sıvı-katı reaksiyon prosesi; (c) katı faz reaksiyon prosesi, (d) sıvı-sıvı reaksiyon prosesi (Tjong ve Ma, 2000). İlk deneylerde, Labotz ve Mason (1963), Mg-Mg₂Si kompozitlerin üretiminde Mg-esaslı kompozitleri ilk defa üretmişlerdir. Mg₂Si'nin yüksek erime noktası, yüksek elastisite modülü, düşük yoğunluk ve kolay oluşumu seçici takviye sebepleri teşkil etmektedir. Kaba iğne benzeri Mg₂Si fazı, yüksek Si konsantrasyonuna sahip geleneksel döküm ile elde edilir, bu da kompozitin zayıf mekanik özelliklere sahip olmasıyla sonuçlanır. O günden bu yana in situ sistemde Mg-Mg₂Si'nin mekanik

özelliklerini geliştirmek ve mikroyapıyı değiştirmek için çeşitli çalışmalar gerçekleştirilmiştir (Yuj vd., 1998).

Mg ve B₂O₃ arasındaki reaksiyon ile oluşturulan Mg-MgO kompleksi gibi birtakım başka in situ sistemler de incelenmiştir (Choh vd., 1996). Yamada, Takahashi ve Motoyama (1996) Mg, C ve Ti tozları arasındaki reaksiyon ile kompozit malzemenin oluşturulduğu mekanik alaşımlama ile Mg-TiC kompozitlerini üretmiştir.

2.2.3.5. Eriyik penetrasyon yöntemi

Sıvı metal infiltrasyonu, metal matris kompozitlerinin hazırlanması için yaygın olarak kullanılan bir işlemdir. Bu yöntemde, gözenekli gövdedeki gaz, kademeli olarak düşük viskoziteli bir sıvı metal ile yer değiştirir ve böylece sistemdeki katı/buhar arayüzünü ortadan kaldırır. Dolayısıyla, metal penetrasyonu, erimiş metalin gözenekli seramik kompaktın gözenekli kanalına nüfuz etmesi sürecini ifade etmektedir. Sıvı metal infiltrasyonu yöntemleri, sundukları basitlik ve matrise küçük parçacıklar ekleme imkanı nedeniyle kompozitlerin hazırlanması için uygundur (Gul ve Acilar, 2004; Bader vd., 1985). Ek olarak, malzemelerin yüksek seramik içeriğe ve net şekillendirmeye sahip olması bu yöntemin başlıca avantajlarını temsil etmektedir (Muscat ve Drew, 1997). Geçirgenlik işleminin kuvveti; ekstrüzyon dökümü kullanılması durumunda veya sıvı metal seramik parçacıklarını ıslattığında kılcal kuvvet (spontan veya daha az geçirgenlik) gibi sıvı matris fazına uygulanan bir dış kuvvet (basınç veya vakum) olabilir.

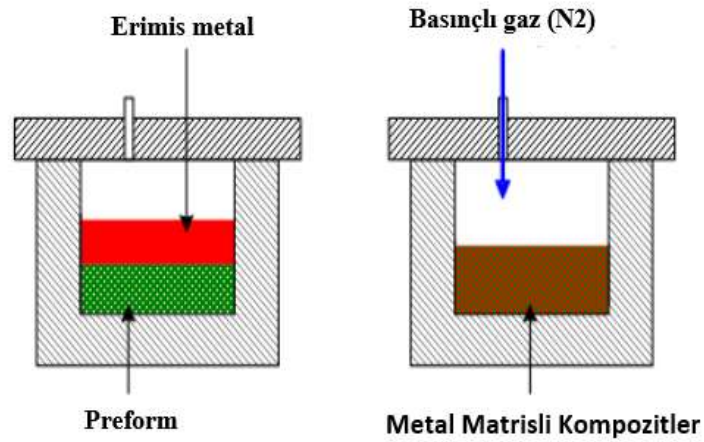
2.2.3.6. Sıkıştırılmalı döküm infiltrasyonu

Sıkıştırılmalı döküm infiltrasyonu, metal matrisli kompozitlerinin sıvı faz hazırlığı için zorlanmış infiltrasyon yöntemlerinden biridir. Bu işlemde, alt sabit kalıp parçasına yerleştirilen takviye fazının gözenekli doğasına onu zorlayan hareketli bir kalıp parçası (zımba) kullanılarak erimiş metale basınç uygulanmaktadır (Muscat ve Drew, 1997). Özellikle performans sıcaklığı metalin erime noktasının altında olduğunda, bu basınç kürlenmeyi önlemek için geçirgenlik işleminde gereklidir (Delannay, Froyen ve Deruyttere, 1987). Aynı zamanda, yüksek basınç alaşımın temel döküm kapasitesini daha az önemli hale getirmektedir. Buna ek olarak, ekstrüzyon kalıplamanın yaklaşık

bir şekil olduğu düşünülendiğinden, çok az işlem vardır ya da hiç işlem yoktur (Delannay vd., 1987). Çelik çubukların yüksek hacim fraksiyonunun (%40-50'ye kadar) ekstrüzyon dökümüyle magnezyum alaşımına karıştırılması zordur (Luo vd., 1995). Yüksek sıcaklıklarda kısa temas süresi nedeniyle, güçlendirme ile erimiş metal arasında minimum reaksiyon gerçekleşir. Ayrıca, bu yöntemle hazırlanan kompozit malzeme; gelişmiş malzeme özellikleri üreten gözeneklilik ve büzülme boşlukları gibi ortak bir döküm kusuruna sahip değildir (Clyne ve Withers, 1995). SiCw/Mg , SiCw/AZ91 , Mg₂Si/Mg ve diğer teknikler kullanılarak birçok magnezyum-esaslı kompozitler üretilmiştir (Valdez vd., 2008).

2.2.3.7. Pnömatik döküm infiltrasyonu

Sıvı metali gözenekli yapıya nüfuz ettirmek için basınçlı asal gazın kullanılması, MMK'nin sıvı fazının yapılması için bir başka yöntemdir. Şekil 2.4 bu prosesi göstermektedir.



Şekil 2.4. Gaz Basınçlı Dökümün Şematik Gösterimi (Veerson ve Kero, 2016).

Büyük kompozit malzemeler üretmek için bu yöntem kullanılır. Sıcak metal ile temas süresi kısa olduğundan, takviye edici lifin veya parçacıkların ıslanabilirliğini arttırmaya gerek yoktur. Fiber hasarı söz konusu olduğunda, gaz basıncı penetrasyonunun kullanılmasıyla, mekanik kuvvetleri (ekstrüzyon dökümü gibi) kullanılabilir. Bu yöntemde, Mg₂Si-takviyeli magnezyum esaslı kompozit malzeme AZ31, AZ91 geçirgen karma yüzey (hacimsel %7 C lifi ve hacimsel %4 Si-bağlı Si parçacıkları) gaz ve AE42 magnezyum alaşımı ile hazırlanmıştır (Körner vd., 2000) .

2.2.3.8. Dekompresyon penetrasyonu

İnfiltrasyon işlemi sırasında, sıvı metal veya alaşım, kılcal hareketle deliğin içine kolayca yönlendirilebilir. Bu işlem kompakttır ve son MMK modülü, kıl veya lif formu ile aynı şekle sahiptir. Zayıf geçirgenlik, erimiş metalin bir yük uygulamadan işlem boyunca nüfuz ettiği anlamına gelmektedir. Bu işlem çok kolay olduğundan dolayı çok ilgi çekicidir. Ayrıca, yüksek seramik içerik ve net şekillendirme elde edilebilir. Sıvı tarafından dağıtılmadıklarından dolayı bu yöntemle oldukça düzgün parçacıklar elde edilebilir. Yüksek tekrarlanabilirlik gerektiren parçaları imal etmek için bahsi geçen yöntem kullanılabilir (Schwartz, 1997). Bu yöntemin kompozit malzeme sistemine bağlı olarak toz metalurji yöntemine kıyasla daha hızlı olması önemlidir (Thomas, 1993; Daniel vd., 1997). Bununla birlikte, basınçlı infiltrasyona nazaran daha fazla nüfuz etmek için daha az basınç gerekmektedir (Huang vd., 2009). Daha az basınç altında, eşzamanlı infiltrasyonu arttırmak için sıvının sıvı faz boyunca ısıtılması gerekmektedir. Metal sistemlerinde, ara yüzeyde karşılıklı çözünme veya metallerearası bileşiklerin oluşması ile ısıtma artırılabilir. Ancak, metal/seramik kompozitlerin üretimi durumunda, erimiş alaşım genellikle seramik takviyeyi ısıtmaz (Valdez vd., 2008). TiC/Mg kompoziti bu yöntem kullanılarak elde edilmiştir (Contreras vd., 2004).

2.3. Magnezyum Matrisli Kompozitlerinin Güçlendirilmesi

Magnezyum esaslı kompozitler için takviye edici malzeme, kullanılan seramik yığını veya bir metal/metallerearası bileşik olabilir. Düşük yoğunlukları, yüksek sertlikleri, kuvvetleri ve esnemezlilikleri nedeniyle seramik takviyeleri daha yaygındır. Ancak, magnezyum ana malzemelerin düşük sünekliği ve düşük ıslanabilirliği gibi bazı kısıtlamaları da mevcuttur. (Ye ve Liu, 2004). Karbür ve borür esaslı seramikler, takviye malzemeleri olarak birçok istenen özelliğe sahiptir. Bu karbürler ve borürler arasında, TiC ve TiB₂, magnezyum matrisi içinde iyi potansiyel geliştirme adaylarıdır. Bunun nedeni, sahip oldukları düşük yoğunluk, yüksek erime noktası, iyi ısı kararlılık ve kimyasal kararlılık, yüksek sertlik, ve mükemmel aşınma direncidir (Wen vd., 2001; Li, Tu ve Goto, 2006). TiB₂'nin, magnezyum matrisi ile aynı kafese sahip olması nedeniyle uygun bir takviye olduğunu belirtmek önemlidir (Zhang vd.,

2006). Özellikle, kompozitlerde TiB_2 ve TiC 'ün kullanımı, yüksek sertlik, aşınma direnci ve düşük ısıl genleşme avantajlarını beraberinde getirir ve bu malzemeler ileri bir yapısal malzemedir.

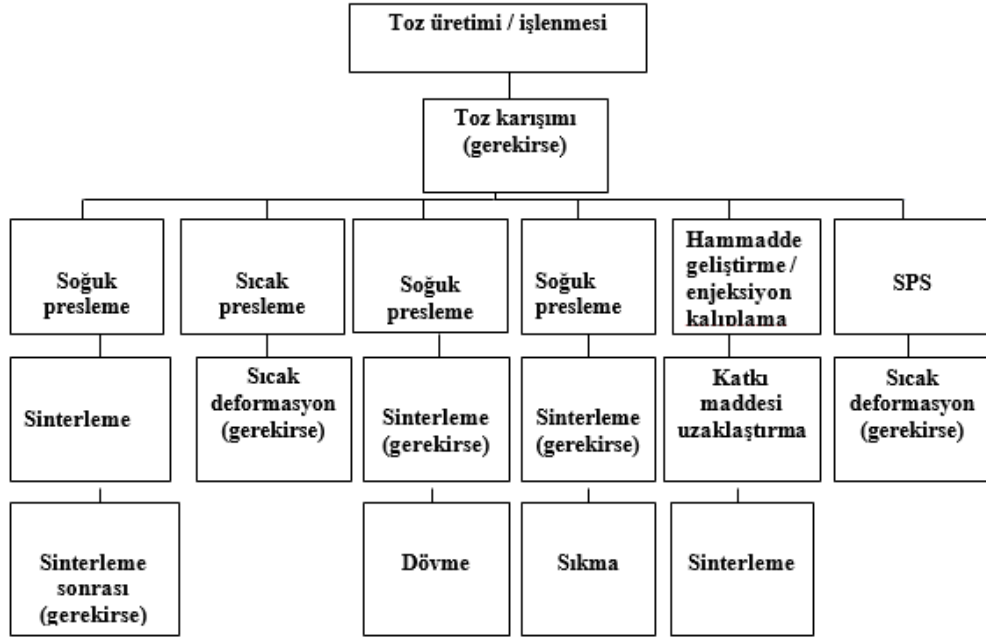
2.4. Magnezyum ve Alaşımlarının Toz Metalurjisi İçin Güncel Prosesler

Magnezyum, PM işlemi için idealdir. HCP kristal yapısından dolayı, geleneksel kalıplama yöntemiyle Mg ürünlerinin üretilmesi zordur ve PM kapasitesinin örgü ve net şekilli kısımlarının üretimi büyük bir avantaj sağlayacaktır. Hızlı kütleme ve mekanik alaşımla elde edilebilen benzersiz alaşım kimyasal özellikleri de geliştirilmiş mekanik özelliklere ve yüksek sıcaklık veya korozyon direncine sahip yeni Mg-Alaşımlarının geliştirilmesini sağlayabilir. Net şekillendirme işlemi ve yeni alaşımlar sayesinde PM, Mg'nin yapısal metaller olarak potansiyelini tamamen ortaya çıkarmasına yardımcı olacaktır (O'Neill, Tyedmers ve Beazley, 2007). Mg PM'nin geliştirilmesindeki asıl sorun, ticari Mg tozlarının mevcut olmasıyla alakalıdır. Bugüne kadar, PM yöntemleriyle Mg ürünlerinin üretilmesi konusunda sınırlı araştırma yapılmıştır. Mg PM hakkındaki önceki çalışmalar ağırlıklı olarak Mg-esaslı kompozitlerin üretimine odaklanmıştır (Valdez vd., 2008; Xie vd., 2007). Bu çalışmalarda PM, matris metali eridiğinde yaşanan bazı matris güçlendirme arayüz problemlerini önlemiştir (Friedrich ve Mordike, 2006). Mg esaslı kompozitlerin PM yolu ile işlenmesi her yönden uygun mekanik özellikleri üretmek için matris içerisine takviye parçacıklarının oldukça homojen bir şekilde karıştırılmasını sağlar. Mg PM'nin bir diğer önemli odak noktası ise son dökme üründe çok ince tanecikli yapılar üretmek için hızlı katılmış tozların kullanılmasıdır. Tane boyutu, ingot metalürjisi ile üretilen bileşenlere kıyasla oldukça azaltılır ve Mg-Alaşımlarının mukavemeti ve üstün plastisitesi ise orantılı olarak artırılır (Kubota vd., 1999; Watanabe vd., 2001). İlaveten, nadir toprak elementleri ve diğer katkı maddelerini içeren alaşım tozları atomizasyon ile üretilir ki burada hızlı katılma, ingot metalürjisinde immobilizasyonun yayılmasını sağlar. Mukavemeti, sünme direncini ve üstün plastisiteyi arttırmak için alaşım katkısı seçilir. (Srivatsan, Wei ve Chang, 1995; Kawamura ve Inoue, 2003). Sıcak presleme ve sıcak sıkma (konneve toz veya tenceresiz ve gaz giderilme) kullanılarak Mg PM üzerine yapılan önceki çalışmaların çoğunda Mg-esaslı toz kütleme işlemine tabi

tutulmuştur. Son zamanlarda, magnezyumun tektip sorunlarını daha iyi ele almak için yeni sinterleme ve konsolidasyon teknikleri bulunmuştur. Eşit Kanal Açışal Presleme (ECAP) (Bettles, Moss ve Lapovok, 2009) kesit boyutunda herhangi bir değişiklik yapılmaksızın, 30:1 oranına eşdeğer çok yüksek bir gerinim değeri sağlayan bir yöntemdir. Yüksek gerinim, parçacıklar üzerindeki herhangi bir yüzey tabakasını yok eder ve parçacıklar arasında iyi yapışma sağlamak için tozu plastikleştirir ve yeterli bir difüzyon yolu sağlar. Kesit boyutu korunsa da, net şekilli parçalar yerine yine de sadece malzeme çubukları üretmek mümkündür. Mg-Alaşımli bilet, püskürtme ile kalıplama tekniği kullanılarak üretilmiştir (Huang vd., 2009; Pucun vd., 2010). Püskürtme şekillendirme, sıvı alaşımlardan yüksek yoğunluklu malzemelerin hızla kürlenmesini ve birikmesini sağlar. Toz tek adımda (ve iyi kontrol edilen bir atmosferde) üretildiği, sıkıştırıldığı ve birleştirildiği için püskürtme ile kalıplamada kirlilik en aza indirgenir. Sprey basit iki boyutlu bileşenlerin üretimi için hazırlanabildiğinden, yöntem, mesh'e yakın şekilde ayarlanabilir. Bununla birlikte, tam mukavemet ve yoğunluğu elde etmek için, enjeksiyon kalıplama ile imal edilen bileşenler daha sonra termal olarak deforme edilirler. Spark Plazma Sinterleme (SPS), az sayıda araştırmacı tarafından magnezyum alaşımları (Son vd., 2007) ve kompozitlerin üretimi için kullanılmıştır (Muhammad vd., 2011; Umeda, Kondoh ve Imai, 2009). SPS çok kısa sinterleme süresi kullanır ve yüksek enerji darbeleri, toz yüzey kirliliğinin in situ temizlenmesiyle ilişkilidir. Bu nedenle SPS, mekanik alaşımlama ile üretilen Nano yapılı Mg tozlarının sinterlenmesi için bilhassa uygun görünmektedir (Zheng vd., 2011).

2.4.1. PM İşleme Yolları

Literatürde bildirilen dört temel adım şunlardır: (1) toz üretimi ve işleme, (2) toz karıştırma, (3) toz sıkıştırma, (4) entegrasyon işleminden sonra boyutlandırma, işleme ve ısıl işlem. Kullanılan toza ve kullanılan performansa ve hedeflere bağlı olarak, birden fazla PM yolu kullanılabilir. En yaygın görülen PM işlem yöntemi olan Mg PM Şekil 2.5'te gösterilmektedir.



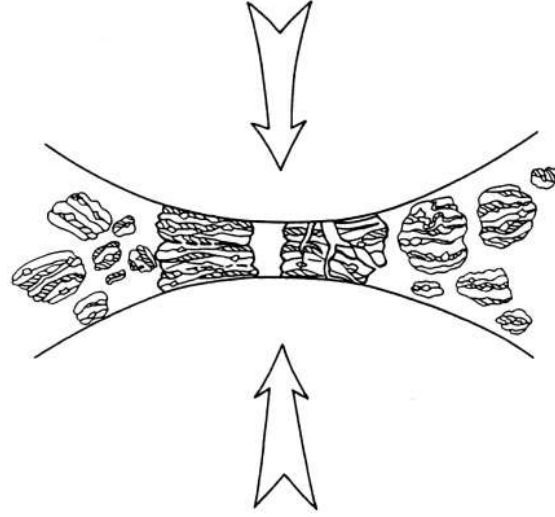
Şekil 2.5. Al ve Mg PM en yaygın PM yol haritasıdır

2.4.2. Mekanik Öğütme

Al'in aksine, çoğu ticari Mg tozu mekanik öğütme ile üretilmektedir. Partikül reaktanlar için düşük maliyetli ve daha az kısıtlayıcı bir gereklilik olarak Mg'nin ilk kullanımı için aşınma cazip görünmektedir. PM uygulamaları için, açısız şekilli toz, mekanik birbirine geçme nedeniyle iyi bir yaş dayanıma sahiptir, ancak toz parçacıkları genellikle kalın bir yüzey tabakası ile kaplıdır. Tabakanın ağırlıklı olarak oksitler içerdiği varsayılarak, öğütme işlemi sırasında ortam koşullarına uzun süre maruz kalmadan dolayı hidroksitlerin, karbonatların ve hidratların oluşması mümkündür.

2.4.3. Mekanik Alaşımlama

Mekanik alaşımlama, yüksek enerjili bilyalı öğütücüde toz parçacıklarının tekrarlı birleştirilmesi, kırılması ve yeniden birleştirilmesini içeren katı bir toz işleme tekniğidir. Bu teknikteki ana olay; öğütme işlemi sırasında toz parçacıklarının çarpışan bilyalar arasında sıkışması ve aşırı deformasyona uğramasıdır.



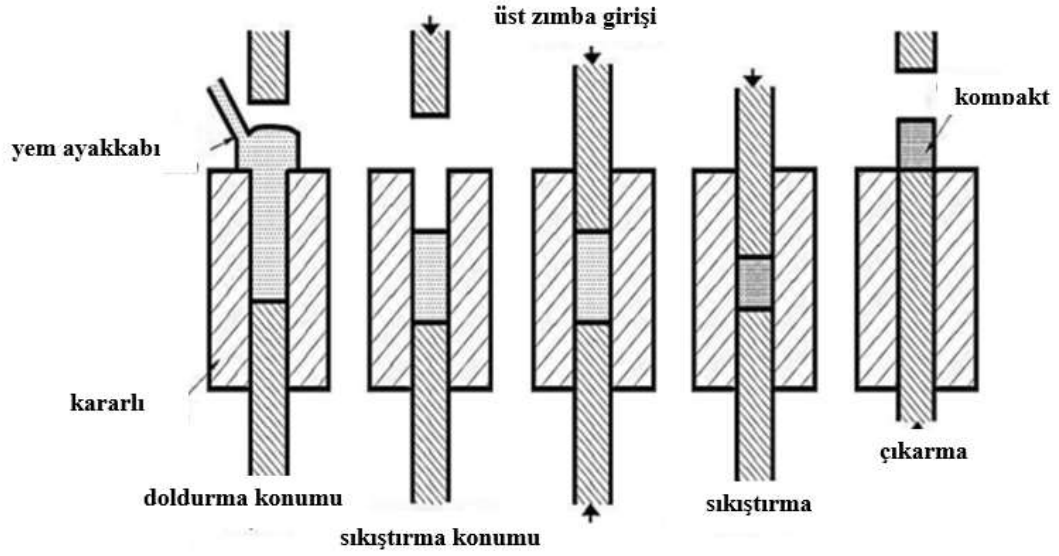
Şekil 2.6. Mekanik alaşımlama sırasında toz karışımının bilya-toz- bilya çarpışması (Suryanarayana, 2001).

Yüksek enerjili bilyalı öğütücülerde toz parçacıklarının işlenmesini göstermek için literatürde yaygın olarak iki farklı terim kullanılmaktadır. Mekanik alaşımlama, bir toz karışımının (farklı metaller veya alaşımlar/bileşikler) birlikte öğütülmesi işlemini ifade etmektedir. Bu işlemde, homojen bir alaşım elde etmek için malzeme transferi söz konusudur. Öte yandan, saf metal, metallerarası bileşik veya önalaşım toz gibi tozun homojen bileşimi, Şekil 2.6'da gösterildiği gibi mekanik öğütme olarak adlandırılan homojen malzeme transferini gerektirmez (Suryanarayana, 2004). Benjamin vd. (1970), 1960'lı yıllarda oksit dağılımıyla mukavemetlendirmiş (ODS) nikel esaslı süper alaşımları üretmek için ilk olarak mekanik alaşımlamayı geliştirmişlerdir. Artık yüksek enerjili öğütme, karıştırma elemanları olmaksızın çoklu dengeleri sentezleyebilir veya önalaşım tozu dengeli bir alaşım fazıyla başlar. Sentezlenen dengesizlik fazı, aşırı doymuş katı çözültiden, yarı kararlı kristal fazdan ve yarı kristal fazdan, nanoyapıdan ve amorf alaşımdan oluşur. Son yıllarda, nano yapıları malzemelerin üretiminde mekanik alaşımlama yaygın olarak kullanılmaktadır. Hemen hemen tüm mekanik olarak öğütülmüş saf metal, alaşım ve metallerarası bileşiklerde nano boyutlu tuzlu su gözlenmiştir. Al ve Mg toz parçacıklarının yüzeyinde oksit tabakası daima bulunduğu ve mekanik alaşımlama işlemine katkıda bulunan tozun mekanik özelliklerinde belirgin bir iyileşme olduğundan, bu da öğütme işlemi sırasında veya işlemin başlangıcında mikroyapıya dahil edilir. Ayrıca, öğütme sırasında soğuk kaynağın en aza indirgenmesine yardımcı olmak için genellikle proses kontrol maddeleri (PCA) eklenir. PCA dekompozisyonuyla

mekanik alaşımlama işlemi sırasında karbür oluşur. Oksit veya karbür tipi dağılımın boyutu yaklaşık 30-50 nm'dir ve nano ölçekli parçacık boyutu stabilize edilmektedir (Suryanarayana, 2001). Mekanik alaşımlama karmaşık bir işlemdir. Bu nedenle, istenen mikroyapı ve özelliklere sahip bir ürünün işlenmesi; öğütücü tipi, bilya-toz ağırlık oranı (BPR), öğütme hızı, öğütme süresi ve proses kontrol maddesinin (PCA) türü ve miktarını içeren ama bunlarla sınırlı olmayan birçok işlem değişkeninin optimizasyonunu gerektirir. Bu süreç değişkenlerinden bazıları birbiriyle ilişkilidir. Mekanik alaşımlama ile nano yapıları Al alaşımlarının ve kompozitlerinin işlenmesi ve karakterizasyonu birçok çalışmanın konusunu oluştursa da, Mg ve alaşımlarının yüksek enerjili öğütülmeleri üzerine sınırlı sayıda çalışma bulunmaktadır. Mg-Alaşımlarının yüksek enerjili öğütülmesi ile ilgili önceki çalışmaların çoğu ya Mg matrisli kompozitlerin işlenmesiyle (Li vd., 2000; Liu vd., 2013) veya yüksek performanslı Mg esaslı hidrojen depolama alaşımlarıyla ilgilidir (Cui, He ve Luo, 1999; Anik, Karanfil ve Küçükdeveci, 2012). Yüksek enerjili öğütme ile işlenmiş nano yapıları Mg-Alaşımlarının mikroyapı özelliklerini, ısıl kararlılığını ve mekanik özelliklerini az sayıda çalışma incelemiştir. Mg ve alaşımlarının tane boyutlarının yüksek enerjili öğütme ile 30-50 nm'ye düzenlenebileceği ve bu teknikle üretilen nano yapıları Mg-Alaşımları, izotermal tavlama ve/veya yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilen müteakip sıkıştırma işlemleri sırasında tane büyümesine mükemmel direnç gösterdiği ve bunun da mekanik olarak öğütülmüş Mg esaslı tozlardan sıkıştırılan yığılma alaşımlar için üstün mekanik özellikleri beraberinde getirdiği bildirilmiştir (Cao, Lu ve Lai, 2001; Hwang, Nishimura ve McCormick, 2001; Zheng vd., 2011; Wen-bin, Wa ve Hong-fei, 2011). Yapısal uygulamalara uygun olması için mekanik alaşımlama ile üretilen nano yapıları Al ve Mg tozları dökme malzemelerle birleştirilmelidir. Nano yapıları Al ve Mg tozlarının sıkıştırılması ile ilgili daha önceki çalışmaların çoğunda saha yardımcı sinterleme teknikleri ve/veya ekstrüzyon kullanılmıştır ve öğütülmüş tozların geleneksel sinterlenmesine yönelik çalışmalar oldukça azdır. Kullanılan sıkıştırma yöntemi, işlenmiş dökme alaşımın mikroyapı ve mekanik özellikleri üzerinde önemli etkilere sahip olabilir. Bununla birlikte, farklı sıkıştırma yöntemlerinin, nano yapıları Al ve Mg tozlarından işlenen dökme alaşımların mikroyapı ve mekanik özelliklerine etkileri hakkında herhangi bir sistematik çalışma bulunmamaktadır.

2.4.4. Toz Sıkıştırma

Malzemenin PM işleminde, yoğunluğun ve mukavemetin artırılması, gözenekliliğin kontrolü ve son parçanın istenen boyutuna sahip bir gövde üretmek için hammadde tozu genellikle sıkıştırılır. Tek eksenli sıkıştırmadan soğuk veya sıcak izostatik sıkıştırmaya ve direkt toz dövmeye kadar, PM işleminde çeşitli toz sıkıştırma yöntemleri kullanılır. Kalıplama olarak da bilinen tek eksenli soğuk sıkıştırma, özellikle seri üretim koşullarında metal tozlarını sıkıştırmak için en uygun PM teknolojisi olarak düşünülür. Bu işlem; partiküller arasındaki ve partiküllerle kalıp duvarları arasındaki sürtünmeyi ortadan kaldırmak için az miktarda yağlayıcı içeren dökme toz ile başlar. Toz; üst zımba ve alt zımba arasındaki kalıp içinde sıkıştırılır. Tek eksenli sıkıştırmanın üç ana türü bulunmaktadır; tek etkili, çift etkili ve yüzen kalıptır. Bu üç sıkıştırma türü, çok kademeli zımbalar ve kalıplarla birlikte kullanılabilir ve binlerce farklı kompleks parça üretme imkanı elde edilebilir. Tek etkili sıkıştırma; basınç bir zımbadan verildiği zaman gerçekleşir (yani sadece tek yönlüdür). Çift etkili sıkıştırma, basınç aynı anda alt ve üst zımbadan verildiği zaman gerçekleşir. Yüzen kalıp, zımbanın ortasına yerleştirilmiş bir kalıptır ve kalıbın hareketi iki zımbanın kalıbın ortasını eş zamanlı delmesine neden olur. Tipik bir tek eksenli soğuk sıkıştırma çevrimi Şekil 2.7'de gösterilmiştir. Metal tozunun tek eksenli soğuk sıkıştırma işlemi genellikle dört ana aşamaya ayrılır: (1) yeniden düzenleme, (2) lokal deformasyon, (3) düzgün deformasyon, (4) gövde sıkıştırması. Yeniden düzenleme aşaması, daha büyük boşlukları doldurmak için toz parçacıklarının hareketini ve daha sonra düz bir yüzeyde parçacıklar arasında basit nokta temasının olduğu yerdeki lokal deformasyonu ifade eder. Düzgün deformasyon ise, deliğin çökmeye başlaması ve tozun sertleşmesidir. Son aşama toplu sıkıştırma işlemidir. Burada toz, etkin bir şekilde bir katı ve sıkıştırılmayan bir gövde olarak oldukça sertleştirilmiştir.



Şekil 2.7. Tek eksenli soğuk sıkıştırma için endüstriyel presleme dizisi (Thümmeler ve Oberacker, 1993)

2.4.5. Sinterleme

Tozlar sıkıştırıldıktan sonra mekanik özelliklerini geliştirmek için sinterlenirler. Sinterleme, ham kompaktın genellikle malzemenin erime noktasının üçte birinden daha yüksek bir sıcaklığa ısıtılmasını kapsar. Geniş yüzey alanı nedeniyle, ham kompakt yüksek bir enerji durumuna sahiptir. Böylece, sinterlendiğinde, sistem atom seviyesinde kütle transferi ile yüzey enerjisini azaltmaya çalışacaktır. Sinterleme işleminin kendisi, çoğunlukla katı yapıyla ısıtma işlemi tabii tutulduğu atom seviyesinde meydana gelen kütle transferi olaylarıyla parçacıkların birleşmesi olarak tanımlanmaktadır. Bu birleşme, mukavemetin artmasına ve sistem enerjisinin azalmasına yol açar (James, 1998). Sinterleme sürecindeki en önemli parametreler sıcaklık, zamanlama ve atmosfer (ortam) dir. Bu değişkenler her bir malzeme sistemine özgüdür ve sinterleme sırasında kontrol edilmelidir. Sinterleme işlemini (özellikle son mikroyapıda) etkileyen diğer faktörler ısıtma ve soğutma hızlarıdır.

2.4.6. Katı Hal Sinterlemesi

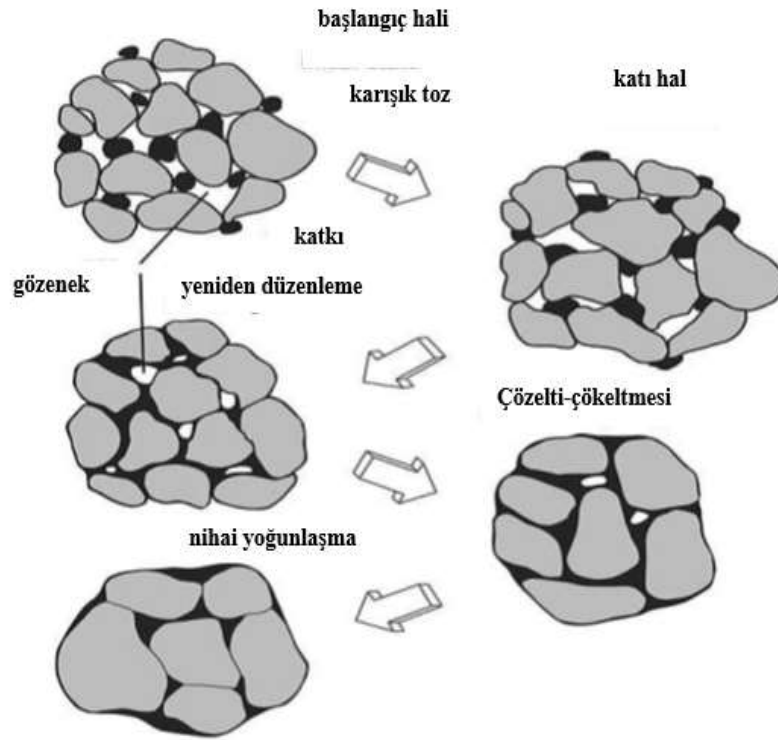
Katı hal sinterlemesi, parçacıkların kendi aralarında bir bağ (boyun) oluşturduğu bir süreçtir. Bunu gerçekleştirmek için, sinterlenen gövde içinde kütle transferi yapılması kaçınılmazdır. Katı sinterlemedeki kütle transferi ise, yüzey difüzyonu,

viskoz akış, kafes veya hacim difüzyonu, tane sınırı difüzyonu ve buharlaştırma ve yoğunlaşma ile sağlanabilir. Kafes hacim difüzyonu, viskoz akış ve tane sınırı difüzyonu; yoğunlaştırma ve daralmaya yol açan mekanizmalardır. Malzeme parçacıklarının temas alanından uzaklaştırıldığı için büzülme oluşur. Öte yandan, yüzey difüzyonu ve buharlaştırma mekanizmasında boyun büyümesi meydana gelse bile daralma meydana gelmez.

2.4.7. Sıvı Faz Sinterlemesi

Sıvı faz sinterlemesi (LPS) az miktarda sıvı olduğunda yapılan sinterleme işlemidir. Bu miktar, sıcaklık ve alaşımın bileşimi ile kontrol edilir. Sıvıda difüzyon oranı (kütle transferi) katı maddelerden daha hızlıdır, bu nedenle LPS katı sinterlemeden daha kısa bir sürede istenen mekanik özelliklere sahip bir tozdan yoğun bir malzeme üretmek için kullanılır. LPS sırasında, malzeme Şekil 2.8'de gösterildiği gibi dört aşamada sıkıştırılır. İlk aşama başlangıç karışımını ısıtmak ve tozu sıkıştırmaktır. Bu aşamada, parçacıkların, tozlar arasındaki temas noktasında katı hal sinterlemesi ile hafifçe yapıştırılır. Bir sonraki aşama, sıvı yeniden düzenlenme fazını oluşturmaktır. Sıvı, kılcal etki ile moleküllerarası bölgede emilir. Bu, parçacıkların birbiri üzerinden kayarak yeniden düzenlenmesini sağlar ve böylece hızlı bir yoğunlaştırmayla neticelenir. Bir sonraki aşama, çözeltinin yeniden çökertilmesidir. Bu aşamada küçük parçacıklar, sıvı içinde çözünür ve daha büyük parçacıklar üzerinde tekrar çöktürülür. Bu aşama, sıvı fazda kütle transferi yoluyla tane büyümesine yol açar. Malzeme, daha sonra katıların tanelere temas ettiği duruma yoğun gövdenin ulaştığı nihai bir sinterleme aşamasına tabi tutulur. Bu son aşama aslında katı sinterlemesi durumudur (German, Suri ve Park,2009). LPS'deki önemli bir etken katı parçacıkların sıvı ile ıslatılmasıdır. Islatma, bir sıvının bir katı üzerine dağılabilme, iyi ıslatılabilirliğe sahip olma, kılcal kuvvetleri katı parçacıklara uygulama ve malzemenin hızlı yoğunlaştırılmasını sağlamak için onları bir araya getirme yeteneğidir (German vd., 2009). Reaktif ıslatma (sıvı ile katı arasında) veya reaktif olmayan ıslanma, sistemde ve sinterleme esnasında son yoğunlaştırmada önemli bir rol oynar (Bernardo vd., 2014). Farklı LPS türleri, süper katı ve ani LPS'yi içerir. Ultra-katı LPS, karma toz yerine önalaşım uygulanmış toza dayanmaktadır. Sinterleme türü, alaşım tozunun katı madde ile sıvı arasındaki bir sıcaklığa ısıtılmasını ve sıvının her parçacıkta

çekirdeklenmesi işlemini içerir. Kılcal bazda yeniden düzenleme ile yarı katı parçacıklar yumuşak ve yoğun şekilde hızlı hale gelir. Geçici LPS'de, sıvının sinterleme sıcaklığında katı içinde tamamen çözünür. Isıtma esnasında, zaman geçtikçe sıvı oluşur ve bir alaşım oluşturdukça da kaybolur. Katı parçacık düzenlemesinden önce sıvının alaşımlaması yayılabildiğinden dolayı bu sinterleme türü işlem koşullarına duyarlıdır (German, 2005).



Şekil 2.8. Sıvı faz sinterlemesi mekanizmalarının şematik gösterimi (German vd., 2009).

2.4.8. Mg Tozunun Sinterlenmesi

Yüksek kayma gerilmeli PM üretimi olmaksızın Mg esaslı tozun yüzeyini yok etmeyen kararlı bir oksit tabakasının üretimi için Mg'nin, uygun olmadığı ileri sürülmüştür. Oksit çok kararludur ve difüzyon için etkili bir engeldir. Soğuk izostatik presleme, sıcak izostatik presleme, sıcak presleme ve konvansiyonel sinterlemenin oksit tabakasına çok fazla hasar verdiği düşünülmektedir. Önerilen yöntem, numuneyi 64 saate kadar sıcaklıklarda daha fazla oksidasyona karşı korumak için karmaşık bir sinterleme düzeneği gerektirir. Araştırmalar, sinterleme özelliklerini iyileştirmek amacıyla geçici bir sıvı faz oluşturmak için kalsiyum ilave ederek

oksijen emicilerin magnezyum tozunun sinterlenmesinde esas olduğu sonucuna varmıştır. Geleneksel olarak, Mg PM alaşımının sinterlenmesi, yüksek sıcaklıklarda yapılan ısıtma sırasında en uygun oksidasyon koruması sağlamak için inert bir Ar atmosferi altında gerçekleştirilir (Burke vd., 2011). Burke, sinterleme atmosferinin saf Mg tozunun sinterleme davranışına etkisini incelemiştir.

2.5. Mg MMK'lerin Mekanik Özellikleri

Çekme mukavemeti ve Young modülü gibi magnezyum veya magnezyum alaşımının mekanik özellikleri, daha önce açıklandığı üzere TiC ve TiB₂ parçacıkları gibi matris malzemesine uygun seramik takviye parçacıklarının eklenmesiyle geliştirilebilir. Aynı zamanda, bu iyileştirme, ölçeklenebilirlik ve ek maliyetler gibi diğer performanslara göre düzenlenmelidir.

2.5.1. Çekme Mukavemeti

Magnezyum esaslı kompozitlerin rijitlik, sertlik, çekme mukavemeti ve aşınma direnci genellikle takviye edici partiküllerin veya kısa liflerin hacim yüzdesindeki artışla birlikte artmakta ve süneklik azalmaktadır. Hibrid takviye malzemesi birden fazla tek parçacık veya kıl eklenerek takviye edilebilir (Dey ve Pveey, 2015). Matris alaşımı, tane mukavemetlendirmesi olarak işlem sertleşmesi, yük transferi ve tane küçültme Mg esaslı kompozit malzeme mukavemetlendirme mekanizması ile elde edilebilir. Matris içerisindeki ince parçacıkların ve sert parçacıkların dağılımı yer değiştirme hareketini önemli ölçüde engeller ve böylece malzemenin mukavemeti artar. Ayrıca, magnezyum mukavemetinin tane boyutuna oldukça duyarlı olduğu söylenebilir. Bu nedenle, magnezyum alaşımının ve onun kompozitinin oda sıcaklığında daha yüksek mukavemetli olması, tane küçültme ile elde edilebilir (Daudin vd., 2017). Tablo 2.1 TiC veya TiC-TiB₂ parçacıkları ve takviyesiz alaşımları olan ve piyasada bulunan magnezyum ana malzemelerini göstermektedir (Zhang, vd., 2006; Xiuqing vd., 2005).

Tablo 2.1. Oda Sıcaklığında In-situ Magnezyum Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri (Xiuqing vd., 2005).

Malzeme	E(GPa)	YS(MPa)	UTS(MPa)	Uzama (%)
AZ91	45	97	165	2,5
AZ91-hacimce %5 TiC	47,5	106	197	1,9
AZ91- hacimce %8 TiC	49,1	113	225	1,2
AZ91- hacimce %10 TiC	50,7	114	232	1,1
AZ91-ağırlıkça %8 (TiC-TiB ₂)	53	95	298	2,4

Bu kompozitlerin tümünün, matris alaşımına seramik sert parçacıkların ilave edilmesiyle, takviyesiz alaşımlara kıyasla daha yüksek mukavemete sahip oldukları açıktır. Ek olarak, Tablo 2.2’de gösterildiği gibi, kompozitlerdeki tane küçültme ve yüksek yer değiştirme yoğunluğu nedeniyle ağırlıkça %8 AZ91 alaşımına kıyasla TiC/AZ91’in mekanik özellikleri geliştirilmiştir (Colaco ve Vilar, 2003).

Tablo 2.2. Ağırlıkça %8 TiC/AZ91D matrisli kompozit ve AZ91D alaşımının mekanik özellikleri (Colaco ve Vilar 2003).

Malzeme	E(GPa)	Tane Büyüklüğü (µm)	YS(MPa)	UTS(MPa)	Uzama (%)
AZ91	45±0,5	62±2	95±0,5	198±0,5	2,5±0,5
AZ91- hacimce %8 TiC	49,1±0,5	12±2	115±0,5	235±0,5	1,0±0,5

2.5.2. Süneklik

Çoğu durumda, sert seramik parçacıkları, sert parçacıkların yer değiştirme hareketi nedeniyle magnezyum matrisli kompozitlerin sünekliliğini azaltır. Element metal tozlarla takviye edilmiş magnezyum matrisli kompozitler, parçacık ve ara yüzey kırığı olasılığının düşük olması nedeniyle seramik takviyeli magnezyum esaslı kompozitlerle karşılaştırıldığında daha iyi süneklik gösterir (Ye ve Liu, 2004). Tablo 2.5 ve 2.6’da gösterildiği gibi, sert seramik takviyeli parçacıkları ekleyerek uzama azaltılmıştır.

2.5.3. Sertlik

Jiang, Li ve Wang (2003), hacimce %10 oranında TiC-takviyeli AZ91 matris kompozitinin sertliğinin, sertleştirilmemiş matris alaşımına kıyasla %40 civarında arttırıldığını göstermişlerdir. Ayrıca, Ma vd. (2005), ağırlıkça %5.5 TiC-TiB₂ parçacıklarının AZ91'in sertliğini, takviye edilmemiş AZ91D matrisine kıyasla %42 arttırdığını göstermişlerdir. Ek olarak, Zhang vd. (2006) ağırlıkça %8 TiC-TiB₂ parçacıkları ile takviye edilmiş Mg MMK'nin sertlik derecesinin takviye edilmemiş AZ91D'ye kıyasla %60 civarında arttığını bulmuşlardır. Sertlikteki artışın, (a) matriste TiC veya TiC-TiB₂ parçacıklarının bulunması ve (b) bu parçacıkların varlığı nedeniyle ana malzemenin lokalize plastik deformasyonuna daha yüksek direnç gösterilmesinden kaynaklandığı sonucuna varılabilir.

2.5.4 Young Modülü

Zhang vd. (2006), matristeki parçacıkların hacim yüzdesini kontrol ederek mukavemet, süneklik ve Young modülü gibi değişik mekanik özelliklerin elde edildiğini bulmuşlardır. Sonuçlar AZ91D alaşımının %10 TiC ile mukavemetlendirildiği Young modülünün 50.7 GPA'ya arttığını göstermektedir. Ayrıca, Zhang vd (2006) ağırlıkça %8 TiC AZ91 alaşımına takviye edildiğinde, Young modülünün 49.1GPa'a arttığını belirlemiştir. Xiuqing vd. (2005), takviye edilmemiş AZ91 alaşımındaki Young modülünün ağırlıkça %8 TiC-TiB₂ parçacık takviyeli malzemede 45 GPa'dan 53 GPa'ya önemli derecede arttığını bildirmiştir.

2.6. Saf Mg ve Mg-Matrisli Kompozitlerin Korozyon Özellikleri

2.6.1. Saf Magnezyumun Korozyon Özellikleri

Çoğu metal ve alaşımlar gibi, magnezyumun korozyonunun da kontrol edilmesi doğal yüzey filmlerine bağlıdır. Ancak, bu filmin özü henüz tam olarak anlaşılmamıştır. İyi bir pasif membran; zararlı anyonların veya oksitleyici maddelerin içe doğru akışına direnmek için katyonların dışarı doğru akışını sınırlama ve lokal hasar durumunda kendisini hızla tamir etme kabiliyetindedir. Çevresel ve metalürjik

faktörlere (metallerdeki elektrolitler ve safsızlıklar gibi) bağlı olarak, yüzey filmin yapısı ve bileşimi pasif membranın koruyucu kapasitesini belirler.

2.6.2. Çevresel Etkiler

Her ortamlarda yüksek korozyon direnci gösteren malzeme yoktur. Malzemenin yüksek korozyon direnci daima belirli ortamlara karşılık gelir. Magnezyumun kendi tercih edilen bir kullanım ortamı mevcuttur. Bununla birlikte, magnezyum ve magnezyum alaşımları, çelik ve alüminyum alaşımları gibi diğer malzemelere kıyasla ortamdaki daha az etkilenmektedir. Örneğin, magnezyum ve magnezyum alaşımları genellikle alkaline çözeltilerinde kararlıdır, ancak nötr ve asidik ortamlarda yüksek oranlarda çözünürler (Ferrando, 1989) .

2.6.3 Sulu Çözelti Genellikle Korozyona Uğrar

Birkaç istisna dışında, suyun bulunmasının yanı sıra oda sıcaklığı civarında önemli miktarda saf magnezyumun korozyonu görülmemiştir (Lindström vd., 2004). Su içerisindeki magnezyum çözünmesi genellikle magnezyum hidroksit ve hidrojen üretmek üzere su ile gerçekleşen elektrokimyasal reaksiyonla gerçekleştirilir. Oksijen varlığı atmosferik korozyonda önemli bir faktör olmasına rağmen, bu mekanizma oksijen konsantrasyonlarına nispeten duyarsızdır (Makar ve Kruger, 1993).

Reaksiyon (2.1), olası tüm reaksiyonları tanımlar:

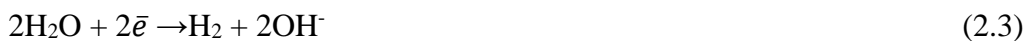


Bu net reaksiyon aşağıdaki kısmi reaksiyonların toplamı olarak ifade edilebilir:

Anodik reaksiyon:



Katot reaksiyonu:

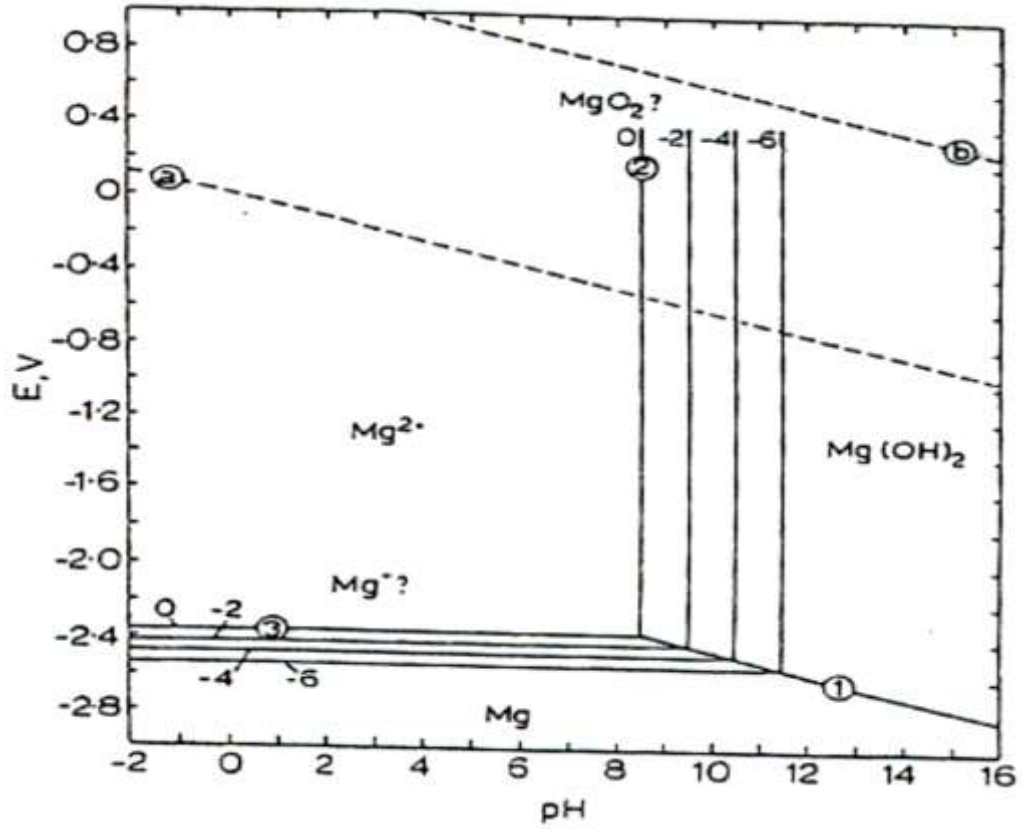


Ürünlerin oluşumu:



Hidrojen iyonu azaltma işlemi ve hidrojen aşırı gerilimi, Mg korozyonunda önemli bir rol oynamaktadır. Düşük aşırı gerilim katodu, hidrojen gelişimini artırarak önemli korozyon hızlarına neden olur (Yang vd., 2012). Şekil 2.9 Mg-H₂O sistemindeki Mg korozyon alanını göstermektedir. Su dengeleme bölgesi a ve b satırları arasındadır. a'nın altındaki potansiyelde hidrojenin salınımı; b hattının üzerinde ise oksijenin yayılması görülür. Sayılar; 2.7, 2.8 ve 2.9 numaralı reaksiyonlarda gösterilen farklı fazların reaksiyonlarını temsil etmektedir. Şekil 2.9'da gösterildiği gibi, halka numarası korozyona uğramış alanı ayırmakta (Mg²⁺ gibi çözünme faktörü), muaf alanı oluşturmakta (reaksiyona girmemiş metal, Mg) ve pasif hale gelmektedir (korozyon ürünü, Mg(OH)₂) (Makar ve Kruger, 1993). Şekil'den görülmektedir ki; potansiyel ve pH'ya bağlı olarak stabil bir filmin oluşturulabilir. Nötral ve alkalın bir ortamda, magnezyum hidroksit ürünü, alüminyum üzerinde oluşturulan oksit tabakası kadar etkili olmasa da saf magnezyum veya onun olağan alaşımları üzerinde nispeten korozif koruyucu bir etkiye sahip bir yüzey filmi oluşturabilir. Korozyon ilerledikçe, Mg(OH)₂, oluşumu nedeniyle denge pH'sı yaklaşık 11'dir. Böylece metal yüzeyinde lokal bir pH artışı gerçekleşir. Böylece membranın sağladığı koruma faktörü, maruz kalma koşullarına fazlasıyla bağlıdır. 25°C'de iki klasik KOH solüsyonuna maruz bırakıldığında, yüksek saflıktaki magnezyumun korozyon hızı yılda 10⁻²-10⁻³ mil (mpy), nötral ortamda kararlı ancak hem alkalın hem de asidik çözeltilerde kararsızdır (Ferrando, 1989).





Şekil 2.9. 25°C'de magnezyum-su sistemi için elektrokimyasal potansiyel-pH dengesi grafiği (Makar ve Kruger, 1993).

Saf sudaki magnezyumun korozyon özellikleri sıcaklığa bağlıdır. Yüksek sıcaklıklarda, sudaki korozyon direnci sıcaklık arttıkça azalır ve 100°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda korozyon özellikle şiddetlenir (Ferrando, 1989). Magnezyum çoğu asitler tarafından çözünür. Kuvvetli asitlerin seyreltik çözeltilerine ve orta zayıflıktaki asitlerde bile magnezyum hızla çözünür. Kromik asit ve hidroflorik asit gibi bazı istisnalar vardır (Tomashov, 1965). Magnezyumun kromik asitte çok yavaş çözünmesi onun asit içinde pasif hale gelmesinden kaynaklanmaktadır (Tamai vd., 2000). Magnezyumun alkali direnci ve metalin bozulması magnezyumu uzun yıllar boyunca çimento işleme için tercih edilen malzeme haline getirmiştir (Scully ve Baboian, 1995).

2.6.4. Spesifik iyonları içeren çözeltilerde korozyon

Tuzlar magnezyum için daha az koroziftir (Scully ve Baboian, 1995; Salman, Ichino ve Okido, 2010): Alkali veya toprak alkali metalleri (kromatlar, florürleri, fosfatları,

silikatları, hidratları veya nitratları) az korozyona neden olurlar veya hiç korozyona neden olmazlar. Özellikle, kromatlar, florürler, fosfatlar ve silikatlar bir tür koruyucu film oluşturduklarından dolayı kimyasal işlem ve magnezyum yüzeylerinin anodik oksidasyonu için sıklıkla kullanılmaktadırlar. Kloridler, bromürler, iyodürler ve sülfatlar genellikle sulu çözeltilerde magnezyumun korozyonunu hızlandırır. Aslında ağır metal tuzlarının tamamı olasılıkla korozyona neden olabilir. Çünkü demirfosfat çözeltilisine ek olarak magnezyum, yüksek kimyasal etkinlik nedeniyle çözeltiden ağır metalleri de çıkarmaktadır. Song vd. (1997) 1N NaCl ve Na₂SO₄ çözeltisi içinde saf magnezyumun elektrokimyasal korozyonunu incelemişlerdir. Bazı koruyucu yüzey filmlerinin NaCl'de Na₂SO₄ ve magnezyumun elektrokimyasal çözünmesinde önemli bir rol oynadığı bulunmuştur. Cl varlığı yüzey filmini daha aktif hale getirir veya doğal olarak oluşan koruyucu filmin kırılma alanını artırır ve 2.10 ve 2.11 reaksiyonlarına göre elektrokimyasal reaksiyon hızını magnezyumdan tek yüklü iyonlara doğru hızlandırır ve böylece korozyon hızını artırır. SO₄²⁻, Cl⁻'den daha az etkiye sahiptir.

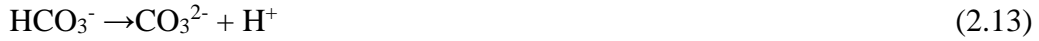


Makar ve Kruger (1998), (Reichek, Clark ve Hillis, 1985)'in derlemesinde, %3 sodyum klorür içine daldırılmış magnezyum filminin Mg(OH)₂, MgCl₂·6H₂O ve Mg₃(OH)₅Cl·4H₂O'dan oluştuğu kızıl ötesi spektroskopisi ve X-ışını kırınımı ile bulunmuştur. İlaveten, kararlı magnezyum filmi MgH₂'yi de içerir. Özellikle kromatların, dikromatların ve fosfatlar gibi oksidatif anyonların koruyucu filmlerinin oluşumu su veya tuzlu su çözeltilerinde magnezyumun korozyon direncini büyük oranda artırabilir (Tomashov, 1965).

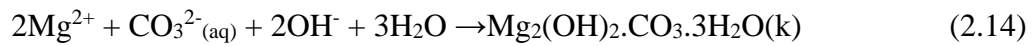
2.6.5. Havadaki korozyon

Nem, magnezyumun korozyonunda önemli bir rol oynamaktadır (McIntyre ve Chen, 1998). Magnezyum korozyonu, bağıl nemi artırır. % 10 nemde saf magnezyum 18 ay sonunda yüzey korozyonu belirtileri göstermemiştir. Ancak %30 nemde, az miktarda görünür yüzey oksit pusu ve hafif korozyon önemli bulunmuşken, %80

nemde yüzeyin yaklaşık % 30'unda amorf bir faz açıkça bulunmuş ve yüzey kayda değer korozyon göstermiştir. Kristalin magnezyum hidroksit yalnızca bağıl nem %93'ten yüksek olduğunda oluşur. Buna ek olarak, atmosferde 300 ppm CO₂ ve olağan 1 ppm SO₂'nin varlığı da yüzey filminin oluşumunda önemli bir rol oynamaktadır. Atmosferde, nemli havada karbon dioksit inhibisyonu bildirilmiştir (Lindström vd., 2004). Başlangıçta çevredeki karbon dioksit seviyesi korozyon erozyonunu artırır. Ancak, karbon dioksit varlığında korozyon hızı, maruz kalma süresi arttıkça azalır. Korozyonun ilk iyileştirilmesinin, karbonik asidin proteolizinden kaynaklandığı, bunun da 2.12 ve 2.13 reaksiyonlarında gösterildiği gibi, yüzey elektrolitin pH değerinde bir düşüş ile sonuçlandığı gösterilmiştir. Yüzey elektrolitinin düşen pH değeri, havadaki yüzey elektrolit oluşum hızını arttırmak için kullanılır.



Katot tepkimesinde üretilen veya membrandan çözünen hidroksitler karbonik asit ile karbonatlanabilir. CO₂ varlığında, hidroksil magnezyum karbonat (reaksiyon 2.14) oluşur.



Magnezyum karbonat ayrıca katı magnezyum hidroksitin karbondioksit ve su ile reaksiyonu ile oluşabilir. Magnezyum oksit filminden daha kalın bir karbonat filminin varlığı, anot ve katot tepkimelerine müdahale edebilir ve böylece korozyon hızını düşürebilir. Ek olarak, CO₂'nin proteolizi, makro motor hücrelerinin gelişimini engelleyen ve bundan dolayı nokta korozyonunun inhibisyonuna neden olan yüzey pH gradientlerinin gelişimini yansıtır. Bu nedenle, yüksek saflıkta magnezyum alaşımı yüksek bir korozyon direncine ve atmosferde demirden daha iyi performansa sahiptir. Şehir/endüstriyel alanlarda, yüzey film esas olarak MgSO₄·6H₂O ve MgSO₃·6H₂O olabilir. MgSO₄·6H₂O ve MgSO₃·6H₂O oldukça çözünür ve yüzeyden kolaylıkla yıkanıp çıkarılabilir. Bu nedenle, endüstriyel ortamda kullanılan saf magnezyumun korozyon direnci düşüktür (Ferrando, 1989; Salman vd., 2010).

2.7. Magnezyum Alaşımı Korozyon Şekli

2.7.1. Galvanik Korozyon

İki farklı metal korozif veya iletken çözeltilerle temas halinde olduğunda potansiyel fark, onların arasında elektron üretir. Daha aktif olan metal bir anot haline gelir ve korozyona uğrar ve daha az aktif olan metal katot haline gelir ve korunur. Bu korozyona elektro-kaplama korozyon veya bimetalik korozyon denir. Magnezyum ve alaşımları elektro-kaplama korozyona karşı çok hassastır. Çünkü Tablo 2.3’de gösterildiği gibi magnezyum tüm mühendislik metalleri için en düşük standart potansiyele sahiptir (Song ve Atrens, 2003). Elektrokimyasal korozyon iki farklı aşama arasında ortaya çıkabilir. Şekil 2.11, bu iç ve dış elektriksel korozyonu göstermektedir (Song ve Atrens, 1999). Magnezyum ve alaşımları diğer metallerle temas ettiğinde hidrojen diğer metallerden kurtulurken magnezyum ve magnezyum alaşımları korozyona uğrarlar. Magnezyum ve magnezyum alaşımları, safsızlıklar veya alaşım elementleri nedeniyle ikinci fazı içerdiğinde, faz dağlanır ve Şekil 2.10 ve Şekil 2.11’de gösterildiği gibi hidrojen ikinci fazda serbest bırakılır.



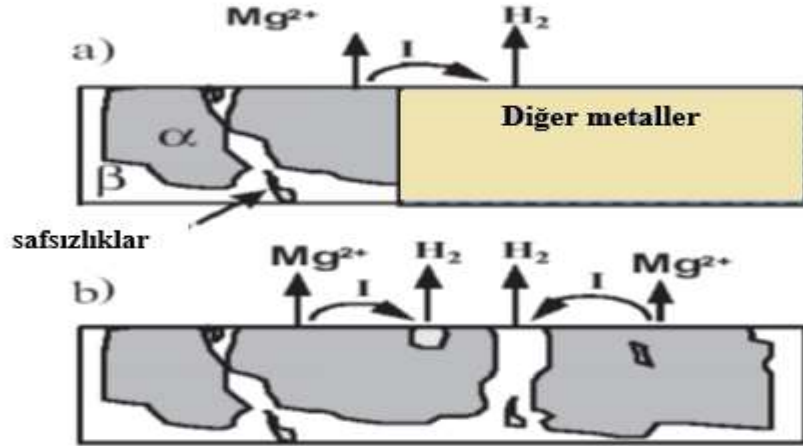
Şekil 2.10. ASTMB117 tuz sis testi sonrası galvanik korozyon test silindiri (Muñoz, 2012).

Tablo 2.3, magnezyum ve olağan magnezyum alaşımlarının ikinci fazı için tipik korozyon potansiyel değerlerini göstermektedir (Song vd., 2004).

Tablo 2.3. Metal Standart EMF Serileri (Makar ve Kruger, 1993)

Au-Au ⁺³	Pt-Pt ⁺²	Pd-Pd ⁺²	Ag-Ag ⁺	Hg-Hg ₂ ⁺²	Cu-Cu ⁺²	H ₂ -H ⁺	Pb-Pb ⁺²	Sn-Sn ⁺²	Ni-Ni ⁺²
1.498	1.2	0.987	0.799	0.788	0.337	0.000	-0.126	-0.136	-0.25
Co-Co ⁺²	Cd-Cd ⁺²	Aktif veya anodik	Fe-Fe ⁺²	Cr-Cr ⁺³	Zn-Zn ⁺²	Al-Al ⁺³	Mg-Mg ⁺²	Na-Na ⁺	K-K ⁺
-0.277	-0.403		-0.440	-0.744	-0.763	-1.662	-2.363	-2.714	-2.925

Tablo 2.4'den, Mg-Al alaşımadaki en etkili katodun, demir açısından zengin faz, özellikle de demir-alüminyum metallerearası faz FeAl₃ olduğu bulunmuştur. FeAl₃, potansiyel ve düşük hidrojen aşırı gerilimine dayanan Mg-Al alaşımında bulunan en zararlı katot fazlarından biridir. Al-Mn fazı da zararlıdır ve magnezyum alaşımlarının korozyon ve yüzey işlemlerinde Mg₂Si'nin hiçbir etkisinin olmadığı görülmüştür.



Şekil 2.11. (a) Dış Galvanik korozyon. (b) İç Galvanik korozyon (Song ve Atrens, 1999; Daudin vd., 2017).

Tablo 2.4. Magnezyumun tipik korozyon potansiyeli ve genel magnezyum ikinci fazı (% 5 NaCl çözeltilerinde Mg(OH)₂'nin duyarsızlaştırılmasından 2 saat sonra) (Song vd., 2004).

Metal	Mg	Mg ₂ Si	Al ₆ Mn	Al ₄ Mn	Al ₈ Mn ₅	Mg ₁₇ Al ₁₂	
E _{corr} VSCE	-1.65	-1.65	-1.52	-1.25	-1.2	-1.19	
Metal	Al ₈ Mn ₅ (Fe)	Beta-Mn	Al ₄ Mn	Al ₆ Mn(Fe)	Al ₆ (MnFe)	Al ₃ Fe(Mn)	Al ₃ Fe
E _{corr} VSCE	-1.17	-1.15	-1.1	-1	-0.95	-0.74	-0.45

Mg-Alaşımadaki matris α fazı genellikle ilk önce dađlanmıř olan ikinci faza ait bir anottur. Song vd., (1998) ve Cakmak vd., (2010) ana alfa ve ötektik fazların farklı alüminyum içeriklerinin farklı elektrokimyasal davranıřlara sahip olduđunu ileri sürmüřlerdir. Primer ve ötektik alfa, beta fazlı elektro-kaplamalı korozyon hücrelerini oluşturabilir. Ortamın yüksek iletkenliđi, anot ve katot arasındaki büyük potansiyel farkı, katodun anoda olan alan oranı ve anot ile katot arasındaki mesafe nedeniyle elektrolitik korozyon hızı artar. Song vd. (1998), AZ91D ve 380 alüminyum alařımlarının, 4150 yüksek mukavemetli çeliklerin ve saf çinko'nun korozyon davranıřını incelemiřtir. Kaplama etkisi, alüminyum ve çinko katotlar için bir derece katot koruması sađlıyor olsa bile, bu metallerin tuz solüsyonunda özellikle de anot/katot birleřiminden uzak alanlarda çözünmemesinin hâlâ kaçınılmaz olduđu bulunmuřtur. AZ91D anot yüzeyine akan çözünmüř Zn^{2+} veya Al^{3+} iyonları çinko veya alümina veya hidroksit oluşturacak řekilde tepkimeye girerek sonunda AZ91D yüzeyinde birikirler. Bu ürünler AZ91D yüzeyi için bir derece koruma sađlayabilir.

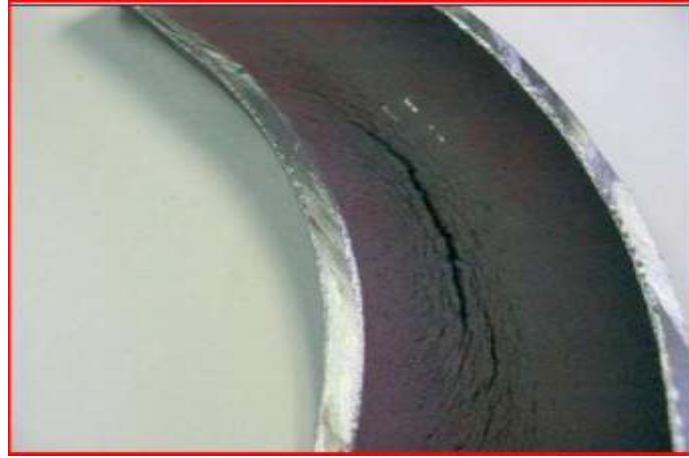
2.7.2. Gerilmeli Korozyon Çatlaması (SCC)

Gerilmeli korozyon çatlaması, belirli aşındırıcı ortamların neden olduđu çekme gerilmeleri ve çatlakların eşzamanlı varlıđını ifade eder (Song ve Atrens, 2003). Saf magnezyumun atmosferik ve sulu ortamlarda gerilmeli korozyon çatlamasının olmayacađı düşünölmektedir ve akma mukavemetine yüklendiđinde etkisiz olduđu bildirilmemiřtir (Scully ve Baboian, 1995). Laboratuvar ve atmosferik maruz kalmalarda, sırasıyla %6,8 ve %9 alüminyuma sahip AZ, AZ80 ve AZ91 ile alüminyum içeriđi artma eđiliminde olan magnezyum içeren alařımların genel olarak SCC'ye en çok duyarlı olduđu düşünölmür, AZ31, dövölmüř %3 alüminyum alařım uygulamalarında kullanıldıđında ise SCC'ye yüksek duyarlılık gösterir ve iyi korozyon direncine sahip olduđu düşünölmür (Scully ve Baboian, 1995). Zirkonyum veya zirkonyum ve nadir toprak elementleri ile alařımlanmıř ZK60 ve ZE41 gibi magnezyum-çinko alařımları genellikle hafif derecede duyarlı kabul edilir ve alüminyum veya çinko içermeyen magnezyum alařımları ise SCC'ye karřı en dirençli olanlardır. Örneđin, çekme gerilmesi altında akma mukavemeti yüksek olmadıđında M1 alařımı, alařımsız Mg'nin kendisi gibi %1 manganez alařımı, SCC'ye iliřkin kanıt göstermez (Song ve Atrens, 1999). Magnezyumdaki SCC temelde kristaldir.

Bazen taneler arası SCC, Mg-Al-Zn alaşımında tane sınırı boyunca $Mg_{17}Al_{12}$ 'nin çökmesinin sonucudur (Song ve Atrens, 1999).

2.7.3. Yorulma Korozyonu

Magnezyum alaşımının yorulma korozyonu nadiren araştırılmıştır. Örneğin, AZ31 saatte 105 devirde havada dolaşır ve daha sonra nem %50'yi aştığında yorulma mukavemetinde yavaş bir düşüş göstermek için artmış bir nem seviyesine geçer. %93 bağıl nemde, ölçülen yorulma mukavemeti, kuru havadaki yaklaşık %75'ine kadar düşer (Song ve Atrens, 1999). Korozyon yorulma çatlakları karışık kristaller arasında kafes şeklinde ilerlerler ve korozyon yorulma çatlak ilerleme hızı gerilmeli korozyon çatlama aynı ortamda hızlandırmaktadır. Magnezyum alaşımlarının korozyon ve yüzey işleminde AZ91-T6'nın %3.5'lik tuzlu suda korozyon direnci Şekil 2.12'de gösterildiği gibi havadayken sahip olduğu korozyon direncinden anlamlı derecede düşüktür.

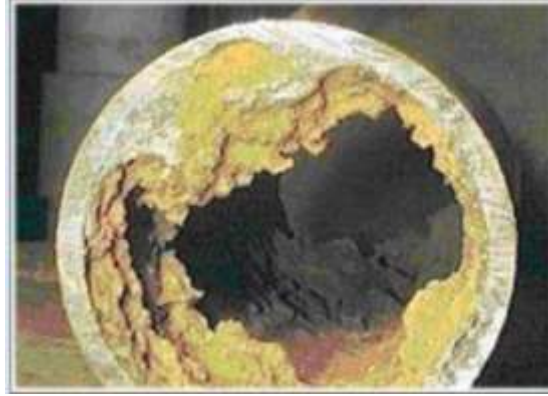


Şekil 2.12. Korozyon yorulma çatlaklarının çoklu dizisi (Dooley ve Bursik, 2009).

2.7.4. Çukurcuk Korozyonu

Mg ve Mg-Alaşımlarına yönelik bu lokal aşınma çeşitlerini ele alan az sayıda çalışma vardır. Çünkü genel, akım veya stres korozyonu gibi diğer korozyon türleri daha ciddi bozulmaların nedenleridir. Mg ve Mg-Alaşımlarının nokta korozyonu, dökümlerin çukurlaşma davranışını, hızla katılmış Mg-Alaşımlarının çukurcuklaşma davranışıyla mukayese etmekle kullanılmaktadır. Makar ve Kruger

(1990), hızla katılaşılan AZ61'in çeşitli Cl⁻ içeren tamponlanmış karbonat çözeltilerinde AZ61'den daha iyi çukurlaşma direnci gösterdiğini belirlemişlerdir. Ayrıca, hızlı kürleşen AZ61 çukurunun daha yüksek potansiyellerde oluşmaya başladığı ve çukur büyüme hızının dökme AZ61'e göre önemli derecede düşük olduğu bulunmuştur. Czerwinski (2004)'ün derlemesinde, hızlı katılma ve magnezyum dökümü arasındaki fark incelenmiştir. Metalik cam Mg₇₀.Zn₃₀ korozyona karşı daha iyi direnç gösterir. Buna ek olarak, metal cam üzerindeki film, çukurlaşmaya karşı, saf Mg'den daha dirençlidir. Camsı Mg-Alaşımlarının, saf Mg, Zn veya birkaç başka kristal Mg esaslı alaşımdan daha kararlı bir pasifleştirme filmi sergilediği bulunmuştur. Ağır metal kirliliği yaygın çukurcuk aşınmalarını artırır. Mg-Al alaşımlarında, çukurlar tipik olarak Mg₁₇Al₁₂ ağı boyunca aşınır ve bunu tanelerin kesilmesi ve dökülmesi izler (Song ve Atrens, 1999).



Şekil 2.13. Çukurcuk korozyonu, Mg-Alaşımlarının yüzeyinde küçük delik (Handbook, 1987)

2.7.5. Lif şeklindeki korozyon

Lif şeklindeki korozyon hareket eden takım yüzeyindeki metalin aktif korozyonundan kaynaklanır. Kafa anot ve kuyruk katottur. Koruyucu kaplamada anodik oksit lif şeklindeki korozyona uğramaktadır. Kaplanmış saf magnezyum lif şeklindeki korozyona uğramaz. Bununla birlikte, kaplanmamış AZ91'de lif şeklindeki korozyon oluşabilir ve bu da alaşım üzerinde nispeten dirençli bir oksit tabakasının oluşumuna işaret eder (Song ve Atrens, 1999).

3. MATERYAL VE METOT

Bu bölüm test ekipmanlarının özelliklerini ve deneysel prosedürleri içerir. Mg esaslı kompozitlerin mekanik özelliklerini ve korozyon davranışını iyileştirmek için bileşim unsurları Bölüm 3.6'da açıklanan Taguchi Yöntemi kullanılarak optimize edilmiştir. Kullanılan cihaz ve farklı test prosedürleri daha sonraki bölümlerde açıklanmıştır. Deney malzemelerinin hepsi Mg-Al matrisli karbür takviyeli kompozitlerdir. Erimiş matristeki seramik parçacıklarının dağıtılması zor olduğu için, toz metalurjisinin alternatif bir teknoloji olduğunu düşünülmektedir. Toz metalurjisi, döküm yöntemine kıyasla mikroyapıyı daha iyi kontrol etme avantajına sahiptir. SiC takviyeli magnezyum matrisli kompozitler, SiC takviyeli matris kompozitler ve B₄C takviyeli (Mg-Alaşım) matris kompozitler gibi çok çeşitli Mg matris kompozitler mevcut işlemde toz metalurjisi ile üretilmiştir.

3.1. Malzeme Özellikleri ve Üretim Yöntemleri

Bu çalışmada karbür takviyeli Mg-Al matrisli kompozitler toz metalurjisi yöntemlerinden biri olan sıcak presleme ile üretilmiştir. Optimum üretim parametrelerini ve katkı maddelerinin türünü ve oranını belirlemede Taguchi Yöntemi kullanılarak bu kompozitlerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Katkı maddesi olarak B₄C, SiC, Mo₂C ve TiC kullanılmıştır. Matris malzemesi olarak, % 99.8 saflıkta ve -325 mesh'lik tane boyutuna sahip Mg ile %99.5 saflıkta ve -325 mesh'lik tane boyutuna sahip Al'un %95 Mg + %5 Al (ağırlıkça) şeklinde karıştırılmasıyla oluşan alaşım kullanılmıştır. Tüm karbürler -325 meshlik bir tane boyutuna sahip olup, %99.5 saflıktadır. Üretimde kullanılan parametreler ve seviyeleri Tablo 3.1'de listelenmiştir.

Tablo 3.1. Kompozit üretimde kullanılan parametreler ve seviyeler

Parametreler		Seviyeler			
		1	2	3	4
A	Sinterleme sıcaklığı (°C)	400	450	500	550
B	Sinterleme süresi (dakika)	1	3	5	7
C	Katkı Maddesi Türü	B ₄ C	SiC	Mo ₂ C	TiC
D	Katkı oranı (ağırlıkça %)	0	2.5	5	10

Taguchi Yöntemi kullanılarak yapılacak optimizasyon çalışmalarında katkı türü, takviyenin katkı miktarı, sinterleme işlemi ve sinterleme sıcaklığı üretim parametreleri olarak kullanılmıştır ve her deney en az iki kez tekrarlanmıştır. Bu çalışmada, $L_{16}(4^4)$ ortogonal faktöriyel tasarım kullanılmış olup, bu çalışma için seçilen deney planı Tablo 3.2'de gösterilmiştir. Matriste hedeflenen performansın elde edilebilmesi için kompozit üretimde seçilen tozların çok iyi karıştırılmasının ve homojen bir şekilde matriste dağılmasının sağlanması gerekmektedir. Uygulamada şekil 3.1'de verilen üç eksenli dönme prensibi ile çalışan karıştırma mikserleri kullanılmıştır. Öncelikle hazır olarak verilen magnezyum tozuna ağırlıkça %5 oranında alüminyum ilave edildi. Bu karışım 20 m/m hızla 30 dakika karıştırıldı. Daha sonra, farklı oranlarda B_4C , SiC , Mo_2C ve TiC tozları karışıma ilave edildi ve toz karıştırma mikseri içinde 120 dakika boyunca 20 m/m hız ile karıştırıldı. Kompozit tozu karışımının içine ağırlıkça %1'lik PEG (polietilen glikol) ilave edildi, böylece dağılım bozulmadı, matris tozları grafit kalıplarından dökülmedi ve kalıp ile toz arasındaki sürtünme en aza indirildi. Karıştırma işlemi tamamlandıktan sonra, karışımın hava ile temas etmemesi ve oksitlenmemesi için karışım, saklama poşetlerinde muhafaza edildi.

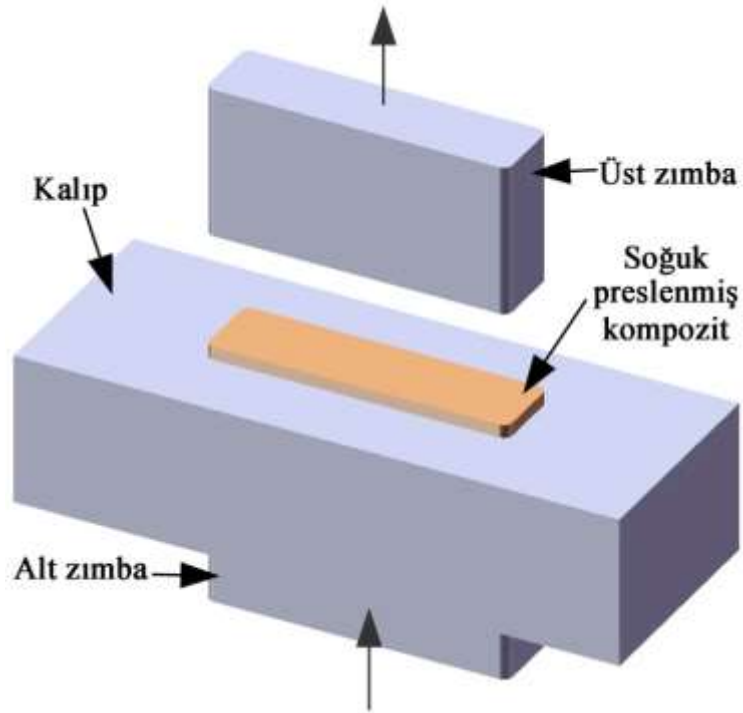
Tablo 3.2. *Taguchi deney tasarımı*

Deney No	Parametreler				Deney Planı			
	A	B	C	D	A (°C)	B (dakika)	C (Tür)	D (%w)
1	1	1	1	1	400	1	B_4C -katkısız	0
2	1	2	2	2	400	3	SiC	2,5
3	1	3	3	3	400	5	Mo_2C	5
4	1	4	4	4	400	7	TiC	10
5	2	1	2	3	450	1	SiC	5
6	2	2	1	4	450	3	B_4C	10
7	2	3	4	1	450	5	TiC -katkısız	0
8	2	4	3	2	450	7	Mo_2C	2,5
9	3	1	3	4	500	1	Mo_2C	10
10	3	2	4	3	500	3	TiC	5
11	3	3	1	2	500	5	B_4C	2,5
12	3	4	2	1	500	7	SiC -katkısız	0
13	4	1	4	2	550	1	TiC	2,5
14	4	2	3	1	550	3	Mo_2C -katkısız	0
15	4	3	2	4	550	5	SiC	10
16	4	4	1	3	550	7	B_4C	5



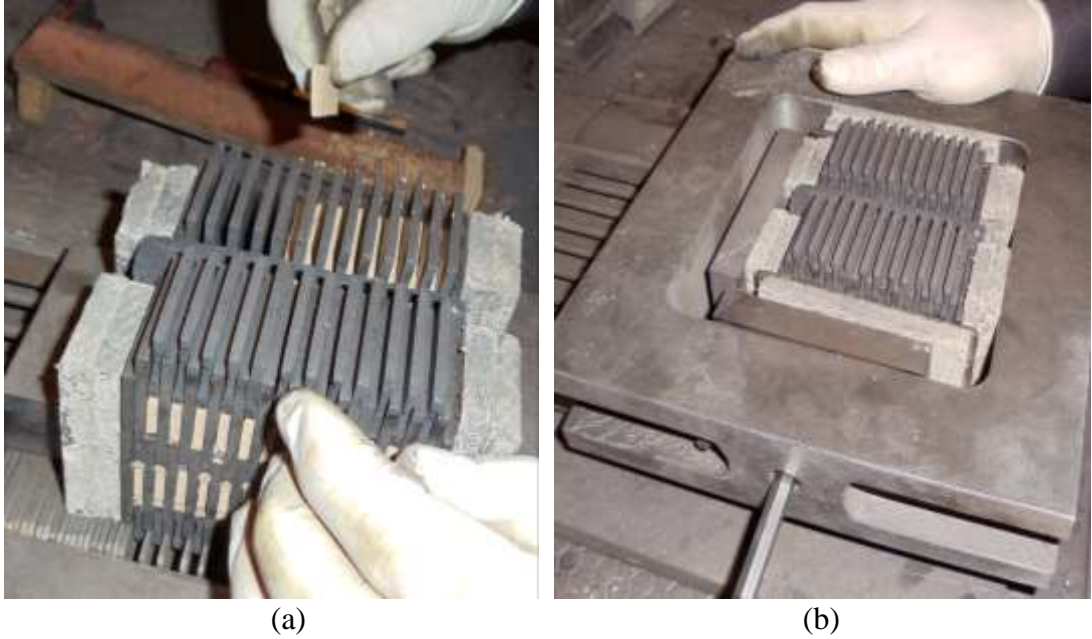
Şekil 3.1. Toz mikseri (Turbula)

Üç eksenli döndürme prensibi ile çalışan mikserlerle karıştırılan toz karışımları hidrolik soğuk presleme cihazı ile preslenmiştir. Soğuk presleme şematik çizimi Şekil 3.2’de görülmektedir. Soğuk preslemenin amacı, sıcak preslemeden önce toz alaşımlarının grafit kalıplara yerleştirilmesini sağlamak ve aynı zamanda daha küçük hacimli kalıpları kullanmaktır.



Şekil 3.2. Soğuk preslemenin şematik çizimi

Daha sonra soğuk kalıplanan kompozitler, Şekil 3.3a'da gösterildiği gibi grafit kalıplara yerleştirildi. Grafit kalıp plakaları hazırlandı ve ardından kompozitler bu plakaların arasına yerleştirildi ve daha sonra bu şekilde kalıp kapatıldı. Plakaların kaymaması ve plaka sırasının değişmeden kalması için bu plakalar, tork anahtarı kullanılarak 100 N'luk bir kuvvet ile çerçevedeki vidalardan sıkıldı (Şekil 3.3b). Bu arada, ısı yalıtımını sağlamak için kalıp ve çerçeve arasına çevre plakası yerleştirildi. Kalıbın merkezinde grafit bölümünde çapı 3.5 mm olan bir delik açıldı ve sıcaklığın doğru bir şekilde ölçülebilmesi için termokuplun ucu kalıbın ortasına yerleştirildi. Soğuk preslenen kompozitler kalıplara konulmadan önce, kalıplar grafit kalıplarının yapışmaması için çinko nitrürle yağlandı. Grafit kalıp; üst baskı grafiti, alt baskı grafiti ve yan destek grafit elemanlarından oluşmaktadır.



Şekil 3.3. (a) Grafit kalıplara koyma ve (b) kalıpları sıkma

Grafit kalıplara yerleştirilen kompozitler, Tablo 3.2'deki Taguchi Deney Planına göre doğrudan dirençli ısıtma prensibi (Zhengzhou Golden Highway, SMVB 80, Çin) ile çalışan bir PLC kontrollü vakumlu sıcak presleme cihazı ile sıcak preslendi.

3.2. Mekanik Özellikler

Mekanik özellikler uygulanan gerilmelere karşı malzemenin göstermiş olduğu karakteristik tepkileridir. Belirli bir uygulama için yapılacak mekanik testlerin

seçimi; öncelikle belirli bir aralıkta bulunan özelliklere sahip belirli bir malzeme sınıfının çoğunluğunun başarılı bir şekilde kullanıldığı deneylere dayanmaktadır. Daha sonra, aynı mekanik özelliklere sahip aynı malzemenin yeni guruplarının, aynı uygulamada tatmin edici bir performans göstereceği öngörülebilir.

3.2.1. Yoğunluk Ölçümü

Kompozit yoğunluklarını belirlemek için, üretilen tüm numunelerin yoğunlukları, ASTM B 311-08 stveardında belirtildiği gibi, Arşimet kanunu'na göre 10^{-4} hassasiyetli bir terazi ile ölçülmüştür. İlk olarak numunelerin havadaki kuru ağırlıkları bu yöntemle ölçülmüştür ve daha sonra numuneler katranlı bir metal sepete yerleştirilmiş ve sıcaklığı ölçülen saf suyla dolu bir ölçü cam kabına batırılmıştır. Suyun içindeki numunelerin ağırlığı tekrar ölçüldükten sonra, yoğunluk değerleri aşağıdaki denklem ile hesaplanmıştır.

$$d = \frac{(A) \times (d_s)}{A - B} \quad (3.1)$$

Bu denklemde; d= Numunenin yoğunluğu (gr/cm^3), A=Numunenin havadaki ağırlığı (gr), B=Numunenin sudaki ağırlığı (gr), d_s =Suyun ölçüm sıcaklığındaki yoğunluğudur (gr/cm^3). Bu değerler elde edildikten sonra, sinterleme işlemi sonunda elde edilen kompozitlerin teorik (yani hesaplanan) yoğunluğa göre ne dereceye kadar ulaşabildiğini belirlemek için numunelerin bağıl yoğunlukları aşağıdaki formüle göre hesaplandı.

$$\rho_b = \frac{\rho}{\rho_k} \times 100 \quad (3.2)$$

Burada; ρ_b = Bağıl yoğunluk (%), ρ =DeneySEL olarak ölçülen yoğunluk (gr/cm^3), ρ_k =Toz karışımlarının oranlarına dayanarak hesaplanan teorik yoğunluk (gr/cm^3).

3.2.2. Sertlik Ölçümü

Sertlik malzemelerin çizilme, aşınma, çentik ve benzeri kalıcı deformasyona karşı gösterdikleri direnç olarak tanımlanır. Prensipte olarak, sertlik testinin önemi, malzemenin sertliği ve diğer özellikleri arasındaki ilişki ile ilgilidir. Örneğin, hem sertlik testi hem de çekme testi, bir metalin plastik akışa direncini ölçer ve bu testlerin sonuçları birbirine paralel olabilir. Sertlik testi tercih edilir, çünkü basit, kolay ve nispeten tahribatsızdır.

Günümüzde kullanılan bir çok sertlik testi vardır. Tüm bu farklı sertlik testlerinin gerekliliği, yumuşak kauçuktan sert seramiklere kadar geniş bir sertlik aralığının mevcudiyetinden kaynaklanmaktadır. Sertlik testi, makro sertlik ve mikro sertlik olmak üzere iki kategoriye ayrılır. Makro sertlik, 1 kg'dan fazla girintide uygulanan yüklerle yapılan testleri ifade eder ve örneğin, ağır kalıplarda alet, kalıp ve tabaka malzemesinin testini kapsar. Mikro sertlik testinde, uygulanan yükler 1 kg ve altındadır ve test edilen malzeme çok ince (0,0125 mm veya 0,0005 inç'e kadar) dir. Uygulamalar son derece küçük parçalar, ince yüzeysel olarak sertleştirilmiş parçalar, kaplanmış yüzeyler ve malzemelerin bireysel bileşenlerini içerir.

1. Makro Sertlik Sertlik Test Cihazları Yükleri > 1 kg

Rockwell

Brinell

Vickers

2. Mikro Sertlik Sertlik Test Cihazları Yükleri < 1 kg

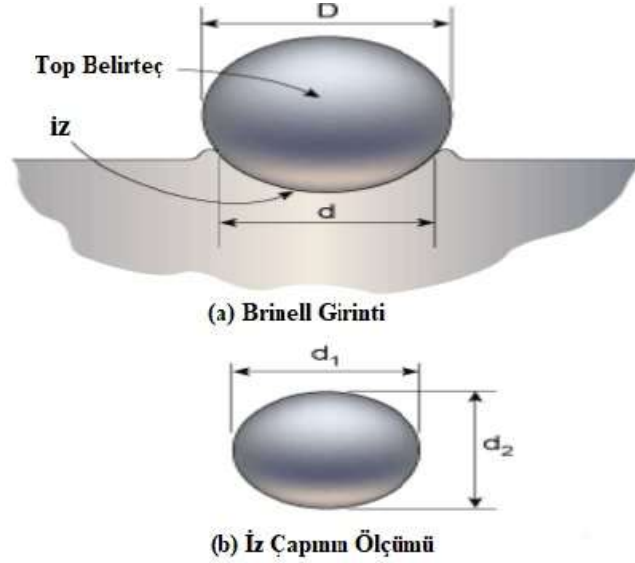
Knoop diamond

Vickers diamond pyramid

3.2.2. 1. Brinell Sertlik Testi

Brinell sertlik testi yöntemi, test maddesinin 3000 kg'lık bir yüke tabi tutulmuş 10 mm'lik sertleştirilmiş bir çelik veya karbür bilye ile girinti yapmasını içerir. Daha yumuşak malzemeler için, aşırı girinti oluşmasını önlemek için yük 1500 kg veya

500 kg'a düşürülebilir. Tam yük, demir ve çelik için 10 ila 15 saniye boyunca ve diğer metallerde ise en az 30 saniye süreyle uygulanır. Test malzemesinde oluşan girinti çapı, bir mikroskop kullanılarak ölçülür. Brinell sertlik, uygulanan yükün girintinin yüzey alanına bölünmesiyle hesaplanır. İndentör geri alındığında, Şekil 3.4'de gösterildiği gibi oluşan izin d_1 ve d_2 çapları, bir mikroskop kullanılarak ölçülür ve daha sonra ortalaması alınır.



Şekil 3.4 Brinell Sertlik Testi

$$BHN = \frac{P}{\frac{\pi D}{2} [D - \sqrt{D^2 - d^2}]} \quad (3.3)$$

Burada:

P, test yükü [kg]

D, topun çapı [mm]

d, girintinin ortalama iz çapı [mm] dır.

İz çapı (d_1 ve d_2 iki okumanın ortalaması) ve Brinell sertlik sayı tablosunun kullanılması ile Brinell sertlik basitçe belirlenebilir. İyi yapılandırılmış bir Brinell sertlik sayısı test koşullarını gösterir ve örneğin "75 HB 10/500/30" şeklindedir. Bu, 75 HB'lik Brinell Sertlik'in, 30 saniyelik bir zaman periyodu için 10 mm çapında sertleştirilmiş bir çelik kullanılarak uygulanan 500 kg'lık bir yük ile elde edildiği

anlamına gelir. Aşırı sert metallerin testlerinde çelik bilye için tungsten karbür bilya kullanılır. Diğer sertlik test yöntemleriyle karşılaştırıldığında, Brinell bilyesi en derin ve en geniş girintiyi yapar. Bu nedenle test, malzemenin tekdüzelikteki herhangi bir düzensizliği ve çoklu tane yapılarını daha doğru hesaplayarak, sertliği daha geniş bir malzeme miktarı üzerinden bulacaktır. Bu yöntem, bir malzemenin, özellikle heterojen yapılara sahip olanların yığınsal veya makro sertliğini elde etmek için en iyisidir.

Sıcak presleme yoluyla elde edilen numunelerin sertliğini belirlemek için numunelerin sertliği Şekil 3.5’de gösterildiği gibi 62.5 kg yük altında ve 2.5 mm çapında bir bilye ile Brinell olarak ölçülmüştür.



Şekil 3.5. Sertlik test makinesi

Sertlik değerleri, numunelerin orta, uç, yan ve arka taraflarından ölçülmüştür ve sertliği uygun bir şekilde belirlemek için, toplamda her numuneden 6’şar sertlik değerleri elde edilmiştir. En yüksek ve en düşük değerleri çıkarıldıktan sonra, kalan sertlik değerlerinin ortalamaları alındı ve numunelerin ortalama sertlik değerlerine ulaşıldı.

3.2.3. Üç Nokta Eğme Testi

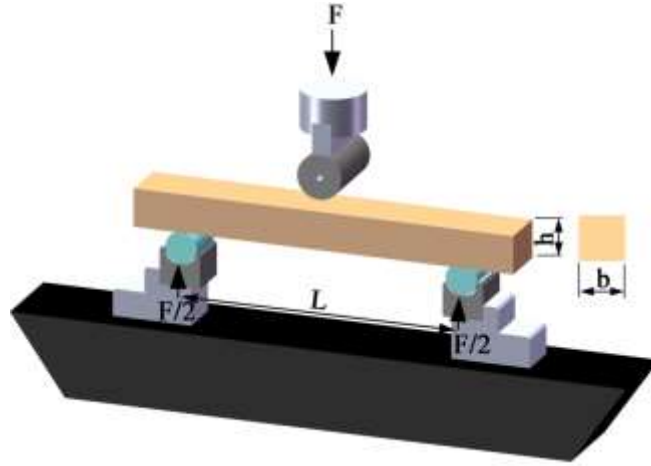
Kırılma tokluğunu belirlemek amacıyla gerçekleştirilen üç nokta eğme testi (Şekil 3.6), ASTM B 528-83a standardına ve 1mm/dakika test hızında 50 kN'luk kapasiteli universal çekme testi cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Üç nokta eğme testi için 40 mm x 10 mm x 10 mm boyutlarında numuneler kullanılmıştır.

Eğilme dayanımı belirlemek için; aşağıdaki formül kullanıldı.

$$P = \frac{3FL}{2bh^2} \quad (3.4)$$

Burada;

P= Eğilme dayanımı (MPa), F= Kırılma anında numuneye uygulanan kuvvet (N), L= Destek noktaları arasındaki mesafe (mm), b= Numunenin Genişliği (mm), h= Numunenin yüksekliği (mm)



Şekil 3.6. Üç nokta eğme testi cihazı

3.3. Mikroyapı İncelemesi

Metalografik analizler için numuneler soğuk bakalite alma tekniği kullanılarak kaba ve ince zımparalama kağıtları ile zımparalanmıştır. Zımparalanmış örnekler sırasıyla 3 ve 1 mikron elmas çözeltileri kullanılarak parlatıldı ve daha sonra HNO₃ (40 pct.) + C₂H₅OH (60 pct.) çözeltisi kullanılarak dağlanmıştır. Optik mikroskopi için Olympus

GX41 ters metalürjik mikroskop ve Stream görüntü analiz sistemi kullanıldı. SEM analizleri için FEI QUANTA 250 FEG markalı SEM cihazı kullanılmıştır. Mikroyapının kimyasal bileşimini belirlemek için SEM ile EDS analizleri yapılmıştır. Mikroyapıda oluşan fazları belirlemek için X-ışını analizi yapıldı. X-ışını analizleri Bruker D8 Advance marka cihaz kullanılarak gerçekleştirildi.

3.4. Korozyon Deneyi

3.4.1. Numune Hazırlama

Korozyon deneyinin uygulandığı numuneler ile mekanik özelliklerin incelenmesi için alınan numuneler aynı olmalıdır. Elektrokimyasal analiz (korozyon) deneyleri için numune hazırlama prosedürü dört aşamadan oluşur. Aşama 1: Polarizasyon ve Tafel polarizasyon testi için, magnezyum alaşımı ilk olarak bir bakır tele bağlandı. Aşama 2: Numuneye bir tel bağlandıktan sonra, oda sıcaklığında (polyester, saf oksijen ve potasyum permanganat) reçine karışımının olduğu bir kalıba gömülmüştür. Aşama 3: Aşama 1 ve 2'de hazırlanan tertibat, karışımın (polyester, saf oksijen ve potasyum permanganat) soğuk-kalıplaması için plastik bir kalıba döküldü. Şekil 3.7'da bu numune hazırlama aşamaları kısmen resmedilmiştir. Numuneler karışımın (polyester, saf oksijen ve potasyum permanganat) uygun şekilde kürlenmesini sağlamak için en az 4 saat bekletildi. Aşama 4: Soğuduktan sonra numuneler kalıptan çıkarıldı.



Şekil 3.7. Elektrokimyasal deneyleri için numune hazırlama prosedürleri.

Korozyon işlemi öncesi numunelerin yüzeylerindeki oksit ve yağ tabakası gibi safsızlıkları gidermek için metalografik numune hazırlama işlemleri gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.8).



Şekil 3.8. Öğütme ve parlatma ekipmanı.

3.4.2. Elektrokimyasal Test Düzenegi

Tüm elektrokimyasal korozyon testleri için Şekil 3.9'da gösterildiği gibi bir referans elektrodu (RE), çalışma elektrodu (WE) ve yardımcı elektrotu (AE) içeren üç elektrodlu bir korozyon hücresi kullanılmıştır. Hücrenin kapasitesi 1000 ml'dir. Test numunesi olan WE maruz kalan yüzeyi tüm deneyler için bir grafit çubuk olan AE'ye bakacak şekilde test hücresinin içine, ortasına yerleştirildi. Doymuş KCl ile dolu bir tuz köprüsünde bulunan Doymuş Kalomel Elektrot (SCE) tüm testler için RE olarak kullanıldı. Bu elektrot, Ozmik elektrolit direncini en aza indirmek için WE yüzeyinden yaklaşık 1-2 mm mesafeyle yerleştirildi. Tüm elektrokimyasal testler oda sıcaklığında GAMRY Referans 3000 potansiyostat kullanılarak gerçekleştirildi. RE, test edilmeden önce doymuş KCl içinde her zaman standart bir RE'ye göre kalibre edildi. Gözlemlenen herhangi bir potansiyel farkı deneysel verilerin düzeltilmesi için kullanılmıştır. Bununla birlikte, potansiyel farkı ± 10 mV'dan büyük ise, RE değiştirildi.

3.4.2.1. Sodyum klorürün elektrolit çözeltisinin hazırlanması

Belli bir konsantrasyonu hazırlamak için, istenen konsantrasyon derecesine ulaşmaya kadar, belirli bir su hacminde çözülmesi istenen katı madde (sodyum

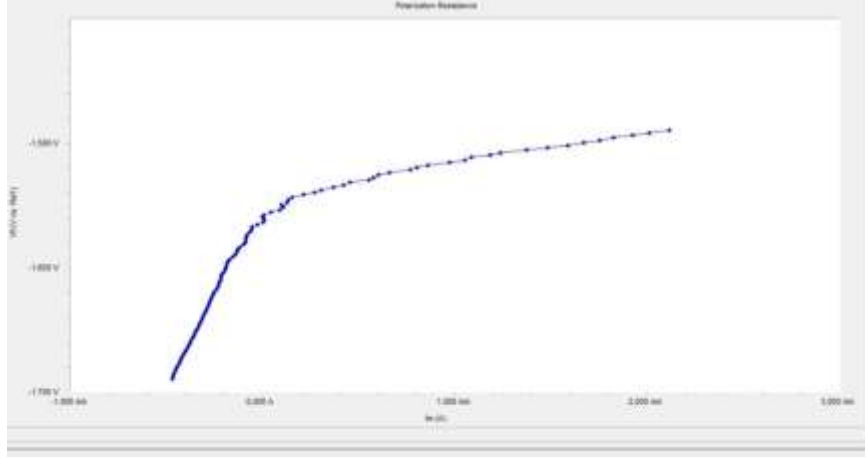
klorür tuzu) miktarını hesaplamak gerekir. Mevcut deneyde, çözeltinin konsantrasyonu 0.6M ve pH'sı 3 olarak seçildi.



Şekil 3.9. Korozyon Deneylerinin Yapıldığı Düzenek

3.4.2.2. Polarizasyon Direnci

Polarizasyon Direnci, korozyon hızını belirlemede kabul görmüş bir elektrokimyasal yöntemdir. Bu yöntem, geleneksel ağırlık kaybı yönteminden daha az zaman gerektirir ve faktörlerin yükselmesini (sıcaklık artışı gibi) gerektirmez. Dahası, polarizasyon direnci tahribatsız bir testtir, bu nedenle zaman içinde aynı numunede tekrarlanabilir. Polarizasyon direnci deneyinde, hücre gerilimi, korozyon hücresinin kararlı durum potansiyeline merkezlenmiş küçük bir potansiyel aralığında yayıldığında akım-voltaj eğrisi kaydedilir. Şekil 3.10, bir polarizasyon direnci eğrisinin ekran görüntüsünü ve R_p değerinin belirlendiği ve korozyon hızının hesaplandığı en uygun çizgiyi göstermektedir. Polarizasyon eğrisinin sayısal olarak uygunluğu, Polarizasyon Direnci (R_p) olarak tanımlanan akımın sıfıra eşit olduğu eğrinin eğimi için bir değer verir. İdeal olarak, gerilim, akım sıfıra eşit olduğunda hücrenin açık devre potansiyeline eşit olacaktır ve grafikte gösterilen veriler bu bölgede neredeyse doğrusal olacaktır. Polarizasyon direnç değeri korozyon hızı ile ters orantılıdır ve korozyon hızını hesaplamak için alaşımın bazı özelliklerinin değerleri ile birlikte kullanılabilir.



Şekil 3.10. Polarizasyon Direnç Grafiğinin Bilgisayar Ekran Görüntüsü.

3.4.2.3. Test parametreleri

Test parametreleri, Sabit Potansiyometre Arayüzü ile Gamry Sistemi Elektrokimyasal Deney Yazılımında ayarlandı. Polarizasyon direnci testi için, önemli deney parametreleri; taranacak potansiyel aralığını, tarama hızını, örnekleme süresini ve açık devre potansiyeline başlangıç gecikmesini içerir. Taranacak aralığı korozyona uğramış akünün (pilin) veya Eoc'nin açık devre potansiyeline göre ayarlanmıştır. Seçilen tarama aralığı, Eoc'nun 100 mV altında ve Eoc'nun 100 mV üstündedir. Tarama hızı 1 mV/s ve örnekleme süresi ise 1 saniyedir. Sistemin kararlı bir açık devre potansiyeline erişebilmesi için başlangıç gecikmesi 2 ila 5 dakika arasında ayarlanmıştır. Eğer sistemin kararlı bir açık potansiyele erişmesi için ek süre gerekiyorsa, başlangıç gecikmesi manuel olarak uzatılabilir. Şekil 3.9, deney düzeneği test parametrelerini görüntüleyen Gamry sistem penceresinin bir bilgisayar ekran görüntüsünü göstermektedir.

3.4.2.4. Daldırma testleri

Sonuçları değerlendirmede, kütle kaybı ile korozyon hızını temel alarak ölçülen, ağırlık kaybı yöntemini kullanarak kompozitlerin korozyon davranışı incelenmiştir. Korozyon testi test numunesini standart prosedürlere göre hazırlanan ağırlıkça %3.5'lik bir NaCl çözeltisine daldırılmasıyla yapılmıştır. Deney numunesi (40 mm x 10 mm x 10 mm) boyutlarında kesildi ve ardından düzgün bir yüzey elde etmek için 320 ila 1200'lük zımpara kağıdı ile mekanik olarak parlatıldı. Numuneler aseton ile

yağdan arındırılmış, saf suda durulanmış, havada kurutulmuş ve daha sonra 0,6 M NaCl'e ve hibrid kompleksin bir statik çözeltisine batırılmıştır. Bu elementlerin varlığı oda sıcaklığında (25°C) ağırlıkça %3.5 silisyum karbür varlığını doğrulamıştır. Daldırma testi esnasında dağlama düzeneği atmosfere maruz bırakılmıştır. Ağırlık kaybı okumaları üç gün izlenmiştir. ASTM G31'e göre her bir numunenin kütle kaybının (mg/cm²) değerlendirilmesinin uygulama önerisi şu şekildedir;

$$M. I = CW/A \quad (3.5)$$

Burada M.I kütle kaybı (mg/cm²), CW kümülatif ağırlık kaybı (mg) ve A numunenin toplam yüzey alanıdır (cm²). Herbir numunenin korozyon hızı ağırlık kaybı ölçümünden aşağıdaki ilişkiye göre değerlendirilmiştir;

$$C.R = KW/\rho At. \quad (3.6)$$

Burada, C.R korozyon hızı (mpy), W ağırlık kaybı (g), ρ yoğunluk (g/cm³), A alan (cm²), T zaman (saat), ve K ise 87500'e eşit sabittir.

$$W = WI - Wf \quad (3.7)$$

Burada W ağırlık kaybı (g), WI başlangıç ağırlığı (g) ve Wf son ağırlıktır (g). Kompozitin her bir bileşimi için üç tekrar testi gerçekleştirildi ve üç tekrarın sonuçları arasında önemli bir fark olmadığı için tekrarlanabilirlik ve çoğaltılabilirlik iyi bulundu.

3.5. Mikroskobik ve Yüzey Karakterizasyon Yöntemleri

3.5.1. Optik Mikroskopi

Optik mikroskopi (OM, Şekil 3.11.), ileri tekniklerin bir tamamlayıcısı olarak metalürjik analiz için materyal karakterizasyonunda sıklıkla kullanılır. OM çok sınırlı bir tekniktir. Özellikleri alt mikrometrik boyuta göre ayırt edemez ve gözlenen fazların doğru kimyasal ve yapısal tanımlanması da mümkün değildir. Bu

kısıtlamalara rağmen, bir metalin veya alaşımın metalürjik özelliklerine genel bir bakış sunduğundan ve bu sayede örneğin, numunenin ısı ve mekanik işlenmesi hakkında bazı bilgiler edinmek mümkün olduğundan, OM yararlı bir tekniktir. Bir gözlem yapmak için, ilk önce numuneyi bir ayna gibi tamamen yansıtıcı olana kadar parlatmak gerekir. Daha sonra pürüzsüz yüzeye kimyasal olarak bir dağlayıcı ile aşındırma yapılır. Doğru dağlayıcının seçimi, fazların en yüksek kimyasal tepkime ile görselleştirilmesine olanak sağlayacaktır. İlgili literatür incelendiğinde (Committee ve others, 2004), temel olarak her metalik sistemde fazları açığa çıkarma yeteneğine sahip olan aşındırma ayıraçlarını bulmak mümkündür.



Şekil 3.11. Optik mikroskopi görüntüsü

3.5.2. Taramalı Elektron Mikroskobu

Günümüz mühendisleri ve araştırmacıları için taramalı elektron mikroskopisi (SEM, Şekil 3.12) muhtemelen en çok kullanılan teknolojidir. Bu teknoloji sayesinde, yüzey morfolojisi, kimyasal bileşim ve kristalografi gibi heterojen organik ve inorganik numunelerde lokal özellikleri ortaya çıkarabilen mikrometre ve mikronaltı ölçekli malzemeler gözlemlenebilir ve analiz edilebilir. SEM görüntüsü yüksek vakum veya bir ultra-yüksek vakum ortamı içinde yüzey üzerinde birincil elektronun (yayılma ışını) elektron ışınına odaklanarak yayılan elektronları uygun bir dedektör ile toplayarak üretilir. Işın, ikincil elektronların, geri saçılmış elektronların, Auger elektronlarının, karakteristik X-ışınlarının ve çeşitli enerjilerin fononlarının emisyonuna yol açar. Birincil elektronlar, yüksek sıcaklıklarda termiyonik emisyonla

bir katotta, normalde tungsten filamentte üretilir ve katottaki yüksek sıcaklık, düşük parlaklık, filament maddesinin buharlaştırılması ve işlem sırasında ısıl kayma gibi çeşitli dezavantajlara sahiptir. Katot tasarımında yaşanan büyük bir gelişme ise, çok keskin kenarlı (100 nm veya daha düşük) tungstenli bir tek-kristalden oluşan alan emisyon elektron tabancası (FEG) idi; elektronların geçişi için potansiyel bariyer, bir FEG'den daha küçük olabilir ve geleneksel bir tungsten hairpin filamentine göre beş kat daha fazla bir büyüklükteki bir akım yoğunluğu üretebilir. Oluşturulan elektron demeti ivme kazanmalı ve yüzeye odaklanmalıdır; bu işlemler elektromanyetik mercekle ve bir anot ile gerçekleştirilir. Elektron demetinin son nokta boyutu 1 µm'den 1 nm'ye kadar değişebilir. SEM görüntüleri, ikincil elektronları veya geri saçılmış elektronları kullanarak oluşturulur. İkincil elektronlar, birincil elektronlar ve malzemenin atomları arasındaki elastik olmayan etkileşim sonucunda yüzeyden salınırken, geri saçılmış elektronlar, enerjide neredeyse hiç kayıp olmadığı elastik etkileşimden doğmaktadır. İkincil elektronlar daha yüksek çözünürlüklü görüntüler oluşturur; bunun sebebi ikincil elektronlar geri saçılmış elektronlar ile numune arasındaki etkileşimle üretilmesine rağmen daha düşük enerjiye sahip olmaları ve esasen elektron ışınının etrafında üretilen daha düşük kaçış ihtimalinin olmasıdır. İkincil elektronlar, yaklaşık 10 nm'lik bir kaçış yoluna sahipken, geri saçılmış elektronlar yüzeyden 450 nm'ye kadar bir derinlikte kaçabilir. SEM ticari cihazlarında görüntülerin maksimum uzamsal çözünürlüğü 2 ila 5 nm civarındadır, ancak ileri araştırma araçlarında 1 nm'den daha yüksek çözünürlükler elde edilmiştir. Esnek olmayan saçılmada bir atomda iç kabuk elektronun iyonizasyonu; elemente özgü olan ve Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi (EDS) olarak adlandırılan bir işlemde bileşim analizi için kullanılabilen karakteristik X ışınlarının üretimine neden olabilir. X ışını radyasyonu, bir elektronun daha düşük bir enerji durumu geçmesi ile serbest bırakılması ve elektron demetinden dolayı bir başka elektronun atılmasıyla boş bırakılmasıdır. Etkinin doğası, yalnızca atom numarası dört (berilyum) veya daha büyük olan elementlerin tespit edilebileceği anlamına gelmektedir. Nicel analiz açısından, EDS tekniğinin saptama limiti ağırlıkça yaklaşık %0.01 veya 100 ppm civarındadır; radyasyonun kaçış mesafesiyle yakından ilişkili olduğu için EDS analizinin derinliğinin tanımlanması zordur. Kaçış mesafesi, numune yoğunluğun ciddi derecede üzerindedir bu da yeniden adsorpsiyon olasılığını artırır. Kütle derinliği (yoğunluk ve derinlik ürünü) terimi daha yaygın olarak kullanılsa da,

EDS'de tespit edilen X-ışınlarının numunenin içindeki bir kaç mikron mesafesinde üretilebildiğini söylemek uygun olacaktır.



Şekil 3.12. Taramalı elektron mikroskobu görüntüsü

3.5.3. X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi

X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS), organik (biyolojik dahil) ve inorganik materyallerin yüzey analizinde yaygın olarak kullanılan, iyi bilinen ve belgelendirilmiş bir tekniktir.

Lifler, filmler, tozlar ve parçacıkların yanı sıra dökme malzemeler gibi numunelerin çoğu çeşitlerinin incelenmesi için uygun bir tekniktir. XPS tekniğinin temel ilkesi fotoelektrik etkidir: bir numune X-ışını radyasyonu ile radyasyona maruz bırakıldığı zaman, yüzeydeki atomlar bir fotoiyonizasyon sürecinde fotoelektronlar olarak bilinen elektronları serbest bırakacaktır. Yayılan elektronların enerjisi elementin karakteristiği ve serbest bırakıldığı elektronik seviyedir ve sadece kinetik enerjinin ölçülmesiyle nitel bir element tanıma izin verir. Yayılan elektronların kinetik enerjisi (Ek), olayın radyasyon enerjisi (hv) ve elektronun bağ enerjisi (Eb) arasındaki ilişki,

Einstein tarafından türetilmiştir:

$$k b E = hv - E \quad (3.8)$$

Sadece yüzeye kaçacak kadar enerjisi bulunan elektronlar fotoelektrik etkiye katkıda bulunurken, diğerleri de elastik olmayan saçılmayla yeniden emilir. Normal olarak, fotoelektronlar için kaçış derinliği 2 ila 10 atomik katman (5 nm'nin altında) olup, bu tekniği gerçek bir yüzey analiz tekniği yapar. Diğer yüzey analizi tekniklerine gelince, ultra-yüksek bir vakum ortamı zorunludur. X-ışını fotonları genellikle magnezyum veya alüminyumdan yapılmış anotlar tarafından yayılır. Bu malzemeler gerekli şartlara uyan az sayıdaki malzemeler arasındadır, bu şartlar; her element için çekirdek elektronlarına yeterli enerji ile yayılım, dar tepe noktalı ve uydu tepe noktaları olmayan yarı monokromatik radyasyon ve iletkenlik ve erime noktası bakımından iyi malzeme uygunluğu. Monokromatik bir kaynak kullanımı olası uydu ve hayalet piklerini ortadan kaldırarak spektrumların kalitesini arttırabilir. Yayılan fotoelektronlar bir XPS sisteminin kalbi olan elektron enerji analizöründe analiz edilir. Mevcut elementlerin tanımlanması pik atama ile yapılır ve normalde deneysel spektrumdaki piklerin bir pik kitaplığı ile karşılaştırıldığı basit bir işlemdir. XPS'de nicel analiz de mümkündür, ancak yüksek duyarlılık faktörlerine ve uyum prosedürlerine olan ihtiyaç nedeniyle işlem biraz karmaşık olabilir. Birkaç milimetrenin zayıf uzamsal veya yanal çözünürlüğü yakın zamana kadar XPS'in en büyük eksikliklerinden biriydi. Bununla birlikte, araçlardaki son gelişmeler bazı üreticilerin 100 μm veya hatta 20 μm gibi düşük uzamsal çözünürlük değerlerini sunmasını sağlamıştır.

3.6. Taguchi Yöntemi

Taguchi Yöntemi, işlem kontrol parametrelerinin optimum düzenlemesiyle deneyler için çok daha düşük varyans sağlayan ortogonal dizi deneylerine dayanan yüksek kaliteli sistemler tasarlamak için güçlü bir araçtır (Roy, 2001; Kamaruddin, Khan ve Foong, 2010). Yöntem, tasarım parametresi ayarları yoluyla performans özelliklerini optimize etmek için mühendislik analizinde de yaygın şekilde kullanılmaktadır. Deneysel tasarım 1920'li yıllarda tarım alanında araştırmalar yürütürken Sir Donald Fisher tarafından bulunmuş ve geliştirilmiştir ve daha sonra günümüzde klasik olarak kabul edilen deney verilerinin analizi için “varyans analizi” (ANOVA)’yı geliştirmiştir. Yöntem ABD'de tarım sektörünü kısa sürede geliştirmek için son derece fazla uygulanmıştır. Deney tasarımı, o zamanlarda kimya ve ilaç sektörlerinde

uygulanmış olsa da, imalat sektöründeki uygulamaları 1970 yılına kadar oldukça sınırlı kalmıştır. ABD'de imalat sektörü 1980'li yıllara kadar Japon kalitesini araştırırken deneysel tasarımı yeniden keşfetti. Deney tasarımı, bu tarihlerde Japonya'daki Profesör Genichi Taguchi önderliğinde yoğun ve etkili bir şekilde uygulanmaktaydı. Taguchi, deney tasarımının imalatta uygulanmasına yönelik yenilikler yaptı ve başarılı uygulamalarla, yöntemin imalat sektöründe kabul gören bir yöntem olmasını sağladı (Sirvancı, 1997). Deney tasarımı yöntemlerinin amacı, incelenen sistemdeki değişikliklerin nedenlerini araştırmanın yanı sıra değişiklikleri gidermek ya da değişikliklere karşı sistemi güçlendirmek için çalışmalar yapmaktır. Değişkenliği kontrol altında tutarak kaliteyi arttırmak ve maliyetleri düşürmek mümkündür. Yönlendirilen deney tekniklerinin yüksek kaliteye düşük maliyetle erişmede yaygın olarak bulunulabileceği gösterilmiştir ve birçok araştırmacı bu alanda çalışmış ve aşağıda görülen belirli yöntemler geliştirilmiştir (Alsaran, 2001).

1. Her turda bir faktörü değiştirerek bir deneme yapmak
2. Klasik istatistiksel deney tasarımı
3. Tam faktöriyel deney tasarımı
4. Kesirli faktöriyel deney tasarımı
5. Taguchi deney tasarımı

Performans değerini etkileyen tüm faktör kombinasyonlarının incelendiği tam faktöriyel tasarım stratejisinde, tüm faktörler aynı anda değiştirilir. Her turda bir faktörü değiştirerek yapılan deney stratejisinden tüm noktalarda daha avantajlı olan tam faktöriyel tasarımın tek ve en önemli dezavantajı, faktör ve/veya seviye arttıkça yapılacak deney sayısının aşırı artmasıdır (Çelik, 1996). Kesirli faktöriyel deney tasarımı, deneylerin uygulanabilirliğini sağlamak için bir alternatif olarak kullanılabilir. Kesirli faktöriyel tasarımın, ikili veya daha üst derece etkileşimleri ihmal etmesi ve daha düşük maliyetli deneyler elde etmesi amaçlanmaktadır. Klasik istatistiksel tasarımların amacı performans değerini istenen değere getirmektir ve hedef yakınındaki değişkenliği önemsemezler. Bununla birlikte, seri üretimde karşılaşılan en önemli sorun, performans değerinin değişkenliğidir. Klasik istatistiksel tasarımda kontrol edilmeyen faktörler deneylerde incelenmediğinden, deneyler üzerine bazı sınırlamalar getirmişlerdir. Deney malzemesinin

heterojenliğinin etkisini ortadan kaldırmak için randomizasyon kullanılmaktadır. Bu şekilde kontrol edilmeyen faktörlerdeki (ortam sıcaklığı, nem, basınç, vb.) beklenmeyen varyansların olumsuz etkileri en aza indirilebilir. Ancak, performans değeri üzerinde tüm kontrol edilmeyen faktörlerin etkileri sabit olmadığı zaman başarı kısmen elde edilse bile, sağlıklı bir sonuç elde edilemez. Klasik deney tasarımı yöntemlerinin bir diğer eleştirilen noktası da istatistiksel kurallara sıkı sıkıya uymalarıdır. Örneğin, bir faktörün deney sonunda modele alınıp alınmadığı f test ile belirlenir. Buna ek olarak, deneylerde çok sayıda bir arada olan etki incelendiğinden laboratuvar ortamında belirlenen değerler gerçek üretim koşullarında elde edilemeyebilir ve bu nedenle, eklenmiş faktörlerin performans değerine ulaşması zorlaşır (Çelik, 1996). Maliyetin en düşük seviyede tutulması için minimum deneme yapma prensibine dayanan yöntemlerden bir tanesi, Japon Bilim Adamı Genichi Taguchi tarafından geliştirilen "Taguchi Yöntemi"dir (Taguchi ve Konishi, 1987). Bu yöntemi diğer istatistiksel deney tasarım yöntemlerinden farklı kılan şey, iki gruba ait bir deneyde etkili olan parametreleri kontrol edilebilir ve kontrol edilemez olarak incelemesi ve çok sayıda parametrenin ikiden fazla seviyede incelenmesini sağlamasıdır. Genel olarak, her bir ürünün veya prosesin performans karakteristiğinin nominal bir değere veya hedef değere sahip olması gerekir. Amaç, bu hedef değer civarındaki değişkenliği azaltmaktır. Deneysel çalışmanın sonunda saptanacak optimum çalışma koşulları, farklı çalışma ortamlarında veya farklı zamanlarda aynı veya çok yakın performans değerini sağlamalıdır.

Bunun için kullanılacak optimizasyon kriteri, performans değeri civarındaki değişkenliği minimum seviyede tutmaktır. Taguchi için, bu tür optimizasyon kriterleri performans istatistiğidir. Tüm faktörlerin ana etkilerini incelemekteki en uygun koşul belirlenir ve bu ana etkiler faktörlerin etkilerinin genel eğilimlerini ortaya koyar. Hedeflenen sonucun yüksek veya düşük değerle sonuçlandığı bilindiğinde en iyi sonuçların üretildiği faktörlerin seviyelerini tahmin edebiliriz. Varyans analizi (ANOVA), her bir faktörün yüzde etkisini belirlemek için çoğunlukla test sonuçlarında uygulanan yaygın bir istatistiksel işlemdir. Bir analiz için verilen ANOVA tablosu, hangi faktörlerin kontrol edilmesi gerektiğini belirlemeye yardımcı olur. En uygun koşullar belirlendiğinde genel olarak geçerlilik deneyi yapmak iyi bir uygulamadır. Dahası, optimum olmayan koşullar altında

yapılan test sonuçları vasıtasıyla optimum şartlar altında performansı tahmin etmek mümkündür. Taguchi, tüm analizleri gerçekleştirmek için iki farklı yol önermiştir. İlki, tek bir çalışmanın sonucunu veya tekrarlanan çalışmaların ortalamalarını ana etki ve yukarıda belirtilen ANOVA analizleri ile değerlendiren standart yaklaşımdır. Özellikle çok parametrelili çalışmalar için sunulan ikinci yaklaşıma gelince, analizdeki aynı adımlar için S/N (sinyal/gürültü oranı) oranını kullanır. S/N analizi, sonuçların değişimleri yoluyla işlem koşulları için en sağlıklı grubu belirler. Elde edilen herhangi bir ürünün kalitesi ölçümün niteliğine bakılmaksızın tek bir veya daha fazla kriterle ölçülürse, gerçekleştirilen ölçüm aşağıdaki üç özelliğinden birine ait olacaktır(Unal ve Dean, 1990).

1. Daha büyük daha iyidir
2. Daha küçük daha iyidir
3. Nominal değer daha iyidir.

Bir işlemin birden fazla performans karakteristiği kullanılarak optimizasyonu için deney tasarımı planlama, deneyleri ve analizleri yürütme ve deney sonuçlarının doğruluğunu teyit etme gibi Taguchi Yönteminin uygulanmasında sekiz aşama vardır (Taguchi ve Konishi, 1987).

1. Başlıca fonksiyonları, yan etkileri ve başarısız yöntemleri tanımlama,
2. Kalite kayıplarını değerlendirmek için test koşullarını ve gürültü faktörlerini belirlemek,
3. Optimizasyon ve inceleme için kalite karakteristiği için hedef fonksiyonu tanımlama,
4. Kontrol faktörlerini ve değişken seviyelerini belirleme,
5. Matris deneylerinin tasarımını ve veri analiz prosedürünü belirleme,
6. Matris deneylerini yapma,
7. Veri analizi, kontrol faktörleri ve bu koşullardaki performansı gözlemleme için optimal seviyelerin belirlenmesi,
8. Geçerlilik deneyleri yapmak ve bir sonraki etkiyi planlamak.

Parametrelerin optimal seviyelerinin belirlenmesi için, yukarıda belirtilen üç özelliğın performans istatistik formülleri aşağıdaki gibidir.

En büyük en iyi için: Bu durumda, y'nin hedef değeri sonsuzdur ve sinyal/gürültü oranı aşağıdaki gibi tanımlanır:

$$SN_L = -10 \text{Log} \left[\frac{1}{n} \sum_{n=1}^n \frac{1}{y^2} \right] \quad (3.9)$$

En küçük en iyi için: Bu tür problemlerde kalite değişimi hedef değeri y, sıfırdır. Bu durumda, sinyal/gürültü oranı aşağıdaki gibi tanımlanır:

$$SN_S = -10 \text{Log} \left[\frac{1}{n} \sum_{n=1}^n y^2 \right] \quad (3.10)$$

Hedef değer en iyisidir: Bu tür problemlerde, Y için belirli bir hedef değer (örneğin tane boyutu) verilir. Bu durumda,

$$SN_N = -10 \text{Log} \left(\overline{y^2} / S \right) \quad (3.11)$$

Amaç; SN oranını üç problemin hepsinde en yüksek değere çıkarmaktır. Taguchi için, SN oranlarını maksimize etmek sinyali artırırken aynı zamanda varyansı da azaltır (Sirvancı, 1997). Yukarıdaki denklemlerde, n tekrarlanan deney sayısıdır, y performans değeridir (bu çalışmada, göreceli yoğunluk, sertlik veya eğilme dayanımı). Eğer amaç bir işlemde maksimum değere ulaşmak ise, SN_L değerini maksimum yapan parametre seviyeleri optimumdur. Eğer minimum değere ulaşmak amaçlanmışsa, bu durumda SN_S değerini maksimum yapan parametre seviyesi optimumdur. Taguchi Yöntemi'nde, optimum çalışma koşullarına uygun deney, gerçekleştirilen deney planında mevcut değilse, performans değeri denklem aracılığı ile tahmin edilebilir.

$$Y_i = \mu + X_i + e_i \quad (3.12)$$

Burada, Y_i : i deneyin tahmini performans değeri, X_i : deneyde kullanılan parametre seviyelerinin toplam etkinlik boyutu, e_i deneysel hatadır.

Eğer deney sonuçları yüzde olarak verilirse, elde edilen yüzde değerlerinin omega dönüşümü (3.11) denklemini kullanmadan önce yapılır. Daha sonra optimum koşullar için tahmin edilen omega (Ω) değeri elde edilen değerler ile bulunur ve nihayetinde aynı denklem kullanılarak ters dönüşüm gerçekleştirilerek asıl değer bulunur.

$$\Omega(db) = -10 \text{Log} \left(\frac{1}{p} - 1 \right) \quad (3.13)$$

Burada, $\Omega(db)$ desibel değerdir ve p deneysel olarak elde edilen yüzdelik değeridir. Denklem (3.11), ek modelin uygun olup olmadığını belirlemek için deneysel veriler kullanılarak hesaplanan bir tahmin olduğu için, tahmini hata için güven aralığı değerlendirilmelidir (Unal ve Dean, 1990). Tahmini hata, gözlemlenen p ile tahmini p arasındaki farktır. Tahmini hata (S_e) için güven aralığı aşağıdaki denklemler vasıtasıyla bulunur.

$$S_e = \pm 2 \sqrt{\left(\frac{1}{n_0} \right) \sigma_e^2 + \left(\frac{1}{n_r} \right) \sigma_e^2} \quad (3.14)$$

$$\sigma_e^2 = \frac{\text{Hata Kareleri Toplamı}}{\text{Hata için serbestlik Derecesi}} \quad (3.15)$$

$$\frac{1}{n_0} = \frac{1}{n} + \left[\frac{1}{n_{A_i}} - \frac{1}{n} \right] + \left[\frac{1}{n_{B_i}} - \frac{1}{n} \right] + \left[\frac{1}{n_{C_i}} - \frac{1}{n} \right] + \dots \quad (3.16)$$

Burada; S_e iki standart sapmanın güven aralığı, n deney tasarımının deneme sayısıdır, n_r geçerlilik deneyinin tekrar sayısıdır, n_{A_i} , n_{B_i} , n_{C_i} , ... A,B,C parametrelerinin i. seviyelerinin sayısıdır. Eğer tahmini hata bu sınırların dışındaysa, bu modelin uygun olmayabileceği kabul edilir (Unal ve Dean, 1990). Taguchi, kaliteyi korumak için yürütülen faaliyetleri ikiye ayırır.

1. Çevrim dışı Kalite Kontrolü: Çevrim dışı kalite kontrolü, ürünün pazar araştırması ve geliştirilmesi ve üretim süreci sırasında yapılan kalite faaliyetlerini içerir. Bu faaliyetler, ürüne yapılan doğrudan müdahaleler

yerine üretim başlamadan önce yapılan tasarım çalışmalarıdır (Aslan vd., 2010).

2. Çevrim içi Kalite Kontrolü: Çevrim içi kalite kontrolü, üretim sırasında ve sonrasındaki kalite faaliyetlerini içerir. İstatistiksel süreç kontrolü ve çeşitli incelemeler bazı çevrim içi kalite faaliyetlerindedir (Aslan vd., 2010).

Deneysel tasarım Taguchi'nin kalite sistemindeki çevrim dışı kalite kontrolü ile ilgilidir. Taguchi, çevrim dışı kalite kontrolünü ürün tasarımı ve süreç tasarımı açısından iki gruba ayırır. Kaliteyi koruma süreci olarak, üç kalite aşaması, hem ürün tasarımı hem de süreç tasarımı için sistem tasarımı, parametre tasarımı ve tolerans tasarımı olarak tanımlanabilir. Taguchi için, parametre tasarımı, hem ürün hem de proses tasarımı için ürünün kalitesini geliştirmek için en iyi belirleyicidir. Ürün parametre tasarımı, ürün parametreleri, malzeme (çelik, lastik, plastik, kağıt vb.), formülasyon değerleri, çeşitli boyutlar, yüzey özellikleri gibi en uygun değerlerin belirlenmesi anlamına gelmektedir. Parametre tasarımının amacı, ürünün muhtemel varyasyonlarını (değişkenliklerini) en aza indirmek ve ürünün üretim ve ömür boyu maliyetini düşürmektir. Proses parametre tasarımı, kontrol edilebilir imalat prosesi parametreleri için optimum seviyeleri ve ayarları belirlemek için kullanılır. Her iki parametre tasarımının amacı, kontrol edilebilir faktörlerin (parametreler) değerlerini ürün ve proseste varyasyon yaratan ve kontrol edilemeyen faktörlere karşı optimal olarak seçmek ve ürün ve prosesin değişimini en aza indirmektir. (Aslan vd., 2010). Taguchi Yöntemi'nin diğer istatistik yöntemlerinden farkı, bir deneyi etkileyen parametrelerin kontrol edilebilir ve kontrol edilemez şeklinde iki grupta incelenmesi ve çok sayıda parametrenin ikiden fazla seviyede analiz edilmesine olanak sağlamasıdır. Dahası, performans değerinin ortalamasını istenen seviyeye getirirken, hedef civarındaki varyansı en aza indirir. Bir başka fark ise, laboratuvar ortamında elde edilen sonuçların imalat ortamında da elde edilebilmesidir (Küçük, 2006).

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

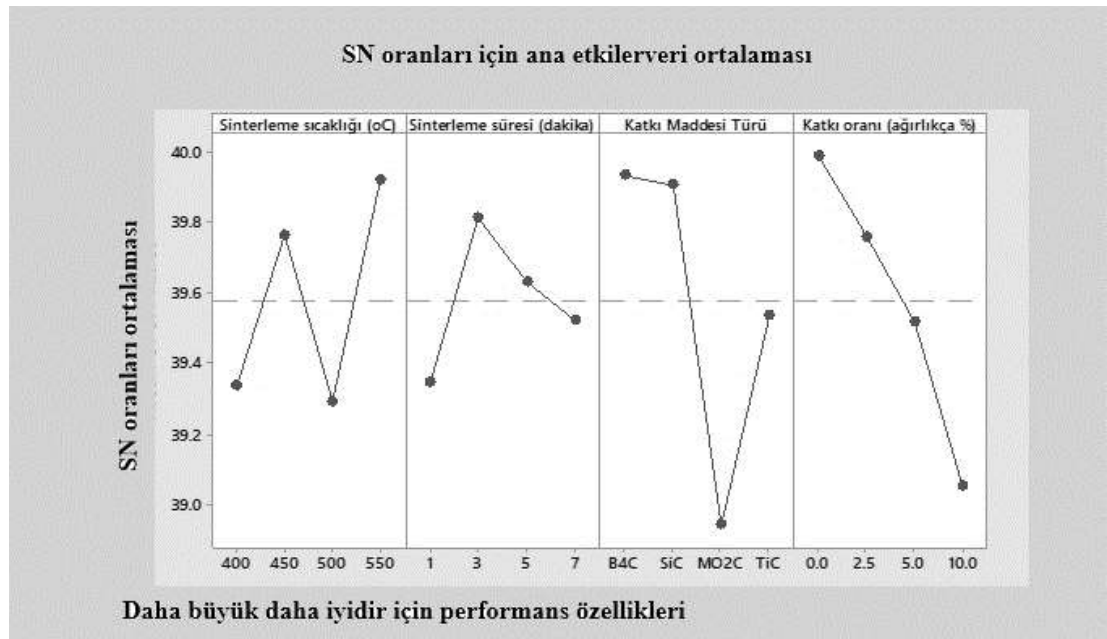
4.1. İstatistiksel Hesaplamalar

Bu çalışmada, L_{16} (4^4) Taguchi ortogonal tasarımı kullanılmıştır. Bağlı yoğunluk (%), Sertlik (HB10) ve Eğilme dayanımı (MPa) performans istatistikleri olarak alınmış ve deney sonuçları Tablo 4.1'de verilmiştir. Magnezyum matrisli karbür takviyeli kompozitlerin toz metalürjisi ile üretilmesinde bağlı yoğunluğu (%), sertlik (HB10) ve Eğilme dayanımı (MPa) değerlerini en üst düzeye çıkaran parametre seviyelerini belirlemek için SN_L denklemi kullanılmıştır. SN değerleri, performans istatistiklerini en üst düzeye çıkaran parametre seviyelerini belirlemek için (3.8) numaralı denklem ile bulunmuştur. SN_{ort} marjinal ortalama performans istatistikleri değerleri, bu SN değerleri vasıtasıyla parametre seviyeleri için hesaplanmıştır ve elde edilen sonuçlar yoğunluk için Şekil 4.1'de, sertlik için Şekil 4.2'de ve eğilme dayanımı için Şekil 4.3'te grafiksel olarak sunulmuştur. $Y_i = \mu + X_i + e_i$ denklemi, SN_{ort} değerlerini maksimum yapan parametre seviyelerinin performans değerini tahmin etmek için kullanılmıştır. Burada; tahmini yoğunluk Y_i , sertlik veya eğilme dayanımı değerleri, μ :ortalama, X_i : her bir parametre seviyesinin genel ortalamaya etkisi ve e :hata'dır. Şekil 4.1 incelendiğinde, SN_{ort} değerlerini en yükseğe getiren parametre seviyelerinin A_4 , B_2 , C_1 ve D_1 olduğu görülmektedir. Bu nedenle, bağlı yoğunluğu en iyi seviyeye getiren parametre değerleri A_4 , B_2 , C_1 ve D_1 olacaktır. Buna göre bağlı yoğunluk için optimum koşullar şu şekildedir: sinterleme sıcaklığı:550°C, sinterleme süresi:3 dakika, katkı türü: B_4C ve katkı oranı:%0'dır. Optimal koşullar altında tahmin edilen bağlı yoğunluk 100.00'dür ve deneysel olarak bulunan değerde % 100'dür. Şekil 4.2 incelendiğinde, SN_{ort} değerlerini en yüksek düzeye çıkaran parametre seviyelerinin A_4 , B_3 , C_2 ve D_3 olduğu görülmektedir. Bu nedenle, sertliği en yüksek düzeye çıkaran parametre değerleri A_4 , B_3 , C_2 ve D_3 olacaktır. Buradan sertlik için optimum koşullar şu şekilde bulunmuştur: sinterleme sıcaklığı:550°C, sinterleme süresi:5 dakika, katkı türü:SiC ve Katkı oranı:5. Optimum koşullar altında tahmin edilen sertlik (kg_f/mm^2) 91.21'dir. Şekil 4.3 incelendiğinde, SN_{ort} değerlerini en üst düzeye çıkaran parametre seviyelerinin A_3 , B_3 , C_3 ve D_3 olduğu görülmektedir. Bu nedenle, eğilme dayanımını en üst düzeye

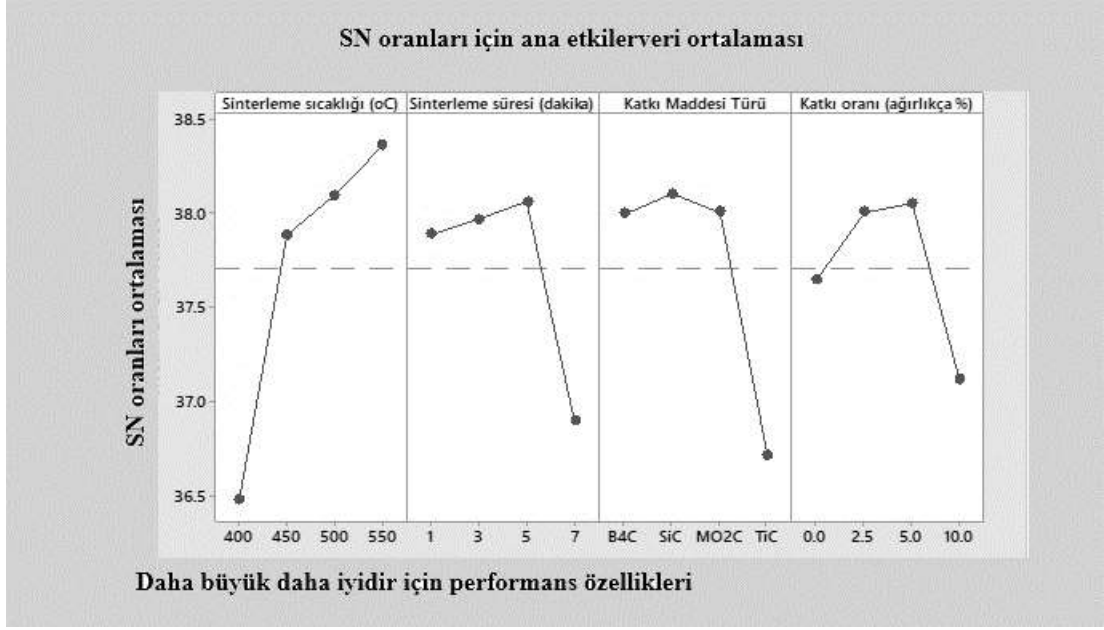
çıkaran parametre değerleri A_3 , B_3 , C_3 ve D_3 olacaktır. Eğilme dayanımı için optimum koşullar ise şu şekilde bulunmuştur; sinterleme sıcaklığı: 500°C , sinterleme süresi:5 dakika, Katkı türü: Mo_2C ve Katkı oranı:%5'tir. Optimum koşullar altında tahmin edilen eğilme dayanımı 202.27 (MPa)'dır. F testi, hangi proses parametrelerinin bağıl yoğunluk, sertlik ve eğilme dayanımı değerleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu görmek için kullanılan bir araçtır. Her bir işlem parametresi için F-değeri basitçe, hata kareler ortalamasının toplam hataya oranıdır. Genel olarak, F'nin değeri ne kadar büyük olursa, işlem parametrelerindeki değişiklikler nedeniyle bağıl yoğunluk, sertlik ve eğilme dayanımı değerleri üzerindeki etki de o kadar yüksek olur. Performans özellikleri ve ANOVA analizi ile işlem parametrelerinin en iyi kombinasyonu tahmin edilebilir. Varyans analizi ayrıca bağıl yoğunluk, sertlik ve eğilme dayanımı üzerinde gerçekleştirildi ve bunların değerleri Tablo 4.3, 4.4 ve 4.5'de listelendi. Tablo 4.3 incelendiğinde, tüm parametrelerin, üretilen malzemenin bağıl yoğunluğu üzerinde etkili olduğu gözlemlenebilmektedir. En etkili parametreler katkı türü, ardından katkı oranı, sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresidir. Tablo 4.4 incelendiğinde, sadece sinterleme süresinin etkili olduğu ve katkı türünün daha az etkili olduğu gözlenmiştir. Tablo 4.5 incelendiğinde, tüm parametrelerin etkili olduğu ancak en düşük etkisi olanın katkı oranı olduğu görülmektedir. Bu nedenle, Tablo 4.2'deki değerlerin, eşitlik (3.4) ve (3.5)'in tahminleri olduğu ve aynı koşulların gözlemlendiği dikkate alınmalıdır. Buna ek olarak, Tablo 4.2'deki sonuçlar tahmin için güven sınırlarıdır. Tahminleri test etmek için, aynı çalışma koşulları altında iki doğrulayıcı deney gerçekleştirildi. Doğrulama deneylerinden elde edilen değerler, deneysel sonuçların güven sınırları içerisinde olduğunu gösteren denklemler (3.6) - (3.8) (bkz. Tablo 4.2) ile hesaplanan güven aralığı içindedir. Bu, tahmin edilen ve deneysel değerler arasında iyi bir uyum olduğunu ve parametre etkileşimlerinin gerçekten göz ardı edilebilir olduğunu göstermektedir. İlave modelinin, işlemin çeşitli parametrelere olan bağımlılığını açıklamak için yeterli olduğu sonucuna varılabilir.

Tablo 4.1. Üretim parametrelerine göre deney tasarımı planı ve deney sonuçları.

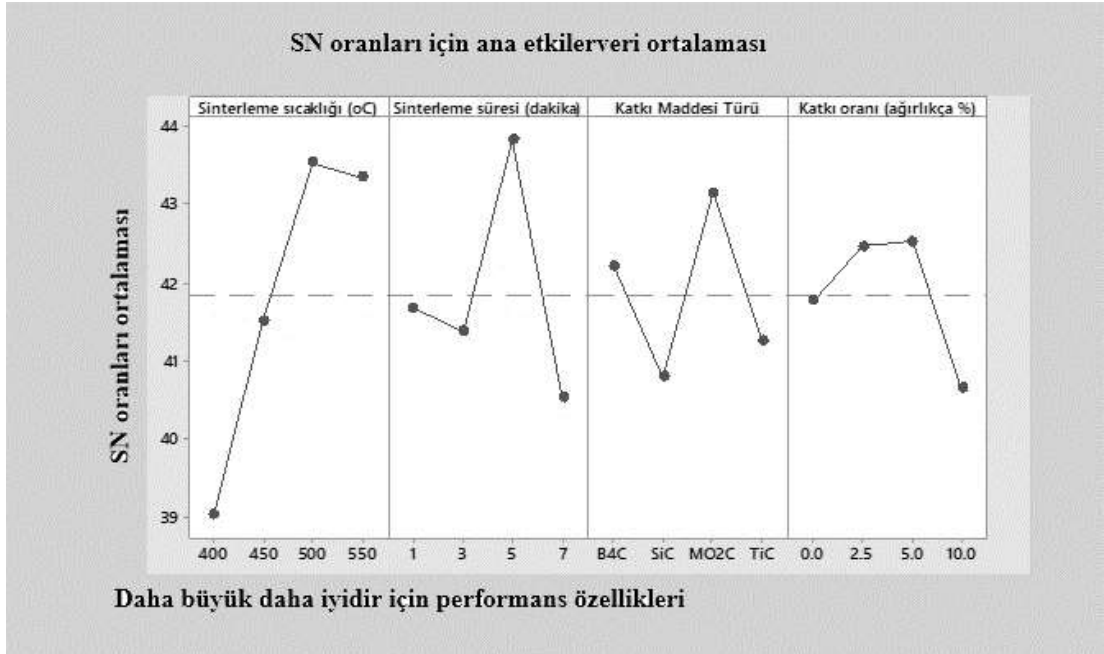
No	Bileşik		Üretim Parametreleri			Bağıl Yoğunluk (%)	Sertlik (HB10)	Eğilme Dayanım (MPa)
	Mg-Al	Katkı Maddesi Ağırlıkça%	Sıcaklık (°C)	Zaman (dk)	Basınç (MPa)			
1	100	Katkısız	400	1	40	99,80	73,5	99,11
2	97.5	% 2,5 SiC	400	3		98,68	76,5	83,56
3	95	% 5 Mo ₂ C	400	5		86,14	77,2	142,61
4	90	% 10 TiC	400	7		86,82	45,5	54,16
5	95	% 5 SiC	400	1		98,39	78,5	96,74
6	90	% 10 B ₄ C	450	3		98,14	80,5	103,17
7	100	Katkısız	450	5		99,83	74,3	143,48
8	97.5	%2,5Mo ₂ C	450	7		92,99	80,4	139,18
9	90	%10 Mo ₂ C	500	1		76,73	81,5	154,69
10	95	% 5 TiC	500	3		94,81	80,7	157,32
11	97.5	% 2,5 B ₄ C	500	5		99,36	80,6	183,09
12	100	Katkısız	500	7		99,88	78,5	114,28
13	97.5	% 2,5 TiC	550	1		98,16	80,5	146,28
14	100	Katkısız	550	3		99,92	79,0	138,80
15	90	% 10 SiC	550	5		98,75	88,6	155,74
16	95	% 5 B ₄ C	550	7		99,59	83,5	147,90



Şekil 4.1. Bağıl yoğunluk için parametre seviyelerine göre SN_{ort} değerleri



Şekil 4.2. Sertlik için parametre seviyelerine göre SN_{ort} değerleri



Şekil 4.3. Eğilme dayanımı için parametre seviyelerine göre SN_{ort} değerleri

Tablo 4.2. *Optimum çalışma koşulları, öngörülen ve gözlemlenen değerler ve güven sınırları.*

Parametreler	Değer	Seviye
A Sinterleme Sıcaklığı (C)	500	3
B Sinterleme Süresi (dakika)	5	3
C Katkı Türü	B ₄ C	1
D Katkı oranı (% ağırlıkça)	2.5	2
Gözlemlenen Değerler (sırasıyla, bağıl yoğunluk, sertlik ve eğilme dayanımı)	98.74(%), 87.16 HB10 ve 193.65MPa	
Tahmin edilen değerler (sırasıyla, bağıl yoğunluk, sertlik ve eğilme dayanımı)	99.36 (%), 80.6 HB10 ve 183.65MPa	
Tahminin güven sınırları (sırasıyla, bağıl yoğunluk, sertlik ve eğilme dayanımı)	±3.62, ±12.75 ve ±24.09	

Bütün bu deneyler analiz edildiğinde, en uygun şartların varlığı, tüm performans istatistik değerlerini içermek üzere analiz edilmiştir ve MINITAB programı aracılığıyla A₃, B₃, C₁ ve D₂ optimum koşullar olarak belirlenmiştir. Bu koşullar şu şekildedir; sinterleme sıcaklığı: 500°C, sinterleme süresi:5 dakika, Katkı türü:B₄C ve Katkı oranı:%2.5. Bu koşullar altında elde edilen sonuçlar ise; bağıl yoğunluk (%) 98.74, sertlik 87.14 ve eğilme dayanımı 193.65'tir.

Tablo 4.3. *Bağıl yoğunluk için tasarımın varyans analizi (%)*

Parametreler	Serbestlik derecesi	Kareler toplamı	Karelerin ortalaması	F	Etkinlik
A Sinterleme Sıcaklığı (C)	3	249.68	83.23	41.27	Aktif
B Sinterleme Süresi (dakika)	3	91.25	30.42	15.08	Pasif
C Katkı türü	3	551.28	183.76	91.12	Daha az aktif
D Katkı oranı (ağırlıkça %)	3	414.88	138.29	68.57	Pasif
Hata	19	38.32	2.02		
Toplam	31	1345.40			

Tablo 4.4. Sertlik için yapılan tasarının varyans analizi

Parametreler		Serbestlik Derecesi	Kareler toplamı	Karelerin ortalaması	F	Etkinlik
A	Sinterleme Sıcaklığı (oC)	3	999.55	333.18	13.33	Aktif
B	Sinterleme Süresi (dakika)	3	331.83	110.61	4.43	Pasif
C	Katkı Türü	3	559.25	186.42	7.46	Daha az aktif
D	Katkı oranı (ağırlıkça %)	3	188.59	62.86	2.52	Pasif
	Hata	19	474.80	24.99		
	Toplam	31	2554.04			

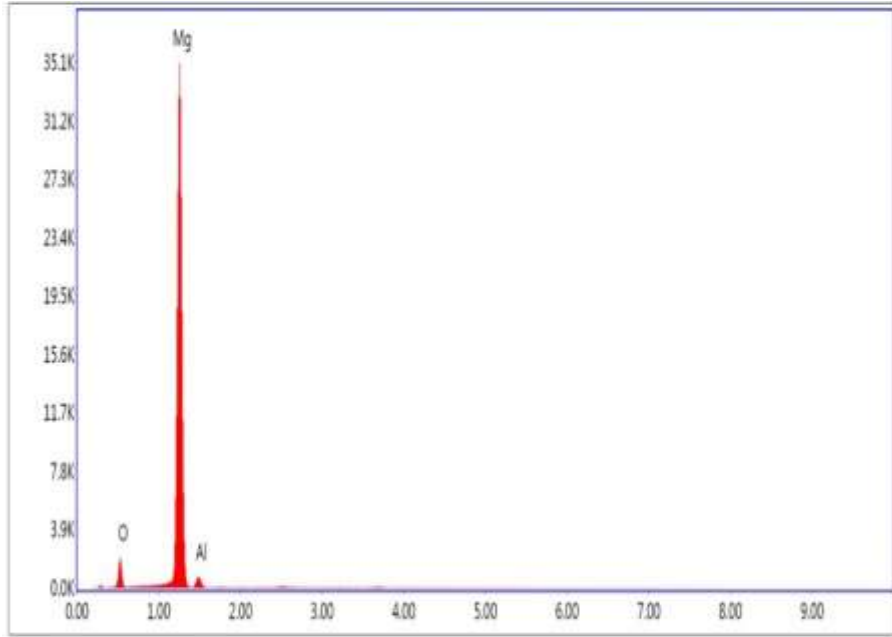
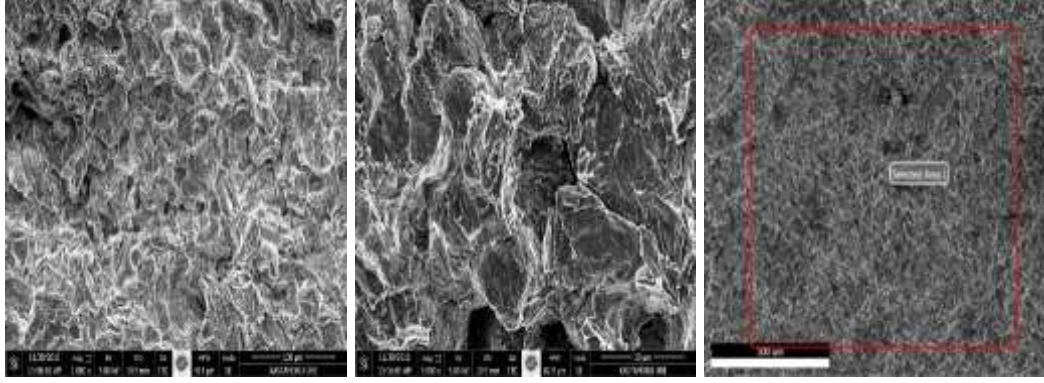
Tablo 4.5. Eğilme dayanımı için tasarının varyans analizi

Parametreler		Serbestlik Derecesi	Kareler toplamı	Karelerin ortalaması	F	Etkinlik
A	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	3	16885.9	5628.4	63.05	Aktif
B	Sinterleme Süresi (dakika)	3	8492.2	2830.7	31.71	Pasif
C	Katkı Türü	3	4170.2	1390.1	15.57	Daha az aktif
D	Katkı oranı (ağırlıkça %)	3	2428.4	809.5	9.07	Pasif
	Hata	19	1696.0	89.3		
	Toplam	31	33672.0			

4.2. SEM-EDS ve XRD Çalışmaları

Bu bölümde öncelikle kırık yüzeylerin SEM-EDS analizi ve numunelerin XRD analizi verilmiştir. Ardından, Taguchi Yöntemi ile analiz edilir ve hangi üretim parametrelerine ulaşıldığını veya hangilerinin en iyi değerlere ulaşacağı belirlenmeye çalışılmıştır. Kırılma tokluğu belirlemek amacıyla gerçekleştirilen üç nokta eğme testi ASTM B 528-83a standardına ve 1mm/dakika test hızında 50 kN kapasiteli evrensel gerilme test cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Üç nokta eğme testi için 40 mm x 40 mm x 10 mm'lik numuneler kullanılmıştır. Her bir örnek için üç nokta eğme testi

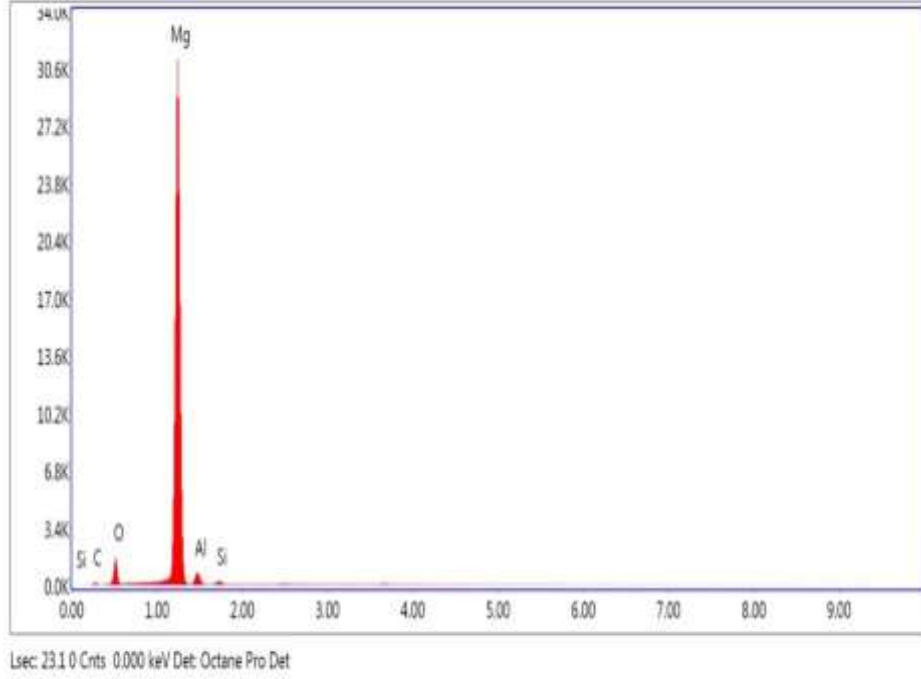
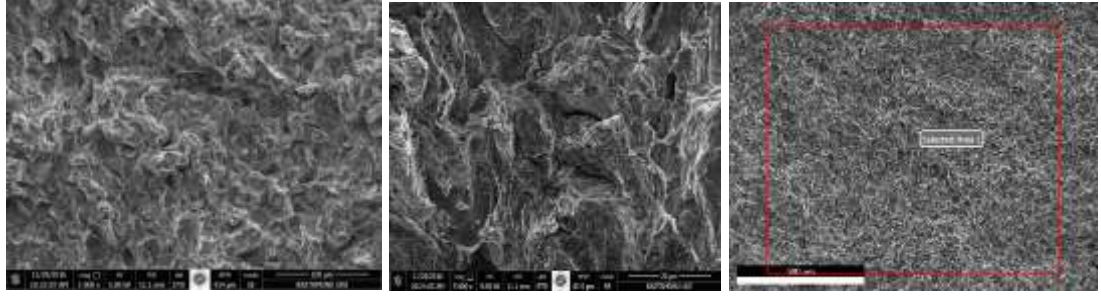
5 kez tekrarlanmıştır. Elde edilen değerlerin ortalaması alınarak üretim parametrelerinin etkisi tartışmaya çalışılmıştır. Sıcak presleme yöntemiyle üretilen Mg-Al karbür takviyeli kompozitlerin kırılma yüzeylerinin SEM fotoğrafları ve EDS analizleri Şekil 4.4-4.19'da gösterilmektedir. Gerilme yığılması, takviye elemanları (karbürler) ve sünek matris (Mg-Al) arayüzündeki genleşme katsayısı farkından dolayı ortaya çıkar. Dolayısıyla, ara yüzeyde kompozit mukavemetini arttıran dislokasyonlar oluşur. Sıcaklık arttıkça dislokasyon yoğunluğu ve mukavemet artar. Karbürlerin katkı miktarı arttıkça eğilme dayanımı değerlerinde bir azalma gözlenir. Bunun nedeni yüksek sertlikli karbürler matriste daha fazla olduğu için matriste bir kesitsel zayıflamanın oluşmasıdır. Buna ek olarak karbür katkısından dolayı oluşan gözeneklilikteki artışın eğilme dayanımını azalttığı düşünülmektedir. Düşük sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin yetersiz sinterleme koşulları nedeniyle tanelerarası ayrılma görülür. Kırılma kısmen magnezyum parçacıkları arasında kayma ile gözlemlenmiştir. Bunun nedeni, matrisin sünek bir yapıya sahip olması ve kırılma anındaki aşırı plastik deformasyon nedeniyle ilgili parçaların kırılmasıdır. Sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresi arttıkça daha yoğun ve kompakt bir yapı elde edilmiştir. Ancak, zamanı arttırmanın etkisi daha farklı olmuştur. Sıcaklık artışının, numunelerin sinterlenebilirliği üzerinde olumlu etkisi olmuştur. Bu durum, difüzyon yasaları ile de desteklenmektedir. Oksit oluşumu EDS analizlerine göre yapıda belirlenmiştir. Sinterlenme yeteneğini olumsuz etkileyeceğinden, bu istenmeyen bir durumdur.



Line: 20.9 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

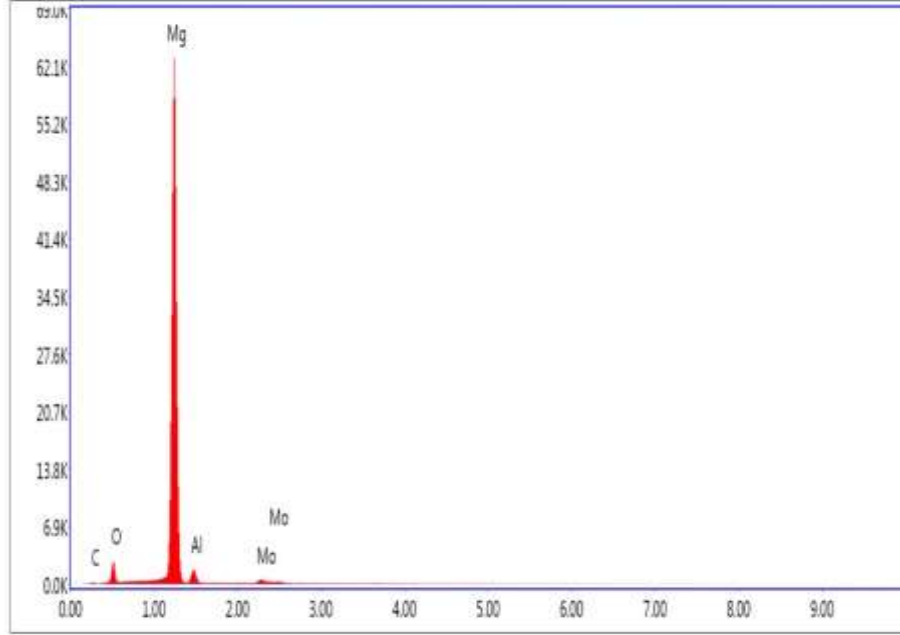
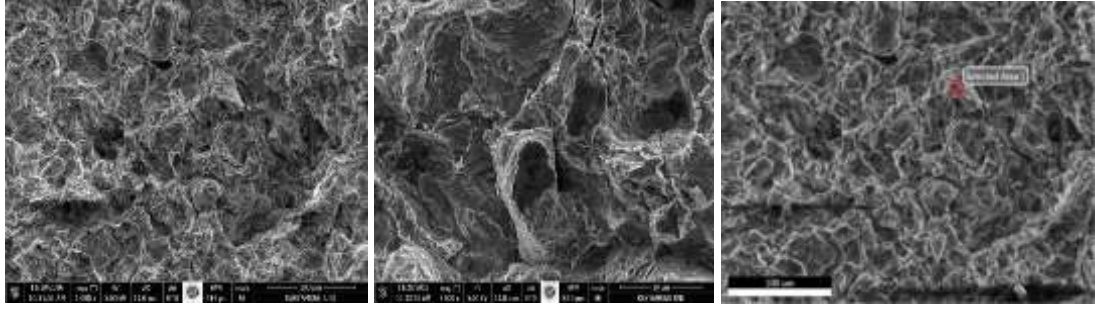
Element	Ağırlık %	Atomik %	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
O K	9.41	13.69	446.03	7.71	0.05	1.08	0.97	0.47	1
MgK	85.73	82.12	11,253.39	2.11	0.80	0.99	1	0.94	1
AlK	4.86	4.19	264.19	9.04	0.02	0.96	1.01	0.41	1

Şekil 4.4. 400°C’de 1 dakika boyunca sinterlenen Saf (Mg-Al) numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi



Element	Ağırlık Atomik		Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
	%	%							
C K	4.45	8.31	26.58	15.34	0.01	1.13	0.95	0.13	1
O K	8.50	11.92	309.69	8.26	0.04	1.08	0.97	0.43	1
MgK	81.31	75.03	8,883.84	2.17	0.75	0.99	1	0.93	1
AlK	4.77	3.96	224.44	9.02	0.02	0.95	1.01	0.43	1
SiK	0.97	0.78	55.32	12.82	0.01	0.97	1.02	0.54	1

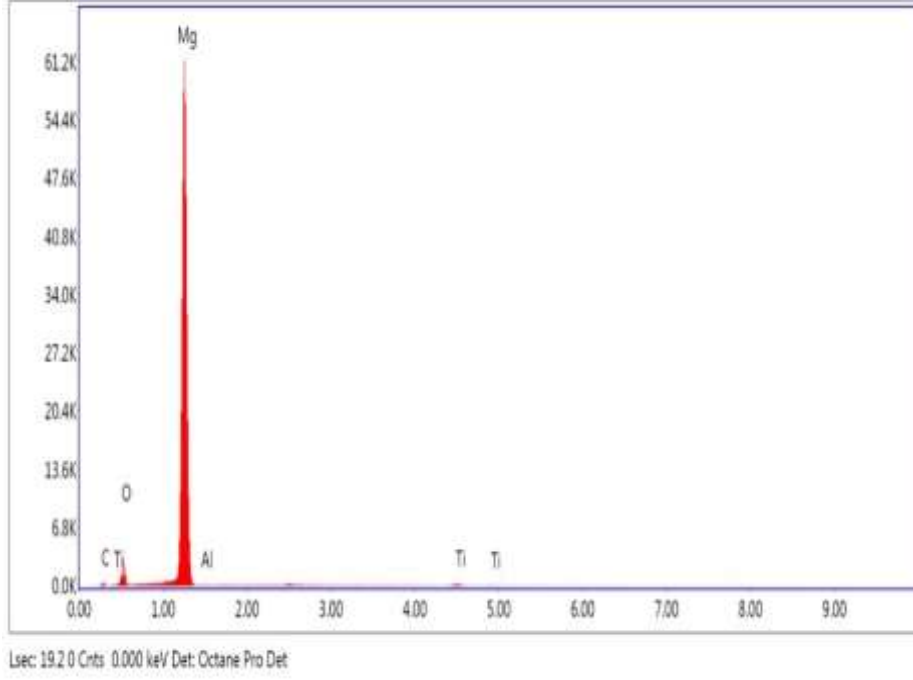
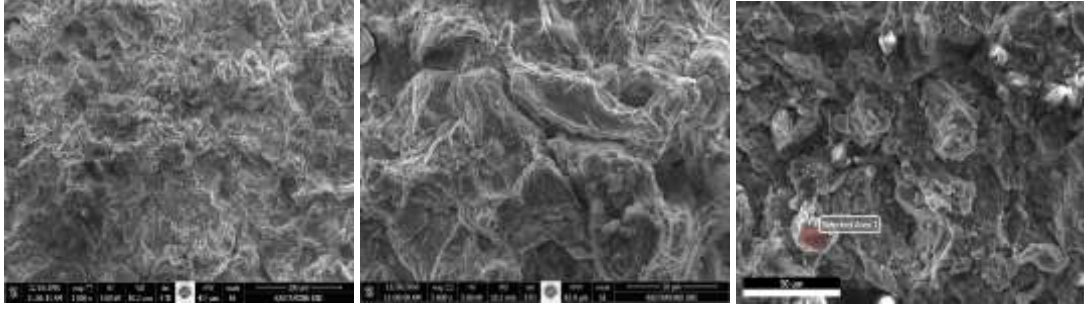
Şekil 4.5. 400°C'de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 2.5 SiC numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi



Lsec: 18.3 0 Cnts 0.000 keV/Det: Octane Pro Det

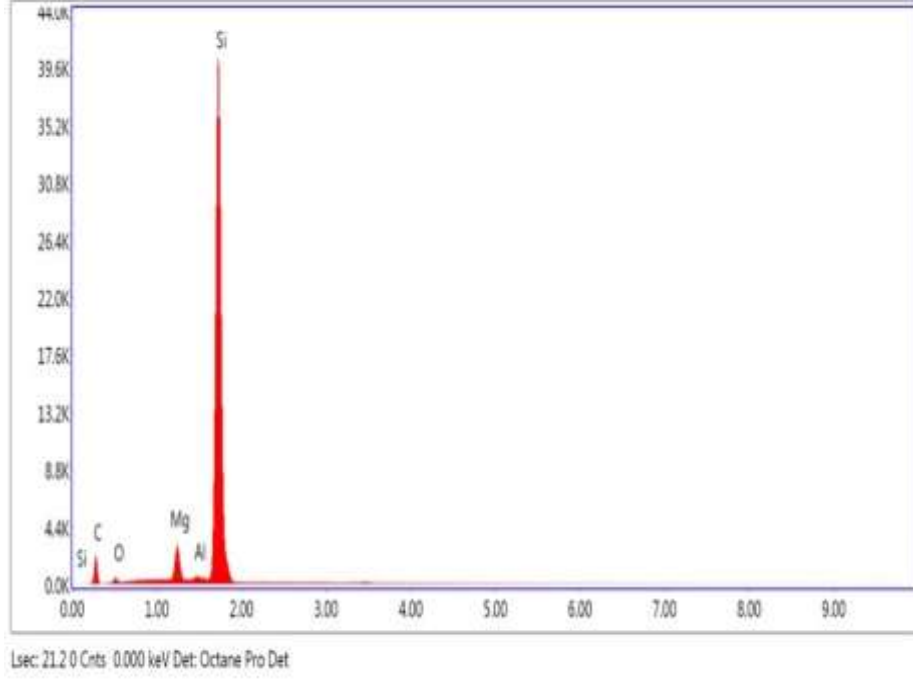
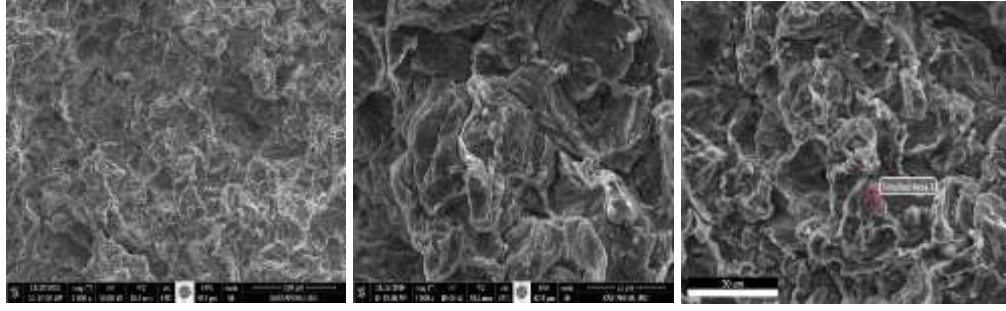
Element	Ağırlık Atomik		Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
	%	%							
C K	2.74	5.32	42.42	14.99	0.00	1.14	0.94	0.13	1
O K	7.93	11.55	728.76	8.09	0.04	1.09	0.97	0.41	1
MgK	80.92	77.54	22,881.	2.22	0.74	1	1	0.92	1
AlK	5.73	4.95	705.19	8.03	0.02	0.96	1.01	0.43	1
MoL	2.67	0.65	214.25	7.41	0.02	0.73	1.2	0.86	1.01

Şekil 4.6. 400°C’de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %5 Mo₂C numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi



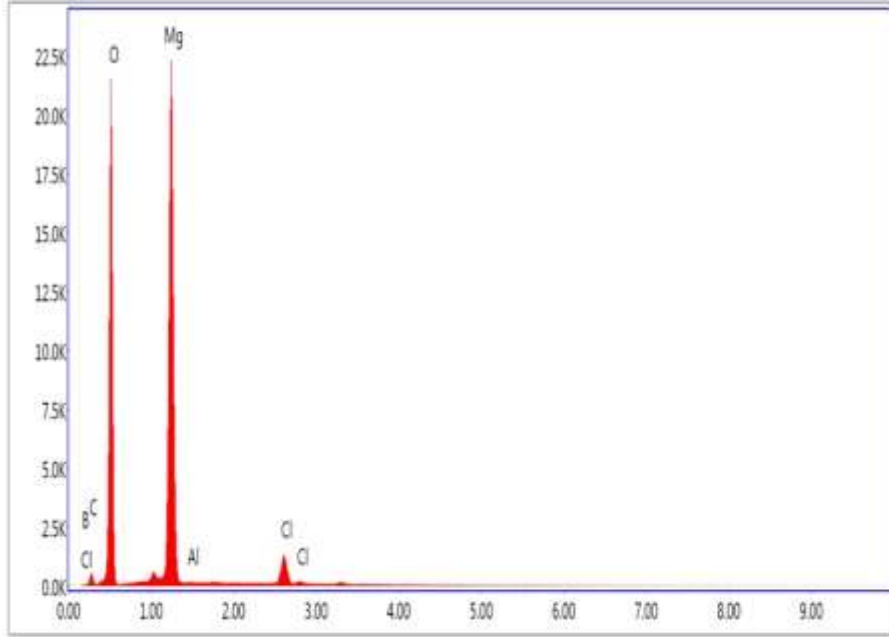
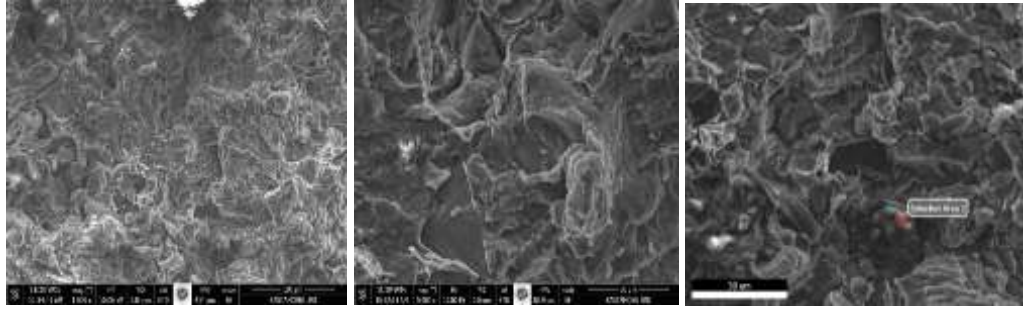
Element	Ağırlık %	Atomik %	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
C K	5.50	10.14	83.01	13.44	0.01	1.13	0.95	0.14	1
O K	9.22	12.77	773.08	8.03	0.04	1.07	0.97	0.41	1
MgK	83.56	76.17	21,466.7	2.25	0.76	0.99	1	0.92	1
AlK	0.34	0.28	36.98	19.81	0.00	0.95	1.01	0.42	1
TiK	1.39	0.64	111.16	9.05	0.01	0.82	1.05	0.98	1.04

Şekil 4.7. 400°C'de 7 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al -%10 TiC numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi



Element	Ağırlık %	Atomik %	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
C K	35.10	55.01	448.03	11.20	0.04	1.09	0.96	0.11	1
O K	2.16	2.54	96.02	12.23	0.00	1.04	0.98	0.21	1
MgK	3.55	2.75	892.05	3.83	0.03	0.96	1.01	0.85	1.03
AlK	0.70	0.49	177.62	5.63	0.01	0.92	1.02	0.9	1.05
SiK	58.49	39.20	14,435.9	2.00	0.52	0.94	1.02	0.95	1

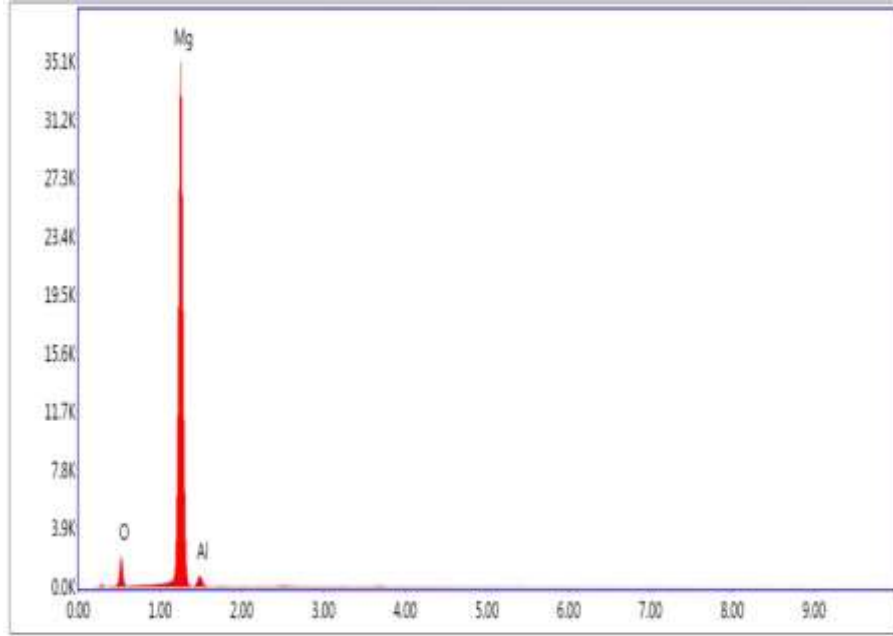
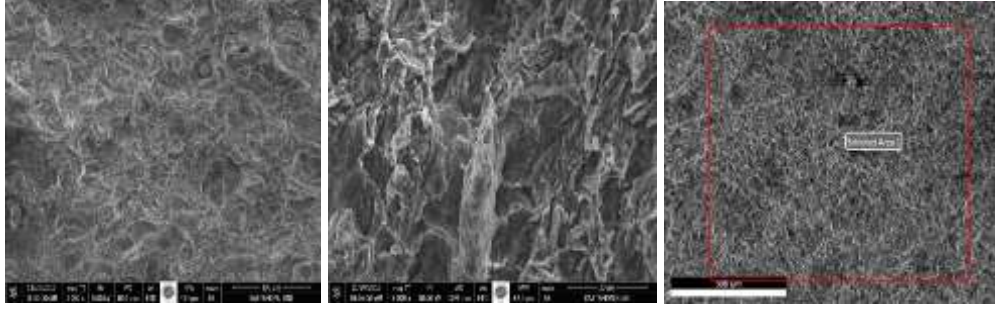
Şekil 4.8. 400°C’de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 5 SiC numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi



Lsec: 23.4 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Element	Ağırlık %	Atomik %	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
B K	0.02	0.04	0.04	99.99	0.00	1.04	0.95	0.12	1
C K	6.51	10.01	113.72	11.73	0.01	1.09	0.97	0.19	1
O K	50.61	58.37	4,389.96	6.35	0.27	1.04	0.99	0.52	1
MgK	38.66	29.34	6,318.83	4.47	0.26	0.95	1.02	0.71	1
AlK	0.34	0.23	40.15	13.16	0.00	0.91	1.02	0.55	1
ClK	3.86	2.01	473.55	4.07	0.03	0.86	1.04	0.9	1.01

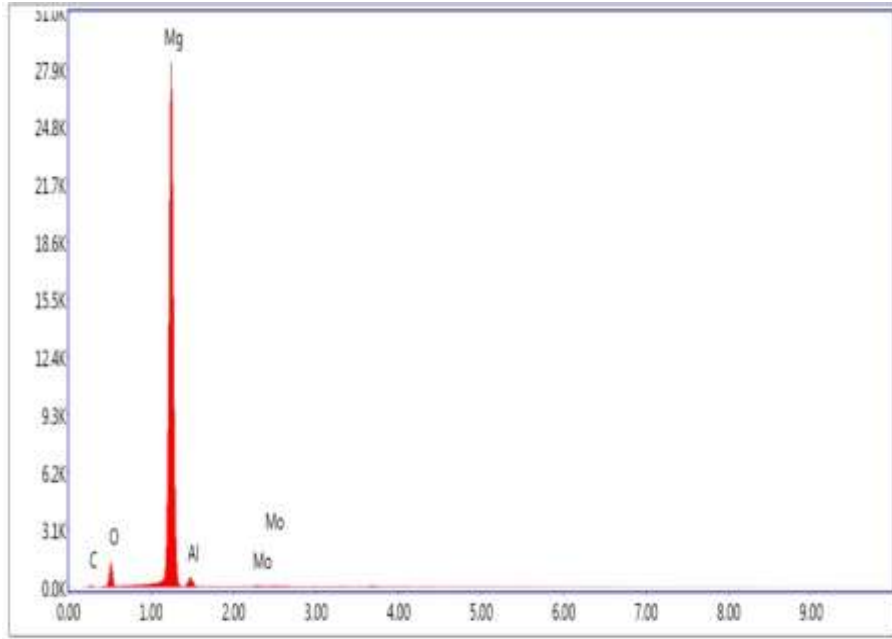
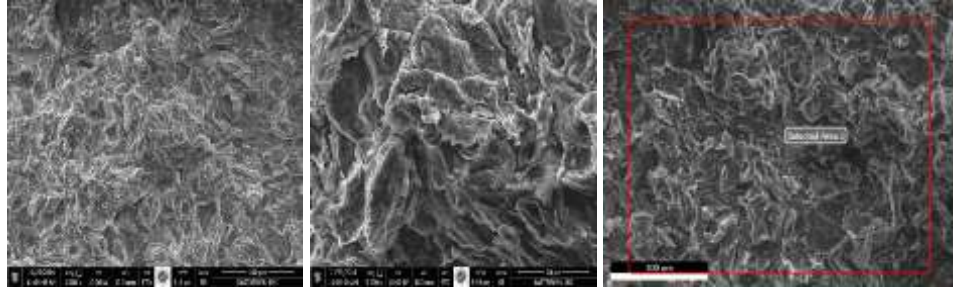
Şekil 4.9. 450 °C'de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 B₄C numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi



Live: 20.9 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Element	Ağırlık	Atomik	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
O K	10.62	13.69	446.03	7.71	0.05	1.08	0.97	0.47	1
MgK	84.55	82.12	11,253.3	2.11	0.80	0.99	1	0.94	1
AlK	4.86	4.19	264.19	9.04	0.02	0.96	1.01	0.41	1

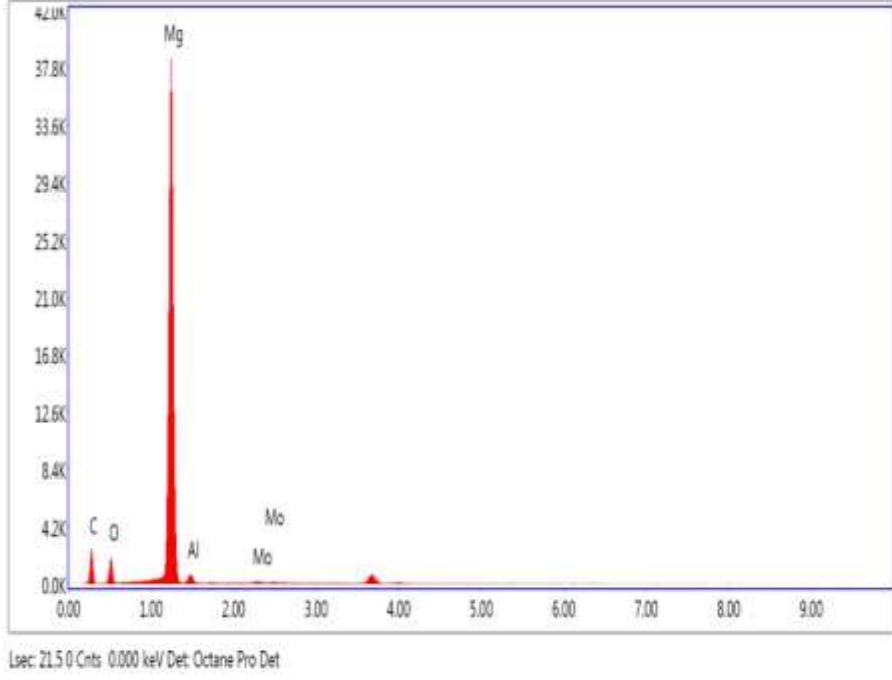
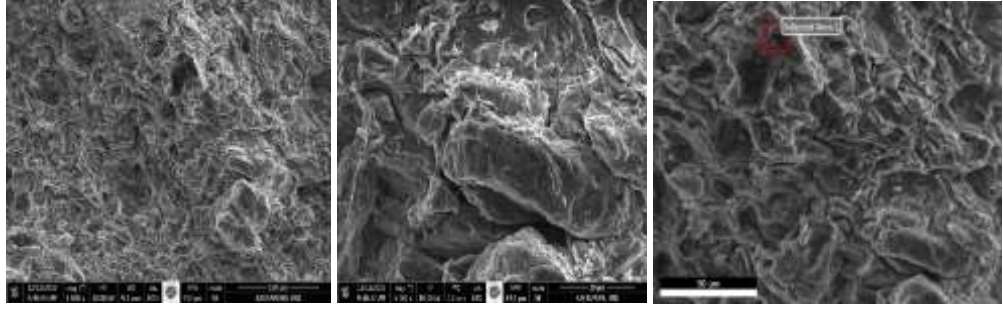
Şekil 4.10. 450°C’de 5 dakika boyunca sinterlenen katkısız (Mg-Al) numunenin kırılma yüzeyi ve EDS analizi



Use: 23.30 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

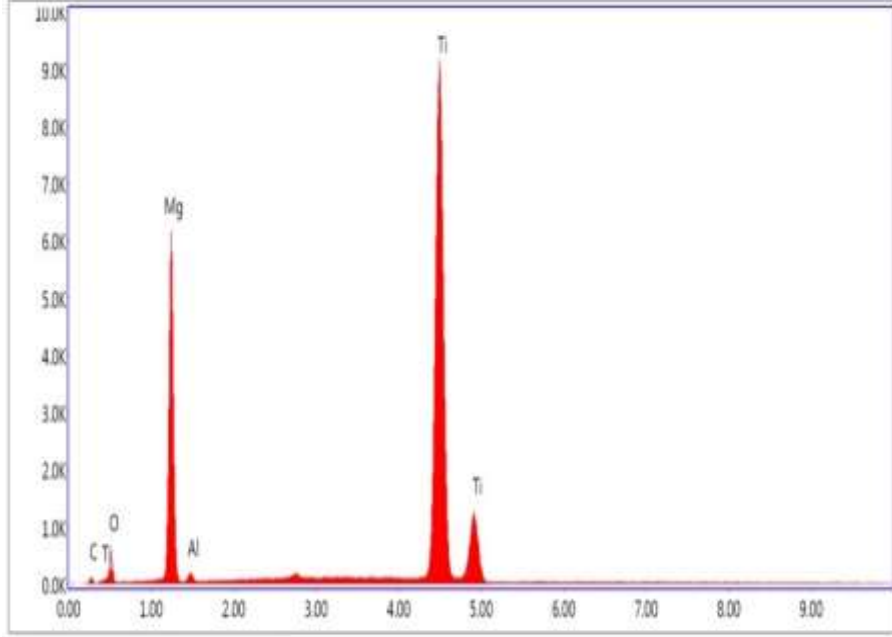
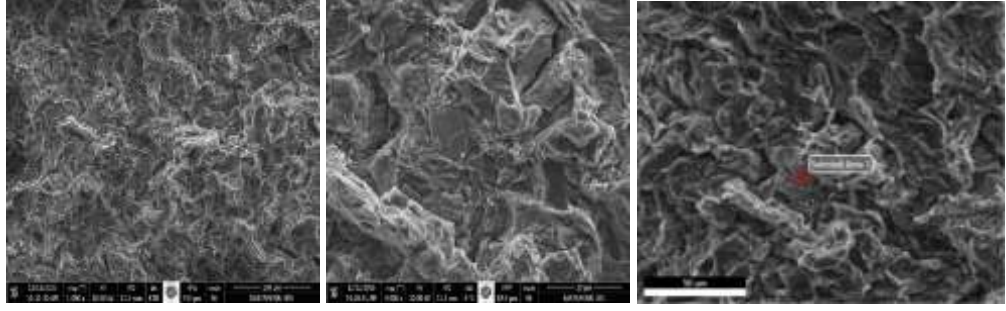
Element	Ağırlık %	Atomik %	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
CK	3.37	6.39	17.42	16.45	0.00	1.13	0.95	0.13	1
OK	7.87	11.18	252.41	8.34	0.04	1.08	0.97	0.43	1
MgK	84.72	79.23	8,077.28	2.13	0.79	0.99	1	0.94	1
AlK	3.71	3.12	147.54	9.64	0.01	0.95	1.01	0.42	1
MoL	0.33	0.08	8.76	53.22	0.00	0.73	1.2	0.86	1.01

Şekil 4.11. 450°C’de 7 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 Mo₂C numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi



Element	Ağırlık %	Atomik %	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
C K	31.38	46.78	535.82	10.37	0.06	1.09	0.96	0.18	1
O K	8.33	9.32	412.28	9.54	0.02	1.04	0.98	0.29	1
MgK	57.69	42.48	11,943.2	2.70	0.48	0.95	1.02	0.88	1
AlK	1.95	1.29	221.02	8.33	0.01	0.91	1.02	0.51	1
MoL	0.65	0.12	43.87	17.52	0.00	0.7	1.22	0.95	1.01

Şekil 4.12. 500 °C’de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 Mo₂C numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi

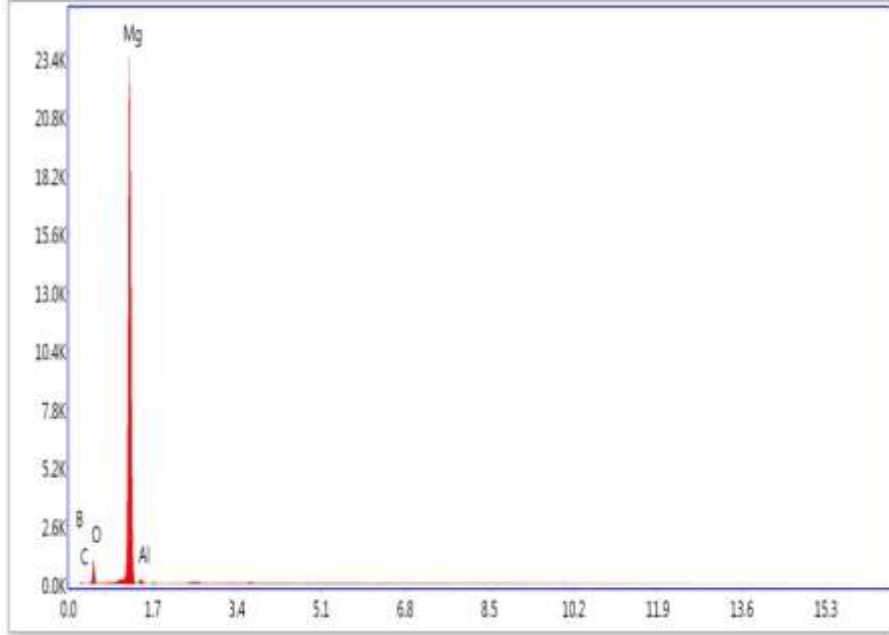
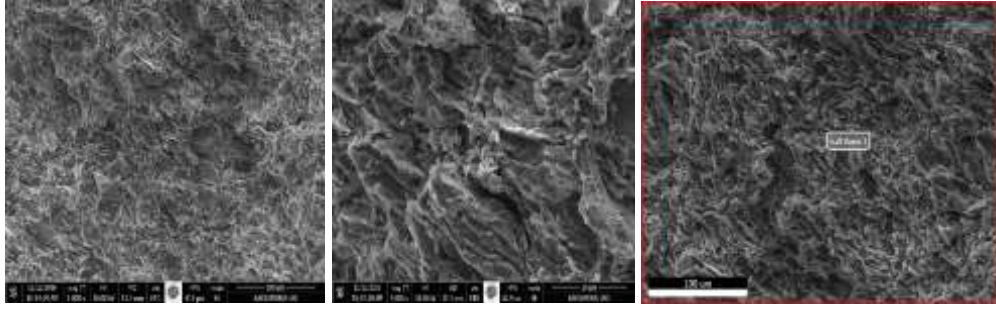


Lsec: 25.6 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Ağırlık Atomik

Element	%	%	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
C K	0.91	2.70	21.60	13.88	0.00	1.28	0.89	0.31	1
O K	7.96	17.83	118.73	12.25	0.01	1.22	0.91	0.11	1
MgK	15.33	22.60	1,559.14	6.66	0.09	1.12	0.95	0.52	1
AlK	0.26	0.35	27.40	15.22	0.00	1.08	0.96	0.56	1.01
TiK	75.54	56.51	4,210.73	2.12	0.72	0.94	1.02	1	1.01

Şekil 4.13. 500 °C’de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %5 TiC numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi

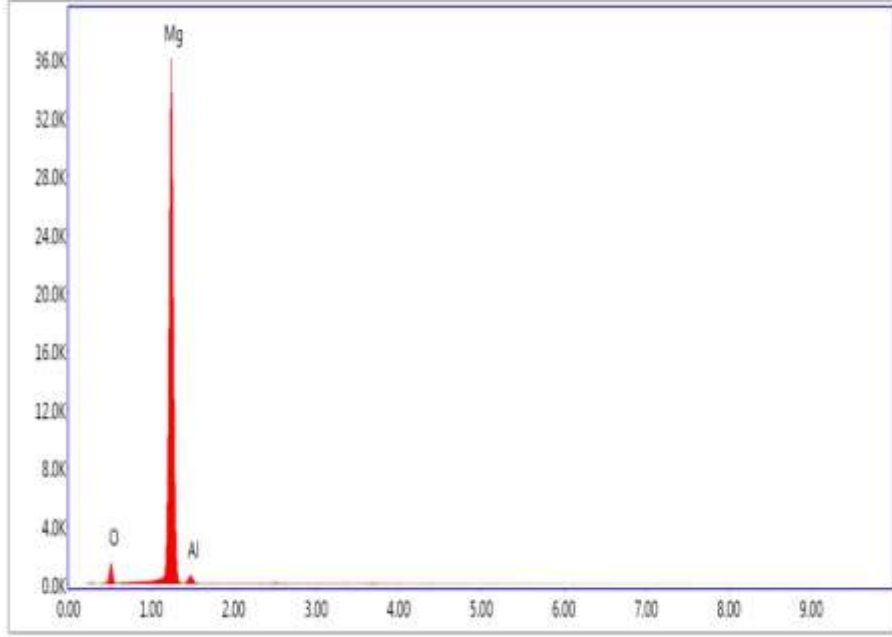
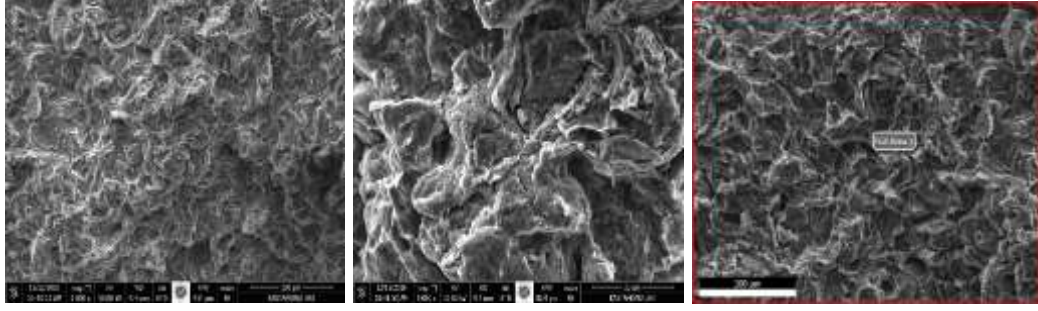


Lsec: 17.70 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Ağırlık Atomik

Element	%	%	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
B K	5.78	10.86	2.03	35.12	0.01	1.04	0.94	0.09	1
C K	5.56	9.40	18.29	16.97	0.01	1.09	0.95	0.12	1
O K	13.59	17.24	274.36	9.64	0.04	1.05	0.98	0.27	1
MgK	72.56	60.60	8,845.60	3.14	0.56	0.98	1.01	0.79	1
AlK	2.51	1.89	88.88	12.27	0.01	0.94	1.02	0.23	1

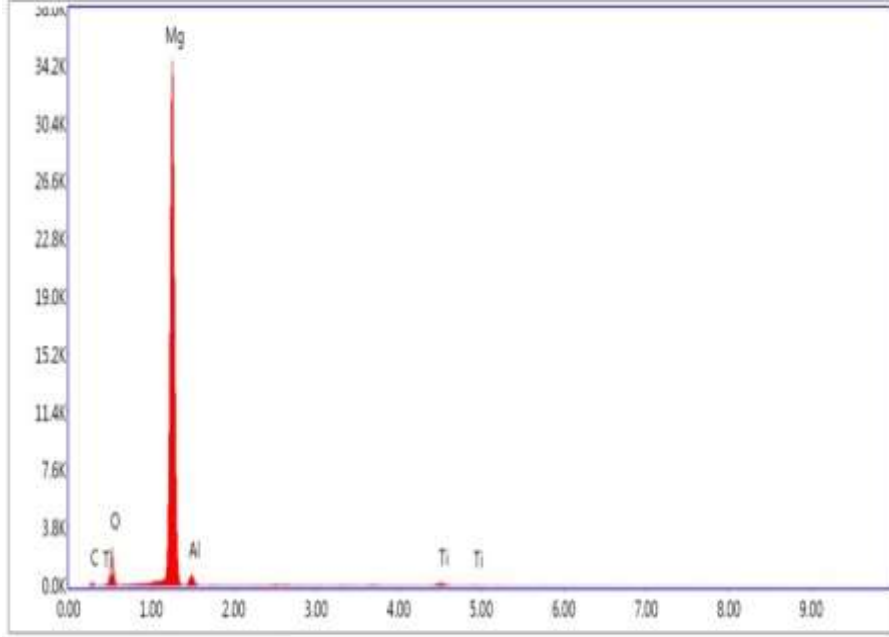
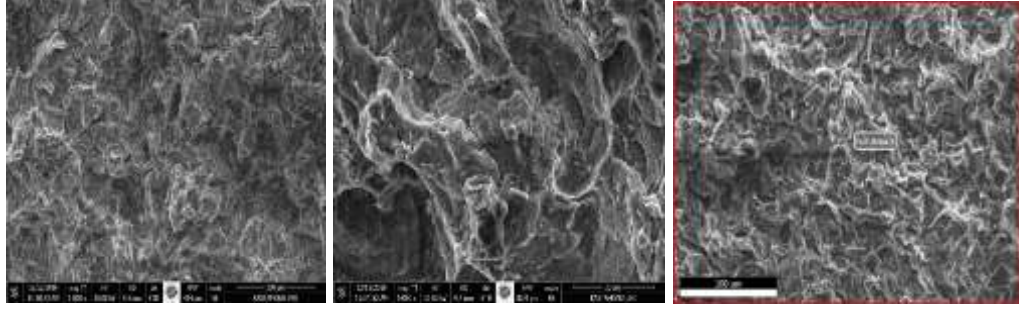
Şekil 4.14. 500°C’de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi



Time: 22.30 Cnts: 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Element	Ağırlık		Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
	%	%							
O K	7.12	10.48	299.50	7.97	0.04	1.08	0.97	0.46	1
MgK	89.03	86.17	10,646.3	1.96	0.84	0.99	1	0.95	1
AlK	3.84	3.35	183.76	9.61	0.01	0.96	1.01	0.41	1

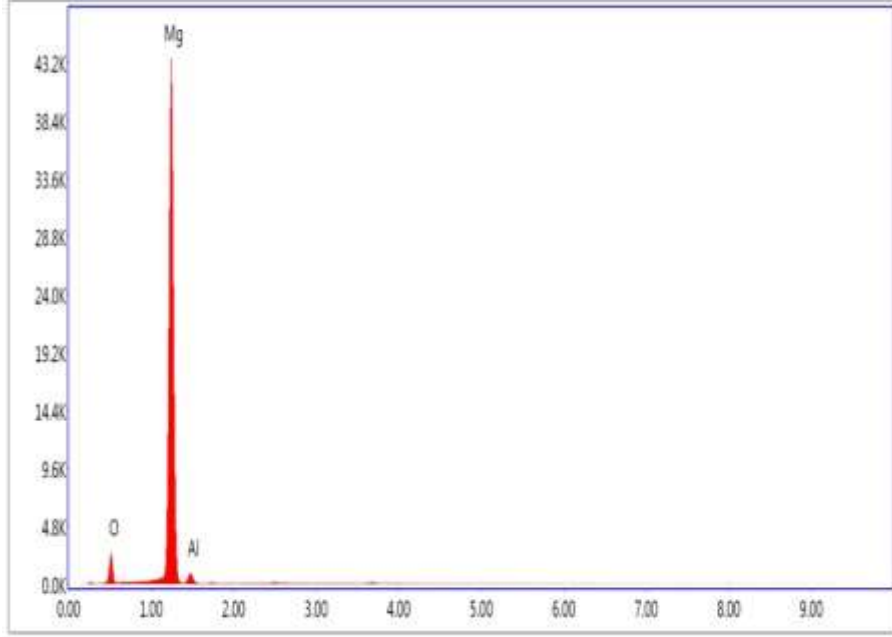
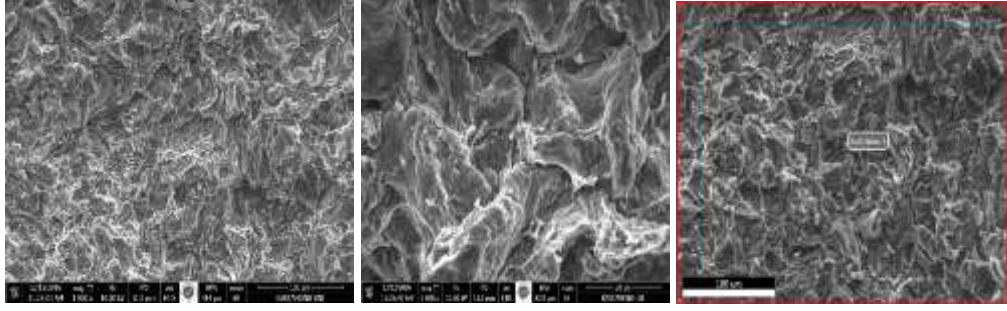
Şekil 4.15. 500°C’de 7 dakika boyunca sinterlenen katkısız (Mg-Al) numunenin kırılma yüzeyi ve EDS analizi



Lsec: 21.70 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Element	Ağırlık Atomik		Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
	%	%							
C K	5.78	10.55	49.74	13.99	0.01	1.13	0.95	0.14	1
O K	12.04	16.50	554.36	8.18	0.05	1.07	0.97	0.41	1
MgK	76.78	69.26	10,733.4	2.54	0.68	0.98	1	0.89	1
AlK	3.42	2.78	219.23	9.08	0.01	0.95	1.01	0.44	1
TiK	1.98	0.91	88.25	11.85	0.02	0.82	1.05	0.98	1.04

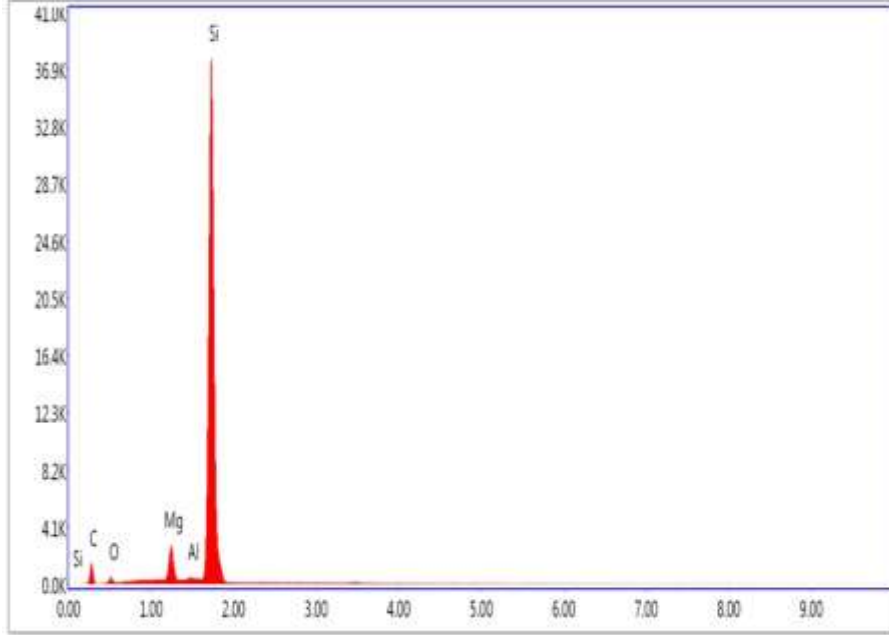
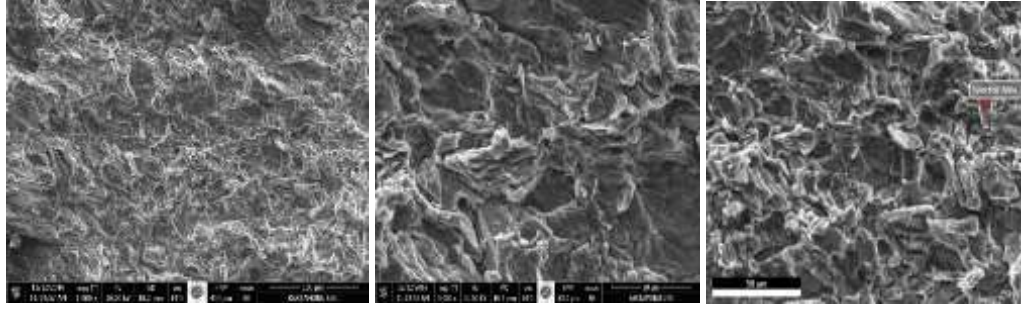
Şekil 4.16. 550 °C'de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al- %2.5 TiC numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi



Lsec: 20.70 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Element	Ağırlık %	Atomik %	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
O K	9.80	14.23	581.08	7.56	0.05	1.08	0.97	0.47	1
MgK	85.72	81.91	13,981.0	2.11	0.80	0.99	1	0.93	1
AlK	4.48	3.86	303.16	9.04	0.02	0.95	1.01	0.41	1

Şekil 4.17. 550°C'de 3 dakika boyunca sinterlenen katkısız (Mg-Al) numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi

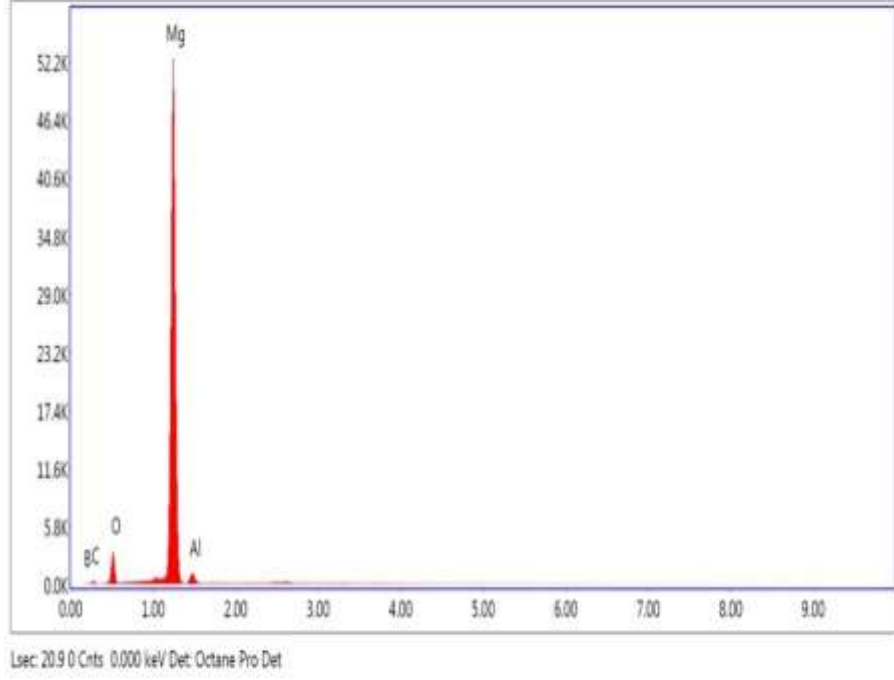
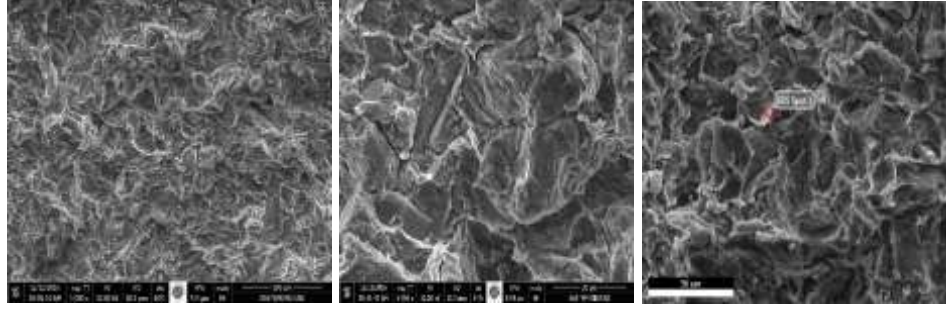


Lsec: 21.9 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Ağırlık Atomik

Element	%	%	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
C K	31.31	50.77	321.28	11.45	0.04	1.1	0.95	0.11	1
O K	2.26	2.75	87.40	12.24	0.01	1.05	0.97	0.22	1
MgK	3.69	2.96	792.74	3.83	0.03	0.96	1.01	0.86	1.03
AlK	0.63	0.45	135.10	6.64	0.01	0.93	1.01	0.9	1.05
SiK	62.11	43.07	13,023.2	2.00	0.56	0.95	1.02	0.95	1

Şekil 4.18. 550 °C'de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 SiC numunesinin yüzeyi ve EDS analizi kırılma

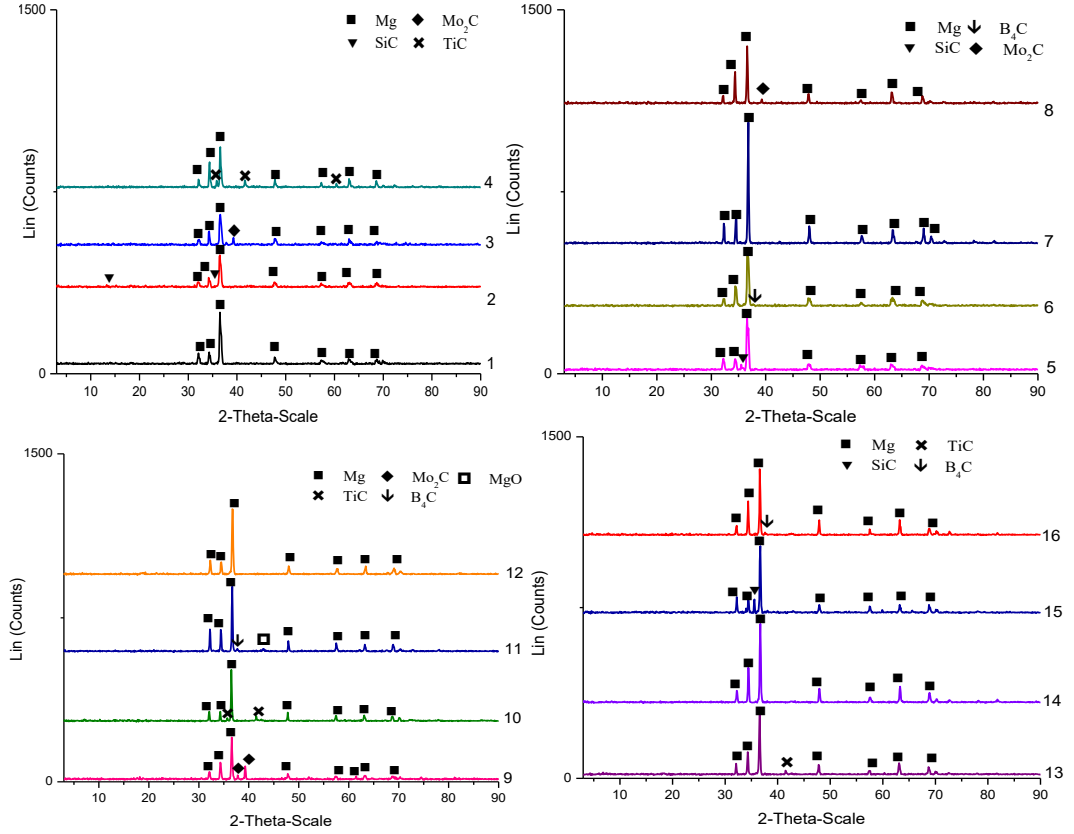


Ağırlık Atomik

Element	%	%	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
B K	4.68	9.08	5.45	24.29	0.00	1.07	0.94	0.08	1
C K	5.07	8.86	59.48	13.94	0.01	1.12	0.95	0.13	1
O K	10.11	13.26	720.37	7.96	0.05	1.07	0.98	0.42	1
MgK	76.57	66.04	16,550.4	2.24	0.69	0.98	1.01	0.92	1
AlK	3.56	2.77	346.82	8.67	0.01	0.94	1.01	0.44	1

Şekil 4.19. 550 °C'de 7 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %5 B₄C numunesinin kırılma yüzeyi ve EDS analizi

Sinterleme parametrelerine bağlı olarak bağlantıyı sağlayan bir fazın toz taneciklerinin arayüzünde oluşup oluşmadığını ve mevcut fazların durumunun nasıl değiştiğini belirlemek amacıyla yapılan XRD analizi Şekil 4.20'de verilmektedir. Genel olarak Mg, MgO, B₄C, TiC, Mo₂C ve SiC fazları tüm grafiklerde üretim parametrelerine ve katkı maddelerine göre görülmektedir. Çizelgelerde Al'un görülmemesinin nedeni, Mg içinde çözünmesi ve katı bir çözelti oluşturmasıdır.



Şekil 4.20. XRD grafikleri

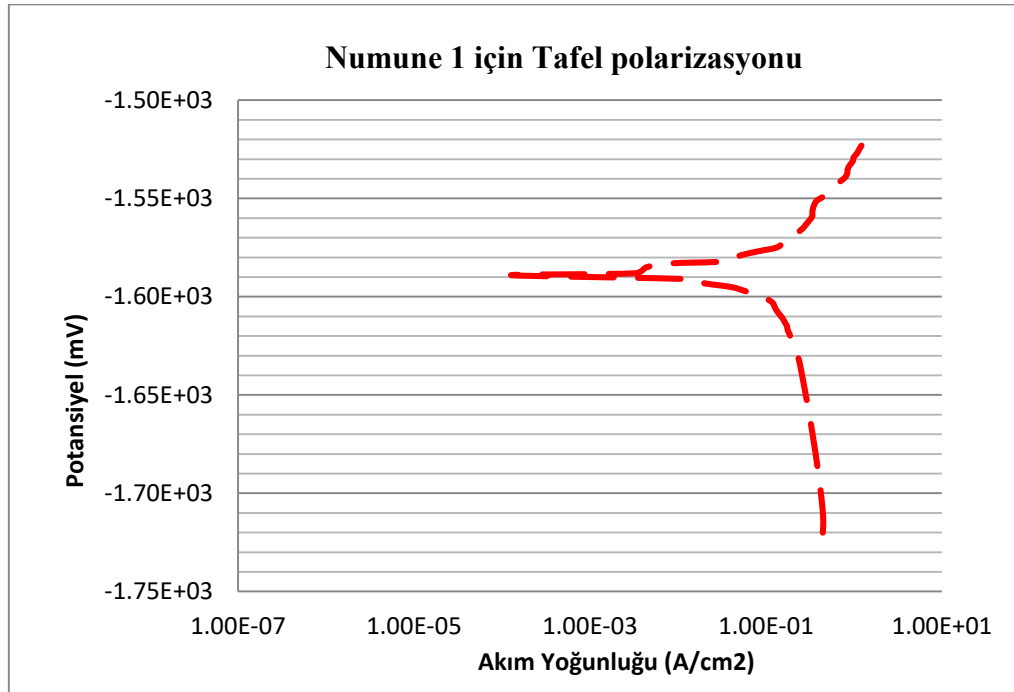
4.3. Elektrokimyasal Korozyon Deneyi

Korozyon süreci anodik ve katodik reaksiyonlardan oluşur. Anodik reaksiyonda (oksidasyon), metal çözünür ve iyon M^{2+} olarak çözeltiye aktarılır. Bu örnekte katodik reaksiyon oksijenin azalmasıdır. İşlemin devreyi herhangi birikmiş yükten arındırdığı görülebilir. Anodik reaksiyon ile salınan elektronlar metal yoluyla katodik reaksiyonda tüketilen katot bölgesine iletilir. Bu korozyon işlemi için gerekli koşul, ortamın metalle temas halinde iletken bir sıvı (elektrolit) olmasıdır. Devre, elektrolit üzerinden iyon iletimi yoluyla kapanır. Koşullara göre, bu çözünme sürecine sulu korozyon denir ve mekanizma genellikle elektrokimyasaldır.

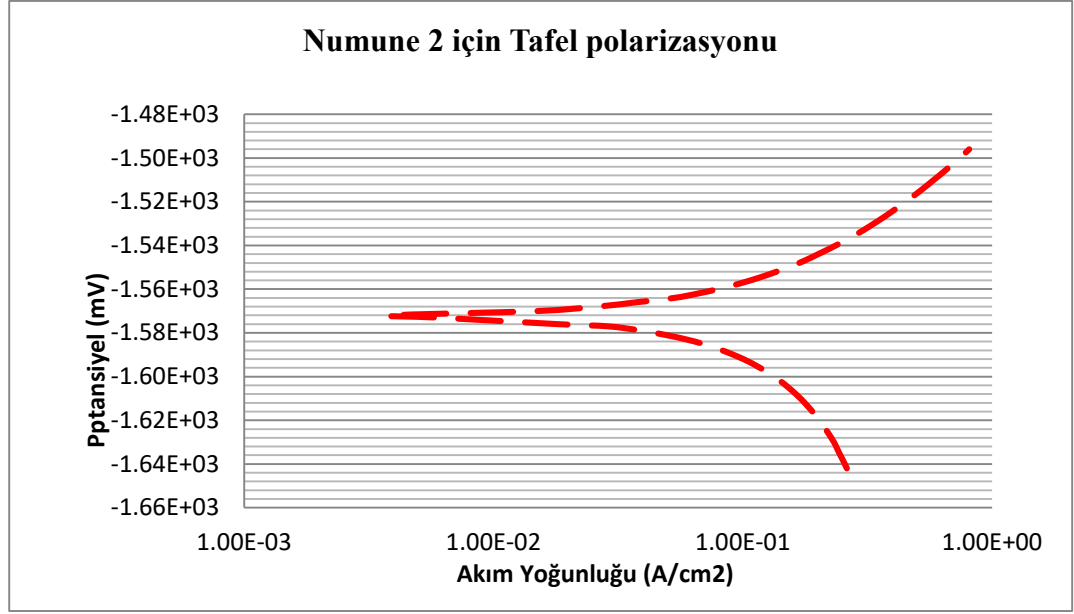
4.3.1. % 3.5 NaCl Çözeltisinde Elektrokimyasal Korozyon Deneyi

Bu çalışmada, örnek olarak 1, 6, 8 ve 11 deneylerinde kullanılan dört Mg-Al matrisli kompozitinin korozyon davranışı Tafel polarizasyon eğrileri (potansiyodinamik polarizasyon eğrileri) ile değerlendirildi. Ağırlıkça % 3.5 NaCl çözeltisindeki Mg-Al

alaşımlarının Tafel eğrileri Şekil (4.21-4.36)'da gösterilmektedir. Mg'nin korozyon hızını ölçmek için kullanılan Tafel ekstrapolasyon yönteminde, korozyon akımı yoğunluğu, i_{corr} (mA/cm^2), ortalama korozyon hızı için Tafel ekstrapolasyon eğrisi ve i_{corr} değerine bağlıdır (Song, 2005; Zhao vd., 2009). Değerlendirilen dört Mg-Al matrisi numuneleri için, Tafel uydurma ile elde edilen korozyon akımı yoğunluğu, sırasıyla $4.9 \times 10^{-5} \text{ A}/\text{cm}^2$ $7.48 \times 10^{-4} \text{ A}/\text{cm}^2$ $5.1 \times 10^{-5} \text{ A}/\text{cm}^2$ ve $4.36 \times 10^{-5} \text{ A}/\text{cm}^2$ olup, korozyon hızı 283 mpy, 431mpy, 29.46mpy, 72.4 mpy olarak hesaplanmıştır. Bu sonuçlar korozyon direncinin Mg-Al matrisini önemli ölçüde iyileştirdiğini göstermektedir. Numunenin akım yoğunluğunda tespit edilen görünür bir değişiklik, karbonizasyon tabakasına bağlanabilir. Boşaltma işleminin elektrokimyasal işlem olduğu düşünülmektedir ve karbon potansiyeli magnezyumdan daha yüksektir ve oksitlerin kimyasal özellikleri ana malzemeden daha fazla karardır. Karbon kaplı tabaka, klonlamayı ve diğer zararlı iyonların yüzeyi tahrip etmesini önlemek için iyi bariyer özellik sergilemektedir. Bu nedenle magnezyum alaşımının korozyon direnci geliştirilmiştir. Ortalama korozyon hızları bütün numuneler için bulunmuş olup, Tablo 4.6'da verilmektedir.



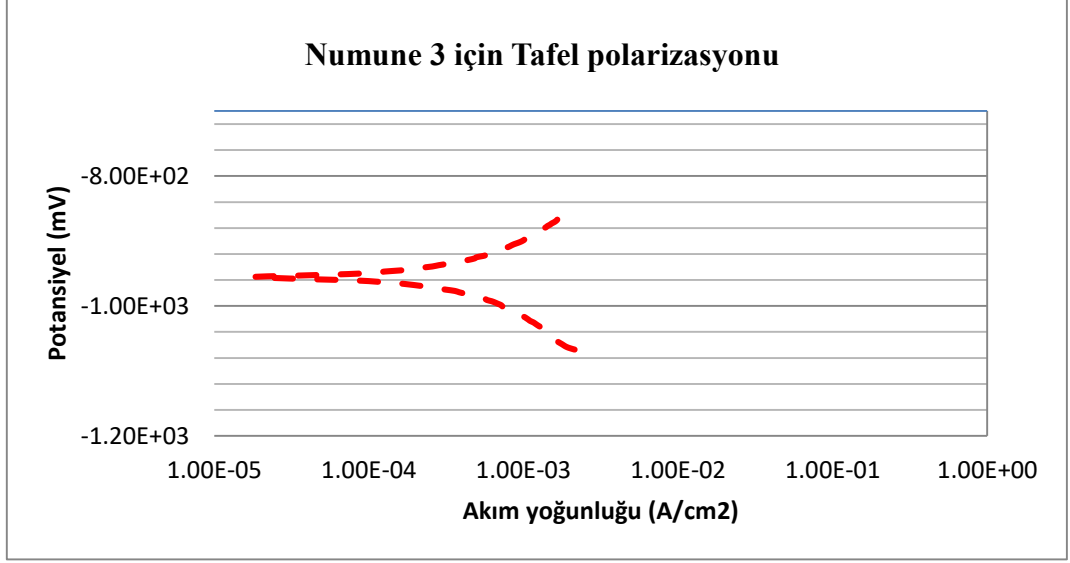
Şekil 4.21. 400 °C'de 1 dakika boyunca sinterlenen saf (Mg-Al) matrisinin Tafel polarizasyon eğrileri



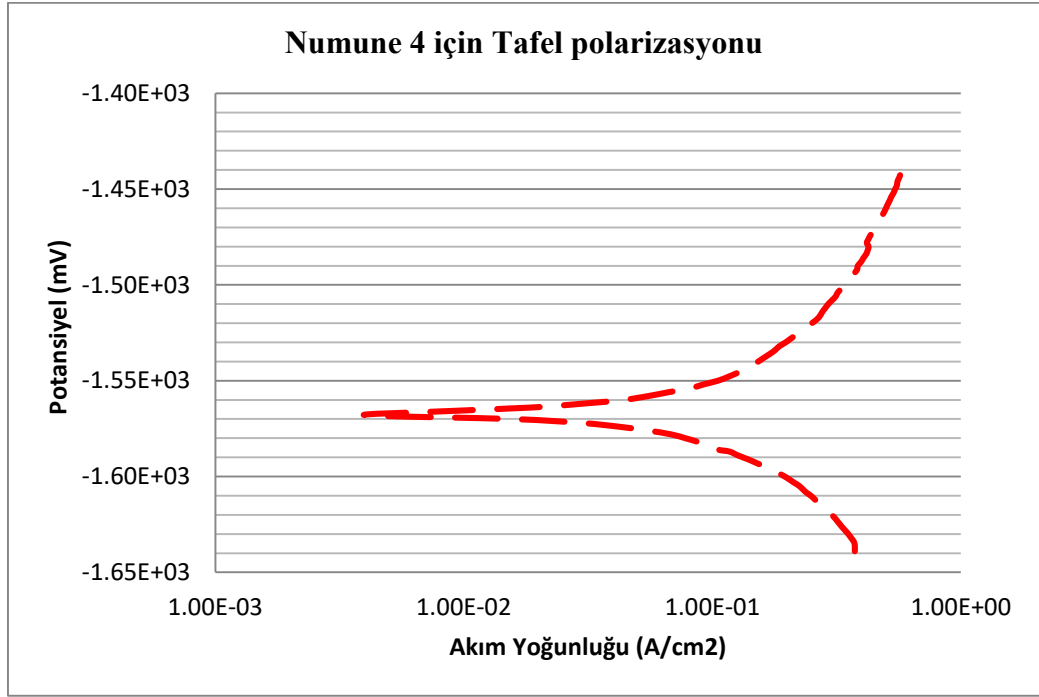
Şekil 4.22. 400 °C' de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 2.5 SiC kompozitin Tafel polarizasyon eğrileri

Tablo 4.6. % 3.5 NaCl solüsyonunda Mg-Al matrisli karbür katkıli kompozitlerin üzerinde korozyon etkilerinin deneysel sonuçları.

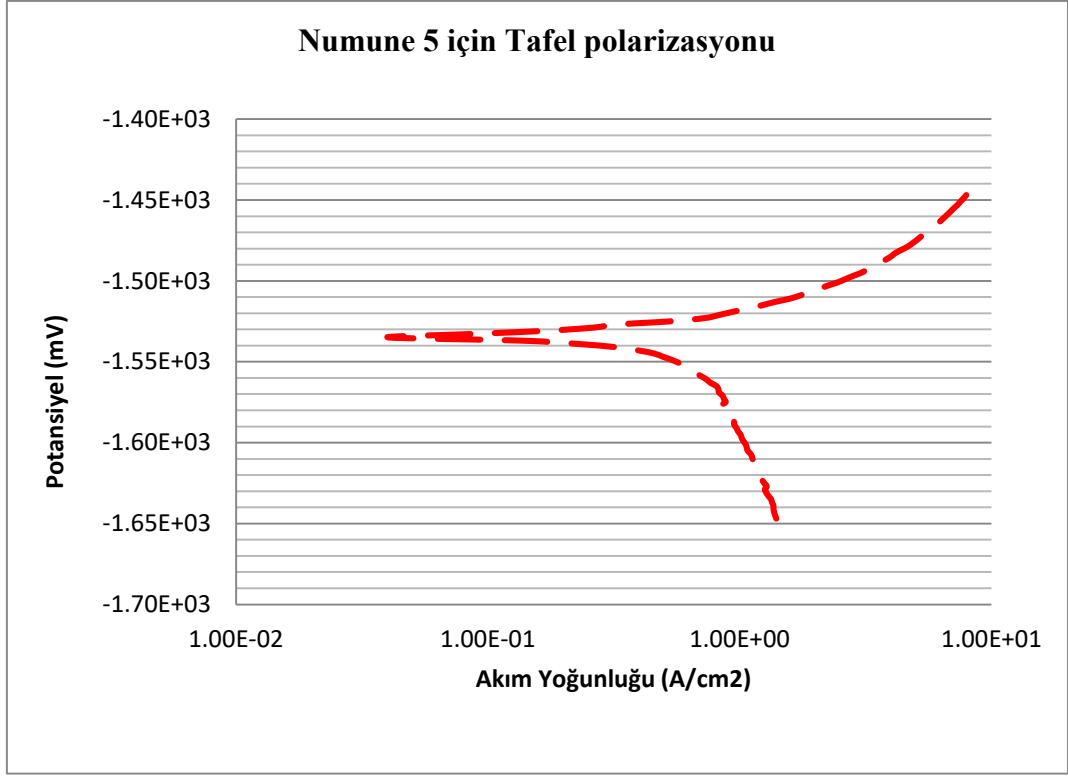
No	A	B	C	D	Test Planı				Sonuçlar				
					Sinterleme sıcaklığı (°C)	Sinterleme süresi (dakika)	Katkı türü	Katkı oranı (ağırlıkça%)	Korozyon Hızı	BetaA	BetaC	Icorr	Ecorr
1	1	1	1	1	400	1	B ₄ C-saf	0	283	0.0463	0.115	49	-1.599
2	1	2	2	2	400	3	SiC	2,5	216	0.1434	1.089	316	-1.57
3	1	3	3	3	400	5	Mo ₂ C	5	549	0.2516	0.278	926	-0.956
4	1	4	4	4	400	7	TiC	10	1320	890.6	861.9	2.08	-1.57
5	2	1	2	3	450	1	SiC	5	1056	0.097	1.01	1.6	-1.53
6	2	2	1	4	450	3	B ₄ C	10	431	0.1105	0.469	748	-1.54
7	2	3	4	1	450	5	TiC-saf	0	1052	0.3258	1	1.82	-1.53
8	2	4	3	2	450	7	Mo ₂ C	2,5	29460	2.21	8.274	51.1	-1.54
9	3	1	3	4	500	1	Mo ₂ C	10	62490	1.626	22.51	102	-1.49
10	3	2	4	3	500	3	TiC	5	879	0.0639	0.419	1.48	-0.124
11	3	3	1	2	500	5	B ₄ C	2,5	72.4	.0787	0.396	436	-1.52
12	3	4	2	1	500	7	SiC-saf	0	235	0.054	0.317	126	-1.51
13	4	1	4	2	550	1	TiC	2,5	272	.0622	0.977	506	-1.52
14	4	2	3	1	550	3	Mo ₂ C-saf	0	84	.0745	0.352	142	-1.55
15	4	3	2	4	550	5	SiC	10	125	.0238	0.105	19.7	-1.04
16	4	4	1	3	550	7	B ₄ C	5	177	.0564	0.443	307	-1.5



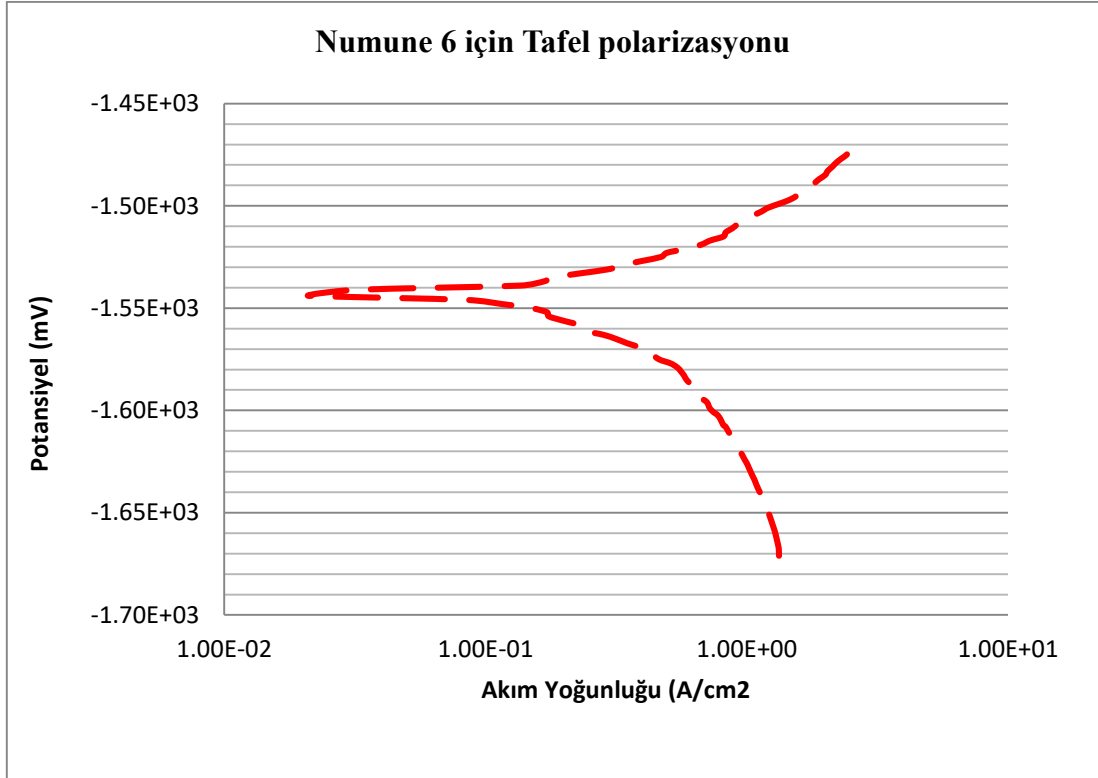
Şekil 4.23. 400 °C’de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 5 Mo₂C numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri



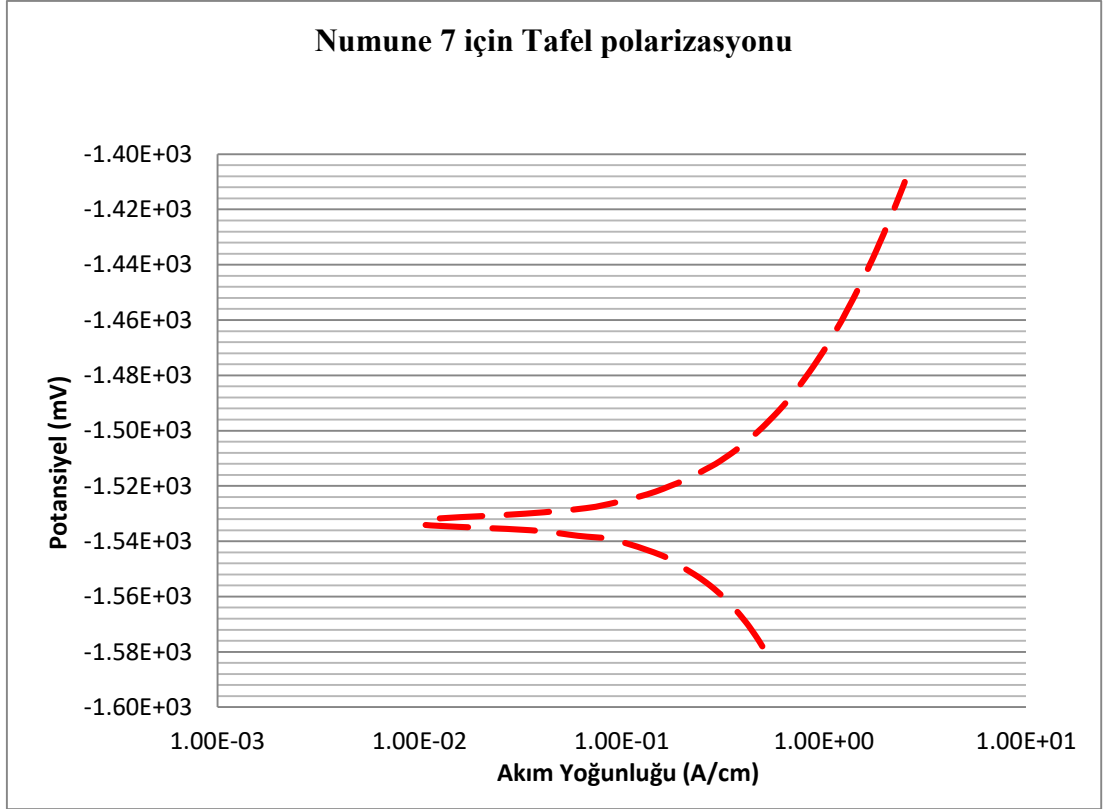
Şekil 4.24. 400 °C’de 7 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 10 TiC numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri



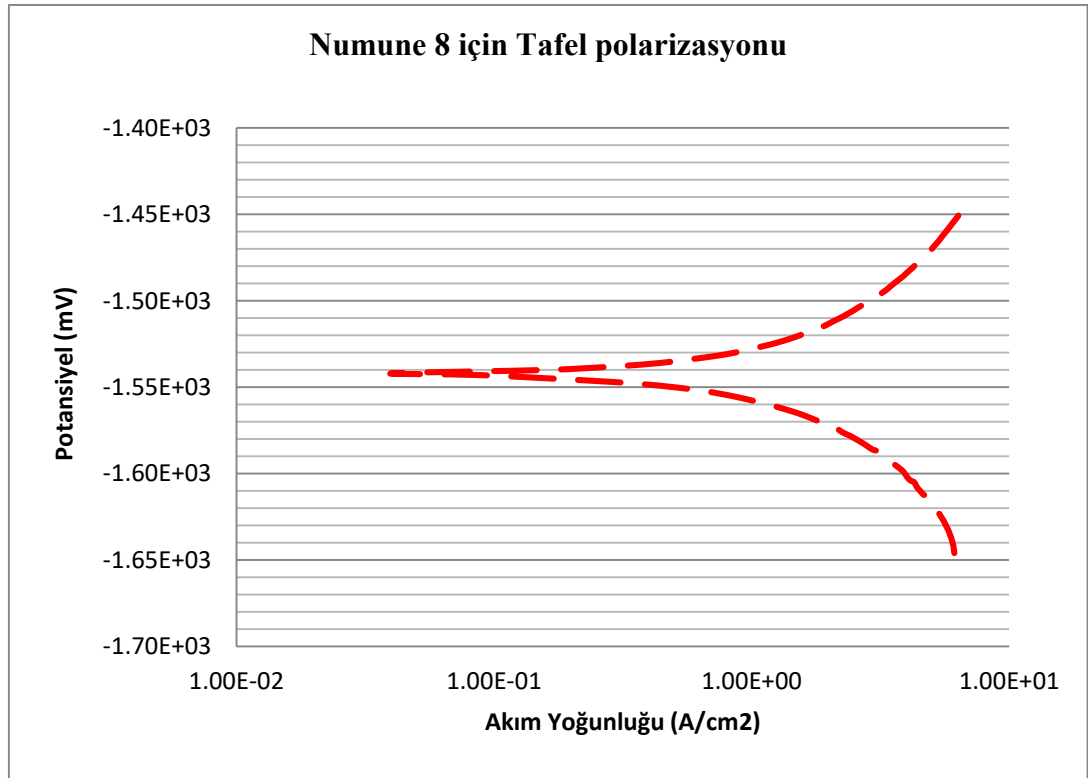
Şekil 4.25. 400 °C’de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 5 SiC numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri



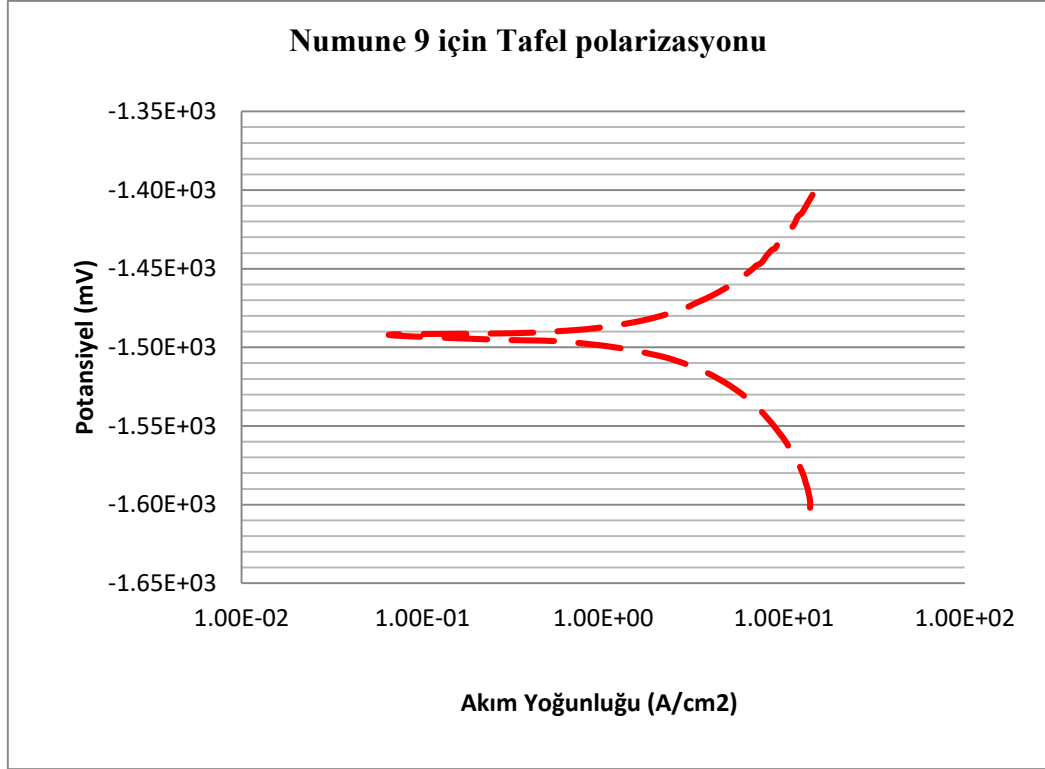
Şekil 4.26. 450 °C’de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 B₄C numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri



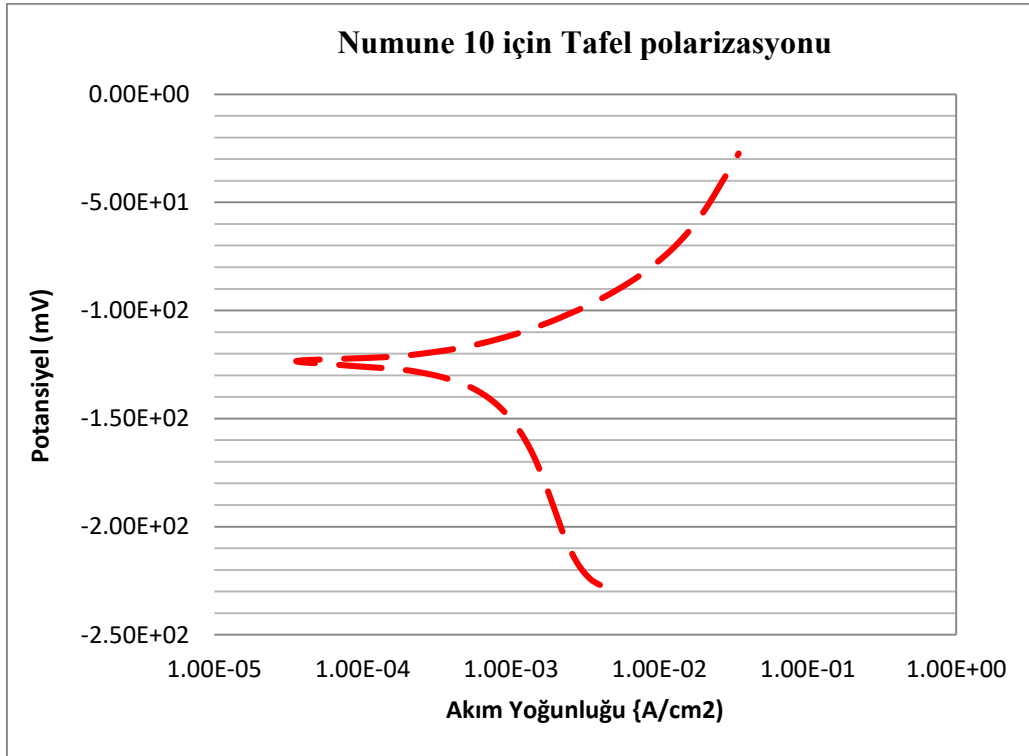
Şekil 4.27. 450 °C’de 5 dakika boyunca sinterlenen modifiye edilmemiş (Mg-Al) numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri



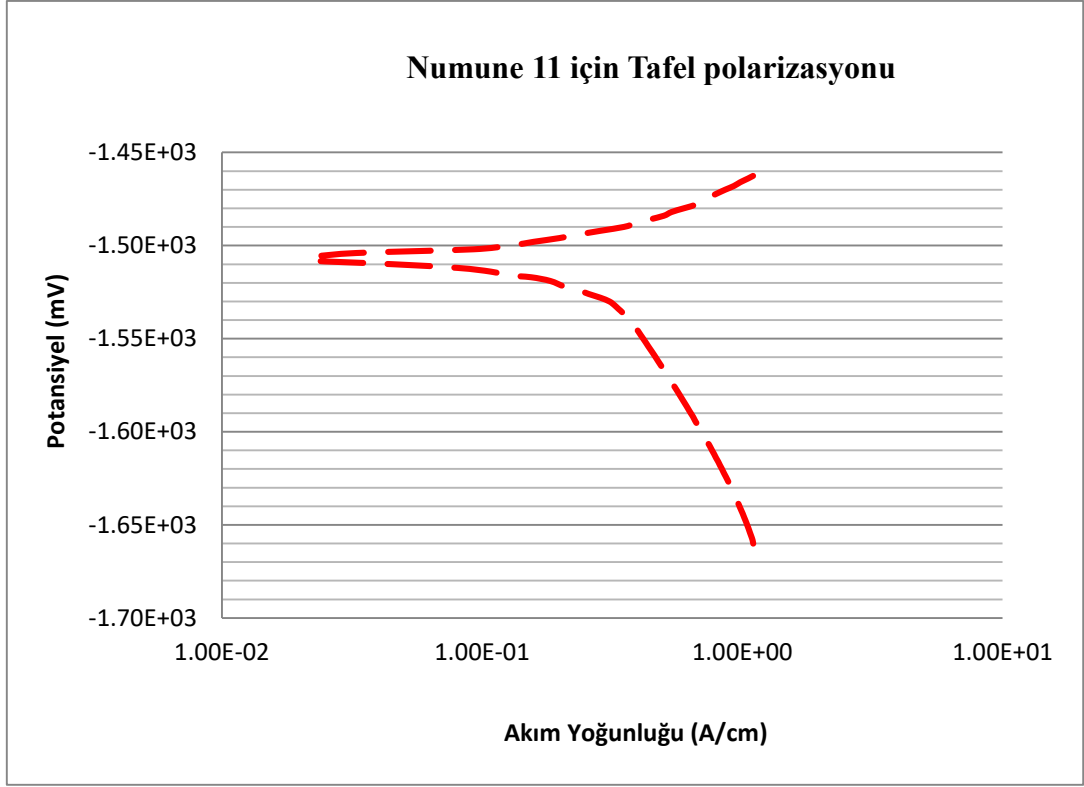
Şekil 4.28. 450 °C’de 7 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 Mo₂C numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri



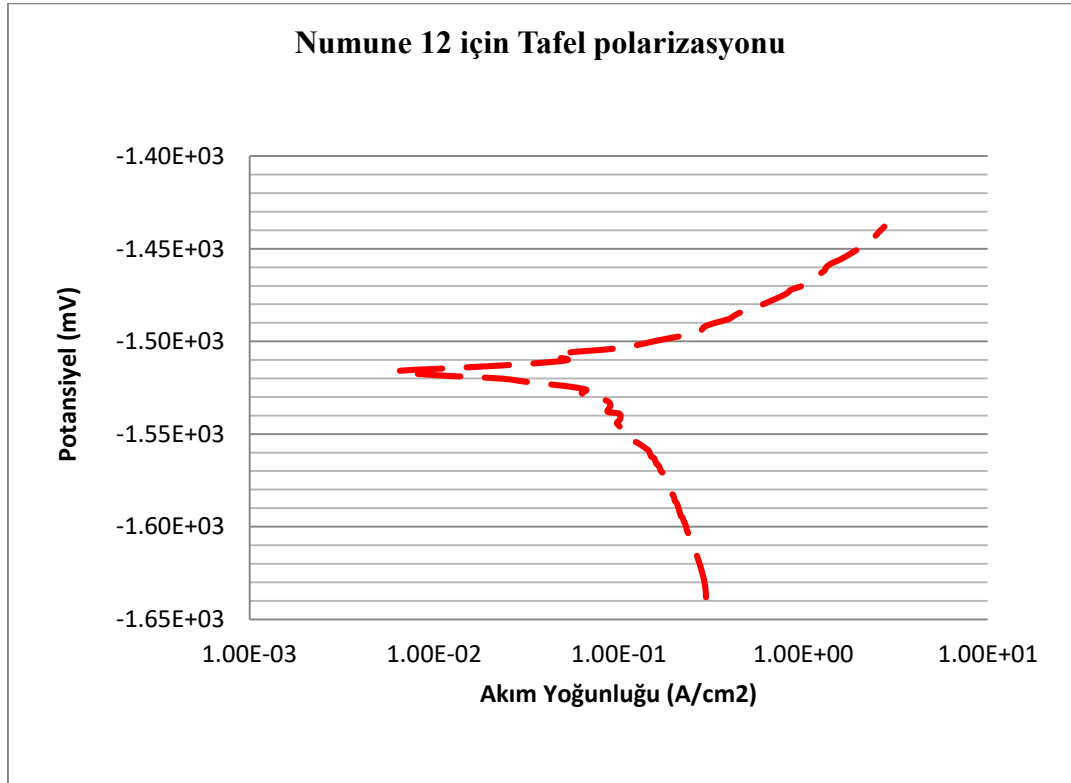
Şekil 4.29. 500 °C’ de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 Mo₂C numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri



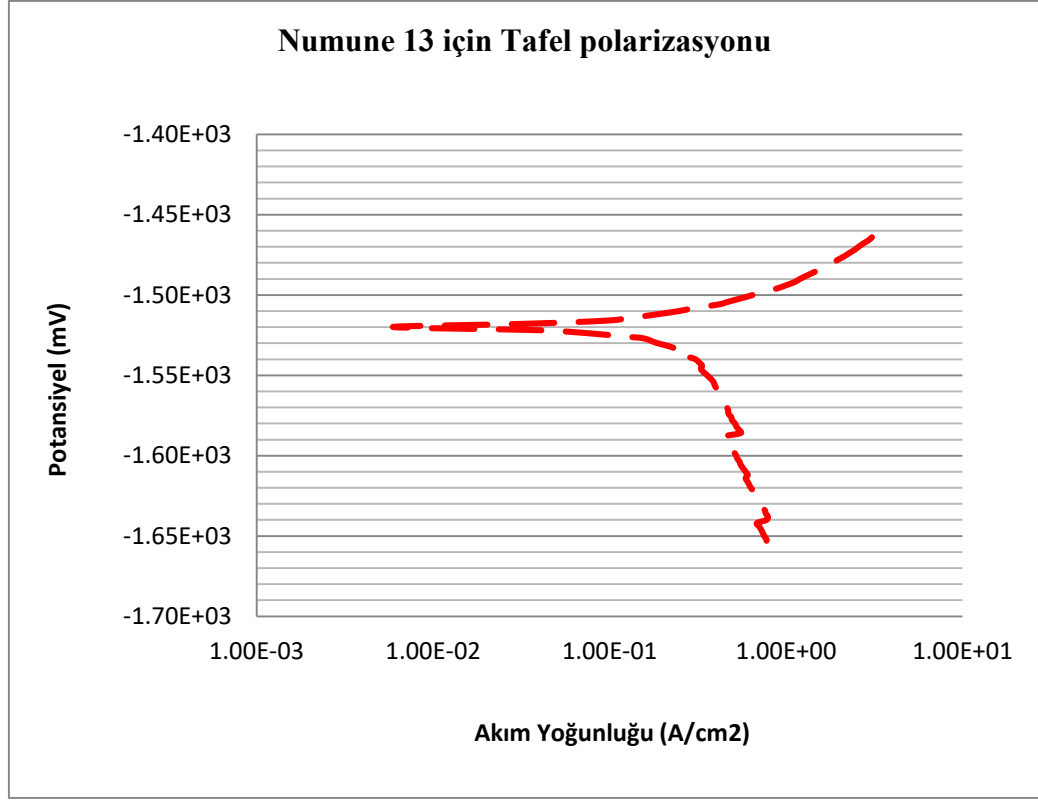
Şekil 4.30. 500 °C’de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %5 TiC numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri



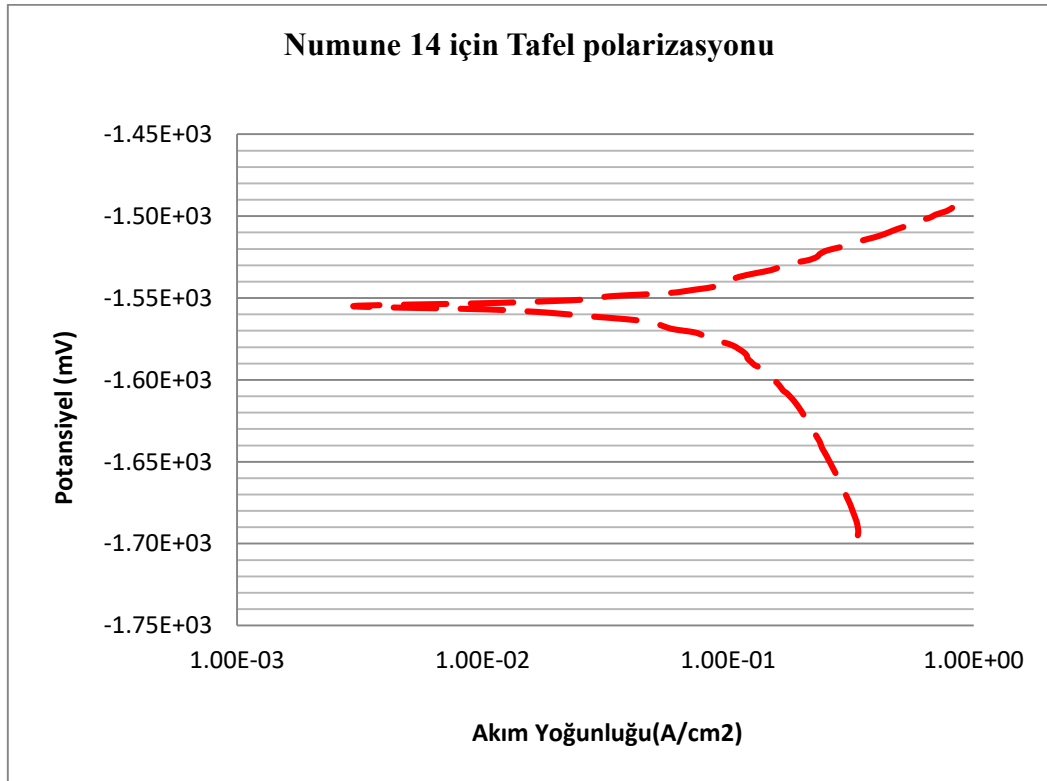
Şekil 4.31. 500 °C’de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri



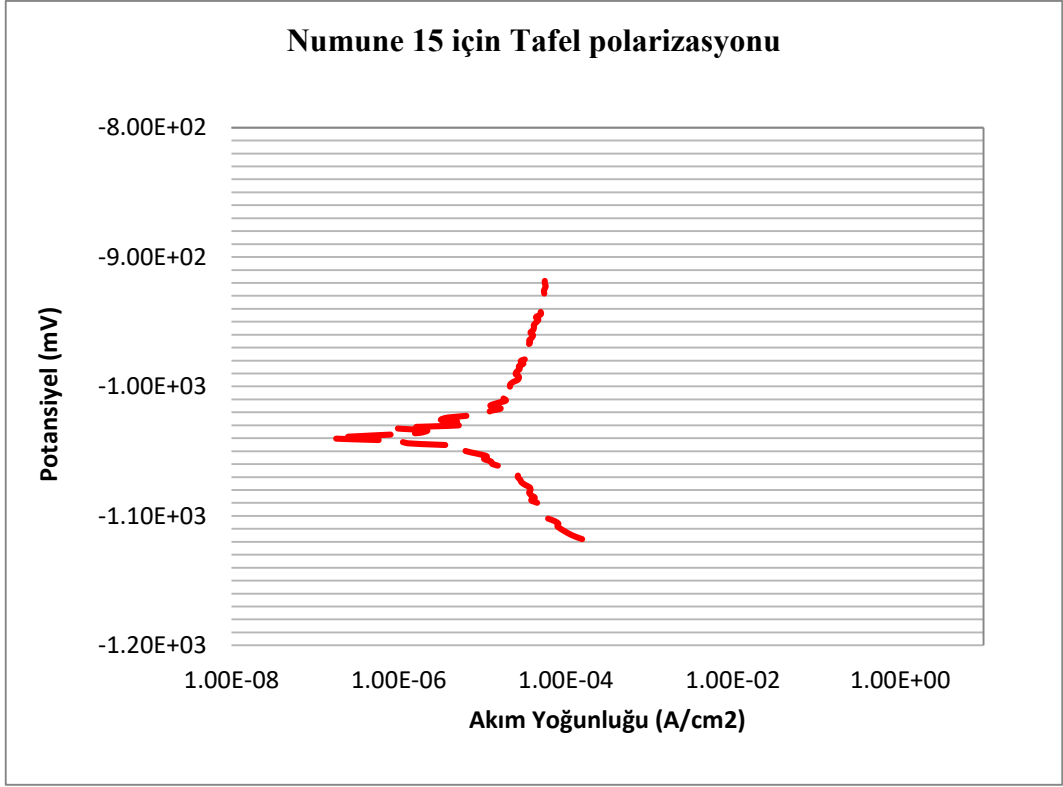
Şekil 4.32. 500 °C’de 7 dakika boyunca sinterlenen yanmamış (Mg-Al) numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri



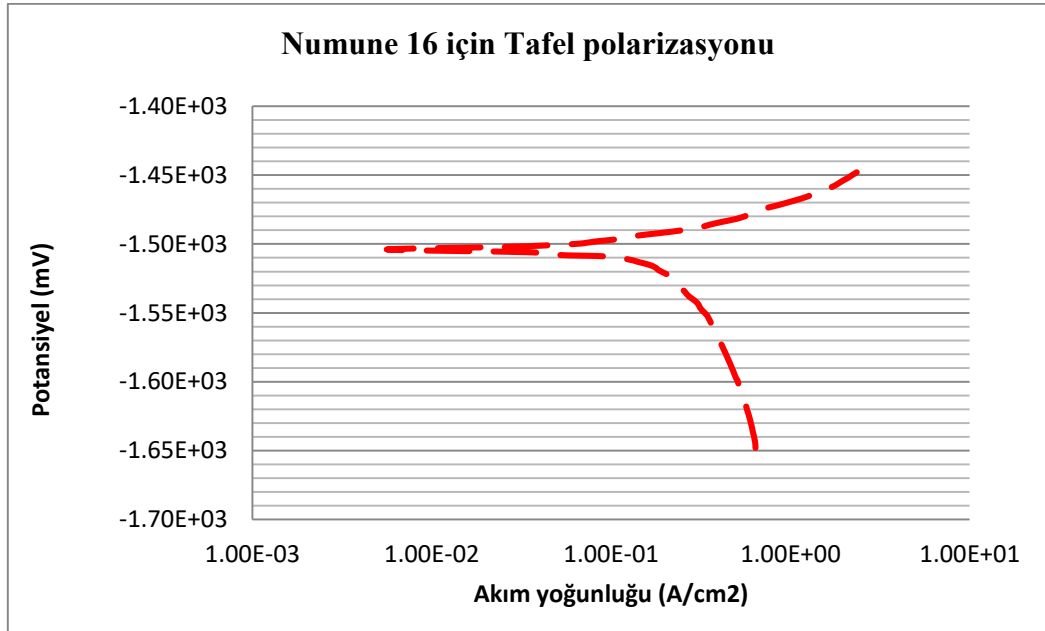
Şekil 4.33. 550 °C’de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 TiC numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri



Şekil 4.34. 550 °C’de 3 dakika boyunca sinterlenen modifiye edilmemiş (Mg-Al) numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri



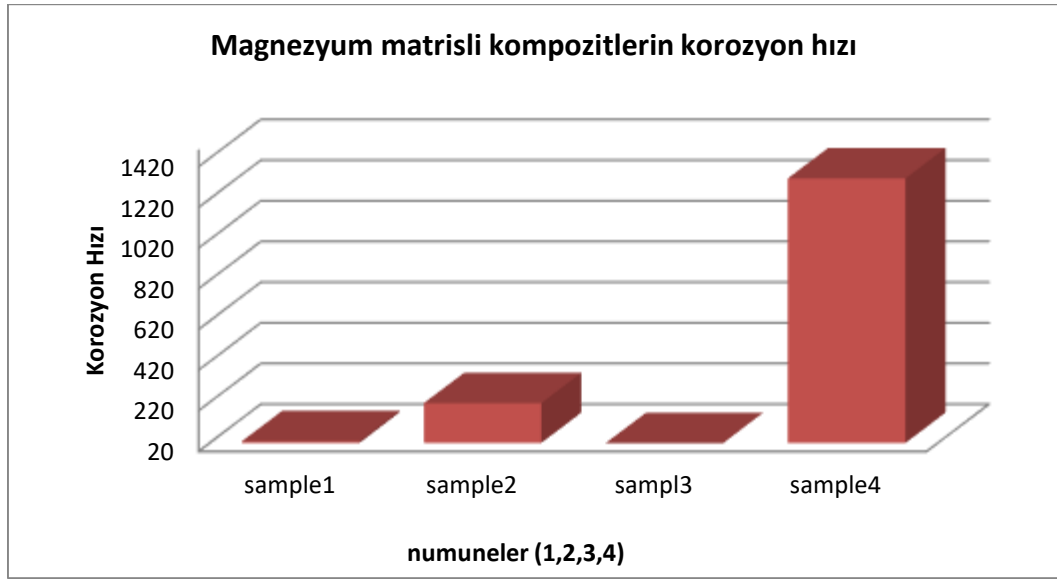
Şekil 4.35. 550 °C’de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 SiC numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri



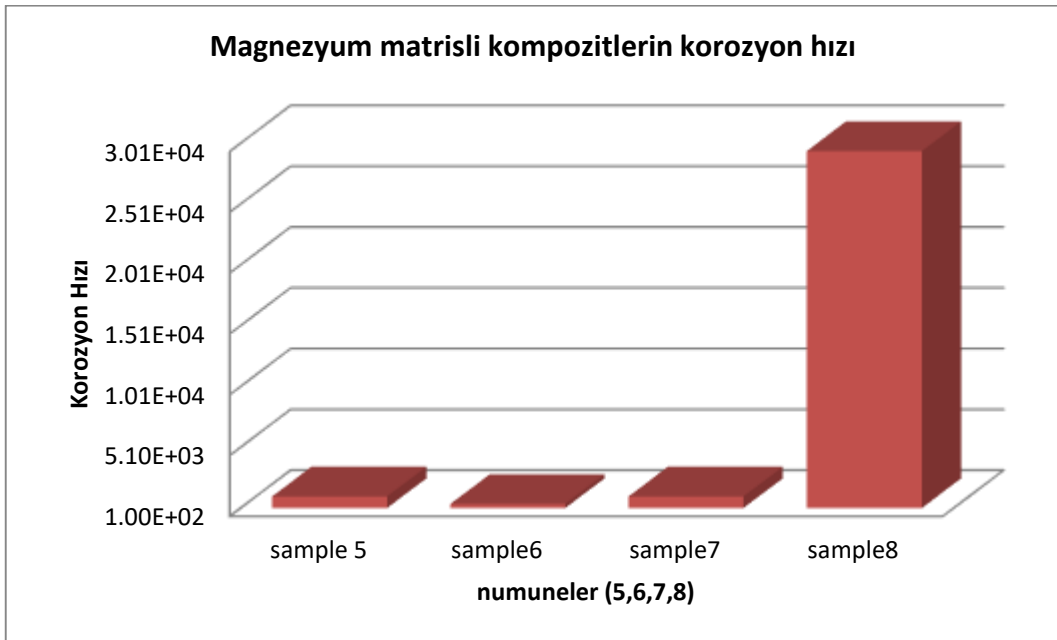
Şekil 4.36. 550 °C’de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 SiC numunesini içeren kompozitlerin Tafel polarizasyon eğrileri

4.3.2. % 3.5 NaCl Solüsyonunda Magnezyum Matrisli Kompozit Numunelerinin Korozyon Hızı

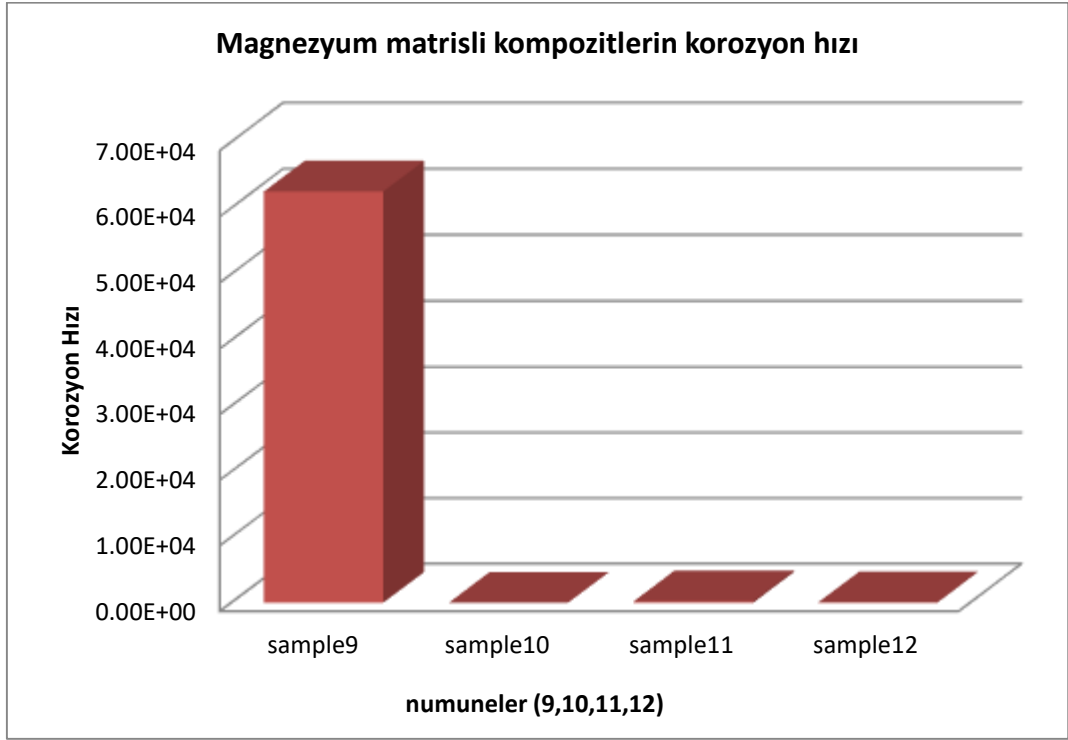
Farklı magnezyum alaşım numuneleri arasındaki ilişki aşağıda gösterilmektedir. Burada sodyum klorür çözeltisinde test edilen numuneler arasında korozyon hızında bir fark vardır. Şekil (4.37-4.42)'de gösterildiği gibi numune 11'deki korozyon hızı düşüktür ve numune 3, 8 ve 9 için yüksek korozyon hızı mevcuttur.



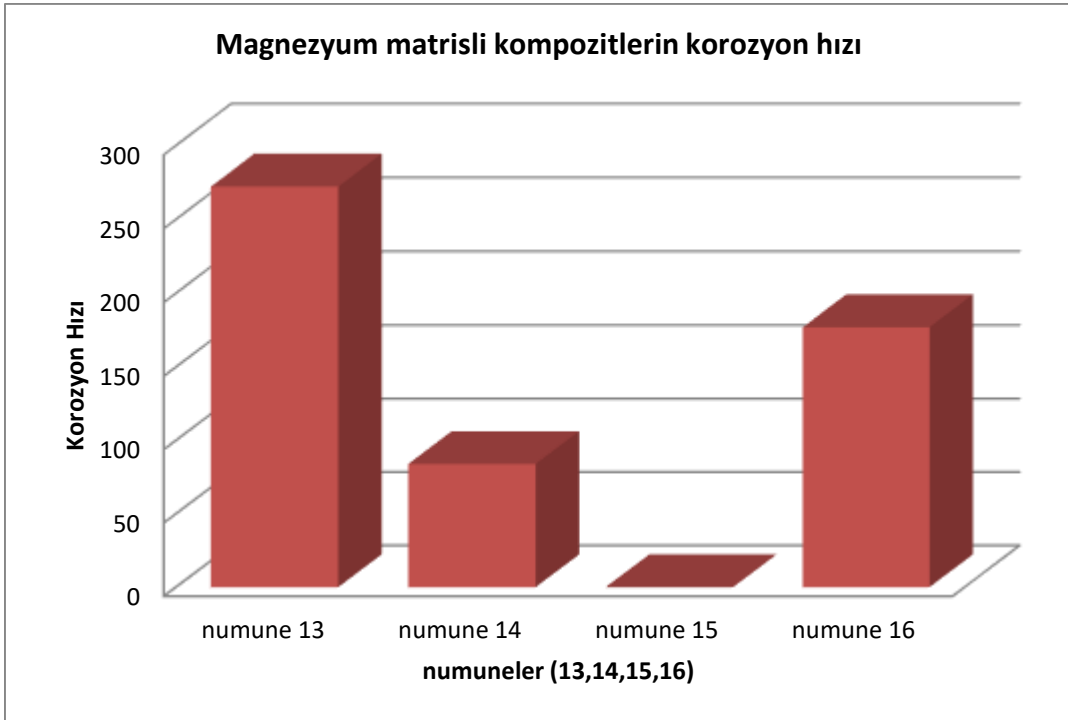
Şekil 4.37. Numune 1, 2, 3 ve 4 için magnezyum matrisli kompozitlerin korozyon hızı



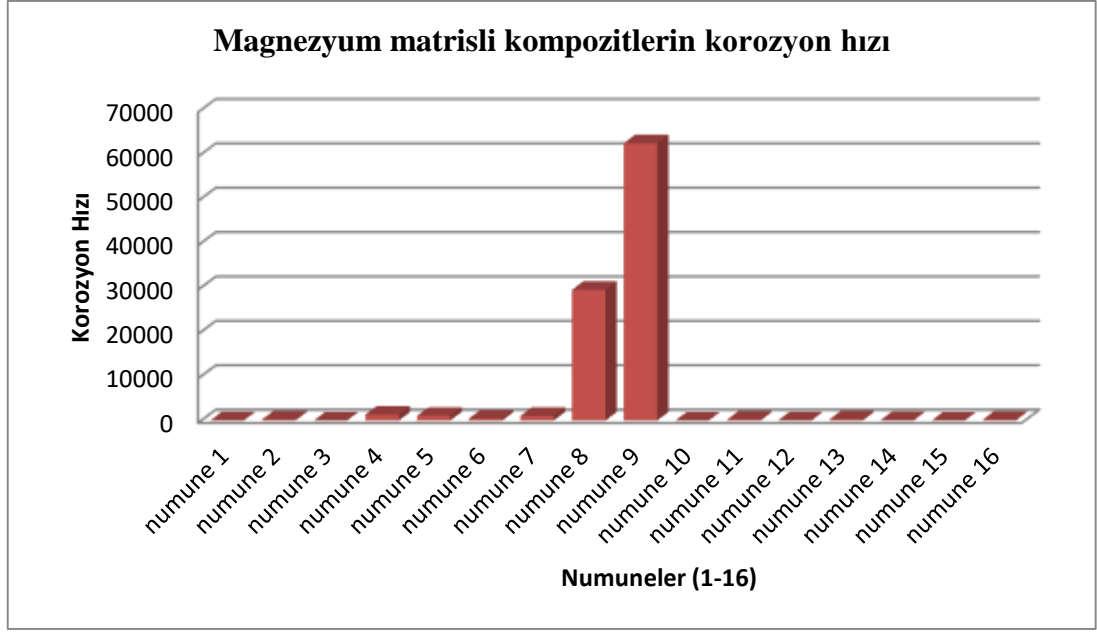
Şekil 4.38. Numune 5, 6, 7 ve 8 için magnezyum matrisli kompozitlerin korozyon hızı



Şekil 4.39. Numune 9, 10, 11 ve 12 için magnezyum matrisli kompozitlerin korozyon hızı

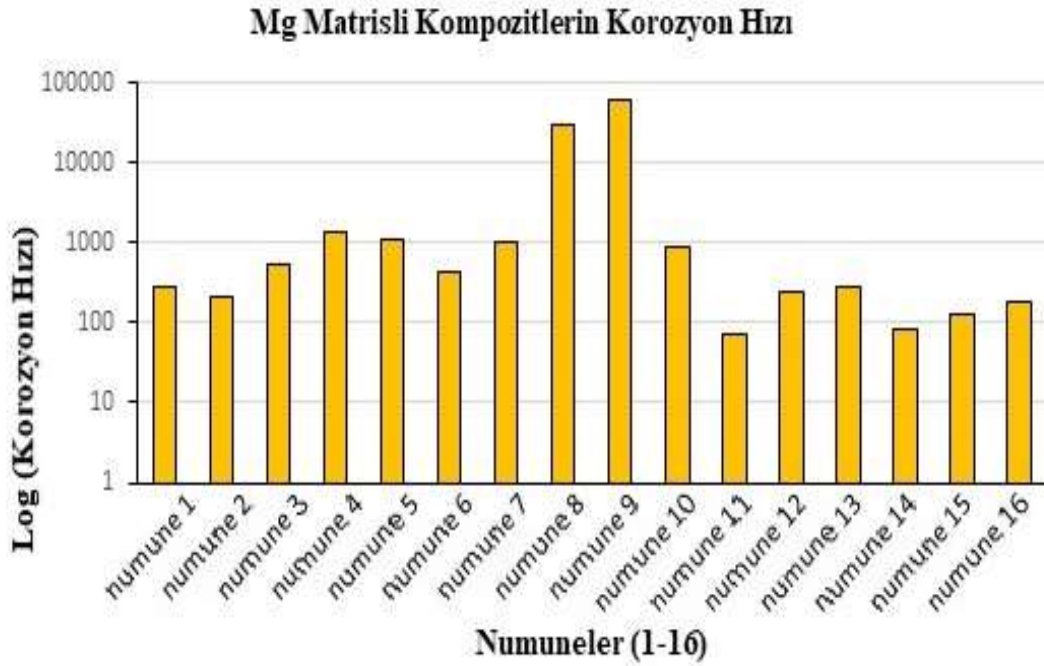


Şekil 4.40. Numune 13, 14, 15 ve 16 için magnezyum matrisli kompozitlerin korozyon hızı



Şekil 4.41. Tüm magnezyum matrisli kompozitlerin korozyon hızı karşılaştırması (Tablo 4.1 de verilen 16 adet deney şartlarında elde edilen numuneler için)

Şekil 4.41’de korozyon hızlarının karşılaştırılması açık bir şekilde görülememektedir. Korozyon Hızlarının daha net anlaşılabilmesi için aynı grafik şekil 4.42’de logaritmik olarak verilmiştir.



Şekil 4.42. Tüm magnezyum matrisli kompozitlerin korozyon hızı karşılaştırmasının Logaritmik grafiği (Tablo 4.1 de verilen 16 adet numune için)

4.3.3 Daldırma Testleri

Kompozitlerin korozyon davranışı; elde edilen sonuçların değerlendirilmesi için dayanak olarak alınan kütle kaybı ve korozyon hızı ile ölçülen ağırlık kaybı yöntemi kullanılarak incelenmiştir. Korozyon testi, numunenin standart prosedürlere göre hazırlanmış ağırlıkça % 3.5 NaCl (pH 3) solüsyonuna daldırılmasıyla gerçekleştirildi. Pürüzsüz bir yüzey elde etmek için test numunesi önce (40 mm x 10 mm x 10 mm) boyutlarında kesildi ve daha sonra 320 ile 1200'lik zımpara kağıdı ile mekanik olarak parlatılmıştır. Emdirme testi esnasında, dağılayıcı düzenek atmosfere maruz bırakılmıştır. Ağırlık kaybı okumaları, üç gün sonunda ölçülmüş olup, elde edilen değerler Tablo 4.7'de gösterilmiştir.

Tablo 4.7. % 3.5 NaCl solüsyonunda daldırma testi

Numune NO	Korozyon öncesi ağırlık (gm)	Korozyon sonrası ağırlık (gm)	Ağırlık kaybı (gm)	Korozyon hızı (mpy)
1	2.4769	2.0221	0.4548	79.412
2	2.7032	2.3207	0.3825	66.789
3	2.9667	0	2.9667	518
4	2.7342	1.9189	0.8153	142
5	2.6298	2.1462	0.4836	84.44
6	2.8443	2.28	0.5643	98.532
7	2.0747	1.6301	0.4446	77.631
8	2.678	0.7198	1.9582	341.92
9	2.5842	0	2.5842	496.238
10	2.6638	2.2291	0.4347	75.885
11	1.4353	1.2319	0.2034	35.51
12	2.7288	2.0011	0.7277	127.063
13	2.719	2.0079	0.7091	123.815
14	2.4857	2.0001	0.4856	85
15	2.3395	2.0555	0.284	49.589
16	2.669	2.1165	0.5525	96.471

4.4. NaCl ve Na₂SO₄ Çözeltilerinde Elektrokimyasal Korozyon Deneyi

Mg-Al alaşımları için: çözelti konsantrasyonu ve pH'sının magnezyum alaşımları için NaCl ve Na₂SO₄ çözeltilerinin korozyon davranışı üzerindeki etkisi analiz edilmiştir. Ağırlık kaybı ve elektrokimyasal korozyon deneyleri Tablo 4.8'de gösterildiği gibi beş farklı konsantrasyonda (NaCl çözeltisi için 0.01, 0.2, 0.6, 1 ve 2 M, Na₂SO₄ için 0.01, 0.2, 0.6, 0.8 ve 1 M) ve pH (2, 3, 8 ve 11) değerlerinde gerçekleştirilmiştir. Çözeltinin pH değeri, HCl ve NaOH çözeltisi ile ayarlanmıştır. Kuvvetli asit tuzlarının bir çözeltisi (Cl ve SO₄ gibi) ve Na, NaCl ve Na₂SO₄ gibi güçlü bazlar nötr karakteristikler gösterirler.

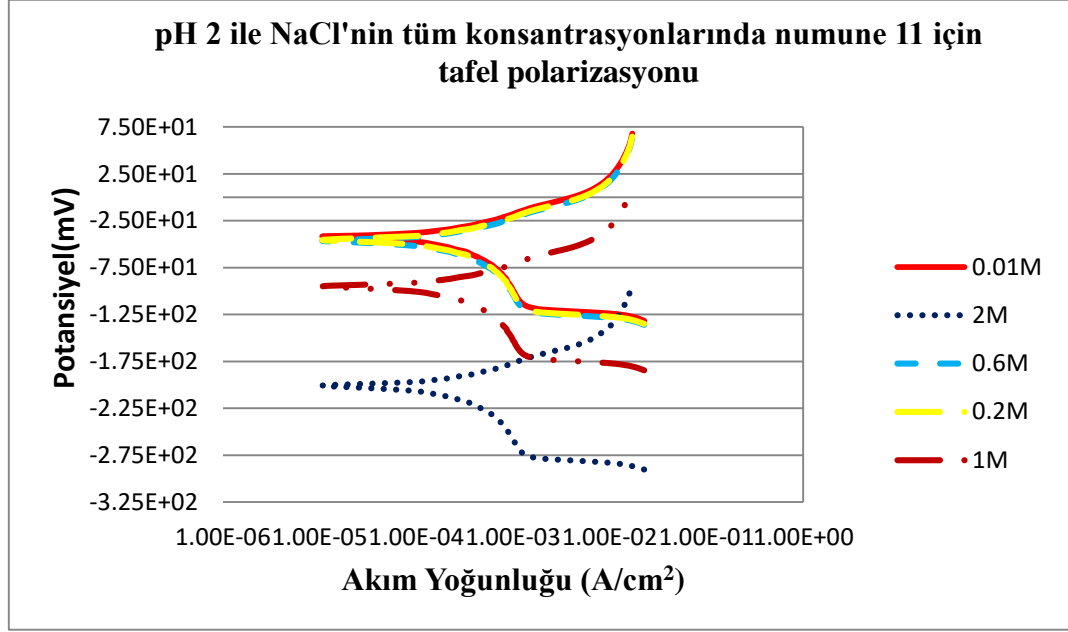
Tablo 4.8. NaCl ve Na₂SO₄ Çözeltilerinin Konsantrasyonu

No	Molarite	1Litre'de NaCl ağırlığı	0.1Litre'de NaCl ağırlığı	Molarite	1Litre'de Na ₂ SO ₄ ağırlığı	0.1Litre'de Na ₂ SO ₄ ağırlığı
1	0,01	0.585	0.0585	0,01	1,42	0.142
2	0.2	11.7	1.17	0.2	28.4	2.84
3	0.6	35.1	3.51	0.6	85.2	8.52
4	1	58.5	5.85	0.8	113.6	11.36
5	2	117	11.7	1	142	14.2

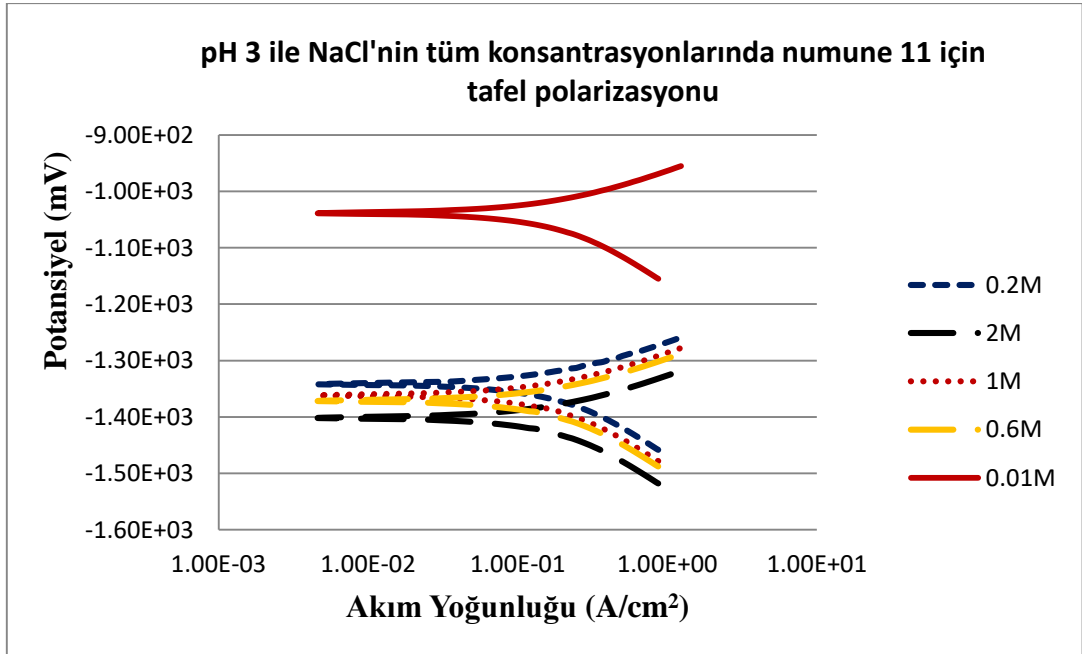
4.4.1. NaCl Çözeltisinde Elektrokimyasal Korozyon Deneyi

Mg-Al alaşımları için, pH=2, 3, 8 ve 11 de NaCl konsantrasyonu bu çözeltilerdeki potansiyel enerji eğrileri üzerinde bir etkiye sahiptir. Şekil 4.43, 4.44, 4.45 ve 4.46'da gösterildiği gibi, anodik eğri genellikle 0.6M çözelti konsantrasyonunda artar ve yoğunluk da artar. Daha yüksek konsantrasyonlarda, NaCl konsantrasyonunun değişimi, anot akım yoğunluğu üzerinde önemli bir etkiye sahip değildir. Benzer şekilde, konsantrasyon arttıkça, korozyon akım yoğunluğunun da yüksek konsantrasyonlara nazaran 0.6 M için arttığı gözlemlenmiştir. Buna ek olarak, pH = 2 değerinde, korozyon potansiyelinin etkin bir potansiyel transferine ulaştığını ve konsantrasyonun 0.6M'a çıktığı tespit edildi (Şekil 4.44 -4.46). pH = 2 olduğunda,

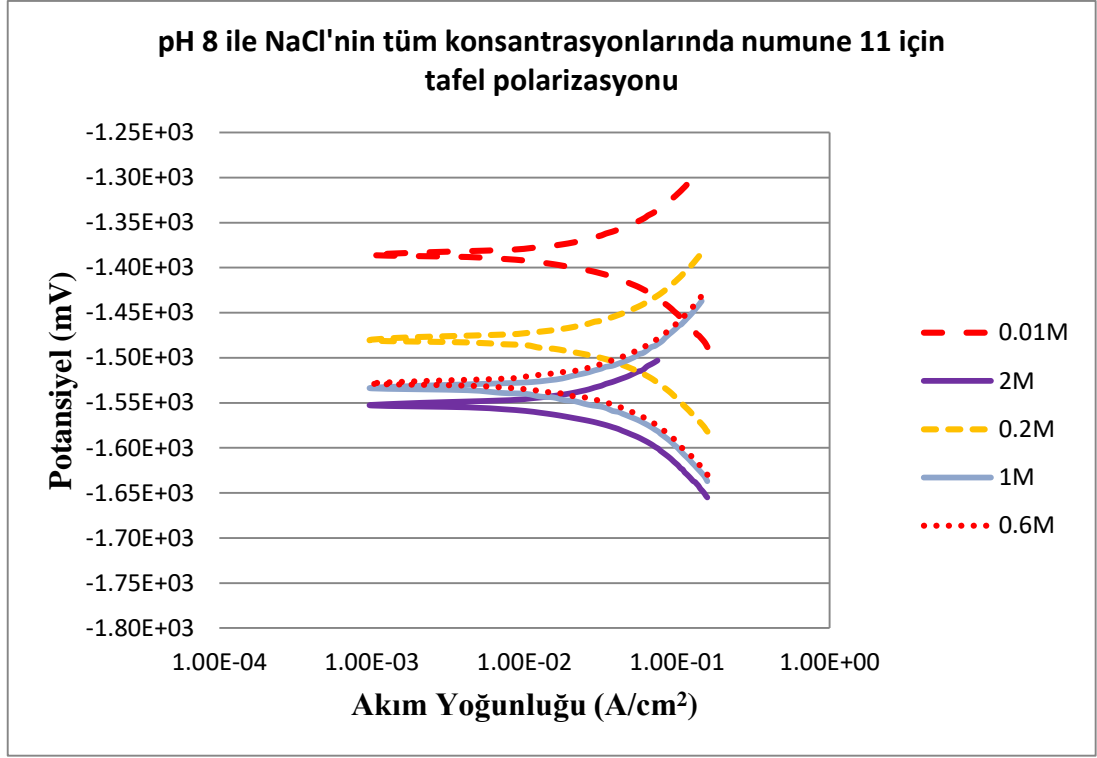
konsantrasyon deęişiminin korozyon potansiyeli üzerinde büyük etkisi vardır (Şekil 4.43). Tafel polarizasyon eğrileri genellikle benzerdir ve NaCl solüsyonundaki çalışma ve pH deęerlerinde edilginleştirme gözlenmez ve anod akım yoğunluğu Tafel polarizasyonu arttıkça artar.



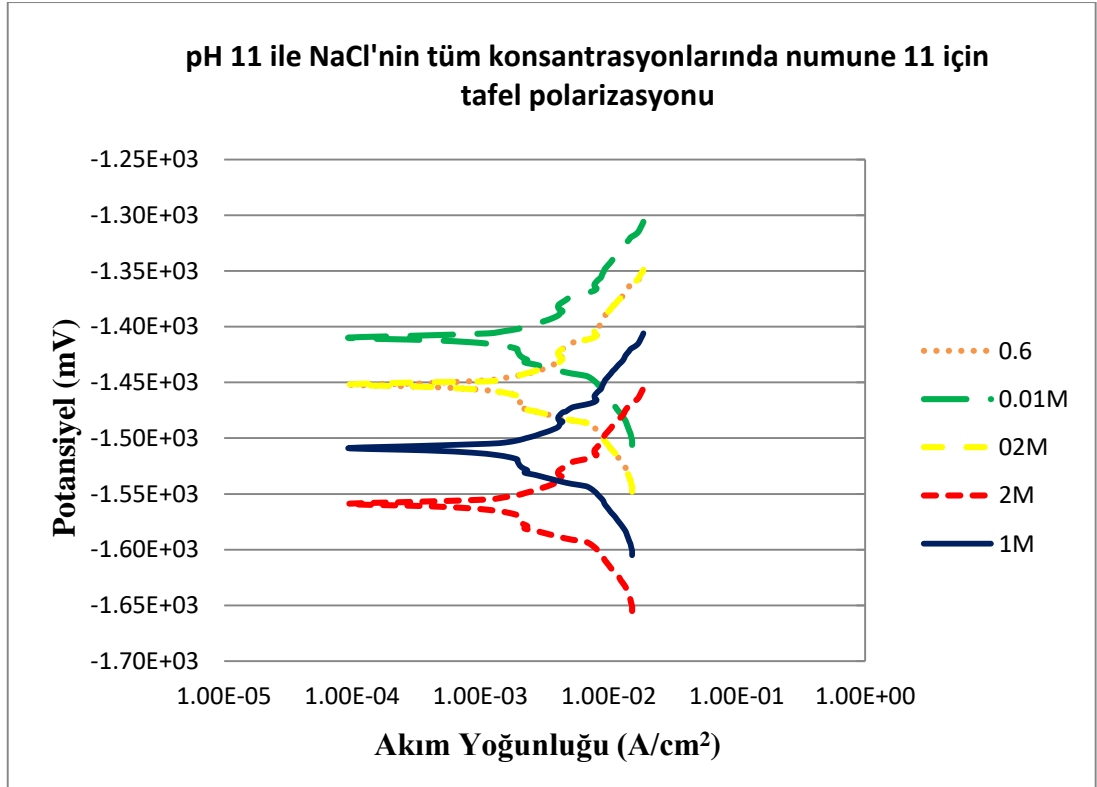
Şekil 4.43. pH = 2 ile NaCl çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu



Şekil 4.44. pH = 3 ile NaCl çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu



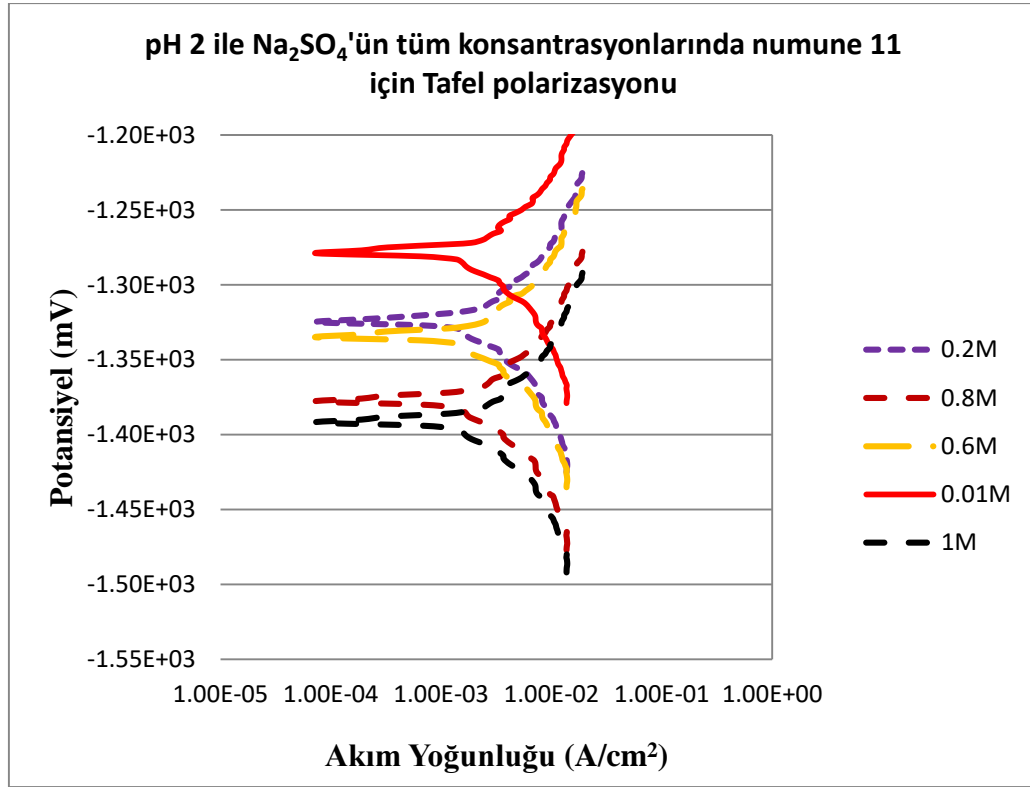
Şekil 4.45. pH = 8 ile NaCl çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu



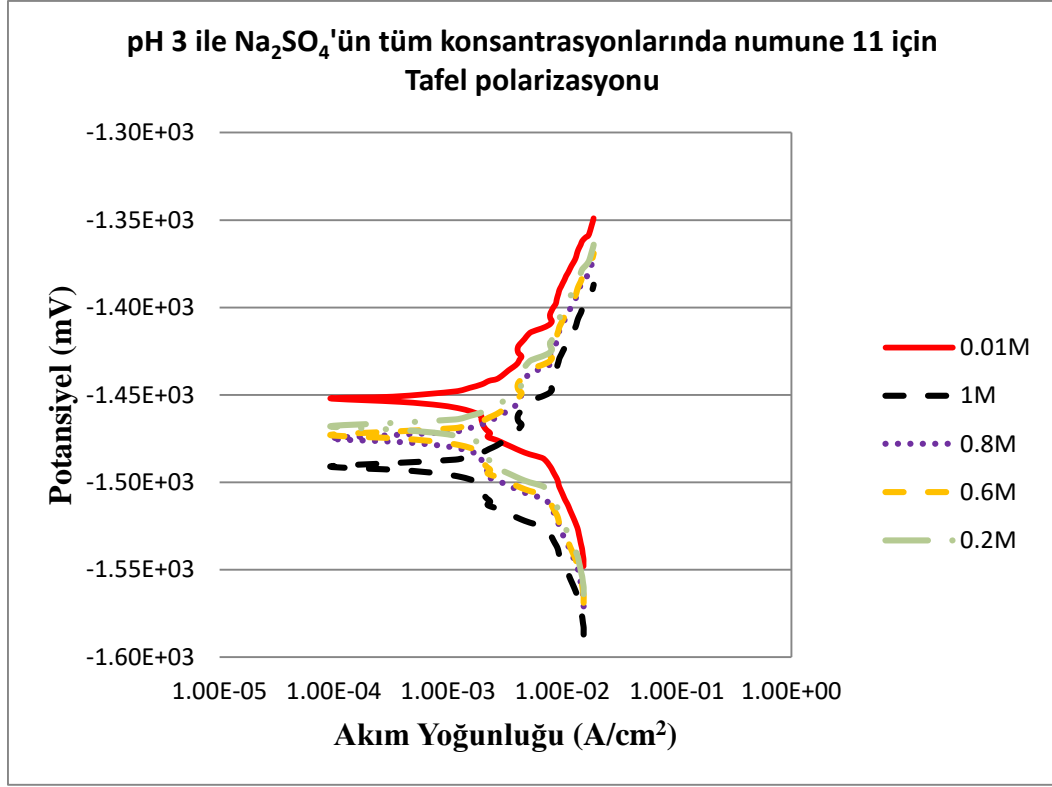
Şekil 4.46. pH = 11 ile NaCl çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu

4.4.2. Na₂SO₄ Çözeltisinde Elektrokimyasal Korozyon Deneyi

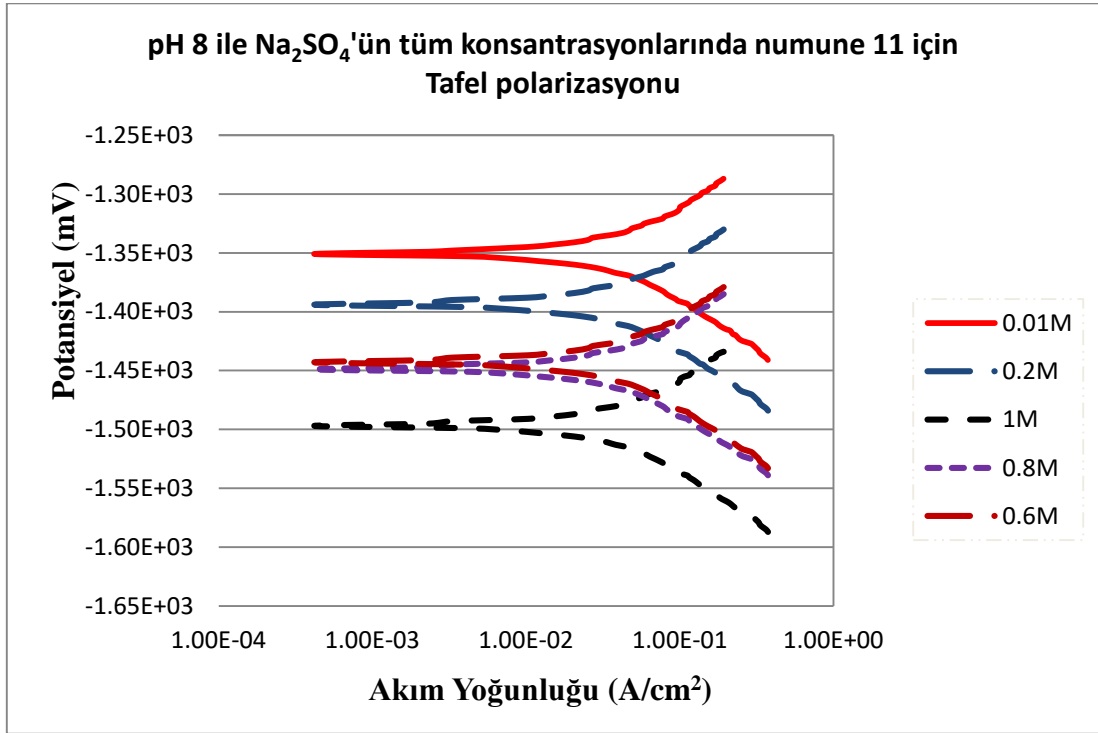
Şekil 4.47, 4.48, 4.49 ve 4.50, çözeltinin konsantrasyonunun Na₂SO₄ çözeltisinde Mg-Al magnezyum alaşımının 2.3, 8 ve 11 pH değerlerindeki potansiyel enerjisine etkisini göstermektedir. En düşük anot akımı yoğunluğu ile 0.01 M Na₂SO₄ çözeltisinin polarizasyon eğrileri Şekil 4.47, 4.48 ve 4.49'de görülebilir. PH=8, anodik polarizasyon eğrisinden, anodik akım yoğunluğunun birlikte var olma potansiyelinin bir arada bulunmasıyla nispeten yavaş arttığı ancak anot akım yoğunluğunun artış hızının, çözeltideki daha yüksek bir polarizasyon derecesinde arttığı görülebilir. PH = 2'de ve çözelti 1M'de anot akım yoğunluğunun ve 0.8 M konsantrasyonunun olduğu gözlenmiştir. Aynı zamanda, konsantrasyon değişiminin korozyon potansiyeli üzerinde önemli bir etkisi yoktur.



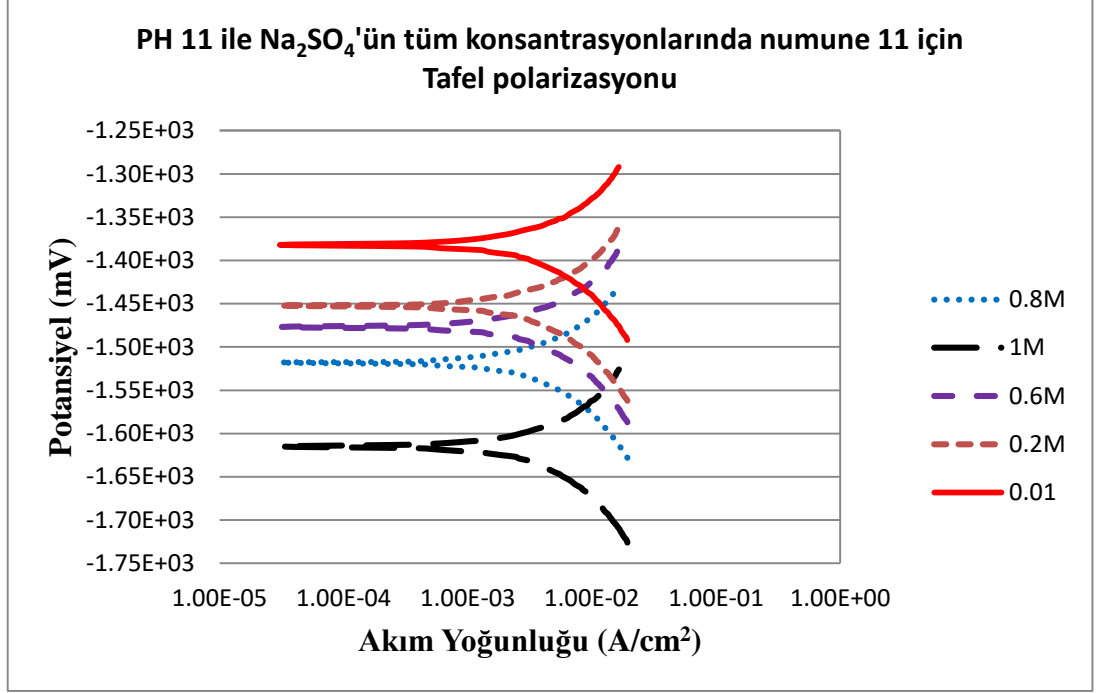
Şekil 4.47. pH = 2 ile Na₂SO₄ çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu.



Şekil 4.48. pH = 3 ile Na₂SO₄ çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu



Şekil 4.49. pH = 8 ile Na₂SO₄ çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu.



Şekil 4.50. pH = 11 ile Na₂SO₄ çözeltisinde farklı konsantrasyonlarda Mg-Al alaşımlarının Tafel polarizasyonu.

4.5. Optik Mikroskopi

Korozyon testleri öncesi ve sonrası numune yüzeyindeki morfolojiyi gözlemlemek için optik mikroskop kullanılmıştır. Korozyon işlemi öncesi numuneler metalografik işlemlerden geçirilmiştir. Dağlayıcı olarak Keller dağlayıcısı kullanılmıştır. Korozyon öncesi ve sonrası numunelerin mikroyapıları şekil 4.51-4.66'de verilmiştir. Optik fotoğraflardan, korozyon işlemi sonrası korozyon hasarı açıkça görülmektedir. Bu hasar 500°C'de ve 5 dakika sinterlenen MgAl-%2,5 B₄C kompozitinde daha azdır.



(a)



(b)

Şekil 4.51. 400 °C'de 1 dakika boyunca sinterlenen Saf (Mg-Al) numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası



(a)



(b)

Şekil 4.52. 400 °C'de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 SiC numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası



(a)



(b)

Şekil 4.53. 400 °C'de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 5 Mo₂C numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası



(a)



(b)

Şekil 4.54. 400 °C'de 7 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 TiC numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası.



(a)



(b)

Şekil 4.55. 400 °C'de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 5 SiC numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası



(a)



(b)

Şekil 4.56. 450 °C'de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 10 B₄C numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası



(a)



(b)

Şekil 4.57. 450 °C'de 5 dakika boyunca sinterlenen modifiye edilmemiş (MgAl) numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası



(a)



(b)

Şekil 4.58. 450 °C'de 7 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 Mo₂C numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası



(a)



(b)

Şekil 4.59. 500 °C'de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %10 Mo₂C numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası



(a)



(b)

Şekil 4.60. 500 °C'de 3 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %5 TiC numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası



(a)



(b)

Şekil 4.61. 500 °C'de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası.



(a)



(b)

Şekil 4.62. 500 °C'de 7 dakika süreyle sinterlenen yanmamış (MgAl) numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası



(a)



(b)

Şekil 4.63. 550 °C'de 1 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 TiC numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası



(a)



(b)

Şekil 4.64. 550 °C'de 3 dakika boyunca sinterlenen modifiye edilmemiş (MgAl) numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası.



(a)



(b)

Şekil 4.65. 550 °C'de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - % 10 SiC numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası



(a)

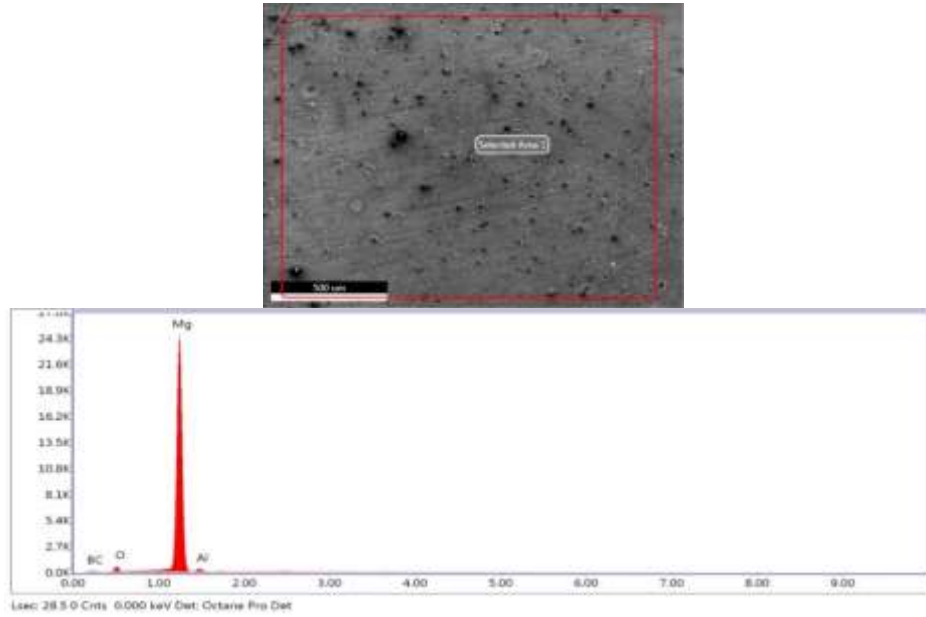


(b)

Şekil 4.66. 550 °C'de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - % 10 SiC numunesini içeren kompozitlerin optik görüntüsü, (a) korozyon öncesi ve (b) korozyon sonrası

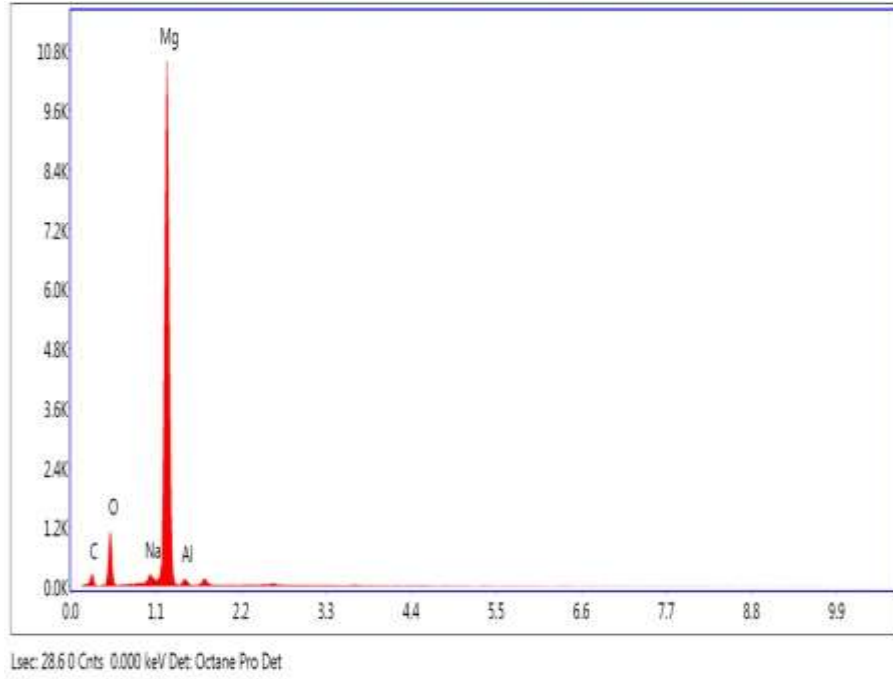
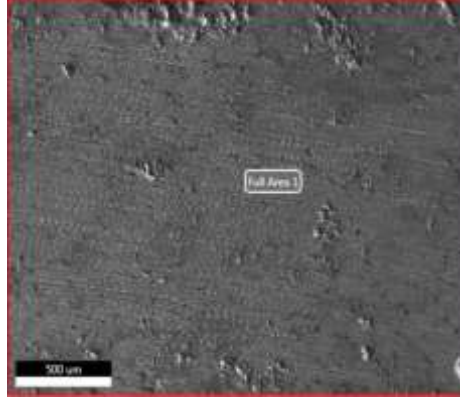
4.6. 500°C’de 5 Dakika Sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C’nin Korozyon Öncesi ve Korozyon Sonrası SEM-EDS Analizi

Mg-Al - %2,5 B₄C kompozitinin tipik dağlanmış yüzeyi ve korozyon sonrası SEM-EDS analizi Şekil 4.67-4.77’da gösterilmektedir. Mg korozyon yörüngesi deforme bir yüzey sergiler ve hareket yönü boyunca deforme olur. Tüm numunelerde, kayma yönüne paralel bir oluk bulunmaktadır ve korozyon mekanizmasını gösterir. Magnezyum numunesinin korozyon izlerinde bulunan aşınma tabakası bir yapışma korozyon mekanizmasının varlığına işaret eder. Seçilen numunelerin SEM görüntüleri, farklı konsantrasyonlarda gerçekleştirilen korozyon deneyinin yapılmasında sonra elde edilen numunelerin en iyi görüntüleridir. Sodyum klorür çözeltisi, 0.01M, 0.2M, 0.6M, 1M ve 2M olarak seçilmişti. Sodyum sülfat çözeltilerinde korozyon çalışmalarında ise numuneler 0.01M, 0.2M, 0.6M, 0.8M ve 1M konsantrasyonları için analiz edildi ve bu da korozyon öncesi ve sonrasında numunenin şeklini değiştirmiştir.



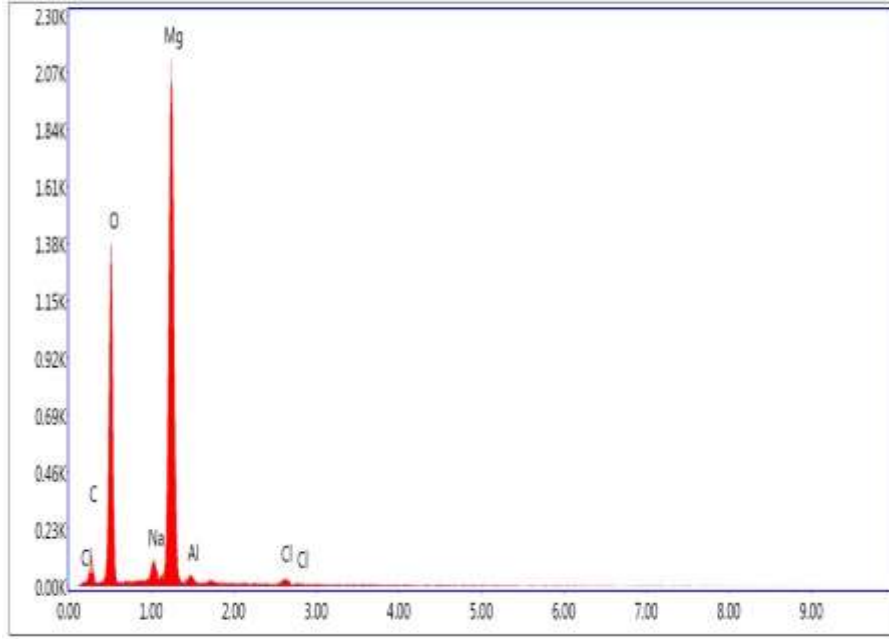
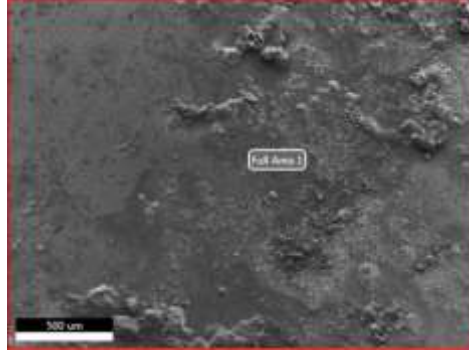
Element	Ağırlık %	Atomik %	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
B K	20.93	35.91	21.56	15.40	0.02	1.06	0.95	0.09	1
C K	3.13	4.84	23.32	16.96	0.00	1.11	0.96	0.1	1
O K	3.67	4.25	184.67	9.45	0.01	1.06	0.98	0.37	1
MgK	70.44	53.74	12,619.23	1.89	0.65	0.97	1.01	0.95	1
AlK	1.83	1.26	151.50	9.55	0.01	0.93	1.02	0.47	1

Şekil 4.67. Korozyon öncesi 500 ° C’de 5 dakika boyunca sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi.



Element	Ağırlık %	Atomik %	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
C K	16.59	26.79	96.65	11.88	0.03	1.1	0.96	0.16	1
O K	16.15	19.58	405.71	8.76	0.06	1.05	0.98	0.35	1
NaK	1.71	1.44	102.99	7.59	0.01	0.95	1.01	0.72	1.02
MgK	63.93	51.02	5,435.32	3.14	0.51	0.96	1.01	0.83	1
AlK	1.62	1.16	69.33	11.66	0.01	0.93	1.02	0.44	1

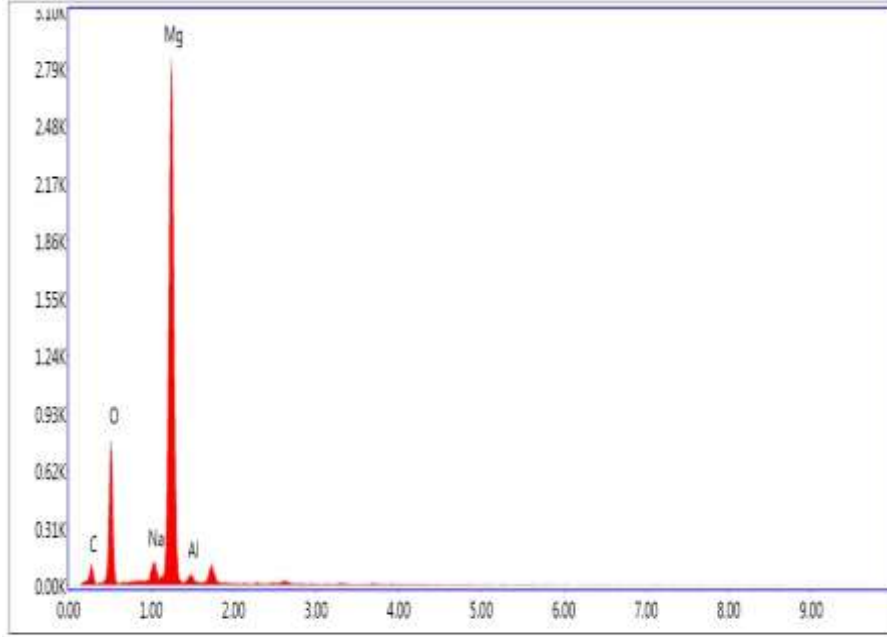
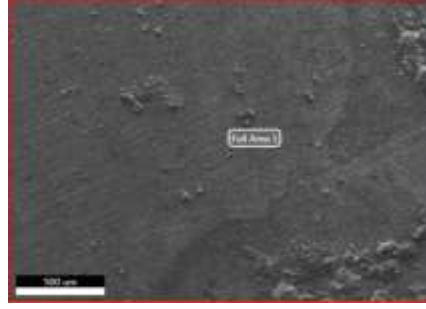
Şekil 4.68. Korozyon sonrası 0.01M NaCl içinde 500 °C’de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi.



Lsec: 28.70 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Element	Ağırlık Atomik		Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
	%	%							
CK	13.90	20.69	44.23	12.52	0.03	1.08	0.97	0.22	1
OK	42.12	47.06	528.80	7.49	0.20	1.03	0.99	0.46	1
NaK	2.33	1.81	41.65	11.01	0.01	0.93	1.01	0.58	1.01
MgK	40.31	29.63	1,084.27	4.71	0.27	0.94	1.02	0.72	1
AlK	0.87	0.58	16.63	17.95	0.00	0.91	1.02	0.54	1
ClK	0.46	0.23	9.14	32.66	0.00	0.86	1.05	0.9	1.01

Şekil 4.69. Korozyon sonrası 0.02M NaCl içinde 500 ° C'de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi

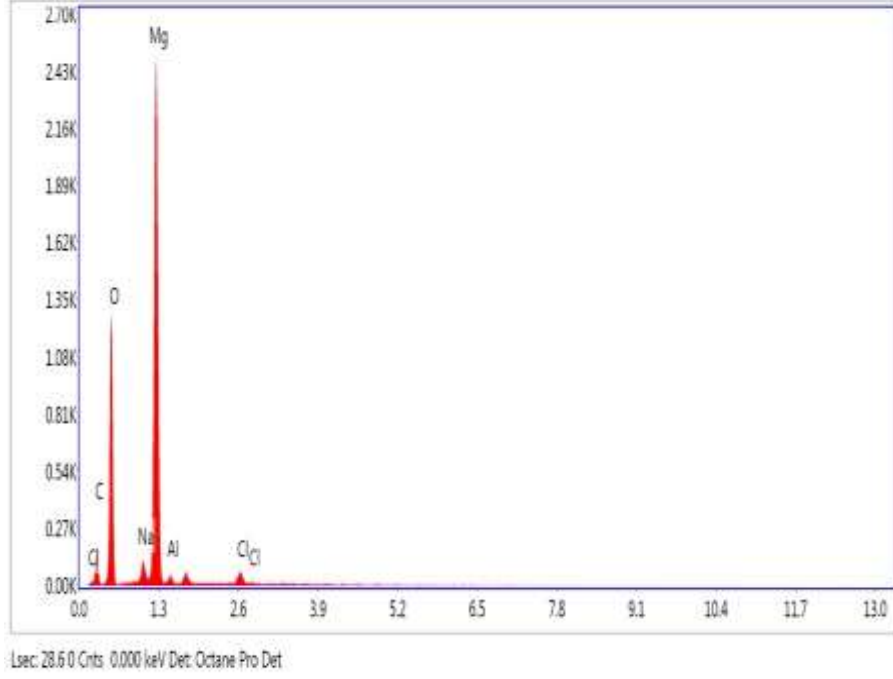
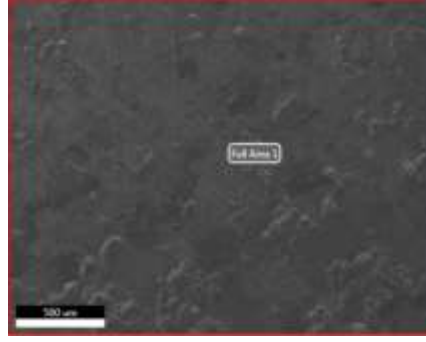


Use: 28.70 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Elemen Ağırlık Atomik

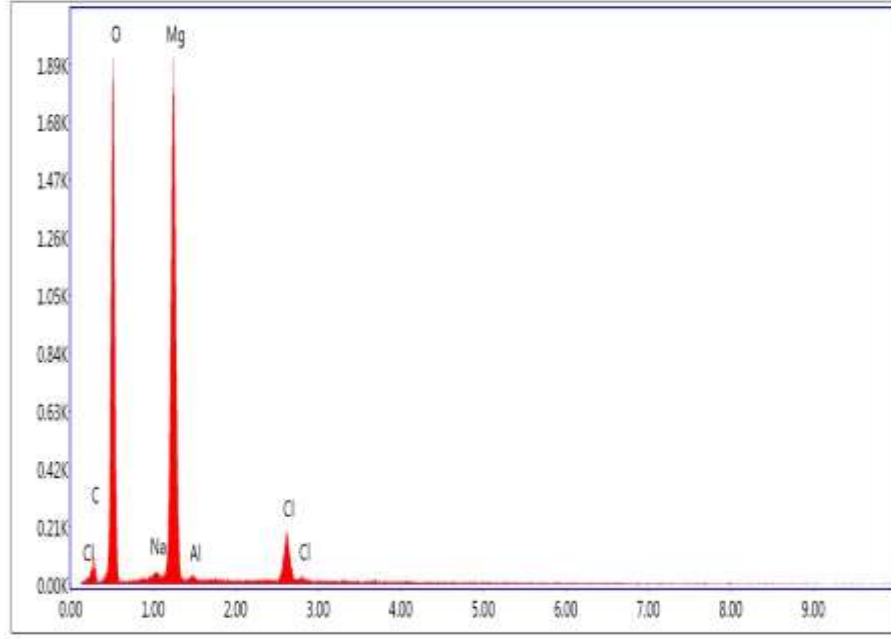
t	%	%	Net Int.	Hata	% K-oranı	Z	R	A	F
C K	16.57	25.54	45.08	12.70	0.03	1.09	0.96	0.19	1
O K	27.64	31.98	297.82	8.33	0.12	1.04	0.98	0.41	1
NaK	2.93	2.36	58.33	8.81	0.02	0.94	1.01	0.66	1.02
MgK	51.24	39.01	1,451.6	4.03	0.38	0.95	1.02	0.77	1
AlK	1.62	1.11	28.25	14.35	0.01	0.92	1.02	0.51	1

Şekil 4.70. Korozyon sonrası 0.6 M NaCl içinde 500 °C’de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi



Element	Ağırlık %	Atomik %	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
CK	18.85	27.04	62.86	11.62	0.04	1.07	0.97	0.2	1
OK	42.43	45.69	508.46	8.65	0.14	1.02	0.99	0.32	1
NaK	2.60	1.95	56.94	10.80	0.01	0.93	1.01	0.44	1.01
MgK	34.24	24.27	1,279.9	5.66	0.19	0.94	1.02	0.58	1
AlK	0.89	0.57	23.71	16.22	0.00	0.91	1.03	0.43	1
ClK	0.99	0.48	37.27	13.65	0.01	0.86	1.05	0.86	1.01

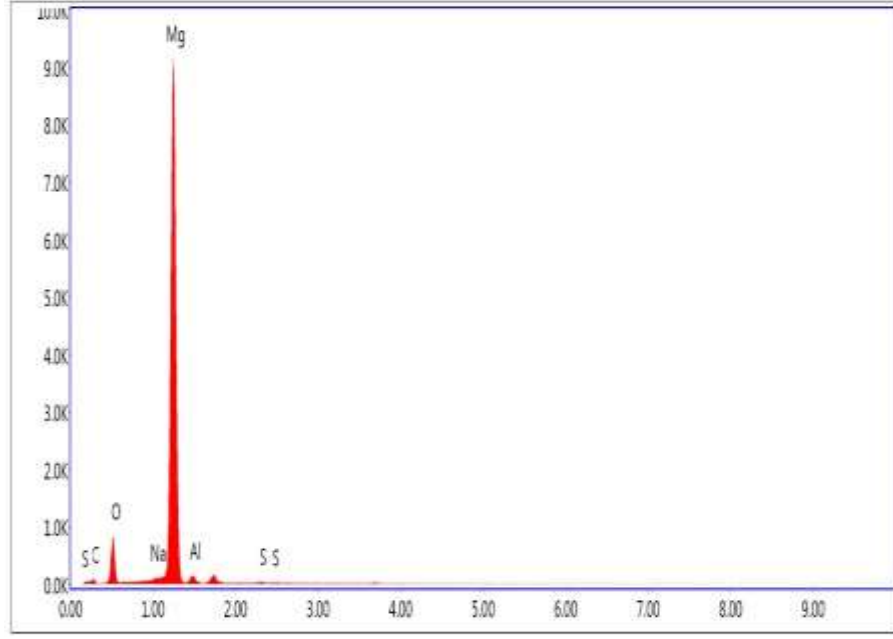
Şekil 4.71. Korozyon sonrası 1M NaCl içinde 500 ° C’de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi



Lsec: 28.50 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Element	Ağırlık Atomik		Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
	%	%							
C K	10.99	16.32	36.23	13.06	0.02	1.08	0.97	0.2	1
O K	51.11	56.96	722.55	7.27	0.25	1.03	0.99	0.47	1
NaK	0.55	0.42	9.85	32.21	0.00	0.93	1.01	0.53	1.01
MgK	32.35	23.73	925.46	5.05	0.21	0.94	1.02	0.69	1
AlK	0.31	0.21	7.00	46.19	0.00	0.91	1.02	0.58	1
ClK	4.68	2.35	104.05	7.48	0.04	0.86	1.05	0.92	1.01

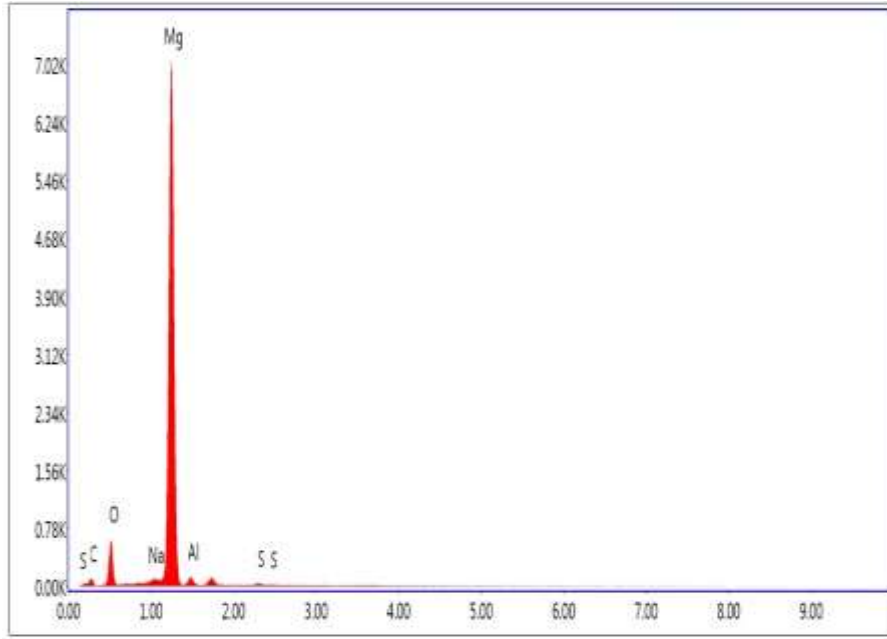
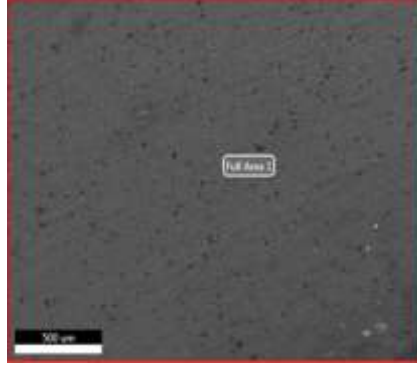
Şekil 4.72. Korozyon sonrası 2M NaCl içinde 500 °C’de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi



Lsec: 28.6 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Element	Ağırlık Atomik		Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
	%	%							
C K	7.31	12.95	28.58	14.79	0.01	1.12	0.95	0.14	1
O K	13.49	17.94	292.65	8.27	0.06	1.07	0.97	0.43	1
NaK	0.66	0.61	30.23	14.37	0.01	0.96	1	0.78	1.03
MgK	75.91	66.44	4,727.73	2.64	0.66	0.98	1.01	0.89	1
AlK	2.48	1.95	71.30	11.29	0.01	0.94	1.01	0.44	1
S K	0.16	0.10	5.77	61.38	0.00	0.94	1.03	0.77	1.01

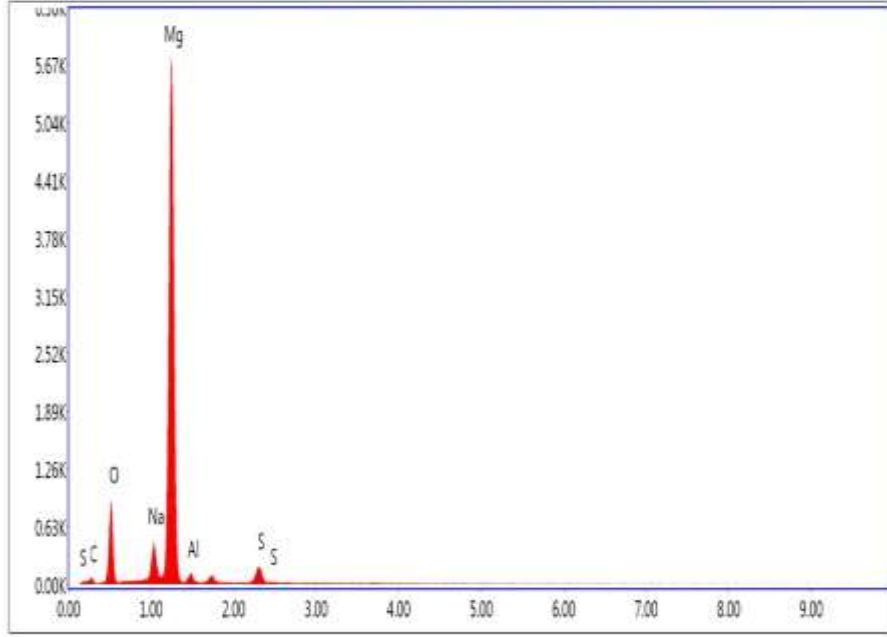
Şekil 4.73. Korozyon sonrası 0.01M Na₂SO₄ içinde 500 °C’de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi



Sec: 28.6 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	K-ratio	Z	R	A	F
C K	10.84	18.62	36.70	13.59	0.02	1.11	0.96	0.15	1
O K	13.47	17.38	229.89	8.67	0.06	1.06	0.98	0.4	1
Na K	1.29	1.15	48.18	9.62	0.01	0.96	1	0.77	1.03
Mg K	71.47	60.67	3,653.6	2.83	0.61	0.97	1.01	0.87	1
Al K	2.41	1.84	59.59	11.25	0.01	0.94	1.02	0.45	1
S K	0.53	0.34	16.38	29.11	0.00	0.93	1.03	0.78	1.01

Şekil 4.74. Korozyon sonrası 0.2M Na₂SO₄ içinde 500 °C’de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi

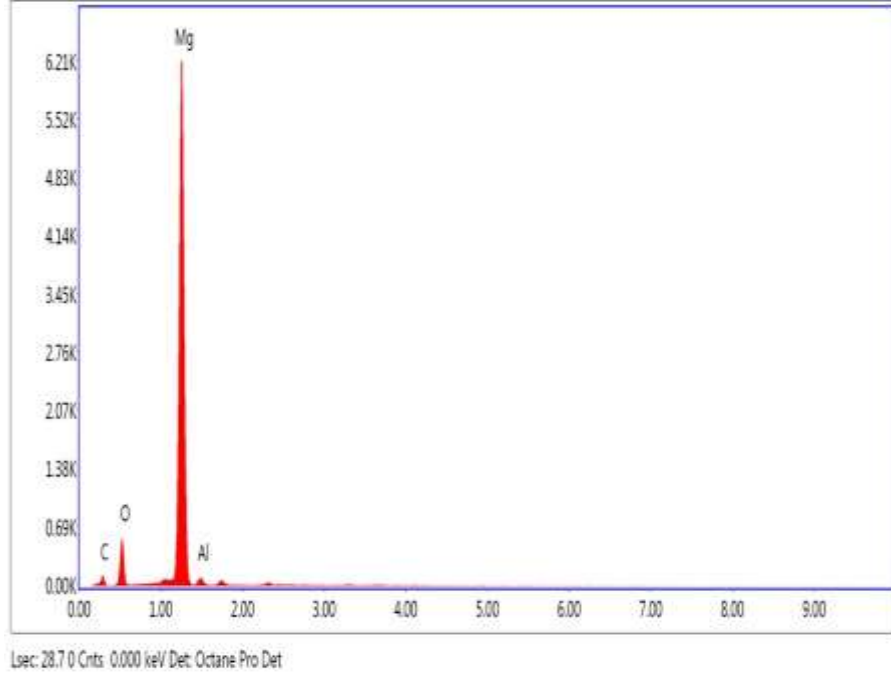
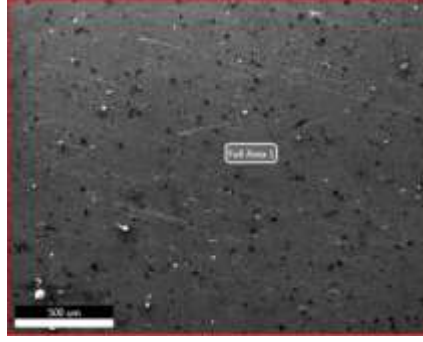


Spec: 28.6 0 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Elementer Ağırlık Atomik

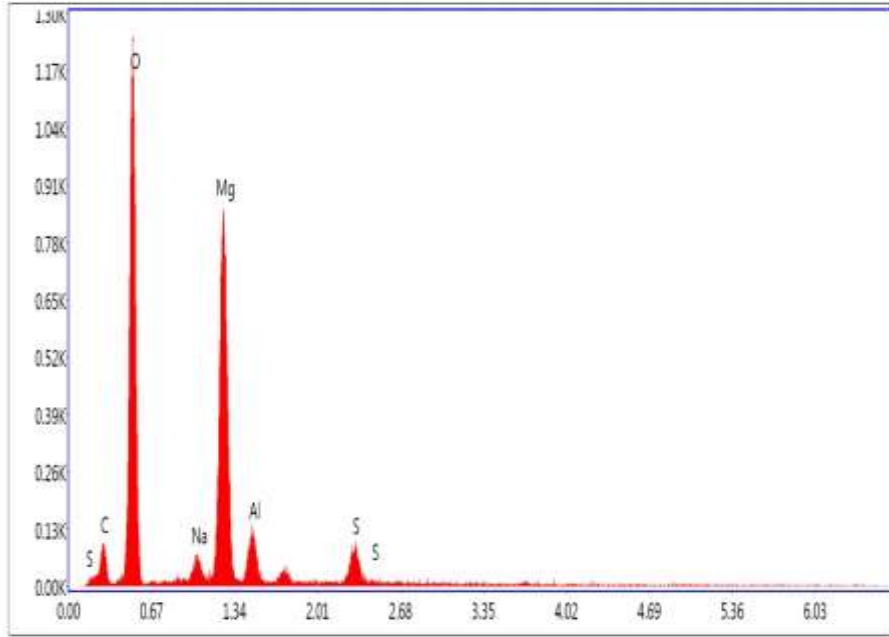
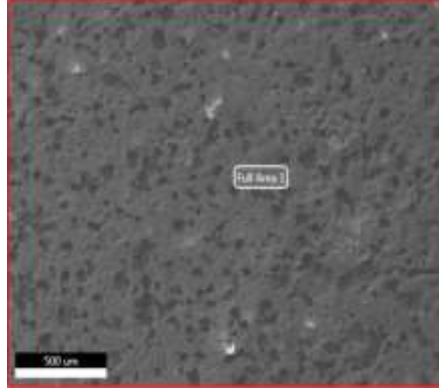
t	%	%	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F
C K	7.40	12.86	24.90	15.03	0.01	1.12	0.95	0.14	1
O K	18.44	24.07	339.98	8.23	0.08	1.06	0.98	0.43	1
NaK	5.89	5.35	213.38	5.77	0.04	0.96	1	0.74	1.02
MgK	62.54	53.72	2,975.6	3.66	0.49	0.98	1.01	0.8	1
AlK	2.23	1.72	58.11	11.20	0.01	0.94	1.01	0.47	1
S K	3.51	2.29	112.93	7.74	0.03	0.94	1.03	0.79	1.01

Şekil 4.75. Korozyon sonrası 0.6M Na₂SO₄ içinde 500 °C'de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi



Elemen		Ağırlık	Atomik							
t	%	%	Net Int.	Hata %	K-oranı	Z	R	A	F	
C K	14.53	24.11	47.08	13.02	0.03	1.11	0.96	0.16	1	
O K	13.97	17.41	205.55	8.95	0.06	1.05	0.98	0.38	1	
MgK	69.60	57.07	3,244.4	2.80	0.59	0.97	1.01	0.88	1	
AlK	1.90	1.41	43.55	12.53	0.01	0.93	1.02	0.46	1	

Şekil 4.76. Korozyon sonrası 0.8M Na₂SO₄ içinde 500 °C'de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi



Lsec: 28.70 Cnts 0.000 keV Det: Octane Pro Det

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Hata %	K-oran	Z	R	A	F
C K	11.19	16.85	36.53	12.65	0.04	1.1	0.97	0.29	1
O K	47.35	53.53	491.38	6.41	0.31	1.04	0.99	0.63	1
NaK	1.96	1.54	21.56	14.99	0.01	0.93	1.01	0.73	1.01
MgK	29.44	21.90	433.32	4.75	0.23	0.94	1.02	0.83	1
AlK	4.79	3.21	58.06	8.63	0.03	0.9	1.02	0.76	1
S K	5.26	2.97	49.01	10.93	0.04	0.89	1.04	0.93	1.01

Şekil 4.77. Korozyon sonrası 1M Na₂SO₄ içinde 500 °C’de 5 dakika süreyle sinterlenen Mg-Al - %2.5 B₄C numunesinin SEM fotoğrafı ve EDS analizi

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, Mg matrisli karbür takviyeli kompozit malzemelerin toz metalurjisi yöntemi ile üretiminin optimum şartları belirlenmiş olup, şartların belirlenmesinde bir optimizasyon yöntemi olan Taguchi yöntemi kullanılmıştır. Deney planında belirtilen çalışmalardan elde edilen numunelerin sertlik, bağıl yoğunluk, eğilme dayanımı değerlerine bakılarak ve bu değerleri optimum yapan parametreler ve seviyeleri tespit edilerek optimum şartlar belirlenmiştir. Daha sonra bu deneylerden elde edilen numunelerin mikroyapıları incelenmiş ve koroyon davranışları incelenmiştir. Bu çalışmalar sonunda aşağıdaki sonuçlara varılmıştır

1. Optimum parametre ve seviyelerin incelendiği çalışmada, bağıl yoğunluk(%) ve eğilme dayanımı üzerinde tüm parametreler etkili olmasına rağmen, sertlik (HB10) için en etkili parametreler sinterleme süresi ve katkı türü olarak bulunmuştur.
2. Sertlik, bağıl yoğunluk ve eğilme dayanımını optimum yapan parametre ve seviyeleri ilk olarak ayrı ayrı değerlendirilmiş ve daha sonra bu üç çıktı birlikte değerlendirildiğinde en iyi koşulları veren şartların, sinterleme sıcaklığı için 500°C, sinterleme süresi için 5 dakika, katkı maddesi için B₄C ve katkı oranı için ise % 2.5 olduğu tespit edilmiştir. Bu koşullar altında elde edilen bağıl yoğunluk 98.74 (%), sertlik (HB10) 87.16 ve eğilme dayanımı 193.65 MPa olarak bulunmuştur.
3. Taguchi Yönteminin avantajı, deney ortamında elde edilen koşulların, gerçek üretim ortamında da sağlanılabilir olmasıdır. Dolayısıyla bu çalışmanın sonuçları endüstriyel ölçekteki işlemler için de çok yararlı olacaktır.
4. Taguchi Yöntemi'nde, yalnızca belirlenen deney planındaki çalışmalar test edilmiştir. Bu deney planı literatürdeki bilgiler ışığında belirlenmiştir. Çalışmayı etkileyen parametreler bilinmektedir. Deneyler parametrelerin seviyelerini belirleyerek gerçekleştirilmiştir. Ancak, parametrelerin deney planında belirtilmemiş başka seviyeleride farklı yöntemler kullanarak değerlendirilebilir (Arnaiz-González vd., 2016; Ukar vd., 2012).

5. SEM çalışmaları, Mg-Al matrisindeki karbürlerin dağılımının homojen olduğunu göstermektedir. Buna ek olarak, karbürlerin ilave edilmesi gözeneklerin oluşumuna neden olmaktadır.
6. XRD analizine göre kompozitlerde Mg, MgO, B₄C, TiC, Mo₂C ve SiC fazları gözlenmiştir. Elde edilen şekillerde Al'nin olmamasının nedeni, Mg içinde çözünmesi ve katı bir çözelti oluşturmasıdır.
7. Üretilen Mg-Al alaşımlarının korozyon davranışı, NaCl ve Na₂SO₄ çözeltilerinde farklı pH ve konsantrasyon değerlerinde incelenmiştir. NaCl ve Na₂SO₄ çözeltilerinde magnezyum alaşımlarının korozyon hızı genel olarak artan konsantrasyon ve azalan pH ile arttığı tespit edilmiştir.
8. Test edilen tüm magnezyum alaşımlarının korozyon aşınması, galvanik oluşturularak Mg-Al matrisli kompozitlerinin metallerarası bileşiklerin arayüzünde gerçekleşmektedir. Daha sonra düzensiz ve daha az koruyucu dağılama tabakalarının çekirdeklenmesi ve büyümesi esas olarak Mg(OH)₂-Mg matrisinden oluşmaktadır. Alaşımın nominal bileşimindeki alüminyum konsantrasyonundaki artış ağırlıkça %3.5'lik NaCl içinde saf Mg'nin aktivitesini düşürür. Bununla birlikte, Mg-Al matrisli kompozitler hala yüksek korozyon hızları sergilemektedir.
9. Mg-Al matrisli kompozitlerinin daha yüksek korozyon direncinin olmasının ana nedeni çift mekanizma ile ilgilidir. Birincisi, magnezyum matrisi çözünür ve korozyona uğrar, işlem aşınması metal yüzeyindeki alüminyum zenginleştirilmesi için uygundur ve Al bakımından zengin yarı koruyucu oksit tabakalarının oluşumunu sağlar, böylece alaşımın korozyon direncini artırır. Buna ek olarak, b-fazlı katmanlı agregasyon ağı, korozyon aşınması işlemine engel olarak hareket eder.

KAYNAKLAR

- Alsaran, A. 2001. "Dubleks Yüzey işleme Uygulanmış AISI 5140 Çeliğinin Yapsal, Mekanik and Tribolojik Özelliklerinin Belirlenmesi. Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi" *Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum*.
- Anderson, Neil, and Matt Kero. 2016. "Manufacturing Apparatus and Method of Forming a Preform."
- Anik, Mustafa, Fatma Karanfil, and Nilüfer Küçükdeveci. 2012. "Development of the High Performance Magnesium Based Hydrogen Storage Alloy." *International Journal of Hydrogen Energy* 37(1): 299–308.
- Arnaiz-González, A.; Fernández-Valdivielso, A.; Bustillo, A.; Norberto López de Lacalle, N. Using artificial neural networks for the prediction of dimensional error on inclined surfaces manufactured by ball-end milling. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 2016, 83, 847–859.
- Aslan, Seda, M Kemal Korucu, Aykan Karademir, and Ertan Durmusoglu. 2010. "Levels of PCDD/Fs in Local and Non-Local Food Samples Collected from a Highly Polluted Area in Turkey." *Chemosphere* 80(10): 1213–19.
- Avedesian, Michael M, Hugh Baker, and others. 1999. 274 *ASM Specialty Handbook: Magnesium and Magnesium Alloys*. ASM international Materials Park, OH.
- Bader, M G, T W Clyne, G R Cappleman, and P A Hubert. 1985. "The Fabrication and Properties of Metal-Matrix Composites Based on Aluminium Alloy Infiltrated Alumina Fibre Preforms." *Composites Science and Technology* 23(4): 287–301.
- Benjamin, John S. 1970. "Dispersion Strengthened Superalloys by Mechanical Alloying." *Metallurgical transactions* 1(10): 2943–51.
- Bernardo, Elena, Raquel de Oro, Mónica Campos, and José Manuel Torralba. 2014. "Design of Low-Melting Point Compositions Suitable for Transient Liquid Phase Sintering of PM Steels Based on a Thermodynamic and Kinetic Study." *Metallurgical and Materials Transactions A* 45(4): 1748–60.
- Bettles, C J, M H Moss, and R Lapovok. 2009. "A Mg--Al--Nd Alloy Produced via a Powder Metallurgical Route." *Materials Science and Engineering: A* 515(1): 26–31.
- Burke, Paul, Chloe Petit, Sonia Yakoubi, and Georges J Kipouros. 2011. "Thermal Effects of Calcium and Yttrium Additions on the Sintering of Magnesium Powder." In *Magnesium Technology 2011*, Springer, 481–84.
- Cakmak, Emrah, Kadir C Tekin, Ugur Malayoglu, and Suman Shrestha. 2010. "The Effect of Substrate Composition on the Electrochemical and Mechanical

- Properties of PEO Coatings on Mg-Alloys.” *Surface and Coatings Technology* 204(8): 1305–13.
- Cao, Peng, Li Lu, and M O Lai. 2001. “Grain Growth and Kinetics for Nanocrystalline Magnesium Alloy Produced by Mechanical Alloying.” *Materials research bulletin* 36(5): 981–88.
- Çelik, C. 1996. “Tasarımda Yönlendirilmi Deney Teknikleri.” *Endüstri Mühendisliđi* 7(6): 14–20.
- Chvera, Dhanesh et al. 2004. “Sub-Surface Corrosion Research on Rock Bolt System, Perforated SS Sheets and Steel Sets for the Yucca Mountain Repository.”
- Chawla, N, and K K Chawla. 2006. “Microstructure-Based Modeling of the Deformation Behavior of Particle Reinforced Metal Matrix Composites.” *Journal of Materials Science* 41(3): 913–25.
- Chen, L Q et al. 2005. “Synthesis of TiC/Mg Composites with Interpenetrating Networks by in Situ Reactive Infiltration Process.” *Materials Science and Engineering: A* 408(1): 125–30.
- Cheng, Y L, Z H Chen, H L Wu, and H M Wang. 2007. “The Corrosion Behaviour of the Aluminum Alloy 7075/SiCp Metal Matrix Composite Prepared by Spray Deposition.” *Materials and Corrosion* 58(4): 280–84.
- Choh, Takao, Makoto Kobashi, Hiromichi Nakata, and Hiromitu Kaneda. 1996. “Fabrication of Metal Matrix Composite by Spontaneous Infiltration and Subsequent in Situ Reaction Processes.” In *Materials Science Forum*, , 353–58.
- Chou, T W. 1993. “Structure and Properties of Composites, Vol. 13 of Materials Science and Technology, Eds. Cahn, RW et Al.”
- Clyne, T W, and P J Withers. 1995. *An Introduction to Metal Matrix Composites*. Cambridge university press.
- Colaco, R, and R Vilar. 2003. “Abrasive Wear of Metallic Matrix Reinforced Materials.” *Wear* 255(1): 643–50.
- Committee, A S M International Handbook, and others. 2004. “ASM Handbook, Vol. 9, Metallography and Microstructures.” *Metals Park, OH: ASM International*.
- Contreras, A, V H Lopez, and E Bedolla. 2004. “Mg/TiC Composites Manufactured by Pressureless Melt Infiltration.” *Scripta materialia* 51(3): 249–53.
- Cui, N, P He, and J L Luo. 1999. “Magnesium-Based Hydrogen Storage Materials Modified by Mechanical Alloying.” *Acta materialia* 47(14): 3737–43.
- Czerwinski, F. 2004. “The Early Stage Oxidation and Evaporation of Mg--9% Al--

- 1% Zn Alloy.” *Corrosion Science* 46(2): 377–86.
- Daniel, B S S, V S R Murthy, and G S Murty. 1997. “Metal-Ceramic Composites via in-Situ Methods.” *Journal of Materials Processing Technology* 68(2): 132–55.
- Dasgupta, Rupa. 2012. “Aluminium Alloy-Based Metal Matrix Composites: A Potential Material for Wear Resistant Applications.” *ISRN metallurgy* 2012.
- Daudin, R et al. 2017. “Indirect Improvement of High Temperature Mechanical Properties of a Mg-Based Alloy Elektron21 by Addition of AlN Nanoparticles.” *Materials Science and Engineering: A* 688: 76–82.
- DeForce, Brian S, Timothy J Eden, and John K Potter. 2011. “Cold Spray Al-5% Mg Coatings for the Corrosion Protection of Magnesium Alloys.” *Journal of Thermal Spray Technology* 20(6): 1352–58.
- Delannay, F, Ludo Froyen, and André Deruyttere. 1987. “The Wetting of Solids by Molten Metals and Its Relation to the Preparation of Metal-Matrix Composites Composites.” *Journal of materials science* 22(1): 1–16.
- Dey, Abhijit, and Krishna Murari Pveey. 2015. “Magnesium Metal Matrix Composites-a Review.” *Rev. Adv. Mater. Sci* 42: 58–67.
- Dooley, R Barry, and Albert Bursik. 2009. “Corrosion Fatigue.” *PowerPlant Chemistry* 11: 586–91.
- Duffy, Laurence. 1996. “Magnesium Alloys: The Light Choice for Aerospace.” *Materials world* 4(3): 127–30.
- Ebert, T, F Moll, and K U Kainer. 1997. “Spray Forming of Magnesium Alloys and Composites.” *Powder metallurgy* 40(2): 126–30.
- Evans, Alexander, Christopher San Marchi, and Vereas Mortensen. 2003. “Metal Matrix Composites.” In *Metal Matrix Composites in Industry*, Springer, 9–38.
- Ferrveo, W A. 1989. “Review of Corrosion and Corrosion Control of Magnesium Alloys and Composites.” *Journal of materials engineering* 11(4): 299–313.
- Friedrich, Horst E, and Barry L Mordike. 2006. *Technology of Magnesium and Magnesium Alloys*. Springer.
- Furuya, Hiroshi, Nozomu Kogiso, Saburo Matunaga, and Kei Senda. 2000. “Applications of Magnesium Alloys for Aerospace Structure Systems.” In *Materials Science Forum*, , 341–48.
- Gasem, Zuhair M, and Amro M Al-Qutub. 2002. “Corrosion Behavior of Powder Metallurgy Aluminum Alloy 6061/Al₂O₃ Metal Matrix Composites.” In *The 6th Saudi Engineering Conference, Kfupm*,.
- Geiger, Alan L, and Michael Jackson. 1989. “Low-Expansion MMK Boost

- Avionics.” *Advanced materials & processes* 136(1): 23–30.
- German, R.M. 2005. *Powder Metallurgy and Particulate Materials Processing: The Processes, Materials, Products, Properties, and Applications*. Metal powder industries federation Princeton, NJ, USA.
- German, R.M, Pavan Suri, and Seong Jin Park. 2009. “Review: Liquid Phase Sintering.” *Journal of Materials Science* 44(1): 1–39.
- Ghani, Jaharah A, I A Choudhury, and H H Hassan. 2004. “Application of Taguchi Method in the Optimization of End Milling Parameters.” *Journal of materials processing technology* 145(1): 84–92.
- González-García, Y, S González, and R M Souto. 2007. “Electrochemical and Structural Properties of a Polyurethane Coating on Steel Substrates for Corrosion Protection.” *Corrosion Science* 49(9): 3514–26.
- Gray, J E, and Ben Luan. 2002. “Protective Coatings on Magnesium and Its Alloys— a Critical Review.” *Journal of alloys and compounds* 336(1): 88–113.
- Guan, Q F, H Y Wang, X L Li, and Q C Jiang. 2004. “Effect of Compact Density on the Fabrication of in Situ Mg-TiC Composites.” *Journal of materials science* 39(16): 5569–72.
- Gul, Ferhat, and Mehmet Acilar. 2004. “Effect of the Reinforcement Volume Fraction on the Dry Sliding Wear Behaviour of Al-10Si/SiC P Composites Produced by Vacuum Infiltration Technique.” *Composites Science and Technology* 64(13): 1959–70.
- Handbook, A S M. 1987. “Corrosion, Vol. 13.” *ASM International*: 740–54.
- Hanumanth, G S, and G A Irons. 1993. “Particle Incorporation by Melt Stirring for the Production of Metal-Matrix Composites.” *Journal of Materials Science* 28(9): 2459–65.
- Hashim, J, L Looney, and M S J Hashmi. 1999. “Metal Matrix Composites: Production by the Stir Casting Method.” *Journal of Materials Processing Technology* 92: 1–7.
- Huang, Jin-feng et al. 2009. “Precipitation Behaviors of Spray Formed AZ91 Magnesium Alloy during Heat Treatment and Their Strengthening Effect.” *Materials & design* 30(3): 440–44.
- Huda, M D, M S J Hashmi, and M A El-Baradie. 1995. “MMK: Materials, Manufacturing and Mechanical Properties.” In *Key Engineering Materials*, , 37–64.
- Hwang, S, C Nishimura, and P G McCormick. 2001. “Mechanical Milling of Magnesium Powder.” *Materials Science and Engineering: A* 318(1): 22–33.
- Hynes, N Rajesh Jesudoss et al. 2016. “Production of Aluminium Metal Matrix

- Composites by Liquid Processing Methods.” In *AIP Conference Proceedings*, , 20558.
- Ibrahim, I A, F A Mohamed, and E J Lavernia. 1991. “Particulate Reinforced Metal Matrix Composites—a Review.” *Journal of materials science* 26(5): 1137–56.
- James, W Brian. 1998. “What Is Sinter-Hardening.” In *Proceedings of International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials PM2TEC*, , 55–60.
- Jiang, Q. C., X. L. Li, and H. Y. Wang. 2003. “Fabrication of TiC Particulate Reinforced Magnesium Matrix Composites.” *Scripta Materialia* 48(6): 713–17.
- Jiang, Q.C. et al. 2005. “Fabrication of B4C Particulate Reinforced Magnesium Matrix Composite by Powder Metallurgy.” *Journal of Alloys and Compounds* 386(1–2):177–81.
<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838804008126>.
- Jiang, Q C et al. 2003. “Fabrication of TiC p/Mg Composites by the Thermal Explosion Synthesis Reaction in Molten Magnesium.” *Materials Letters* 57(16): 2580–83.
- Kaczmar, J W, K Pietrzak, and W Włosiński. 2000. “The Production and Application of Metal Matrix Composite Materials.” *Journal of Materials Processing Technology* 106(1): 58–67.
- Kainer, Karl. 2006. *Basics of Metal Matrix Composites. Metal Matrix Composites: Custom-Made Materials for Automotive and Aerospace Engineering*. John Wiley & Sons.
- Kainer, Karl U. 2003. *Magnesium Alloys and Technology*. John Wiley & Sons.
- Kainer, K U. 1991. “Influence of the Production Technique and Type of Reinforcement on the Properties of Magnesium-Matrix-Composites.” In *Composite Material Technology-1991*, , 191–97.
- Kamaruddin, S, Zahid A Khan, and S H Foong. 2010. “Application of Taguchi Method in the Optimization of Injection Moulding Parameters for Manufacturing Products from Plastic Blend.” *International Journal of Engineering and technology* 2(6): 574.
- Kawamura, Yoshihito, and Akihisa Inoue. 2003. “Development of High Strength Magnesium Alloys by Rapid Solidification.” In *Materials Science Forum*, , 709–14.
- Khan, Rehman M. 2013. *Problem Solving and Data Analysis Using Minitab: A Clear and Easy Guide to Six Sigma Methodology*. John Wiley & Sons.
- Koczak, M J, and M K_ Premkumar. 1993. “Emerging Technologies for the in-Situ

- Production of MMK.” *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society* 45(1): 44–48.
- Körner, Carolin, Wolfgang Schäff, Markus Ottmüller, and Robert F Singer. 2000. “Carbon Long Fiber Reinforced Magnesium Alloys.” *Advanced engineering materials* 2(6): 327–37.
- Kubota, K, M Mabuchi, and K Higashi. 1999. “Review Processing and Mechanical Properties of Fine-Grained Magnesium Alloys.” *Journal of Materials Science* 34(10): 2255–62.
- Küçük, Özkan. 2006. “Application of Taguchi Method in the Optimization of Dissolution of Ulexite in NH₄Cl Solutions.” *Korean Journal of Chemical Engineering* 23: 21–27.
- Kulekci, Mustafa Kemal. 2008. “Magnesium and Its Alloys Applications in Automotivand Industry.” *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 39(9–10): 851–65.
- LaBotz, Richard J, and Donald R Mason. 1963. “The Thermal Conductivities of Mg₂Si and Mg₂Ge.” *Journal of The Electrochemical Society* 110(2): 121–26.
- Leon-Patino, Carlos Alberto. 2001. *Infiltration Processing of Metal Matrix Composites Using Coated Ceramic Particulates*.
- Li, Lü et al. 2000. “Improvement of Microstructure and Mechanical Properties of AZ91/SiC Composite by Mechanical Alloying.” *Journal of materials science* 35(22): 5553–61.
- Li, Wen-Jun, Rong Tu, and Takashi Goto. 2006. “Preparation of Directionally Solidified TiB₂-TiC Eutectic Composites by a Floating Zone Method.” *Materials Letters* 60(6): 839–43.
- Lindroos, V K, and M J Talvitie. 1995. “Recent Advances in Metal Matrix Composites.” *Journal of Materials Processing Technology* 53(1–2): 273–84.
- Lindström, Rakel et al. 2004. “Corrosion of Magnesium in Humid Air.” *Corrosion Science* 46(5): 1141–58.
- Liu, Jinling et al. 2013. “Synthesis of Mg--Al₂O₃ Nanocomposites by Mechanical Alloying.” *Journal of Alloys and Compounds* 563: 165–70.
- Lloyd, D J. 1994. “Particle Reinforced Aluminium and Magnesium Matrix Composites.” *International Materials Reviews* 39(1): 1–23.
- Lü, Y Z et al. 2000. “Fracture Behavior of AZ91 Magnesium Alloy.” *Materials Letters* 44(5): 265–68.
- Luo, Alan, Jean Renaud, Isao Nakatsugawa, and Jacques Plourde. 1995. “Magnesium Castings for Automotive Applications.” *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society* 47(7): 28–31.

- Luthringer, Berengere J C, Norbert Hort, and Frank Feyerabend. 2012. "Metal Matrix Composites: Magnesium." *Wiley Encyclopedia of Composites*.
- Ma, B X, H Y Wang, Y Wang, and Q C Jiang. 2005. "Fabrication of (TiB₂- TiC) p/AZ91 Magnesium Matrix Hybrid Composite." *Journal of materials science* 40(17): 4501–4.
- Makar, G L, and J Kruger. 1990. "Corrosion Studies of Rapidly Solidified Magnesium Alloys." *Journal of the Electrochemical Society* 137(2): 414–21.
- Makar, G L, and J Kruger. 1993. "Corrosion of Magnesium." *International materials reviews* 38(3): 138–53.
- McIntyre, N S, and C Chen. 1998. "Role of Impurities on Mg Surfaces under Ambient Exposure Conditions." *Corrosion Science* 40(10): 1697–1709.
- Mordike, B L, and Tü Ebert. 2001. "Magnesium: Properties—applications—potential." *Materials Science and Engineering: A* 302(1): 37–45.
- Muhammad, Wan Nur Azrina Wan, Zainuddin Sajuri, Yoshiharu Mutoh, and Yukio Miyashita. 2011. "Microstructure and Mechanical Properties of Magnesium Composites Prepared by Spark Plasma Sintering Technology." *Journal of Alloys and Compounds* 509(20): 6021–29.
- Muñoz, Miguel Ángel Carbonell. 2012. *Compatibility of Ultra High Performance Concrete as Repair Material: Bond Characterization with Concrete under Different Loading Scenarios*. Michigan Technological University.
- Muscat, D, and R A L Drew. 1997. "Infiltration Kinetics of Aluminium in Titanium Carbide Preforms." *analysis* 7: 10.
- Nutt, S R. 1984. "Defects in Silicon Carbide Whiskers." *Journal of the American Ceramic Society* 67(6): 428–31.
- O'Neill, Daniel W, Peter H Tyedmers, and Karen F Beazley. 2007. "Human Appropriation of Net Primary Production (HANPP) in Nova Scotia, Canada." *Regional Environmental Change* 7(1): 1–14.
- Pardo, A et al. 2008. "Corrosion Behaviour of Magnesium/aluminium Alloys in 3.5 Wt.% NaCl." *Corrosion Science* 50(3): 823–34.
- Pavese, Matteo, Paolo Fino, and Claudio Badini. 2014. "Metal Matrix Composites Reinforced with SiC Long Fibers and Carbon Nanomaterials Produced by Electrodeposition."
- Poddar, Palash, V C Srivastava, P K De, and K L Sahoo. 2007. "Processing and Mechanical Properties of SiC Reinforced Cast Magnesium Matrix Composites by Stir Casting Process." *Materials Science and Engineering: A* 460: 357–64.
- Pucun, Bai et al. 2010. "Microstructure and Mechanical Properties of Spray-

- Deposited Mg--12.55 Al--3.33 Zn--0.58 Ca--1Nd Alloy.” *Materials characterization* 61(7): 756–60.
- Rahman, A S Abdul et al. 2004. “A Microcontroller-Based Taste Sensing System for the Verification of Eurycoma Longifolia.” *Sensors and Actuators B: Chemical* 101(1): 191–98.
- Reichek, K N, K J Clark, and J E Hillis. 1985. *Controlling the Salt Water Corrosion Performance of Magnesium AZ91 Alloy*.
- Rosso, Mario. 2006. “Ceramic and Metal Matrix Composites: Routes and Properties.” *Journal of Materials Processing Technology* 175(1): 364–75.
- Roy, Ranjit K. 2001. *Design of Experiments Using the Taguchi Approach: 16 Steps to Product and Process Improvement*. John Wiley & Sons.
- Salman, S A, R Ichino, and M Okido. 2010. “A Comparative Electrochemical Study of AZ31 and AZ91 Magnesium Alloy.” *International Journal of Corrosion* 2010.
- Schwartz, Mel M. 1997. “Composite Materials. Volume 1: Properties, Non-Destructive Testing, and Repair.”
- Scully, J R, and R Baboian. 1995. “ASTM Manual Series: MNL 20.” *Chapter 7: 75*.
- Shackelford, James F et al. 2010. *Introducci{ó}n a La Ciencia de Materiales Para Ingenieros*. Pearson:
- Sharma, Vishal, and Sanjeev Das. 2007. “Synthesis and Interfacial Characterization of Al-4.5 Wt% Cu/Zircon Sand/Silicon Carbide Hybrid Composite.” *June, Department of Physics and Materials Sciences, ME Thesis, Thapar University, Patiala, India*.
- Sirvanc, Mete. 1997. *Kalite İçin Deney Tasam Taguçi Yaklacsm*. Literatür.
- Skibo, Michael D, and David M Schuster. 1989. “Process for Preparation of Composite Materials Containing Nonmetallic Particles in a Metallic Matrix.”
- Son, Hyeon Taek et al. 2007. “Microstructure and Mechanical Properties of Mg-Zn-Y Alloys Fabricated by Rapid Solidification and Spark Plasma Sintering Processes.” In *Solid State Phenomena*, , 1517–20.
- Song, G., and a. Atrens. 2003. “Understanding Magnesium Corrosion—A Framework for Improved Alloy Performance.” *Advanced Engineering Materials* 5(12): 837–58. <http://doi.wiley.com/10.1002/adem.200310405>.
- Song, G. I. 2005. “Recent Progres in Corrosion and Protection of Magnesium Alloys.” *Adv. Eng. Mater.* 7(7): 563–586.
- Song, Guan Ling, and Verej Atrens. 1999. “Corrosion Mechanisms of Magnesium Alloys.” *Advanced engineering materials* 1(1): 11–33.

- Song, Guangling et al. 1997. "The Anodic Dissolution of Magnesium in Chloride and Sulphate Solutions." *Corrosion Science* 39(10–11): 1981–2004.
- Song, Guangling, Verej Atrens, Xianliang Wu, and Bo Zhang. 1998. "Corrosion Behaviour of AZ21, AZ501 and AZ91 in Sodium Chloride." *Corrosion science* 40(10): 1769–91.
- Song, Guangling, Birgir Johannesson, Sarath Hapugoda, and David StJohn. 2004. "Galvanic Corrosion of Magnesium Alloy AZ91D in Contact with an Aluminium Alloy, Steel and Zinc." *Corrosion Science* 46(4): 955–77.
- Srivatsan, T S, Li Wei, and C F Chang. 1995. "The Tensile Behaviour of Rapidly Solidified Magnesium Alloys." *Journal of materials science* 30(7): 1832–38.
- Surappa, M K. 1997. "Microstructure Evolution during Solidification of DRMMK (Discontinuously Reinforced Metal Matrix Composites): State of Art." *Journal of Materials Processing Technology* 63(1–3): 325–33.
- Suryanarayana, C. 2004. "Mechanical Alloying and Milling Marcel Dekker." *EE. UU:* 59–78.
- Suryanarayana, Challapalli. 2001. "Mechanical Alloying and Milling." *Progress in materials science* 46(1): 1–184.
- Taguchi, Genichi, and Seiso Konishi. 1987. *Taguchi Methods: Orthogonal Arrays and Linear Graphs-Tools for Quality Engineering*. American Supplier Institute, Center for Taguchi Methods.
- Hideo Tamai, MD; Keiji Igaki; Eisho Kyo, MD; Kunihiko Kosuga, MD; Akiyoshi Kawashima, MD; Shigeo Matsui, MD; Hidenori Komori, MD; Takafumi Tsuji, MD; Seiichiro Motohara, MD; Hiromu Uehata, MD, 2000. "Initial ve 6-Month Results of Biodegradable Poly-L-Lactic Acid Coronary Stents in Humans." *Circulation* 102(4): 399–404
- .Thomas, Edwin L. 1993. 12 *Materials Science and Technology, Structure and Properties of Polymers*. Wiley-VCH.
- Thümmeler, F, and R Oberacker. 1993. "Institute of Materials." *An introduction to powder metallurgy, Institute of Materials, London, England*.
- Tjong, Sie Chin, and Z Y Ma. 2000. "Microstructural and Mechanical Characteristics of in Situ Metal Matrix Composites." *Materials Science and Engineering: R: Reports* 29(3): 49–113.
- Tomashov, Nikon Danilovich. 1965. "Theory of Corrosion and Protection of Metals." 1966, 672 P. *The Macmillan Company, 60 Fifth Avenue, New York 10011*.
- Umeda, Junko, Katsuyoshi Kondoh, and Hisashi Imai. 2009. "Friction and Wear Behavior of Sintered Magnesium Composite Reinforced with CNT-Mg 2 Si/MgO." *Materials Science and Engineering: A* 504(1): 157–62.

- Ukar, E.; Lamikiz, A.; Martínez, S.; Tabernero, I.; López de Lacalle, L.N. Roughness prediction on laser polished surfaces. *J. Mater. Process. Technol.* 2012, 212, 1305–1313.
- Unal, Resit, and Edwin B Dean. 1990. “Taguchi Approach to Design Optimization for Quality and Cost: An Overview.”
- Valdez, S et al. 2008. “Synthesis and Microstructural Characterization of Al–Mg–Alloy–SiC Particle Composite.” *Materials letters* 62(17): 2623–25.
- Viswanathan, Alagappan. 2005. “Using Orthogonal Arrays to Train Artificial Neural Networks.”
- Wang, H Y, Q C Jiang, X L Li, and J G Wang. 2003. “In Situ Synthesis of TiC/Mg Composites in Molten Magnesium.” *Scripta Materialia* 48(9): 1349–54.
- Wang, H Y, Q C Jiang, Y G Zhao, and Fang Zhao. 2004. “In Situ Synthesis of TiB₂/Mg Composite by Self-Propagating High-Temperature Synthesis Reaction of the Al–Ti–B System in Molten Magnesium.” *Journal of Alloys and Compounds* 379(1): L4–L7.
- Watanabe, H, T Mukai, M Mabuchi, and K Higashi. 2001. “Superplastic Deformation Mechanism in Powder Metallurgy Magnesium Alloys and Composites.” *Acta Materialia* 49(11): 2027–37.
- Wen-bin, Fang, Fang Wa, and Sun Hong-fei. 2011. “Preparation of High-Strength Mg–3Al–Zn Alloy with Ultrafine-Grained Microstructure by Powder Metallurgy.” *Powder technology* 212(1): 161–65.
- Wen, G, S B Li, B S Zhang, and Z X Guo. 2001. “Reaction Synthesis of TiB₂–TiC Composites with Enhanced Toughness.” *Acta Materialia* 49(8): 1463–70.
- Xie, Wen et al. 2007. “Influence of Sintering Routes to the Mechanical Properties of Magnesium Alloy and Its Composites Produced by PM Technique.” *Journal of alloys and compounds* 431(1): 162–66.
- Xiu, K et al. 2006. “Fabrication of TiC p/Mg Composites by Powder Metallurgy.” *Journal of materials science* 41(5): 1663–66.
- Xiuqing, Zhang et al. 2005. “The Mechanical Properties of Magnesium Matrix Composites Reinforced with (TiB₂+ TiC) Ceramic Particulates.” *Materials letters* 59(17): 2105–9.
- Yamada, Kazutoshi, Teruo Takahashi, and M Motoyama. 1996. “EPMA State Analysis of Formation of TiC during Mechanical Alloying of Mg, Ti and Graphite Powder Mixture.” *Journal-Japan Institute Of Metals* 60: 100–105.
- Yang, Y C, C Y Tsai, Y H Huang, and C S Lin. 2012. “Formation Mechanism and Properties of Titanate Conversion Coating on AZ31 Magnesium Alloy.” *Journal of The Electrochemical Society* 159(5): C226–C232.

- Ye, HaiZhi, and XingYang Liu. 2004. "Review of Recent Studies in Magnesium Matrix Composites." *Journal of materials science* 39(20): 6153–71.
- Yuj, KH-S, G-KH Men, KH-V Tan, and S-SH Chen. 1998. "The Microstructure and Mechanical Properties of Mg-11 Li Composites Reinforced by the Self-Nascent MgO/Mg Sub 2 Si Particulates." *Metallofizika I Novejshie Tekhnologii(Ukraine)* 20(1): 61–64.
- Zhang, Xiuqing, Lihua Liao, Naiheng Ma, and Haowei Wang. 2006. "Mechanical Properties and Damping Capacity of Magnesium Matrix Composites." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 37(11): 2011–16.
- Zhang, Xiuqing, Haowei Wang, Lihua Liao, and Naiheng Ma. 2006. "New Synthesis Method and Mechanical Properties of Magnesium Matrix Composites." *Journal of ASTM International* 3(10): 1–5.
- Zhao, Ming-Chun et al. 2009. "An Exploratory Study of the Corrosion of Mg-Alloys during Interrupted Salt Spray Testing." *Corrosion Science* 51(6): 1277–92.
- Zheng, Baolong et al. 2011. "High Strength, Nano-Structured Mg--Al--Zn Alloy." *Materials Science and Engineering: A* 528(4): 2180–91.

EKLER

EK 1. MINITAB

EK 2. GAMRY INSTRUMENTS

EK 1. MINITAB

MINITAB, çok çeşitli temel ve gelişmiş veri analizi becerileri sağlayan güçlü, kullanımı kolay istatistiksel bir pakettir. MINITAB'ın doğrudan komut yapısı, kullanıcıların çok çeşitli arka planları ve deneyimleri kullanmalarını sağlar. MINITAB, PC'ler ve Macintosh bilgisayarlarında ve önde gelen iş istasyonlarının, mini bilgisayarların ve ana bilgisayarların çoğunda çalışır. MINITAB, sürüm ve bilgisayar platformuna göre değişse de, MINITAB'ın çekirdekleri (çalışma sayfaları ve komutları) aynıdır.

Windows için MINITAB, kullanıcıların tüm seviyedeki istatistiksel analizini daha sezgisel hale getiren bir kullanıcı arabirimi sağlar. Çekme menüleri ve diyaloglar, her adımı kolayca yapmanıza izin verir. MINITAB, bilgisayara ne yapmak istediğinizi söylemek için zaman harcamadan verilerinizi bulmak için daha fazla zaman harcamanızı sağlar. Veriler, bir pencere gibi bir elektronik çizelgeye girilebilir. Ayrıca doğrudan Lotus, Excel, Symphony, Quattro Pro, dBase veya ASCII dosyalarından verileri alır ve MINITAB gönder/ al işlevlerine sahip olabilirsiniz. MINITAB (Rel 10 ve üstü) Dinamik Veri Alışverişi (DDE) ile Lotus, Excel veya Quattro Pro gibi başka bir elektronik çizelge programına veri girebilir ve MINITAB bunu otomatik olarak alacaktır. Alternatif olarak, MINITAB'e veri girebilir ve aynı anda başka bir Windows programına gönderebilirsiniz. MINITAB'ın grafik özellikleri size maksimum görsel etki için sınırsız olanaklar sunar. Makrolar, uygulamanız için özel olarak tasarlanan kendi özel işlemlerinizi oluşturmanıza olanak verir (Khan, 2013).

EK 2. GAMRY INSTRUMENTS

GAMRY Instruments elektrokimyasal ölçüm sistemi bir bilgisayara kurulması gereken elektronik donanım ve bilgisayar yazılımını içerir. Tüm Gamry yazılımları bir Gamry Software CD'sinde sunulur. Yüklü yazılım Gamry PCI tabanlı PCI4 Potentiostat serisinin sürücülerini ve Gamry'nin önceki ISA tabanlı PC4 Potentiostat serisini temel alan sürücülerini içerir. Sürücü, yazılım yüklemesi sırasında yüklenir (Chandra vd., 2004).

Elektrokimyasal hücre, en az iki elektrot ve bir elektrolitten oluşmalıdır. Elektrot, elektronlar (elektronların hareketi) ve iyonlar arasındaki yük transfer mekanizmalarının değişen bir arayüzü olarak düşünülebilir. Elektrolitler, iyonların hareketi ile oluşturulabilen bir yük transfer ortamıdır. Elektrik analiz ölçümleri için kullanılan bataryada daima üç elektrot fonksiyonu vardır. Üç elektrottan birincisi, test veya çalışma (YEŞİL) elektrodu olarak da bilinen bir gösterge elektrodudur. Elektrokimyasal olayı inceleyen elektrod budur. İkinci fonksiyonel elektrot bir BEYAZ elektrottur. Bu elektrot potansiyeli sabit olan ve hücrede mevcut olan diğer elektrotların potansiyelini ölçmek için bir referans olarak kullanılabilen bir elektrottur. Son fonksiyonel elektrot, elektronların bir kaynağı veya alıcısı olarak görev yapan yardımcı elektrot veya karşı (KIRMIZI) elektrodur; böylece akım, batarya boyunca dış devrelerden geçebilir(Rahman vd., 2004).

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Tayeb Taher Kalefa ELFARAH
Doğum Tarihi ve Yeri : 01.03.1968 Zawia-Libya
Medeni Hali : Evli
Yabancı Dili : İngilizce
E-posta : telfarah@yahoo.com



Eğitim Durumu

Lise : Zawia Ortaöğretim Okulu (1987)
Lisans : Kimya mühendisliği Tripoli Üniversitesi - Libya
(1993)
Yüksek lisans : Kimya mühendisliği Tripoli Üniversitesi - Libya
(2004)

Mesleki Deneyim

İş Yeri : Yüksek Mühendislik Teknolojisi Enstitüsü-zawia
Kimya Mühendisliği Bölümü'nde.