**T.C.**

**YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ**

**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

# GRAFEN VE SERAMİK PARTİKÜL TAKVİYELİ TİTANYUM MATRİSLİ HİBRİT KOMPOZİTİN TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

**Cantekin KAYKILARLI**

DOKTORA TEZİ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Programı

Danışman

Prof. Dr. Hasibe Aygül YEPREM

Eş Danışman

Prof. Dr. Deniz UZUNSOY

Mayıs, 2024

**T.C.**

**YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ**

**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

# GRAFEN VE SERAMİK PARTİKÜL TAKVİYELİ TİTANYUM MATRİSLİ HİBRİT KOMPOZİTİN TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Cantekin KAYKILARLI tarafından hazırlanan tez çalışması 06.05.2024 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Malzeme Programında **DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

| | |
|---|---|
| Prof. Dr. Hasibe Aygül YEPREM<br>Yıldız Teknik Üniversitesi<br>Danışman | Prof. Dr. Deniz UZUNSOY<br>Bursa Teknik Üniversitesi<br>Eş-Danışman |

**Jüri Üyeleri**

Prof. Dr. Hasibe Aygül YEPREM, Danışman
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Prof. Dr. Hale BERBER, Üye
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Prof. Dr. Nilgün KUŞKONMAZ, Üye
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Prof. Dr. Ebru Devrim ŞAM PARMAK, Üye
Bursa Teknik Üniversitesi _____

Doç. Dr. Ergün KELEŞOĞLU, Üye
Türk-Alman Üniversitesi _____

Danışmanım Prof. Dr. Hasibe Aygül YEPREM sorumluluğunda tarafımca hazırlanan “Grafen ve Seramik Partikül Takviyeli Titanyum Matrisli Hibrit Kompozitin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi ve Karakterizasyonu” başlıklı çalışmada veri toplama ve veri kullanımında gerekli yasal izinleri aldığımı, diğer kaynaklardan aldığım bilgileri ana metin ve referanslarda eksiksiz gösterdiğimi, araştırma verilerine ve sonuçlarına ilişkin çarpıtma ve/veya sahtecilik yapmadığımı, çalışmam süresince bilimsel araştırma ve etik ilkelerine uygun davrandığımı beyan ederim. Beyanımın aksinin ispatı halinde her türlü yasal sonucu kabul ederim.

Cantekin KAYKILARLI

İmza

Bu çalışma, “Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Proje Koordinatörlüğü’nün FDK-2021-4590” numaralı projesi ile desteklenmiştir.



*Aileme*

# TEŞEKKÜR

Doktora çalışmamın gerçekleştirilmesinde, değerli fikir ve deneyimlerini benimle paylaşan, desteğe ihtiyacım olduğunda büyük bir ilgiyle bana faydalı olabilmek için elinden gelenin fazlasını yapan, mesleki hayatım boyunca bana verdiği değerli bilgi ve deneyimlerden yararlanacağım Prof. Dr. Hasibe Aygül YEPREM'e teşekkürü bir borç biliyor ve şükranlarımı sunuyorum.

Değerli tecrübelerini ve fikirlerini yüksek lisans ve doktora sürecim boyunca benimle paylaşan, özverili ve titiz bir şekilde bana yol gösteren Prof. Dr. Deniz UZUNSOY'a teşekkürlerimi ve şükranlarımı sunuyorum.

Tez çalışmam boyunca desteklerini esirgemeyen, değerli fikir ve önerileriyle çalışmanın gelişmesine katkıda bulunan Prof. Dr. Ebru Devrim ŞAM PARMAK'a şükranlarımı sunuyorum.

Tez izleme komitemde yer alan, değerli fikir ve önerileriyle çalışmanın gelişmesine yardımcı olan Prof. Dr. Hale BERBER'e teşekkürlerimi sunuyorum.

Tez çalışmam boyunca yardımlarını esirgemeyen, ihtiyacım olduğunda yanımda olan değerli dostlarım Arş. Gör. Burak KÜÇÜKELYAS, Arş. Gör. Taha Yasin EKEN, Arş. Gör. Berk ŞENYURT, Arş. Gör. Hüseyin DEMİRCAN, Arş. Gör. Cansu ÇELTİK, Arş. Gör. Hurşit Sefa AYDIN ve Dr. Öğr. Üyesi Gökçe BORAND'a teşekkür ederim.

Cihaz kullanımı ve malzeme temininde desteklerini esirgemeyen Doç. Dr. Nazlı AKÇAMLI KAYA'ya teşekkürlerimi sunarım.

Bugünlere ulaşmamda hiçbir fedakarlıktan kaçınmayan, her an desteklerini hissettiğim annem Ayşe KAYKILARLI ve babam İbrahim KAYKILARLI'ya emekleri, sabırları ve sevgileri için sonsuz teşekkürlerimi sunuyorum. Tez sürecim boyunca desteğini bir an olsun bile esirgemeyen, hayatı paylaşmaktan mutluluk duyduğum eşim Pınar KAYKILARLI'ya sonsuz teşekkürlerimi sunuyorum.

Tez çalışmasını FDK-2021-4590 nolu proje ile destekleyen Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü'ne teşekkür ederim.

Cantekin KAYKILARLI

# İÇİNDEKİLER

**TEŞEKKÜR** **v**
**SİMGE LİSTESİ** **x**
**KISALTMA LİSTESİ** **xi**
**ŞEKİL LİSTESİ** **xii**
**TABLO LİSTESİ** **xix**
**ÖZET** **xx**
**ABSTRACT** **xxii**
**1 GİRİŞ** **1**
1.1 Tezin Amacı ..... 1
1.2 Kompozit Malzemeler ..... 2
1.2.1 Takviye Malzemesine Göre Kompozit Malzemeler ..... 2
1.2.2 Matris Malzemesine Göre Kompozit Malzemeler ..... 3
1.2.3 Metal Matrisli Kompozitler ..... 4
1.3 Toz Metalurjisi ..... 12
1.3.1 Mekanik Alaşımlama ..... 12
1.3.2 Şekillendirme ..... 18
1.3.3 Sinterleme ..... 19
1.4 Literatür Çalışmaları ..... 23
1.4.1 Titanyum Matrisli Kompozitlerin T/M Yöntemi ile Üretiminde PKA'nın Etkileri Üzerine Yapılan Çalışmalar ..... 24
1.4.2 $Al_2O_3$ Takviyeli Titanyum Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri, Aşınma ve Korozyon Davranışları ile İlgili Yapılan Çalışmalar ..... 27
1.4.3 $CeO_2$ Takviyeli Titanyum Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri, Aşınma ve Korozyon Davranışları ile İlgili Yapılan Çalışmalar ..... 32
1.4.4 Çalışmada Kullanılan Takviyeler ile Takviye Edilmiş Titanyum Matrisli Hibrit Kompozitlerin Mekanik Özellikleri, Aşınma ve Korozyon Davranışları ile İlgili Yapılan Çalışmalar ..... 35
**2 MALZEME ve YÖNTEM** **37**
2.1 Malzemeler ..... 37
2.2 Yöntem ..... 37
2.2.1 Farklı Proses Kontrol Ajanları ve Üretim Yöntemiyle Üretilen $Al_2O_3$ Takviyeli Titanyum Matrisli Kompozitlerin Üretimi ..... 37

2.2.2 $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ Takviyeli Titanyum Matrisli Hibrit Kompozitlerin Üretimi ..... 43
2.2.3 Farklı Partikül Boyutlarına Sahip $Al_2O_3$ ile Takviye Edilmiş Titanyum Matrisli Kompozitlerin Üretimi ..... 44
2.2.4 Grafenin Fonksiyonelleştirilmesi ..... 46
2.2.5 Mikron Altı $Al_2O_3$ ve Fonksiyonelleştirilmiş Grafen Takviyeli Titanyum Matrisli Hibrit Kompozitlerin Üretimi ..... 47
2.3 Karakterizasyon Çalışmaları ..... 48
2.3.1 X Işını Floresans (XRF) Spektroskopisi Analizi ..... 48
2.3.2 Toz Partikül Boyut Ölçümü ..... 49
2.3.3 MA Sonrası Toz Verimi Ölçümleri ..... 50
2.3.4 X Işınları Difraksiyon (XRD) Analizleri ..... 50
2.3.5 Raman Spektroskopisi Analizleri ..... 51
2.3.6 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizleri ..... 51
2.3.7 Yüksek Çözünürlüklü Geçirimli Elektron Mikroskobu (HR-TEM) Analizleri ..... 52
2.3.8 Hacimsel Değişim Ölçümleri ..... 53
2.3.9 Yoğunluk Ölçümleri ..... 53
2.3.10. Optik Mikroskop (OM) Analizleri ..... 54
2.3.11. Sertlik Ölçümleri ..... 55
2.3.12. Aşınma Testleri ..... 56
2.3.13. Basma Dayanımı Testleri ..... 57
2.3.14. Korozyon Testleri ..... 57
**3 BULGULAR VE TARTIŞMA 59**
3.1 Başlangıç Tozlarının Karakterizasyonu ..... 59
3.1.1 Başlangıç Tozlarına Ait XRF Analizi Sonuçları ..... 59
3.1.2 Başlangıç Tozlarına Ait SEM Görüntüleme Sonuçları ..... 59
3.1.3 Başlangıç Tozlarının Ortalama Partikül Boyutu Analizi ..... 62
3.2 Farklı Proses Kontrol Ajanları ve Üretim Yöntemiyle Üretilen $Al_2O_3$ Takviyeli Titanyum Matrisli Kompozitlerin Analiz Sonuçları ..... 63
3.2.1 Toz Verimi ..... 63
3.2.2 Ortalama Partikül Boyutu Analizi ..... 65
3.2.3 Tozlara Ait XRD Sonuçları ..... 67
3.2.4 MA Sonrası Tozlara Ait SEM Analizi Sonuçları ..... 70
3.2.5 Tozlara Ait HR-TEM Analizi Sonuçları ..... 71
3.2.6 Sinterlenmiş Numunelere ait XRD Sonuçları ..... 73
3.2.7 Yoğunluk Sonuçlarının Değerlendirilmesi ..... 76

3.2.8 Sinterleme Sonrası Numunelerde Oluşan Hacimsel Değişimler ..... 78
3.2.9 Sinterlenmiş Numunelere ait OM Görüntüleri ..... 79
3.2.10. Sinterlenmiş Numunelere ait SEM Görüntüleri ve Haritalama Sonuçları ..... 80
3.2.11. Sinterlenmiş Numunelerin Sertlik Testi Sonuçları ..... 81
3.2.12. Sinterlenmiş Numunelerin Aşınma Testi Sonuçları ..... 82
3.2.13. Sinterlenmiş Numunelerin Basma Testi Sonuçları ..... 83
3.3 $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ Takviyeli Titanyum Matrisli Hibrit Kompozitlerin Analiz Sonuçları ..... 85
3.3.1 Ortalama Partikül Boyutu Analizi ..... 85
3.3.2 Tozlara ait XRD Sonuçları ..... 85
3.3.3 MA Sonrası Tozlara ait SEM Analizi Sonuçları ..... 88
3.3.4 Tozlara ait HR-TEM Analizi Sonuçları ..... 91
3.3.5 Sinterlenmiş Numunelere ait XRD Sonuçları ..... 93
3.3.6 Yoğunluk Sonuçlarının Değerlendirilmesi ..... 95
3.3.7 Sinterleme Sonrası Numunelerde Oluşan Hacimsel Değişimler ..... 97
3.3.8 Sinterlenmiş Numunelere ait OM Görüntüleri ..... 97
3.3.9 Sinterlenmiş Numunelere ait SEM Görüntüleri ve Haritalama Sonuçları ..... 99
3.3.10. Sinterlenmiş Numunelerin Sertlik Testi Sonuçları ..... 100
3.3.11. Sinterlenmiş Numunelerin Aşınma Testi Sonuçları ..... 101
3.3.12. Sinterlenmiş Numunelerin Basma Testi Sonuçları ..... 102
3.4 Farklı Partikül Boyutlarına Sahip $Al_2O_3$ ile Takviye Edilmiş Titanyum Matrisli Kompozitlerin Analiz Sonuçları ..... 104
3.4.1 Ortalama Partikül Boyutu Analizi ..... 104
3.4.2 Tozlara ait XRD Sonuçları ..... 105
3.4.3 MA Sonrası Tozlara ait SEM Görüntüleme Sonuçları ..... 107
3.4.4 Tozlara ait HR-TEM Analizi Sonuçları ..... 112
3.4.5 Sinterlenmiş Numunelere ait XRD Sonuçları ..... 112
3.4.6 Mikron ve Mikron Altı $Al_2O_3$ ile Takviye Edilmiş Titanyum Matrisli Kompozitlerin Yoğunluk Sonuçlarının Değerlendirilmesi ..... 114
3.4.7 Sinterleme Sonrası Numunelerde Oluşan Hacimsel Değişimler ..... 116
3.4.8 Sinterlenmiş Numunelere ait OM Görüntüleri ..... 117
3.4.9 Sinterlenmiş Numunelere ait SEM Görüntüleri ..... 119
3.4.10. Sinterlenmiş Numunelerin Sertlik Sonuçları ..... 120
3.4.11. Sinterlenmiş Numunelerin Aşınma Testi Sonuçları ..... 122
3.4.12. Sinterlenmiş Numunelerin Basma Testi Sonuçları ..... 123

3.5 Mikron Altı $Al_2O_3$ ve Fonksiyonelleştirilmiş Grafen Takviyeli Titanyum Matrisli Kompozitlerin Analiz Sonuçları ..... 126
3.5.1 Grafen ve Fonksiyonelleştirilmiş Grafene ait Raman ve XRD Analizi Sonuçları ..... 126
3.5.2 Başlangıç Tozlarına ait SEM Görüntüleme Sonuçları ..... 128
3.5.3 Ortalama Partikül Boyutu Analizi ..... 128
3.5.4 Tozlara ait XRD Sonuçları ..... 129
3.5.5 MA Sonrası Tozlara ait SEM Görüntüleme Sonuçları ..... 132
3.5.6 Fonksiyonelleştirilmiş Grafene ait HR-TEM Analizi Sonuçları ..... 137
3.5.7 Sinterlenmiş Numunelere ait XRD Sonuçları ..... 137
3.5.8 Sinterlenmiş Numunelere ait Yoğunluk Ölçüm Sonuçları ..... 139
3.5.9 Sinterleme Sonrası Numunelerde Oluşan Hacimsel Değişimler ..... 139
3.5.10. Sinterlenmiş Numunelere ait OM Görüntüleri ..... 141
3.5.11. Sinterlenmiş Numunelere ait SEM Görüntüleme Sonuçları ..... 141
3.5.12. Sinterlenmiş Numunelere ait Sertlik Testi Sonuçları ..... 142
3.5.13. Sinterlenmiş Numunelere ait Aşınma Testi Sonuçları ..... 144
3.5.14. Sinterlenmiş Numunelere ait Basma Testi Sonuçları ..... 147
3.6 Genel Bulgular ..... 148
3.6.1 Ortalama Partikül Boyutu Sonuçlarının Değerlendirilmesi ..... 148
3.6.2 Yoğunluk Sonuçlarının Değerlendirilmesi ..... 148
3.6.3 Hacimsel Değişim Sonuçlarının Değerlendirilmesi ..... 150
3.6.4 Sertlik Sonuçlarının Değerlendirilmesi ..... 152
3.6.5 Aşınma Sonuçlarının Değerlendirilmesi ..... 152
3.6.6 Basma Sonuçlarının Değerlendirilmesi ..... 153
3.6.7 Korozyon Davranışlarının Değerlendirilmesi ..... 154
**4 SONUÇ** **157**
4.1 Farklı Proses Kontrol Ajanları ve Üretim Yöntemiyle Üretilen $Al_2O_3$ Takviyeli Titanyum Matrisli Kompozitlerin Değerlendirilmesi ..... 157
4.2 $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ Takviyeli Titanyum Matrisli Hibrit Kompozitlerin Değerlendirilmesi ..... 159
4.3 Farklı Partikül Boyutlarına Sahip $Al_2O_3$ ile Takviye Edilmiş Titanyum Matrisli Kompozitlerin Değerlendirilmesi ..... 162
4.4 Mikron Altı $Al_2O_3$ ve Fonksiyonelleştirilmiş Grafen Takviyeli Hibrit Kompozitlerin Değerlendirilmesi ..... 163
4.5 Gelecek Çalışmalar ..... 166
**KAYNAKÇA** **167**
**TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR** **182**

# SİMGE LİSTESİ

| | |
|---|---|
| Å | Angström |
| dk. | Dakika |
| rpm | Dakikadaki Devir Sayısı |
| GPa | Gigapaskal |
| g | Gram |
| kV | Kilovolt |
| MPa | Megapaskal |
| µm | Mikrometre |
| mA | Miliamper |
| $mm^3$ | Milimetreküp |
| nm | Nanometre |
| N | Newton |
| HRC | Rockwell Sertliği |
| °C | Santigrat Derece |
| $cm^3$ | Santimetreküp |
| HV | Vickers Sertliği |
| W | Watt |
| % | Yüzde |

# KISALTMA LİSTESİ

| | |
|---|---|
| ABD | Amerika Birleşik Devletleri |
| Ağ. | Ağırlıkça |
| Ar | Argon |
| COF | Sürtünme Katsayısı |
| EBS | Etilen Bis-stearamid |
| FFT | Hızlı Fourier dönüşümü |
| FWHM | Düzeltilmiş tam genişlik yarı maksimumu |
| HA | Hidroksiapatit |
| Hac. | Hacimce |
| HMK | Hacim Merkezli Kübik Yapı |
| HR-TEM | Yüksek Çözünürlüklü Geçirimli Elektron Mikroskobu |
| IFFT | Ters Fourier dönüşümü |
| KNT | Karbon Nanotüp |
| MA | Mekanik Alaşımlama |
| MMK | Metal Matrisli Kompozit |
| Mol. | Mol oranı |
| OCP | Açık Devre Potansiyeli |
| OM | Optik Mikroskop |
| PKA | Proses Kontrol Ajanı |
| PMK | Polimer Matrisli Kompozit |
| PVA | Polivinil Alkol |
| SA | Stearik Asit |
| SEM | Taramalı Elektron Mikroskobu |
| SMK | Seramik Matrisli Kompozitler |
| SPS | Spark Plazma Sinterleme |
| T/M | Toz Metalurjisi |
| TMHK | Titanyum Matrisli Hibrit Kompozitler |
| TMK | Titanyum Matrisli Kompozitler |
| XRD | X-ışını Kırınım Yöntemi |
| XRF | X-ışını Floresans Spektrometresi |
| YMK | Yüzey Merkezli Kübik Yapı |

# ŞEKİL LİSTESİ

**Şekil 1.1** Takviye malzemesinin şekillerine göre kompozit malzemelerin sınıflandırılması. ..... **3**

**Şekil 1.2** Grafen, birkaç katmanlı grafen ve grafit yapıları [36]. ..... **5**

**Şekil 1.3** Hekzagonal kristal kafes yapısına sahip $Al_2O_3$'ün birim hücre görünümü [44]. ..... **6**

**Şekil 1.4** $CeO_2$'ye ait birim hücre yapısı [48]. ..... **7**

**Şekil 1.5** Ti'ye ait kristal yapılar (a) α-882 °C'ye kadar ve (b) β, 882 °C'den yüksek sıcaklıklarda [51]. ..... **9**

**Şekil 1.6** T/M akım şeması [64, 65]. ..... **13**

**Şekil 1.7** MA'da başlangıç tozlarının deformasyon özellikleri [67]. ..... **14**

**Şekil 1.8** MA sırasında toz karışımına ait bilya-toz-bilya çarpışmasının görünümü [67]. ..... **15**

**Şekil 1.9** MA için proses değişkenleri [67]. ..... **15**

**Şekil 1.10** Toz sıkıştırma kademelerinin görünümü [64]. ..... **19**

**Şekil 1.11** Sinterlemenin kavramsal kademelerinin gösterimi [64]. ..... **22**

**Şekil 1.12** Temas açısı ile katı-sıvı ara yüzeyindeki ıslatmanın değişimi [73]. ..... **22**

**Şekil 1.13** Sıvı faz sinterlemesi süresince yapıda meydana gelen değişimler [73]. ..... **23**

**Şekil 1.14** İlgili anahtar ifadeler ile "Web of Science" veri tabanından elde edilen 2014-2024 yılları arasında yayınlanan makale sayıları (Tarama tarihi 12.03.2024). ..... **24**

**Şekil 2.1** SA ve PVA ile hazırlanan kompozitlere ait üretim şeması. ..... **39**

**Şekil 2.2** Teknosem TR4 toz karıştırıcı cihaz görünümü. ..... **39**

**Şekil 2.3** Üretimde kullanılan Mattek marka kapalı ortam kutusu. ..... **40**

**Şekil 2.4** Varsan marka speks tipi yüksek enerjili bilyalı değirmenin görünümü ve (b) MA sonrası elde edilen tozların görünümü. ..... **40**

**Şekil 2.5** Çalışmada kullanılan (a) MSE marka manuel pres ve (b) presleme sonrası numunelerin görünümü. ..... **41**

**Şekil 2.6** Protherm PTF15-50-250 marka atmosfer kontrollü tüp fırın. ..... **41**

**Şekil 2.7** Etil alkol ile hazırlanan kompozitlere ait üretim şeması. ..... **42**

**Şekil 2.8** Çalışmada kullanılan (a) Binder VD53 model vakumlu etüv ve (b)Bandelin marka UW3200 model homojenizatör. ..... **42**

**Şekil 2.9** Ultrasonik yardımlı etil alkol ile hazırlanan kompozitlere ait üretim şeması. ..... **43**

**Şekil 2.10** $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ takviyeli Ti matrisli hibrit kompozitlere ait üretim şeması. ..... **45**

**Şekil 2.11** Farklı partikül boyutlarına sahip $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Ti matrisli kompozit numunelerine ait üretim şeması. ..... **46**

**Şekil 2.12** Ticari grafenin fonksiyonelleştirilmesine ait akım şeması. ..... **47**

**Şekil 2.13** Fonksiyonelleştirilmiş grafen ve mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Ti matrisli hibrit kompozitlere ait üretim şeması. ..... **49**

**Şekil 2.14** Rigaku Supermini 200 model XRF spektroskopisi cihazı. ..... **49**

**Şekil 2.15** Partikül boyut ölçümü yapılan cihazlar (a) Malvern Mastersizer Hydro 2000MU ve (b) Malvern Nano ZS. ..... **50**

**Şekil 2.16** XRD analizlerinde kullanılan cihazlar (a) Malvern PANalytical X'Pert PRO ve (b) Bruker D8 Discover. ..... **50**

**Şekil 2.17** Raman analizlerinde kullanılan Renishaw InVia marka cihaz. ..... **51**

**Şekil 2.18** Carl Zeiss/Gemini 300 marka SEM cihazı. ..... **52**

**Şekil 2.19** FEI Talos F200S-200 kV marka HR-TEM cihazı. ..... **52**

**Şekil 2.20** Fonksiyonelleştirilmiş grafene ait düzlemler arası mesafe hesabının şematik gösterimi (a) HR-TEM görüntüleri, (b) analizin gerçekleştirileceği bölgenin seçimi, (c) analizin gerçekleştirileceği bölgeden elde edilen FFT görüntüsü, (d) FFT görüntüsünden elde edilen IFFT görüntüsü ve (e) IFFT görüntüsünde çizilen çizgi boyunca mesafe-çevrim sayısı grafiği. ..... **53**

**Şekil 2.21** Arşimet yoğunluk ölçüm kiti ve Ohaus marka hassas terazi. ..... **54**

**Şekil 2.22** Metalografik işlemlerde kullanılan cihazlar (a) Metkon Ecopress100 marka bakalite alma cihazı ve (b) ATM Saphir 520 marka zımparalama ve parlatma cihazı. ..... **55**

**Şekil 2.23** Nikon-Eclipse LV 150N marka OM. ..... **55**

**Şekil 2.24** Qness Q10M marka Vickers sertlik cihazı. ..... **56**

**Şekil 2.25** Aşınma testlerinin gerçekleştirildiği Bruker UMT2 marka aşınma cihazı (a), aşınma testi sonrası oluşan izlerin incelendiği Leica M125 marka stereomikroskop. ..... **56**

**Şekil 2.26** Basma testleri için kullanılan mekanik test cihazları (a) ShimadzuTm Ag-X Plus (250 kN) ve (b) Bulut makine WAW-300D. ..... **57**

**Şekil 2.27** CHI Instruments-CHI608E model potansiyostat ve üç elektrotlu hücre görünümü. ..... **58**

**Şekil 3.1** Ti tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) 100x, (b) 500x, (c)2000x ve (d) 5000x. ..... **60**

**Şekil 3.2** $Al_2O_3$ tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) 100x, (b) 500x, (c)2000x ve (d) 5000x. ..... **60**

**Şekil 3.3** $CeO_2$ tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a,b) 50000x ve (c ve d) 70000x. ..... **61**

**Şekil 3.4** Mikron altı $Al_2O_3$ tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) 2000x, (b) 5000x, (c) 50000x ve (d) 70000x. ..... **61**

**Şekil 3.5** Saf grafene ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) 1000x, (b) 2000x, (c) 5000x ve (d) 17000x. ..... **62**

**Şekil 3.6** Başlangıç tozlarının ortalama partikül boyutu analiz sonuçları. ..... **62**

**Şekil 3.7** MA sonrası elde edilen toz verimi sonuçları (a), 5S1 tozunun MA sonrası öğütme kabı görünümü (b) ve (c) 5UE tozunun MA sonrası öğütme kabı görünümü. ..... **65**

**Şekil 3.8** Başlangıç tozları ile MA sonrası elde edilen tozlara ait ortalama partikül boyutu sonuçları. ..... **67**

**Şekil 3.9** Ti ve MA sonrası tozların XRD analizi sonuçları (a) ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyeli ve (b) ağ. %10 $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozit tozları. ..... **68**

**Şekil 3.10** Ti ve MA sonrası elde edilen tozların ortalama kristalit boyutu ve ortalama kafes gerilimi sonuçları (a) ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyeli ve (b) ağ. %10 $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozit tozlarına ait sonuçlar. ..... **70**

**Şekil 3.11** MA sonrası elde edilen tozların çeşitli büyütmelerdeki görüntüleri ve elemental haritalama sonuçları (a, e, i) 5S3, (b, f, j) 5E, (c, g, k) 5UE ve (d, h, l) 5P3. ..... **71**

**Şekil 3.12** Ti tozuna ait TEM görüntüleri, (a-c) çeşitli büyütmelerde TEM görüntüleri ve (d) TEM haritalama sonuçları. ..... **72**

**Şekil 3.13** 5UE tozuna ait TEM görüntüleri, (a-d) çeşitli büyütmelerde TEM görüntüleri. ..... **72**

**Şekil 3.14** 5UE tozuna ait HR-TEM görüntüleri (a,c) ve 5UE tozuna ait haritalama sonuçları, (b) Ti, (d) O ve (e) Al. ..... **73**

**Şekil 3.15** Sinterlenmiş numunelere ait XRD analiz sonuçları (a) ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyeli numuneler ve (b) ağ. %10 $Al_2O_3$ takviyeli numuneler. ..... **74**

**Şekil 3.16** Ti-Al faz diyagramı [118]. ..... **75**

**Şekil 3.17** Arayüzdeki elementlerin difüzyonunun şematik gösterimi [122]. ..... **76**

**Şekil 3.18** Üretilen numunelere ait sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yüzde yoğunluk sonuçları. ..... **78**

**Şekil 3.19** Üretilen numunelere ait hacimsel değişim sonuçları ve sinterleme sonrası numunelerin görünümü. ..... **79**

**Şekil 3.20** Üretilen numunelere ait OM görüntüleri (a) 5S1, (b) 10S1, (c) 5S3, (d) 10S3, (e) 5E, (f) 10E, (g) 5UE, (h)10UE, (i) 5P1, (j) 10P1, (k) 5P3, (l) 10P3 and (m) Ti. ..... **80**

**Şekil 3.21** 5S3, 5E, 5UE ve 5P3 numunelerinin SEM görüntüleri ve EDS sonuçları (a) 5S3 (b) 5E, (c) 5UE ve (d)5P3. ..... **81**

**Şekil 3.22** 5UE numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge ve elemental haritalama sonuçları (b) Ti, (c) Al, (d) O ve (e) tüm elementlerin üst üste gösterimi. ..... **81**

**Şekil 3.23** Üretilen numunelere ait sertlik değerleri. ..... **84**

**Şekil 3.24** Ti ve optimum numunelere ait (a) COF ve (b) özgül aşınma oranı sonuçları. ..... **84**

**Şekil 3.25** Ti ve optimum numunelere ait (a) basma dayanımı sonuçları, (b)5UE numunesinin test öncesi ve (c) test sonrası görünümü. ..... **85**

**Şekil 3.26** Başlangıç tozları ile MA sonrası elde edilen tozlara ait ortalama partikül boyutu sonuçları. ..... **86**

**Şekil 3.27** Ti ve MA sonrası kompozit tozlarının XRD analizi sonuçları. ..... **86**

**Şekil 3.28** Ti ve MA sonrası elde edilen tozların ortalama kristalit boyutu ve ortalama kafes gerilimi sonuçları. ..... **87**

**Şekil 3.29** MA sonrası tozlara ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a, e, i) C1, (b, f, j) C2, (c, g, k) C3 ve (d, h, l) 5UE. ..... **88**

**Şekil 3.30** MA sonrası C1 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Al, (c) O, (d) Ti, (e) Ce ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi. ..... **89**

**Şekil 3.31** MA sonrası C2 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Al, (c) O, (d) Ti, (e) Ce ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi. ..... **89**

**Şekil 3.32** MA sonrası C2 numunesinde $Al_2O_3$ partiküllerin bulunduğu bölgeye ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Al, (c) O, (d) Ti, (e) Ce ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi. ..... **90**

**Şekil 3.33** MA sonrası C3 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Al, (c) O, (d) Ti, (e) Ce ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi. ..... **90**

**Şekil 3.34** C1, C2, C3 ve 5UE kodlu numunelere ait SEM görüntüleri ve EDS alınan nokta ve bölgelerin gösterimi. ..... **91**

**Şekil 3.35** C1 tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki HR-TEM görüntüleri. ..... **92**

**Şekil 3.36** C1 tozuna ait haritalama sonuçları (a) Al, (b) O, (c) Ce, (d) Ti, (e) tüm elementlerin üst üste gösterimi ve (f) haritalama yapılan bölgenin HR-TEM görüntüsü. ..... **93**

**Şekil 3.37** Sinterlenmiş numunelere ait XRD analiz sonuçları (a) tüm numunelerin XRD sonucu kıyaslamaları ve (c) C1, C2 ve C3 numunelerinin XRD sonucu kıyaslamaları. ..... **94**

**Şekil 3.38** $CeO_2$ ilavesi ile birlikte (a) arayüzeyde meydana gelen difüzyon ve (b) yapıda meydana gelen $CeAl_{11}O_{18}$ görünümü [89]. ..... **95**

**Şekil 3.39** Üretilen numunelere ait sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yüzde yoğunluk sonuçları. ..... **97**

**Şekil 3.40** Üretilen numunelere ait sinterleme sonrası oluşan hacimsel değişim sonuçları. ..... **98**

**Şekil 3.41** Üretilen numunelere ait OM görüntüleri (a) Ti, (b) 5UE, (c) C1, (d) C2 ve (e) C3. ..... **98**

**Şekil 3.42** C1 numunesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) 500x, (b) 1000x, (c) 2000x, (d) 5000x ve (d)'deki işaretli noktaların EDS sonuçları. ..... **99**

**Şekil 3.43** C1 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Ti, (c) Al, (d) O, (e) Ce ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi. . **100**

**Şekil 3.44** Saf Ti ve üretilen kompozitlere ait sertlik sonuçları. ..... **101**

**Şekil 3.45** Saf Ti ve üretilen kompozitlere ait ait (a) sürtünme katsayısı ve (b) özgül aşınma oranı sonuçları. ..... **103**

**Şekil 3.46** Saf Ti ve üretilen kompozitlere ait basma dayanımı sonuçları. ..... **103**

**Şekil 3.47** Başlangıç tozlarına ve MA sonrası mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş kompozit tozlarına ait ortalama partikül boyutu sonuçları. ..... **105**

**Şekil 3.48** Saf Ti, mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozit tozlarına ait XRD sonuçları. ..... **106**

**Şekil 3.49** Saf Ti ve MA sonrası mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş tozlara ait ortalama kristalit boyutu ve ortalama kafes gerilim değerleri. ..... **108**

**Şekil 3.50** MA sonrası tozlara ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) M3, (b) N3, (c) N5 ve (d) 5UE. ..... **108**

**Şekil 3.51** MA sonrası M3 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Ti, (c) Al, (d) O ve (e) tüm elementlerin üst üste gösterimi. ..... **109**

**Şekil 3.52** MA sonrası N3 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Ti, (c) Al, (d) O ve (e) tüm elementlerin üst üste gösterimi. ..... **110**

**Şekil 3.53** MA sonrası N5 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Ti, (c) Al, (d) O ve (e) tüm elementlerin üst üste gösterimi. ..... **110**

**Şekil 3.54** M3, N3, N5 ve 5UE kodlu numunelere ait SEM görüntüleri ve EDS alınan nokta ve bölgelerin gösterimi. ..... **111**

**Şekil 3.55** N3 kodlu numuneye ait çeşitli büyütmelerdeki HR-TEM görüntüleri. ..... **112**

**Şekil 3.56** N3 tozuna ait haritalama sonuçları (a) Al, (b) O, (c)Ti, (d) tüm elementlerin üst üste gösterimi ve (e) haritalama yapılan bölgenin HR-TEM görüntüsü. ..... **113**

**Şekil 3.57** Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlerin sinterlenme sonrasına ait XRD analiz sonuçları. ..... **114**

**Şekil 3.58** Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlerin sinterleme öncesi ve sonrası yoğunluk ölçüm sonuçları. ..... **116**

**Şekil 3.59** Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlerde sinterleme sonrası oluşan hacimsel değişim sonuçları. ..... **117**

**Şekil 3.60** Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlere ait OM görüntüleri (a) N1, (b) M1, (c) N3, (d) M3, (e)N5, (f) 5UE ve (g) saf Ti. ..... **118**

**Şekil 3.61** Sinterleme sonrası farklı büyütmelerde SEM görüntüleri (a-c) 5UE, (b-d) N3 ve (c) ile (d)'deki işaretli noktaların EDS sonuçları. ..... **119**

**Şekil 3.62** N3 numunesine ait haritalama sonuçları (a)haritalama yapılan bölge ve elemental haritalama sonuçları (b) Ti, (c) Al, (d) O ve (e) tüm elementlerin üst üste gösterimi. ..... **120**

**Şekil 3.63** Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numunelere ait sertlik sonuçları. ..... **122**

**Şekil 3.64** Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlere ait (a) COF ve (b) özgül aşınma oranı değerleri. ..... **125**

**Şekil 3.65** Saf Ti ile mikron ve mikron altı-$Al_2O_3$ takviyeli kompozitlere ait basma dayanımı değerleri. ..... **125**

**Şekil 3.66** Çalışmada kullanılan grafenlere ait raman analizi sonuçları (a) saf grafen, (c) fonksiyonelleştirilmiş grafen ve (e) raman sonuçlarının kıyaslanması ile grafene ait XRD analizi sonuçları (b) saf grafen, (d) fonksiyonelleştirilmiş grafen ve (f) XRD sonuçlarının kıyaslanması. ..... **127**

**Şekil 3.67** Fonksiyonelleştirilmiş grafene ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) 500x, (b) 2000x, (c) 5000x ve (d) 15000x. ..... **128**

**Şekil 3.68** Başlangıç tozları ile mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen ile hazırlanan kompozit tozlarına ait MA sonrası ortalama partikül boyutu sonuçları. ..... **130**

**Şekil 3.69** MA sonrası mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli kompozit tozlarına ait XRD sonuçları. ..... **130**

**Şekil 3.70** Saf Ti ile mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli kompozit tozlarına ait MA sonrası ortalama kristalit boyutu ve ortalama kafes gerilimi sonuçları. ..... **132**

**Şekil 3.71** MA sonrası tozlara ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) N3, (b) FG1, (c) FG3 ve (d) FG5. ..... **133**

**Şekil 3.72** MA sonrası FG1 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) C, (c) Al, (d) O, (e) Ti ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi. ..... **133**

**Şekil 3.73** MA sonrası FG3 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) C, (c) Al, (d) O, (e) Ti ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi. ..... **134**

**Şekil 3.74** MA sonrası FG3 numunesinde fonksiyonelleştirilmiş grafenin bulunduğu bölgeye ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) C, (c) Al, (d) O, (e) Ti ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi. ..... **134**

**Şekil 3.75** MA sonrası FG5 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) C, (c) Al, (d) O, (e) Ti ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi. ..... **135**

**Şekil 3.76** FG1, FG3, FG5 ve N3 kodlu numunelere ait SEM görüntüleri ve EDS alınan noktaların gösterimi (a) FG1, (b) FG3, (c) FG5 ve (d) N3. ... **136**

**Şekil 3.77** Fonksiyonelleştirilmiş grafene ait çeşitli büyütmelerdeki HR-TEM görüntüleri. ..... **137**

**Şekil 3.78** Saf Ti ile mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli numunelere ait sinterleme sonrası XRD sonuçları. ..... **138**

**Şekil 3.79** Saf Ti, mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli numunelere ait sinterleme öncesi ve sonrası yoğunluk sonuçları. .... **140**

**Şekil 3.80** Saf Ti, mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli numunelerde sinterleme sonrası oluşan hacimsel değişim sonuçları. ..... **140**

**Şekil 3.81** Üretilen numunelere ait OM görüntüleri (a) Ti, (b) N3, (c) FG1, (d) FG3 ve (e) FG5. ..... **141**

**Şekil 3.82** Fonksiyonelleştirilmiş grafen ve mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş hibrit kompozitlere ait SEM görüntüleri, EDS ve haritalama sonuçları (a) FG1, (b) FG3 ve (c) FG5. ..... **142**

**Şekil 3.83** Saf Ti ile mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen ile takviye edilmiş kompozitlere ait sertlik testi sonuçları. ..... **144**

**Şekil 3.84** Saf Ti ile mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen ile takviye edilmiş kompozitlere ait farklı bilya ile yapılmış aşınma test sonuçları, çelik bilya ile yapılmış aşınma testi sonrası elde edilen (a) COF ve (b) özgül aşınma oranı, WC bilya kullanılarak yapılmış aşınma testi sonrası elde edilen (c) COF ve (d) özgül aşınma oranları ile aşınma testi sonrası (e) Ti, (f) N3 ve (g) FG1 numunelerine ait aşınma izleri görünümü. ..... **146**

**Şekil 3.85** 3 N yük uygulanarak WC bilya ile yapılmış aşınma testi sonucu elde edilen izlerin SEM görüntüleri (a) Saf Ti ve (b) FG1. ..... **149**

**Şekil 3.86** Mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen ile takviye edilmiş numunelere ait basma dayanımı sonuçları. ..... **150**

**Şekil 3.87** Çalışmada kullanılan başlangıç tozları ve MA sonrası elde edilen ortalama partikül boyutu sonuçları. ..... **150**

**Şekil 3.88** Saf Ti ve tez çalışması kapsamında üretilen optimum numunelere ait sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yüzde yoğunluk sonuçları. . **151**

**Şekil 3.89** Saf Ti ve tez çalışması kapsamında üretilen optimum numunelere ait hacimsel değişim sonuçları. ..... **151**

**Şekil 3.90** Saf Ti ve tez çalışması kapsamında üretilen optimum numunelere ait sertlik ölçüm sonuçları. ..... **152**

**Şekil 3.91** Saf Ti, N3 ve mikron altı $Al_2O_3$ ile fonksiyonelleştirilmiş grafen katkılı hibrit kompozitlere WC bilya ile yapılan aşınma testi sonucu elde edilen (a)COF ve (b)özgül aşınma oranı değerleri. ..... **153**

**Şekil 3.92** Saf Ti ve tez çalışması kapsamında üretilen optimum numunelere ait basma dayanımı sonuçları. ..... **153**

**Şekil 3.93** Saf Ti ve optimum numunelere ait OCP sonuçları. ..... **154**

**Şekil 3.94** Saf Ti ve optimum numunelere ait tafel testi sonuçları. ..... **155**

# TABLO LİSTESİ

**Tablo 1.1** $Al_2O_3$'ün genel özellikleri [42, 43]. ..... **6**

**Tablo 1.2** Ti ve Ti alaşımlarının bazı önemli özellikleri ile diğer yapısal metalik malzemeler ile karşılaştırılması [50]. ..... **8**

**Tablo 1.3** Ti matrisli kompozitlerin üretimi için kullanılan yöntemlerin SWOT analizi [59-61]. ..... **11**

**Tablo 1.4** Sinterleme kademeleri ve bu kademelerde meydana gelen durumlar [73]. ..... **21**

**Tablo 2.1** $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozit tozlarının bileşimi ve bileşimlere ait numune kodları. ..... **38**

**Tablo 2.2** $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ takviyeli Ti matrisli hibrit kompozit tozlarının bileşimi ve bileşimlere ait numune kodları. ..... **44**

**Tablo 2.3** Farklı tane boyutlarına sahip $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Ti matrisli kompozit tozlarının bileşimi ve bileşimlere ait numune kodları. ..... **45**

**Tablo 2.4** Fonksiyonelleştirilmiş grafen ve mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Ti matrisli hibrit kompozit tozlarının bileşimi ve bileşimlere ait numune kodları. ..... **48**

**Tablo 3.1** Başlangıç tozlarına ait XRF analizi sonuçları. ..... **59**

**Tablo 3.2** C1, C2, C3 ve 5UE numunelerinden alınan EDS analizlerinin sonuçları. ..... **92**

**Tablo 3.3** M3, N3, N5 ve 5UE numunelerinden alınan EDS analizlerinin sonuçları. ..... **111**

**Tablo 3.4** FG1, FG3, FG5 ve N3 numunelerinden alınan EDS analizlerinin sonuçları. ..... **136**

**Tablo 3.5** Tafel testi sonucu numunelere ait korozyon akımı, korozyon potansiyeli, korozyon hızı ve hesaplamalarda kullanılan yüzey alanı değerleri. **. 156**

# ÖZET

## Grafen ve Seramik Partikül Takviyeli Titanyum Matrisli Hibrit Kompozitin Üretimi ve Karakterizasyonu

Cantekin KAYKILARLI

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Programı

Doktora Tezi

Danışman: Prof. Dr. Hasibe Aygül YEPREM

Eş-Danışman: Prof. Dr. Deniz Uzunsoy

Bu çalışmada $Al_2O_3$, $CeO_2$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen gibi farklı takviye elemanları kullanılarak Titanyum (Ti) matrisli kompozitlerin ve Ti matrisli hibrit kompozitlerin toz metalürjisi yöntemi ile üretimi gerçekleştirilmiştir Üretimi gerçekleştirilen numunelerin mikroyapısal, mekanik, tribolojik özellikleri ile korozyon davranışları incelenmiştir. Çalışma dört faklı bölümden oluşmaktadır. İlk bölümde, farklı üretim yöntemleri ve proses kontrol ajanları kullanılarak ağırlıkça (ağ.) %5 ve 10 $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitler üretilmiş ve elde edilen sonuçlarla birlikte en iyi üretim yöntemi bulunmuştur. Çalışmanın ikinci kısmında ise ağ. %5 $Al_2O_3$ ve ağ. %1, 2 ve 3 oranında $CeO_2$ ile takviye edilmiş Ti matrisli hibrit kompozitler üretilmiş ve karakterize edilmiştir. Çalışmanın bir diğer aşamasında ise ağ. %1, 3 ve 5 oranında farklı partikül boyutlarında $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Ti matrisli kompozitlerin üretim ve karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın ilk üç kısmında üretilen kompozitler içerisinde en iyi özelliklere sahip numune ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numune olarak tespit edilmiş ve fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli Ti matrisli hibrit kompozit

üretimi için başlangıç numunesi olarak seçilmiştir. Çalışmanın son kısmında ise ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ ve ağ. %0,1, 0,3 ve 0,5 fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli Ti matrisli hibrit kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir.

Çalışmamız kapsamında en iyi üretim yöntemi olarak, kullanılacak tozların ultrasonik karıştırma yardımıyla etil alkol içerisinde dağıtılması sonrası mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulduğu yöntem olarak tespit edilmiştir. Üretilen numuneler içerisinde en yüksek yoğunluk, hacimsel değişim ve en yüksek sertlik değerleri sırasıyla %102,62,-%42,84 ve 1086,4 HV1 değeri ile ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ ve ağ. %0,5 fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli numunede elde edilmiştir. En düşük özgül aşınma oranı 5 x $10^{-5}$ $mm^3$/Nm olarak ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ ve ağ. %0,1 fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli numunede bulunurken, kompozitler içerisinde en yüksek basma dayanımı ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyeli, proses kontrol ajanı olarak ağ. %3 stearik asit kullanılan numunede 465,41 MPa olarak tespit edilmiştir. Korozyon testleri sonucunda ise katkısız Ti numunesi 1,248 x $10^{-2}$ mil/yıl (mpy) ile en düşük korozyon hızına sahip numune olarak bulunmuştur.

**Anahtar Kelimeler:** Metal matrisli kompozitler, titanyum matrisli kompozitler, $Al_2O_3$, grafen, toz metalurjisi.

# ABSTRACT

## Production and Characterization of Graphene and Ceramic Particle Reinforced Titanium Matrix Composite by Powder Metallurgy Method

Cantekin KAYKILARLI

Department of Metallurgical and Materials Engineering

Doctor of Philosophy Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Hasibe Aygül YEPREM

Co-supervisor: Prof. Dr. Deniz UZUNSOY

In this study, titanium (Ti) matrix composites and Ti matrix hybrid composites were prepared by powder metallurgy using different reinforcement elements such as $Al_2O_3$, $CeO_2$ and functionalized graphene. The microstructural, mechanical, tribological and corrosion properties of the prepared specimens were investigated. The study consists of four different sections. In the first section, 5 and 10 wt.% $Al_2O_3$-reinforced Ti matrix composites were prepared using different production methods and process control agents, and the optimum production method was found with the results obtained. In the second section of the study, 5 wt.% $Al_2O_3$ and 1, 2 and 3 wt.% $CeO_2$-reinforced Ti matrix hybrid composites were produced and characterized. In another part of the study, titanium matrix composites reinforced with $Al_2O_3$ (1, 3, and 5 wt.%) with different particle sizes were prepared and characterized. The specimen with the optimum properties among the composites produced in the first three sections of the study was determined to be the 3 wt.% sub-micron-$Al_2O_3$-reinforced composite and was selected as the starting specimen for the production of the functionalized graphene-reinforced Ti matrix hybrid composite.

In our study, the optimum production method was found to be the method of dispersing the powders to be employed in ethyl alcohol utilizing ultrasonic mixing and then subjecting them to a mechanical alloying process. Among the samples produced, the highest density, volume change and hardness values were 102.62%, -42.84% and 1086.4 HV1, respectively, in the specimen reinforced with 3 wt.% sub-micron-$Al_2O_3$ and 0.5 wt.% functionalized graphene. The lowest specific wear rate of 5 x $10^{-5}$ $mm^3$/Nm was found in 3 wt.% sub-micron-$Al_2O_3$ and 0.1 wt.% functionalized graphene, while the highest compressive strength of the composites was 465.41 MPa in the sample with 5 wt.% $Al_2O_3$ reinforcement and 3 wt.% stearic acid as process control agent. As a result of the corrosion tests, the un-reinforced Ti sample was found to have the lowest corrosion rate of 1.248 x $10^{-2}$ mil per year.

**Keywords:** Metal matrix composites, titanium matrix composites, $Al_2O_3$, graphene, powder metallurgy.

# 1
# GİRİŞ

## 1.1 Tezin Amacı

Tez çalışmasının amacı, $Al_2O_3$, $CeO_2$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen gibi farklı takviye elemanları ile takviye edilmiş Ti matrisli kompozitlerin ve Ti matrisli hibrit kompozitlerin toz metalürjisi (T/M) yöntemi ile üretimini gerçekleştirmektir. Üretilen kompozitler ile birlikte malzemenin mekanik, tribolojik özellikleri ile korozyon direncinin iyileştirilmesi amaçlanmaktadır. Tez çalışması toplam dört bölümden oluşmaktadır. Çalışmanın ilk kısmında, farklı proses kontrol ajanları (PKA) ve üretim yöntemleri kullanılarak ağ. %5 ve 10 $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitler T/M yöntemiyle üretilmiştir. Elde edilen veriler ışığında en iyi üretim yöntemi belirlenmiş ve çalışmanın diğer kısımlarında bu yöntem kullanılmıştır. Çalışmamın ikinci kısmında ise $Al_2O_3$ (ağ. %5) ve $CeO_2$ (ağ. %1, 2 ve 3) takviyeli Ti matrisli hibrit kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Tez çalışmasının sonraki aşamasında ise ağ. %1, 3 ve 5 oranında farklı partikül boyutlarında $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Ti matrisli kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Buraya kadar yapılan çalışmalar sonucunda optimum özellikler ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numunede elde edilmiş olup, çalışmanın son kısmında bu numune başlangıç noktası olarak seçilmiş ve ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ takviyesi ile ağ. %0,1, 0,3 ve 0,5 fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli Ti matrisli hibrit kompozitler üretilmiş ve karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir.

Tez çalışması kapsamında ticari grafen, daha iyi bir matris-ara yüzey etkileşimi sağlamak amacıyla fonksiyonelleştirme işlemine tabi tutulmuştur. Fonksiyonelleştirme işlemi sonucunda grafenin yapısında meydana gelen değişimler analiz edilmiştir.

Tez çalışması kapsamında üretilen numunelerin; yapısal, fiziksel, mekanik ve tribolojik özellikleri detaylı bir şekilde incelenmiştir. Farklı PKA'ların Ti matrisli kompozitlerin özellikleri üzerine etkileri, üretim yöntemlerinin nihai yapıda meydana getirdiği değişimler, $Al_2O_3$, $CeO_2$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafenin

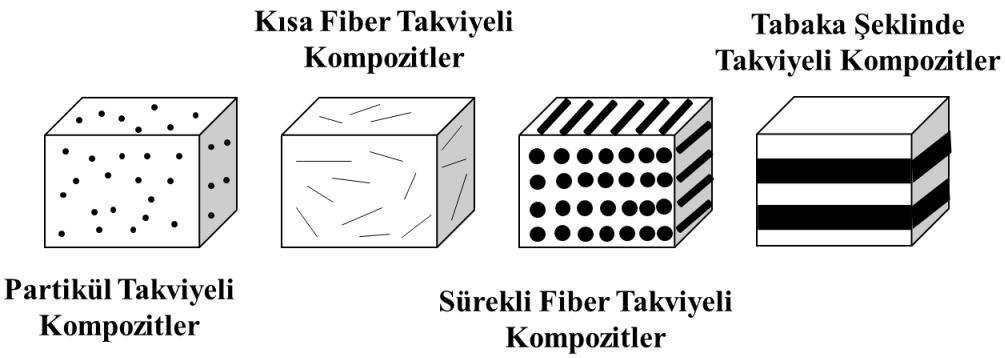
kompozitlerin özellikleri üzerinde meydana getirdiği değişiklikler detaylı bir şekilde incelenmiştir.

## 1.2 Kompozit Malzemeler

Bilim ve teknolojide ortaya çıkan gelişmeler endüstrinin isteklerini karşılayan gelişmiş malzemelerin gelişimini sağlamıştır. Bu malzemelerden biri de birçok uygulamada geleneksel malzemelerin yerini alan kompozit malzemelerdir [1]. Kompozit malzemeler, iki veya daha fazla malzemenin, tek bir malzeme ile elde edilmesi güç olan sertlik, tokluk, mukavemet ve süneklik gibi benzersiz özelliklerin iyi bir bileşimini sağlamak amacıyla oluşturulan üstün malzemelerdir [2-5]. Kompoziti oluşturan bileşenler birbiri içinde çözünmez ya da birbirleriyle tamamen birleşmez. Buna rağmen kompoziti oluşturan bileşenler bir uyum içinde hareket ederler. Kompozitlerde matris malzeme (sürekli faz) üzerine uygulanan yükü takviye malzemeye (süreksiz faz) aktarırken aynı zamanda takviye malzemeyi dış etkilere karşı korumaktadır. Takviye malzemesi ise sahip olduğu özellikler ile kompozitlerde iyileştirilmesi istenen çekme, basma, eğilme, yorulma ve darbe dayanımı, aşınma ve korozyon direnci, yüksek sıcaklıkta dayanım, elektriksel ve termal iletkenlik gibi özellikleri geliştirmektedir. Takviye malzemeleri şekillerine göre; partikül, kısa fiber, kesintisiz fiber ve tabaka olmak üzere dörde, yapılarına göre organik ve inorganik olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Üretilen kompozitlerin özellikleri, matris malzemesi, takviye malzemesi ve üretim yöntemine göre değişmektedir. Partikül takviyeli kompozitler, nispeten düşük maliyetli olmaları, uniform dağılım gösterebilmeleri, kolay ulaşılabilmeleri ve otomatik işlenebilmeleri sebebiyle tercih edilmektedir [2, 6-8].

### 1.2.1 Takviye Malzemesine Göre Kompozit Malzemeler

Takviye türü, miktarı ve boyutu kompozit üretimi sırasında dikkat edilmesi gereken önemli faktörlerdendir. Mukavemet, sertlik ve mükemmel bağlanma kabiliyeti takviyelerden beklenen temel gereksinimlerdir. Ayrıca, kullanılan takviyenin yapısında, bağlanma kabiliyetini düşüreceği için safsızlık istenmemektedir. Takviye elemanı olarak doğal lifler, uçucu kül ve kırmızı çamur gibi organik takviyelerin yanı sıra karbürler, nitrürler, borürler ve karbon bileşikleri gibi inorganik takviyelerde kullanılmaktadır [6]. Takviye malzemelerinin şekillerine göre gruplandırılması Şekil 1.1'de verilmiştir.




**Şekil 1.1** Takviye malzemesinin şekillerine göre kompozit malzemelerin sınıflandırılması.

### 1.2.2 Matris Malzemesine Göre Kompozit Malzemeler

Kompozit malzemeler, matris çeşidine göre metal matrisli kompozitler (MMK), seramik matrisli kompozitler (SMK) ve polimer matrisli kompozitler (PMK) olmak üzere üçe ayrılır [9].

Seramik malzemeler, yüksek sertlik, mukavemet ve yüksek sıcaklıklarda stabilite gibi çekici özelliklere sahiptir. Kırılgan yapıları, mekanik olarak güvenilmez oluşları ve düşük elektriksel iletkenlikleri seramiklerin kullanımını sınırlandırmaktadır. Bu özellikleri iyileştirmek amacıyla SMK geliştirilmiştir [10]. SMK, seramik matris içerisine takviye elemanının ilave edildiği kompozitleri ifade ederken, uzay araçlarının ısı kalkanı üretiminde, fren disklerinde, alev tutucu bileşenlerinde, yanma odası, türbin kanatları gibi gaz türbinlerinin çeşitli bileşenlerinde kullanılmaktadır [1, 11]. SiC, $Al_2O_3$, $Si_3N_4$, $B_4C$, TiC, $ZrO_2$ ve TiN SMK'da matris malzemesi olarak kullanılmaktadır [12]. Takviye malzemesi olarak karbon fiber, SiC fiber, cam fiber, bor fiber, grafen, karbon nanotüp (KNT), $CeO_2$, Ti ve Ni gibi malzemeler kullanılmaktadır [13-18].

PMK, ana bileşeni olarak sürekli veya süreksiz bir polimer matrisi olan çok fazlı malzemelerdir [19]. Kompozit malzemeler arasında PMK, hafifliği, aşındırıcı olmaması, sorunsuz ve düşük maliyetli işlenebilirliği ile dikkat çekmektedir. Fakat düşük mekanik ve termal özellikleri kullanım alanlarını sınırlandırmaktadır [20]. Matris malzemesi olarak kullanılan polimerler termoplastik ve termoset olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Yaygın olarak kullanılan termoset malzemeler geri dönüştürülemezken, termoplastik malzemeler ise geri dönüştürülerek tekrar kullanılabilmektedir. Isıtma ve soğutma işlemleri sırasında termoplastik

malzemelerin sadece fiziksel özellikleri değişmektedir. Kimyasal özelliklerinde bir değişim söz konusu değildir [8]. Metal oksitler, kauçuk, nano-silika, kil, KNT, grafen, karbon fiber, cam fiber, SiC fiber ve $Al_2O_3$ fiber PMK'da kullanılan takviye elemanlarından bazılarıdır [21-23].

### 1.2.3 Metal Matrisli Kompozitler

Son yıllarda MMK birçok mühendislik sektöründe sahip olduğu üstün özelliklerden dolayı geleneksel metal malzemeler yerine tercih edilmektedir [24, 25]. MMK, yüksek dayanım-ağırlık oranına sahip malzemeler olarak sınıflandırılır. Monolitik malzemelere göre sahip oldukları yüksek özgül dayanım ve modül, gelişmiş yüksek sıcaklık özellikleri, düşük termal genleşme katsayıları ile gelişmiş elektriksel özellikleri ve aşınma dayanımı gibi özellikleri sayesinde başta otomotiv, havacılık, demiryolu ve deniz taşımacılığı, savunma, nükleer, uzay, termal yönetim, elektronik, paketleme, spor, eğlence, inşaat ve altyapı sektörlerinde yaygın olarak tercih edilmektedir. MMK'da matris malzemesi olarak genellikle, Al, Mg, Ti, Cu, Ni, ve Zn kullanılırken, takviye elemanı olarak genellikle $B_4C$, SiC, $Al_2O_3$, grafen, KNT, TiC, TiN, $Si_3N_4$, AlN, $Y_2O_3$, MgO, $TiB_2$, $ZrO_2$ vb. kullanılmaktadır [1, 2, 26, 27].

MMK ile ilgili olarak yapılan ilk çalışmalar sürekli fiber takviyeli MMK'nın üretimi olup, yüksek maliyet ve yoğun emek gerektiren prosesleri nedeniyle son derece özel uygulamalar dışında yaygınlaşamamıştır. Partikül takviyeli MMK'ya nazaran daha iyi mukavemet ve termal stabiliteye sahip olmasına rağmen kısa fiber takviyeli MMK yüksek maliyeti sebebiyle geri planda kalmaktadır. Partikül takviyeli MMK ise kolay şekil verme ve düşük üretim maliyeti gibi nedenlerden dolayı ön plana çıkmaktadır [28]. Ayrıca, partikül takviyeli MMK geleneksel alaşımlarla karşılaştırıldığında, daha yüksek spesifik modül, üstün mukavemet, yüksek sıcaklıklarda kararlı davranış, ve daha düşük aşınma oranı gibi birçok üstün özelliğe sahiptir [1].

Metal matrisli hibrit kompozitler ise, metal matrisin farklı özelliklere sahip birden fazla takviye elemanı ile güçlendirilmesiyle elde edilmektedir. Çoklu takviyelerin kullanılması ile birlikte, MMK'nın temel özellikleri iyileştirilebilir ve/veya korunabilirken, maliyetlerin ve ağırlığın azaltılması gibi ek avantajlar sağlanabilmektedir. Hibrit kompozitlerin performansı, avantaj ve dezavantajları

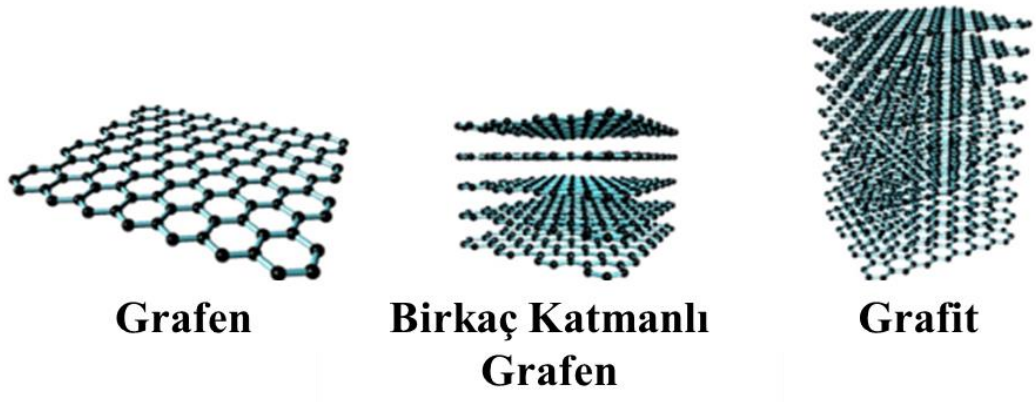
arasında daha iyi bir dengenin olduğu her bir bileşenin kolektif etkisine bağlıdır. SiC, $B_4C$, WC, grafit, KNT, $SiO_2$ kullanılan takviye elemanlarından bazılarıdır. Metal matrisli hibrit kompozitler, çeşitli T/M ve döküm teknikleri kullanılarak üretilmekte ve üretim yöntemine göre ortaya çıkan özelliklerde farklılıklar göstermektedir. Bu sebeple belirli bir uygulama için en uygun üretim yöntemini seçmek çok büyük önem taşımaktadır [29-31].

### 1.2.3.1 Metal Matrisli Kompozitlerde Kullanılan Takviye Türleri

Çalışma kapsamında kullanılan takviye elemanları grafen, $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ olup, sahip oldukları özellikler bu bölümde paylaşılmıştır.

- **Grafen**

Grafen, hekzagonal bal peteği kafes yapısında, kovalent olarak bağlanmış $sp^2$ hibritleşmesine sahip, tek katmanlı C atomlarından oluşan bir yapıdır. Grafenin C-C bağ uzunluğu yaklaşık 0,142 nm iken katman kalınlığı yaklaşık olarak 0,33 nm'dir. Grafen, yüksek çekme mukavemeti (130 GPa), olağanüstü elastik modül (1 TPa), yüksek termal iletkenlik (500 $W/m \cdot K$), harika elektron mobilizasyonu (yaklaşık $2x10^5$ $cm^2/V\ s$) ve elektriksel iletkenliği (100 $S\ cm^{-1}$), benzer malzemeler arasındaki en büyük yüzey alanı (2360 $m^2g^{-1}$) ve yüksek optik geçirgenlik (~99,7%) gibi mükemmel fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklere sahiptir [21, 27, 32-34]. Bu özelliklerinin yanı sıra KNT vb. benzer malzemelere nazaran daha uygun maliyetli bir malzemedir [35]. Grafen, birkaç katmanlı grafen ve grafite ait yapılar Şekil 1.2'de gösterilmiştir.



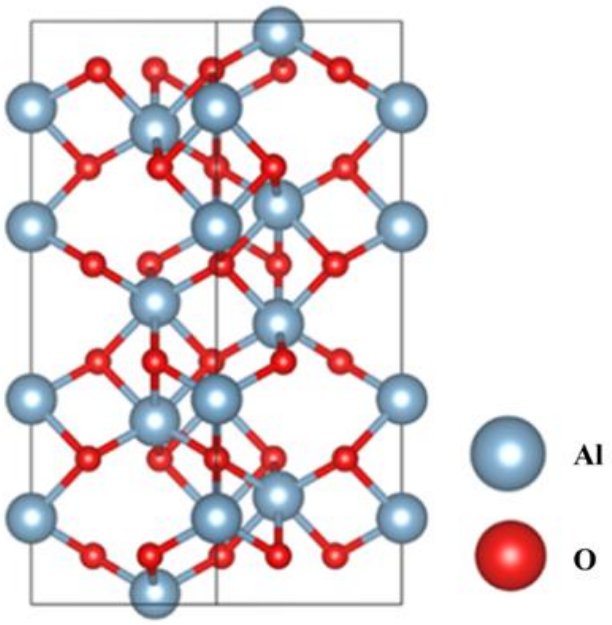

**Şekil 1.2** Grafen, birkaç katmanlı grafen ve grafit yapıları [36].

- **$Al_2O_3$**

$Al_2O_3$, mükemmel mekanik özellikleri, kimyasal stabilitesi, muazzam termal ve elektriksel özellikleri, yüksek aşınma ve korozyon direnci ile düşük yoğunluğu sebebiyle elektronik, kimya, kimya mühendisliği ve havacılık gibi endüstrilerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bunun yanı sıra, $Al_2O_3$'ün termal genleşme katsayısı, Ti ile göreceli olarak yakındır. Bu da Ti matrisli kompozitlerde takviye elemanı olarak kullanılmasının bir diğer nedeni olarak karşımıza çıkmaktadır [21, 37-41]. $Al_2O_3$'ün genel özelliklerinden bir kısmı Tablo 1.1'de ve kristal yapısı Şekil 1.3'te gösterilmektedir.

**Tablo 1.1** $Al_2O_3$'ün genel özellikleri [42, 43].

| **Özellik (Birimi)** | **Değer** |
|---|---|
| Ergime Noktası (°C) | 2096 |
| Yoğunluk ($g/cm^3$) | 3,97 |
| Çekme Dayanımı (MPa) | 665 |
| Young Modülü (GPa) | 413 |
| Özgül Isısı ($J\ kg^{-1}\ K^{-1}$) | 955 |
| Termal İletkenliği (W/m K) | 38,5 |

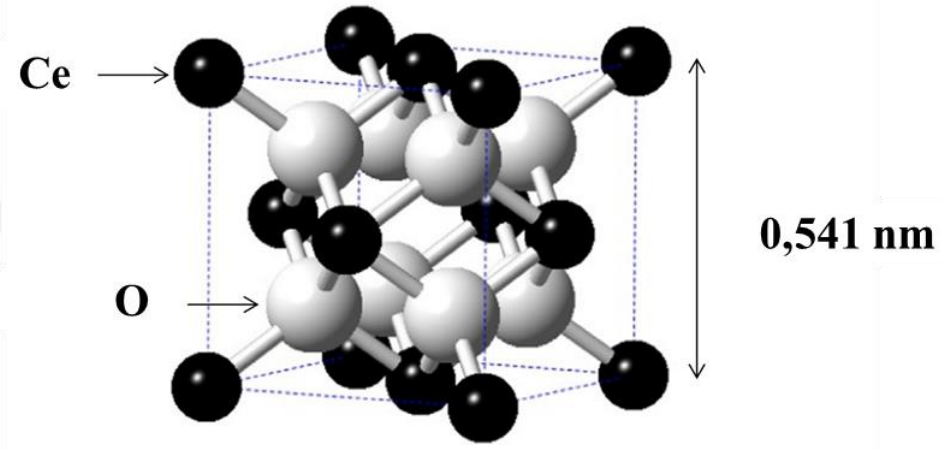



**Şekil 1.3** Hekzagonal kristal kafes yapısına sahip $Al_2O_3$'ün birim hücre görünümü [44].

$Al_2O_3$'ün zengin bir hammadde kaynağına sahip olması ve maliyetinin nispeten daha düşük olması onu oksit seramikler içerisinde en yaygın kullanılan seramik konumuna getirmektedir [45]. Bu gibi üstün özelliklerine rağmen, $Al_2O_3$'ün düşük kırılma tokluğu, kritik yapısal uygulamalarda kullanımını sınırlandırmaktadır [46].

- **$CeO_2$**

Ce, atmosferik oksijenin varlığında çok reaktif davranış göstermektedir. Bunun sonucunda bileşimi değişen ve genel olarak serya olarak bilinen stabil oksitler oluşturmaktadır. Bulk seryum oksitlerin $CeO_2$ ve $Ce_2O_3$ olmak üzere en az iki kararlı sitokiyometriye sahip türü bulunmaktadır. $CeO_2$-$Ce_2O_3$ faz geçişi, sistemdeki oksijen basıncına ve sıcaklığa bağlıdır. Saf $CeO_2$, oda sıcaklığından ergime sıcaklığına kadar özel bir Fm3m grubuna sahip florit tipi bir kristal yapıya sahiptir [47]. $CeO_2$'ye ait birim hücre yapısı Şekil 1.4'te verilmiştir.




**Şekil 1.4** $CeO_2$'ye ait birim hücre yapısı [48].

Kübik bir malzeme olan $CeO_2$, nispeten basit bir kristal yapıya sahip olmasına rağmen; kararlı, düşük indeksli kristalografik yüzlerinin her biri, farklı sayıda koordinasyon boşluğuna sahip katyonlar (Ce) ve anyonlar (O) oluşturmaktadır. Üç yollu katalizörlerde oksijen depolama işlevinde kullanılmasının da işaret ettiği gibi $CeO_2$ kolayca indirgenebilmektedir [48]. $CeO_2$, benzersiz doğası, nispeten yüksek mekanik mukavemet, güçlü adsorpsiyon, yüksek iletkenlik ve yüksek oksijen depolama kapasitesi gibi özelliklerinden dolayı kataliz, yakıt hücreleri, fotokatalitik $CO_2$ azaltımı, oksijen depolama, güneş pilleri, sensörler gibi çeşitli uygulamalar için kullanılan, nadir toprak elementlerinin en bol bulunan üyesidir [49].

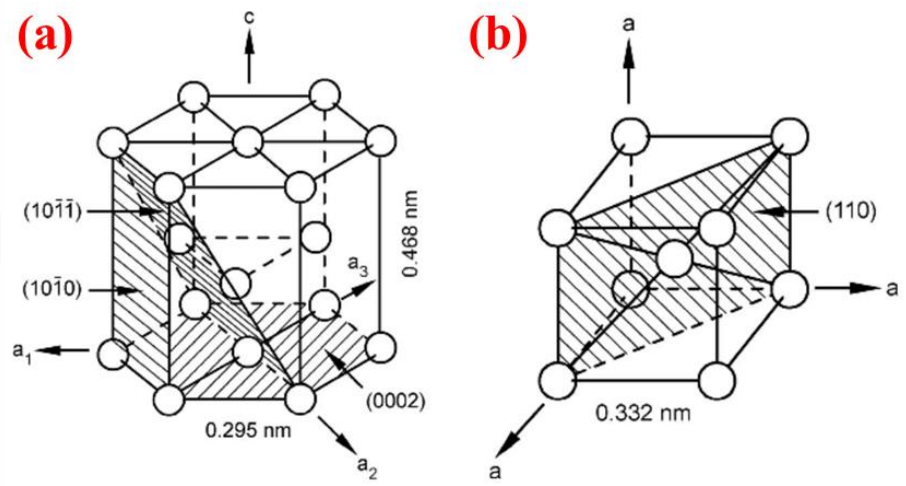
### 1.2.3.2 Titanyum Matrisli Kompozitler

Ti, sahip olduğu üstün mekanik, fiziksel ve kimyasal özelliklerinden dolayı, kompozit malzemelerde matris malzemesi olarak büyük öneme sahiptir. Bununla birlikte, yüksek fiyatı, düşük aşınma direnci ve sertliği ile yüksek sıcaklıktaki sürünme özellikleri, Ti alaşımlarını büyük ölçekli kullanımını sınırlandırmaktadır [26]. Ti'nin fiyatının yüksek olmasının ana sebebi oksijene olan yüksek afinitesidir. Bu sebeple üretimi sırasında vakum veya inert atmosfer kullanılması gerekmektedir. Bunun yanı sıra üretimi sırasında gereken enerji ve ham madde maliyetinin yüksek olması da Ti'nin fiyatını arttıran diğer etmenlerdir. Öte yandan, Ti'nin oksijene afinitesinin yüksek olması, hava ile temas ettiğinde anında stabil ve yapışkan bir oksit tabakasının oluşmasına neden olmaktadır. Oluşan bu oksit tabakası, çeşitli agresif ortamlarda özellikle sulu asit ortamlarında yüksek korozyon direnci göstermesine neden olmaktadır [50]. Ti ve Ti alaşımlarının bazı önemli özellikleri ile diğer yapısal metalik malzemeler ile karşılaştırılması Tablo 1.2'de verilmiştir.

**Tablo 1.2** Ti ve Ti alaşımlarının bazı önemli özellikleri ile diğer yapısal metalik malzemeler ile karşılaştırılması [50].

| Özellik | Ti | Fe | Ni | Al |
|---|---|---|---|---|
| Ergime Sıcaklığı (°C) | 1670 | 1538 | 1455 | 660 |
| Allotropik Dönüşüm Sıcaklığı (°C) | β→α 882 | γ→α 912 | - | - |
| Kristal Yapısı | Hacim merkezli kübik (HMK) ve hekzagonal sıkı paket | Yüzey merkezli kübik (YMK) ve HMK | YMK | YMK |
| Oda Sıcaklığında Young modülü (GPa) | 115 | 215 | 200 | 72 |
| Akma Dayanımı (MPa) | 1000 | 1000 | 1000 | 500 |
| Yoğunluk (g/cm$^3$) | 4,5 | 7,9 | 8,9 | 2,7 |
| Karşılaştırmalı Korozyon Dayanımı | Çok Yüksek | Düşük | Ortalama | Yüksek |
| Karşılaştırmalı Oksijen Afinitesi | Çok Yüksek | Düşük | Düşük | Yüksek |
| Karşılaştırmalı Fiyatı | Çok Yüksek | Düşük | Yüksek | Ortalama |

Ti'nin hafif yapısal uygulamalarda ana rakibi olan Al'ye göre, daha yüksek ergime sıcaklığına sahip olması, 150 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda kullanım yönünden avantaj sağlamaktadır. Fakat Ti'nin oksijen ile olan yüksek reaktivitesi Ti alaşımlarının kullanım sıcaklığını 600 °C ile sınırlamaktadır. Bu sıcaklığın üzerinde yüzeyde oksijen difüzyonu hızlanmakta ve yüzeyde bulunan oksit tabakası aşırı büyümektedir. Bu da Ti alaşımının oksijen açısından zengin tabakasının kırılganlaşmasına neden olur [50]. Ti'ye ait kristal yapılar Şekil 1.5'te verilmiştir.




**Şekil 1.5** Ti'ye ait kristal yapılar (a) α-882 °C'ye kadar ve (b) β, 882 °C'den yüksek sıcaklıklarda [51].

Ti alaşımları, düşük yoğunlukları ve ortam sıcaklığında mükemmel dayanımları nedeniyle havacılık, denizcilik, kimya ve biyomedikal uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Buna rağmen, daha önce bahsedildiği gibi, düşük aşınma direnci ve yüksek sıcaklıklarda mekanik dayanımda meydana gelen düşüş dolayısıyla birçok endüstriyel sektörde kullanımları kısıtlanmaktadır. Ti matrisli kompozitler ise iyi mekanik özellikler ile yüksek sıcaklık dayanımının bir kombinasyonunu sunmaktadır. Ti matrisli kompozitler, yüksek özgül modül, yüksel özgül dayanım, yüksek sıcaklık ve aşınma dayanımının yanı sıra potansiyel olarak ağırlık azaltılması imkânı sağlayarak otomotiv, havacılık ve gelişmiş askeri uygulamalarda kullanılmaktadır. Ti matrisli kompozitlerde kullanılan takviyeler, fiber, partikül veya kısa fiber şeklinde olabilmektedir. Partikül takviyeli ve fiber takviyeli Ti matrisli kompozitler kıyaslandığında, partikül takviyeli kompozitlerin, homojenlik, birden fazla üretim yöntemi ve erişilebilir işleme teknolojileri gibi üstünlükleri bulunmaktadır [52-54]. TiB, TiC, $Al_2O_3$, SiC, $B_4C$, TiN, grafen, KNT, $La_2O_3$ ve $TiB_2$ Ti matrisli kompozitler için kullanılan takviyelerden bazılarıdır.

Daha önce yapılan çalışmalar içerisinde seramik takviyeli Ti matrisli kompozitler gelişmiş dayanım, sertlik ve rijitliği ile öne çıkmaktadır [21, 41, 55, 56].

Net şekilli Ti parçalar üretmenin bariz bir ekonomik avantajı bulunmaktadır. Fakat Ti işlenmesi zor bir malzeme olmakla birlikte, geleneksel yeniden ergitme yöntemleri ile geri dönüştürülememektedir. Birçok metalden farklı olarak Ti, geleneksel şekil döküm yöntemleri için uygun değildir. Çünkü ergimiş Ti, döküm işlemi öncesi ergitme işlemi için pota görevi görebilecek metalik veya metalik olmayan çoğu malzeme ile tepkimeye girmektedir. Bu sebeple Ti için farklı ergitme teknikleri geliştirilmiş olup, bu işlemler pahalı ekipman ve sıkı kontrol gerektirmektedir. Bu işlemler boyunca pota ve kalıpta yüksek saflıkta argon (Ar) atmosferine ihtiyaç duyulmaktadır. Ti'nin döküm yoluyla üretilmesinin getirdiği zorluklar T/M yöntemi ile üretimini çekici hale getirmektedir [57]. T/M yöntemi ile homojenleştirme işlemine gerek duyulmadan uniform bir mikroyapıya sahip Ti alaşımı üretilebilmektedir. Ayrıca bu yöntem ile birlikte gelişmiş kimyasal homojenliğe sahip ve ince taneli mikroyapılı Ti alaşımları üretilebilmektedir [58]. Ti matrisli kompozitlerin üretimi için kullanılan yöntemlerin SWOT (Strengths-Weaknesses-Opportunities-Threats) analizi Tablo 1.3'te verilmiştir.

Ti'nin güçlü kimyasal reaktivitesi nedeniyle, standart ingot metalurji yöntemleriyle ex-situ (matris içerisinde oluşmayan) katkı partikül takviyeli Ti matrisli kompozitlerin üretimi için uygun değildir. Bu sebeple Ti matrisli kompozitlerin üretimi için sıklıkla T/M yöntemine başvurulmaktadır. Üretilen kompozitlerin özelliklerini, takviye seçimi, takviyenin boyutu, şekli ve matris ile arayüzey bağı etkilemektedir. Takviye elemanlarının matrisle etkileşimine bağlı olarak in-situ (matris içerisinde oluşan) veya ex-situ olarak eklenebilmektedir [62]. Ex-situ yöntem kullanılarak üretilen Ti matrisli kompozitlerde genellikle TiB, TiC, SiC ve ZrC gibi termodinamik olarak stabil olan seramik takviyeler kullanılmaktadır. In-situ yöntemde ise, Ti'nin oldukça reaktif olduğu C, N ve B gibi elementler kullanılarak yerinde stabil iğne benzeri takviyeler veya katı hal reaksiyonu ile dağılan partiküller oluşturulmaktadır. In-situ tekniği, Ti matrisli kompozitlerin mekanik özelliklerini ve yüksek sıcaklıklarda dayanımlarını artırmada çok etkili bir yöntemdir. $TiB_2$, $B_4C$, $Si_3N_4$ bu yöntemde kullanılan başlıca malzemelerdir [58]. Kullanılan takviyelerin partikül boyutunun ve morfolojisin sinterleme işlemi sonrası bile değişmemesi ve harici mekanik etkiler dışında yeni bir bileşik

oluşturmaması beklenmektedir [58]. Ti parçası, pres ve sinterleme, pres-sinterleme-sıcak işleme, ekstrüzyon veya gevşek tozların doğrudan silindirle sıkıştırılması, sıcak izostatik presleme, metal enjeksiyon kalıplama-sinterleme gibi yöntemler kullanılarak tozdan üretilebilmektedir. Bunların içerisinde pres ve sinterleme yöntemi en basit ve ekonomik açıdan en uygun yöntem olarak dikkat çekmektedir [57]. Ti matrisli kompozitlerin mekanik özelliklerini ve performansını önemli ölçüde etkileyen yapıdaki gözenekliliğin azaltılması amacıyla birçok çalışma yapılmıştır. Kullanılan sinterleme yöntemi kompozitin özelliklerini etkilemektedir. Basınçsız sinterleme, mikrodalga sinterleme, sıcak presleme, sıcak izostatik presleme ve spark plazma sinterleme (SPS) Ti matrisli kompozitlerin üretiminde kullanılan sinterleme yöntemlerinden bazılarıdır [58].

**Tablo 1.3** Ti matrisli kompozitlerin üretimi için kullanılan yöntemlerin SWOT analizi [59-61].

| Yöntem | Güçlü Yönler | Zayıf Yönler | Fırsatlar | Tehditler |
|---|---|---|---|---|
| T/M | Düşük maliyet<br>Kontrol edilebilir yöntem<br>Karmaşık şekilli parçaların üretimi<br>Net şekilde üretim | Boyutsal sınırlamalar<br>Ürün şeklinin başlangıçla sınırlı kalması<br>Karmaşık üretim yöntemi | Güçlü kompozit performansı<br>Seri üretime yatkınlık | Arzu edilen özelliklere ulaşılamaması |
| Eklemeli İmalat | Kısa üretim süresi<br>Tasarım esnekliği<br>Enerji ve maliyetlerde tasarruf<br>Net şekilde üretim | Pahalı ilk yatırım maliyeti<br>Süreç stabilitesinin sağlanmaması<br>Kalite standartlarının oluşmaması | İyi mekanik özellikler<br>Düşük hacimli üretim için uygun maliyet | İlk yatırım maliyetinin düşmemesi<br>İstenilen geometri ve özellikte üretim yapılamaması |
| Fiziksel Buhar Biriktirme | Homojen bir yapı<br>Kontrol edilebilir bir yöntem | Maliyetinin yüksek olması | Koruyucu film sayesinde hasarın azaltılması | Arzu edilen kaplama özelliklerine ulaşılamaması |
| Karıştırmalı Döküm Yöntemi | Homojen dağılım<br>Düşük maliyet | Takviyenin sıvı metal tarafından ıslatılamaması<br>Ti'nin pota ile tepkimeye girmesi ve döküm için gereken özel koşullar | Büyük hacimli üretime uygunluk | Homojen yapı elde edilememesi<br>Arzu edilen özelliklere ulaşılamaması |
| Sürtünme Karıştırma Kaynağı | Lokal olarak parçanın özelliklerini değiştirebilme imkânı<br>Düşük maliyet ve enerji tüketimi | İlk yatırımın pahalı olması<br>Takviye malzemelerinin homojen dağılmaması | Geniş üretim aralığı<br>Çevre dostu bir yöntem | Homojen yapı elde edilememesi<br>Arzu edilen özelliklere ulaşılamaması |

## 1.3 Toz Metalurjisi

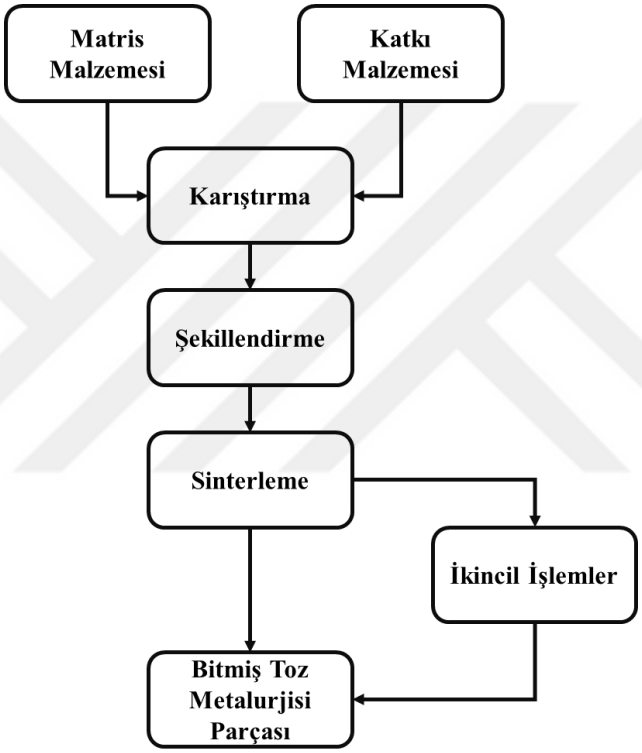
T/M, metal tozları üretme ve tek tek, karışık veya alaşımlı tozlardan yarı mamul ve mamul nesneleri, metal olmayan bileşenlerin eklenmesiyle veya eklenmeden yapma sanatı ve bilimi olarak tanımlanmıştır. T/M parçalarının üretimi kısaca şu adımlardan oluşmaktadır; element veya alaşım tozlarının katkı maddeleri ve yağlayıcılarla karıştırılması, elde edilen karışımın uygun bir kalıpta sıkıştırılarak peletlerin (green compact) oluşturulması ve son olarak peletlerin kontrollü atmosfer fırınlarında ısıtılması ile partiküllerin metalurjik olarak bağlanmasını içermektedir [63]. T/M işlemleri seramikler, toz metaller, parçacık takviyeli kompozitler, metal dövme ve plastik kalıplama gibi birçok tekniğin sentezinden oluşmaktadır. T/M yöntemi ile üretilmiş olan parçalar; zırh delici mermiler, yataklar, ortopedik protezler, otomobil transmisyon milleri, nükleer güç yakıt çubukları, uçak fren balataları ve jet motoru türbinleri gibi birçok farklı alanda kullanılabilmektedir. T/M yönteminin uygulama alanlarından biri de kompozit oluşturmak amacıyla birbiri içerisinde çözünmeyen tozların çeşitli oranlarda karıştırılarak, oluşacak fazların şekil, boyut ve miktarları bakımından mikroyapının kontrolünün sağlanmasıdır. Bunun sonucunda üretilen malzemenin istenilen özelliklere kavuşması hedeflenmektedir [64]. T/M kalite, maliyet, hassasiyet, üretkenlik ve yüksek düzeyde malzeme kullanımı yoluyla kritik hammaddeleri koruma yeteneği açısından bir çok yönteme karşı avantaj sağlamaktadır [63]. T/M'ye ait akım şeması Şekil 1.6'da verilmiştir.

T/M, döküm prosesinde olduğu gibi net şekilli parça üretimine imkan tanımakta olup, döküm yöntemi ile üretilemeyen yüksek sıcaklık seramikleri, bakırlı çelikler, bazı polimer malzemeleri, intermetalikler, refrakter metaller, karışık fazlı bileşimler ve sermetler gibi malzemelerin üretimine olanak sağlamaktadır [64]. T/M yöntemi yüksek üretkenliğe sahip olmakla birlikte, farklı malzemelerden karmaşık şekilli parçaların net şekle yakın olarak üretilmesini sağlamaktadır. Bu sayede üretim sırasında malzeme kullanımı en üst seviyeye çıkarken, ikincil işlem ihtiyacını büyük oranda ortadan kaldırmaktadır [64, 66].

### 1.3.1 Mekanik Alaşımlama

Mekanik Alaşımlama (MA), metal tozlarının yüksek enerjili bilyalı değirmenlerde işlenmesi için kullanılan genel bir terimdir. 1960'lı yılların sonunda oksit

dispersiyon sertleştirmesi yapılmış nikel-bazlı süper alaşımların havacılık endüstrisinde kullanılması için geliştirilmiş olsa bile günümüzde MA tekniği intermetalikler, katı çözeltiler, amorf alaşımlar, yarı-kristaller ve metalik camlar gibi denge ve denge dışı alaşımların üretiminde kullanılmaktadır. Hidrojen depolama malzemeleri ve nanoyapılı malzemeler ile ekzotik malzemeler bile bu basit, ucuz ve ölçeklendirilebilir teknikle sentezlenebilmektedir. MA işleminde, oda sıcaklığında, harmanlanmış elemental tozlar kullanılarak, yüksek enerjili değirmen içerisinde toz partiküllerinin soğuk kaynaklanma, kırılma ve tekrar kaynaklanma işlemlerinin tekrarlanması ile alaşım fazları oluşmaktadır [67].

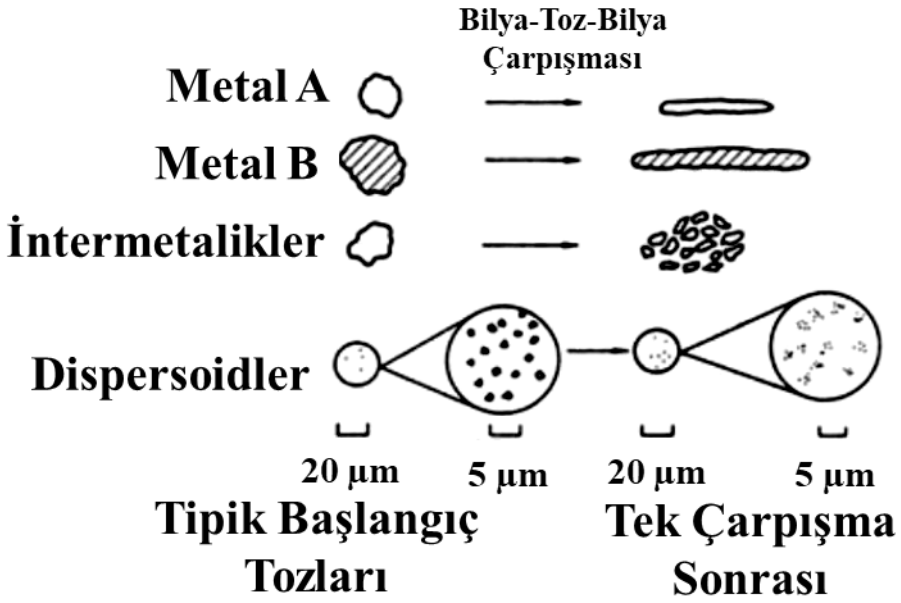



**Şekil 1.6** T/M akım şeması [64, 65].

### 1.3.1.1 Mekanik Alaşımlama Mekanizması

MA işlemi, harmanlanmış elemental veya ön alaşımlı toz partiküllerinin öğütme ortamı ile birlikte öğütme kabına konulmasını ve bunların öğütme işlemi sırasında ağır deformasyona uğramasını içermektedir. Bu işlem süresince toz partikülleri tekrarlanan düzleşme, soğuk kaynaklanma, kırılma ve tekrar kaynaklanmaya maruz kalmaktadır. Soğuk kaynaklanma ve kırılma prosesi ve bunların herhangi bir aşamadaki baskınlığı ve kinetiği, büyük oranda başlangıç tozlarının deformasyon karakteristiğine bağlıdır. Şekil 1.7'de tek bir çarpışma sonucu başlangıç tozlarının deformasyon özellikleri verilmiştir. Şekilden de görüldüğü üzere, sünek olan A ve

B metali deformasyon sonucu düzleşir ve MA sonucu deformasyon sertleşmesine uğrar, gevrek intermetalik ve dispersoidler ise kırılarak daha küçük parçalara ayrılmaktadır. İntermetaliklere göre dispersoidler daha şiddetli ufalanmaya maruz kalmaktadır [67].

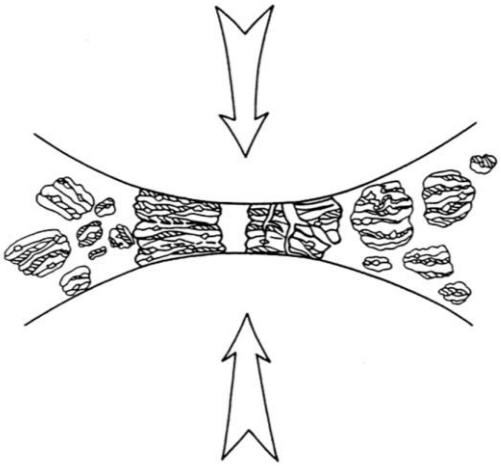



**Şekil 1.7** MA'da başlangıç tozlarının deformasyon özellikleri [67].

MA sırasında bilya-toz-bilya çarpışmasına ait temsili görünüm Şekil 1.8'de verilmiştir. İşlem boyunca toz morfolojisi iki farklı şekilde değişebilir. Başlangıç tozlarının yumuşak metal olduğu durumlarda, düzleştirilmiş katmanlar üst üste gelerek soğuk kaynaklanır. Bunun sonucunda, başlangıç tozlarının farklı kombinasyonlarından oluşan katmanlı toz partikülleri oluşur. Daha gevrek bileşenler ise, sünek bileşenler tarafından kapatılma ve kompozit içerisinde hapsolma eğilimi göstermektedir. Aynı zamanda deformasyon sertleşmesine uğrayan elemental veya kompozit partikülleri kırılabilir. Birbiri ile rekabet içerisinde olan soğuk kaynaklanma (plastik deformasyon ve aglomerasyon) ile kırılma (boyut küçülmesi) öğütme işlemi boyunca sürekli tekrarlanmaktadır. MA sonucunda, başlangıç tozları ile aynı bileşimde, homojen ve rafine edilmiş bir mikroyapı elde edilir [67].

MA sırasında, bazı toz partikülleri öğütme ortamına ve/veya öğütme kabına yapışabilmektedir. Meydana gelen yapışmanın çok ince bir katman olarak oluşması durumunda öğütme ortamının ve/veya kabının aşınmasını önleyerek öğütülmüş tozun kirlenmesini önleyecektir. Fakat, oluşan bu katmanın çok kalın bir hal alması

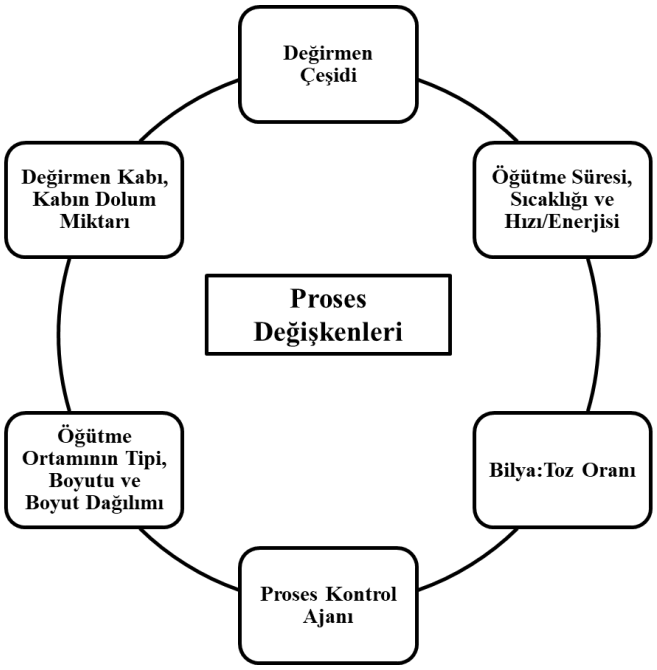
durumunda, tozun bileşimsel olarak homojenliğinin bozulması söz konusu olacaktır [67].



**Şekil 1.8** MA sırasında toz karışımına ait bilya-toz-bilya çarpışmasının görünümü [67].

### 1.3.1.2 Proses Değişkenleri

MA işlemi birden fazla değişkenin optimizasyonu sonucunda arzu edilen faz, mikroyapı veya özelliklerin elde edilmesini kapsayan karmaşık bir prosestir. Belirli bir toz bileşimi için, öğütülmüş tozun yapısı üzerinde önemli bir etkiye sahip olan proses değişkenleri Şekil 1.9'da verilmiştir [67].




**Şekil 1.9** MA için proses değişkenleri [67].

Sözü edilen proses değişkenleri birbirinden tamamen bağımsız değildir. Öğütme hızı önemli parametrelerden biridir, öğütme hızının artması ile toza yansıyan enerjide artmaktadır. Fakat değirmen tasarımına bağlı olarak uygulanabilecek öğütme hızı ile ilgili kısıtlamalar bulunmaktadır. Kritik hızın üzerinde, öğütme kabının içerisindeki bilyalar kabın iç duvarlarına sabitlenmekte, aşağıya düşerek darbe kuvveti uygulayamamaktadır. Bu sebeple, uygulanabilecek maksimum hız bu kritik değerin hemen altında olmalıdır. Bu sayede toplar maksimum yükseklikten aşağı düşerek maksimum çarpışmayı üretebilmektedir. Normalde öğütme süresi, alaşımlamayı kolaylaştırmak için toz partiküllerinin kırılması ve soğuk kaynaklanması arasında kararlı bir duruma ulaşmak için seçilmektedir. Optimum öğütme süresi değirmen tipine, değirmen kabının boyutuna, bilya:toz oranına ve öğütme sıcaklığı gibi etkenlere bağlıdır. Öğütme süresinin uzaması Ti ve Zr gibi reaktif metallerin kontaminasyonuna neden olabilmektedir. Yüksek hızlı bilyalı değirmenler kullanılarak ve yüksek bilya:toz oranı seçilerek öğütme süresi kısaltılabilmektedir. Öğütme atmosferinin en önemli görevi tozların kontaminasyonunu engellemek olup, MA işlemi genellikle vakum veya inert atmosferde gerçekleştirilmektedir. Toz partikülleri arasındaki alaşımlama işlemi tozların üzerlerine uygulanan darbe kuvvetleri ile gerçekleşmektedir. Bu sebeple bilyaların ve toz partiküllerinin öğütme kabı içerisinde serbestçe hareket edebileceği yeterli alanın kap içerisinde bulunması gerekmektedir. Bilya:toz oranı da MA işlemi için önemli parametrelerden biridir. 1:1 ile 1000:1 arasında farklı oranlar kullanılsa da speks tipi yüksek hızlı küçük kapasiteli MA işlemleri için genellikle 10:1 bilya:toz oranı kullanılmaktadır. Bilya:toz oranının artması MA işlemi için gereken süreyi azaltmaktadır. Ayrıca, artan bilya:toz oranı ile birlikte kristalit boyutlarının azaldığını gösteren çalışmalar mevcuttur [67].

- **Proses Kontrol Ajanları**

MA işlemi, toz partikülleri arasında soğuk kaynak ve kırılma arasında denge sağlandığında tam olarak gerçekleşmektedir. Toz partiküllerinin sünek olması durumunda, öğütme işlemi sırasında soğuk kaynaklanma-kırılma arasındaki denge bozulur, toz partikülleri ağır plastik deformasyona uğrayarak birbirlerine aşırı derecede soğuk kaynaklanabilir. PKA, aşırı soğuk kaynaklanma etkisini azaltmak için toz karışımına eklenen katı, sıvı veya gaz formunda, yüzey aktif ajanlardır. PKA'lar çoğunlukla organik bileşenli bir yapıdadır, MA sırasında toz

partiküllerinin yüzeyine adsorbe olur, katı malzemenin yüzey gerilimini düşürür ve partiküller arasındaki soğuk kaynaklanmayı minimize ederler [67].

PKA ilavesi ile birlikte öğütme işlemi sonrası tozda faz oluşumları, partikül morfolojileri, kristalit boyutu, kafes parametresi, partikül boyutu, tane incelme oranı, gözeneklilik seviyeleri, manyetik özellikler, MA işlemi, difüzyon kinetiği ve kafes difüzyon mekanizması gibi birçok özelliğini etkilemektedir [68, 69]. Yapılan çalışmalarda, PKA miktarı genellikle toplam toz miktarının ağ. %1 ile 5'i arasında toz karışımına eklenmektedir. Çalışmalarda kullanılan en önemli PKA'lar stearik asit (SA), hekzan, metil alkol ve etil alkoldür. Bunların yanı sıra çeşitli çalışmalarda benzen, grafit, heptan, etil asetat, parafin, oksalik asit, palmitik asit, borik asit, polietilen glikol, silikon gres, polivinil alkol (PVA), su, etilen bis-stearamid (EBS) ve tolüen PKA olarak kullanılmıştır. PKA olarak kullanılan bileşenlerinin çoğu düşük ergime ve kaynama noktasına sahiptir. Bu sebeple öğütme sırasında sıcaklığın artması ile birlikte erirler ya da buharlaşırlar [67, 70-72].

PKA'ların büyük bir kısmı, öğütme sırasında ayrışır ve toz ile etkileşime girerek bileşikler oluşturabilir. Oluşan bu bileşikler kalıntı veya dispersoidler olarak toz partiküllerinin içerisine dahil olurlar. Bu mekanizma dolayısıyla, C ve H içeren hidrokarbonlar ile C, O ve H içeren karbonhidratların, öğütme sırasında toz partikülleri içerisine C ve O katması ve bunun sonucunda yapıda homojen dağılım gösteren karbür ve oksit varlığının oluşması muhtemeldir. Karbür ve oksitler, dispersiyon sertleştirmesi ile birlikte malzemenin sertliğinin ve dayanımının artmasına neden olabilmektedir. Hidrojen ise ısıtma veya sinterleme sırasında yapıdan uzaklaşmakta yada metal kafes tarafından absorbe edilmektedir [67].

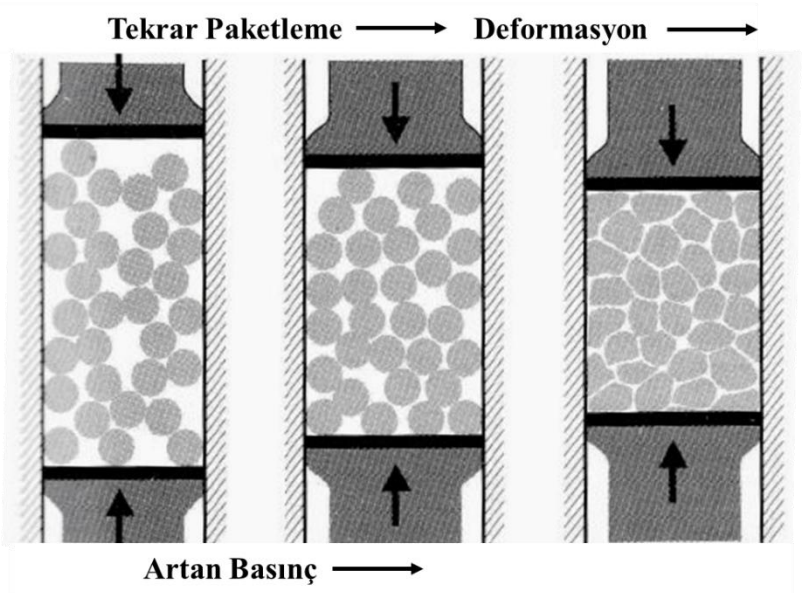
Öğütme işlemi için kullanılacak PKA'nın seçimi, öğütülen toza ve son üründe istenilen özelliklere göre değişmektedir. Öğütme işleminde kullanılan PKA'nın doğası ve miktarı, nihai partikül boyutunu ve toz verimini etkilemektedir. PKA seçiminin etkisini anlamanın bir yolu MA işlemi sonrası toz veriminin ölçülmesidir. Eğer toz verimi yüksek ise PKA'nın soğuk kaynaklanma-kırılma dengesini sağlamada başarılı olduğu söylenilebilmektedir. Eğer toz verimi düşük ise kullanılan PKA miktarı yetersiz veya uygun PKA tercihinin yapılmadığı sonucuna varılabilmektedir [67].

### 1.3.2 Şekillendirme

T/M yönteminde şekillendirilecek parçanın özelliklerine ve üretim miktarına göre birçok şekillendirme yöntemi bulunmaktadır. Ekstrüzyon, enjeksiyon kalıplama, kalıpta sıkıştırma, şerit döküm bu yöntemlerden bazılarıdır. Kalıpta sıkıştırma, tozun istenilen şekle getirilmesi amacıyla alt ve üst zımbalar vasıtasıyla basınç uygulanması işlemidir. T/M'de en yaygın kullanılan şekillendirme yöntemidir. Sıkıştırma işleminden sonra, toz istenilen şekli kazanmış, elle tutulabilecek kadar bir mukavemet kazanmıştır. Fakat esas mukavemet sinterleme işleminden sonra ortaya çıkmaktadır [64].

Tozların üzerine basınç uygulandığında, toz partikülleri önce birbirleri üzerinden kayarak, basıncın daha da yükselmesi ile birlikte toz partiküllerinde meydana gelen şekil değişimi ile yoğunlaşmaktadırlar. Başlangıçta düşük basınçlarda yoğunluk artışı hızlı olmakla birlikte tozun içerisindeki gözeneklerin kaybolmasıyla yoğunlaşmaya karşı direnç ortaya çıkmakta ve zamanla bu direnç artmaktadır. Malzemenin şekillendirilebilirliğini etkileyen birçok parametre bulunmaktadır. Küçük partikül boyutuna sahip tozlar, sert olmaları ve hızlıca deformasyon sertleşmesine maruz kaldıkları için zor preslenebilmektedir. Sıkıştırma işleminin uygulandığı tozların sertliği de önemli parametrelerden biridir. Yüksek sertlik ulaşılabilecek ham yoğunluğu düşürmektedir. Alaşımlama işlemi mukavemeti arttırırken sıkıştırılabilirliği düşürmektedir. Yağlayıcı kullanımı, düşük sıkıştırma basınçlarında tozlar arasındaki sürtünmeyi azaltarak yoğunlaşmayı arttırmakta, aynı zamanda presleme sonrası kalıptan çıkışı kolaylaştırmaktadır. Toz sıkıştırma kademeleri Şekil 1.10'da gösterilmiştir [64].

Sıkıştırma işleminde toz görünür yoğunlukta başlar, bu aşamada tozun herhangi bir mukavemeti bulunmamaktadır. Uygulanan basınç ile birlikte, toz partikülleri yerleşir, şekil değiştirir ve partiküller arasında bağ oluşur. Şekil değişimi ile birlikte toz partiküllerinin sertliğinde artış meydana gelir. Sıkıştırma işleminin devamı için çok daha fazla basınca ihtiyaç duyulur. Bu işlem sonucunda toz geri dönüşü olmayan bir noktaya kadar sertleştirilir. Genel olarak, çok sert ve çok yumuşak tozların sıkıştırılması için daha düşük basınçlar yeterli olmaktadır [64].




**Şekil 1.10** Toz sıkıştırma kademelerinin görünümü [64].

### 1.3.3 Sinterleme

Tozlar farklı gerilmeler altında sıvı gibi davranış göstererek, kalıpta şekillendirme, ekstrüzyon, enjeksiyon kalıplama, izostatik presleme, haddeleme ve serbest döküm gibi yöntemlerle şekillendirilebilirler. Şekillendirme yöntemi ne olursa olsun, sinterleme işlemi gerçekleştirilmeden üretilen parçaların istenilen dayanıma ulaşması mümkün değildir. Sinterleme, genel olarak atomik boyutta meydana gelen kütle taşınım olayları ile birbiri arasında bağ yapan partiküllerin, ağırlıklı olarak katı bir yapı oluşturduğu ısıl işleme verilen addır. Sinterleme işlemi sırasında gerçekleşen bağlanma yapının dayanımını arttırmakta ve malzemenin özelliklerinin iyileşmesini sağlamaktadır. Sinterleme işlemi için sinterlenecek malzemenin mutlak ergime sıcaklığının yarısından yüksek sıcaklıklar tercih edilmektedir [64, 73].

Isı, sinterlemenin ilerlemesini sağlayan atomik hareketi uyarmakta, çoğu sinterleme işlemi termal olarak aktive edilmektedir. Bu kütle akışı için giriş enerjisinin gerekliliğini göstermektedir. Örneğin, difüzyon ile gerçekleşen sinterleme için, boşluk oluşturma ve atomu boşluğa hareket ettirme enerjisine ihtiyaç duyulmaktadır. Boş atom bölgelerinin yoğunluğu ve bu bölgelere hareket etmek için ihtiyaç duyulan enerjiye sahip atomların sayısı, Arrhenius - sıcaklık ilişkisi ile tanımlanmaktadır. Arrhenius eşitliği (1.1) aşağıda verilmiştir:

$$D_v = D_0\, e^{\left(-\frac{Q}{RT}\right)} \quad (1.1)$$

Arrhenus denkleminde hacim difüzyon katsayısı “Dv”, atomik titreşim frekansı “Do”, gaz sabiti “R”, mutlak sıcaklık “T” ve boşlukta meydana gelen değişim ile atomik düzeyde difüzyonu başlatmak için gereken enerji ise “Q” ile ifade edilmiştir. Bu denklem, aktivasyon enerjisi Q tarafından belirlenen bir atomun, boşluğa hareket edebilmek için yeterli enerjiye sahip olup olmama durumunu betimler. Bu denkleme göre, sinterleme işlemi boşlukların artması ve aktif atom sayılarının artmasıyla birlikte daha hızlı gerçekleşir. Ayrıca sıcaklık, sinterleme için baskın parametre olarak karşımıza çıkmaktadır. Sıcaklık ile birlikte, sinterleme süresi, ısıtma hızı, sıvı fazın varlığı, partikül boyutu, uygulanan basınç ve sinterleme atmosferi de sinterleme işlemi için önemli parametrelerdendir [57]. Partikül boyutunun azaltılması ile sinterleme hızı artmakta ve yüksek safsızlık oranı elde edilmektedir. Buna karşın partikül boyutunun azaltılması sinterleme maliyetini artırmaktadır. Sinterleme sıcaklığının artması ile birlikte yüksek özellikler, küçük gözenekler ve daha az çekme oranları elde edilirken, düşük hassasiyet, gözenek irileşmesi ve fırın sınırlamaları gibi tehlikeler ortaya çıkmaktadır. Sinterleme süresinin gereğinden fazla uygulanması durumunda tane büyümesi, artan çekme oranları ve verimin azalması durumları ortaya çıkmaktadır. Sinterleme hava, Ar, hidrojen, azot gibi gaz atmosferlerinde olduğu gibi vakum altında da yapılabilmektedir. Sinterleme işlemi sırasında atmosferin ilk görevi, numunenin yüzeyinde bulunan kirlilikler ve numune hazırlığında kullanılan organiklerin giderilmesine yardımcı olmaktır. Ayrıca sinterleme atmosferi Cr, Al ve Ti gibi reaktif metallerin oksitlenmesini önlemek amacıyla da önem teşkil etmektedir. Sinterleme sırasında basınç uygulanmasıyla birlikte daha düşük sıcaklıklarda veya kısa sürelerde yüksek yoğunluklara dolayısıyla yüksek performanslara ulaşılması mümkündür [73].

Sinterleme sırasında partiküller arası oluşan bağlar ile birlikte yapıda bulunan gözeneklerin değişimi birbirleri ile bağlantılıdır. Yüksek sıcaklıklarda atomların yayınımı ile küçük partiküllerin yüzey enerjisinin azalması sinterleme işleminin gerçekleşmesini sağlamaktadır. Partiküllerin birim hacimdeki yüzey enerjisi ile partikül boyutu ters orantılıdır, bu sebeple daha küçük partiküller daha yüksek yüzey enerjilerine sahip olup, çok daha hızlı bir şekilde sinterlenebilmektedir. Bununla birlikte sinterleme esnasında, malzemenin mukavemeti, korozyon direnci,

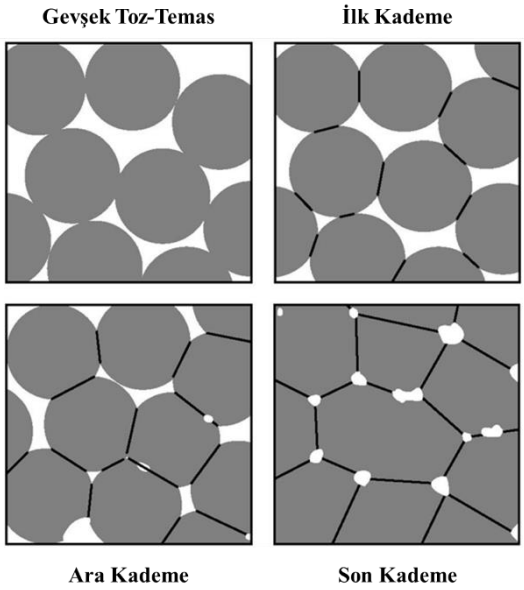
sünekliği, iletkenliği ve manyetik geçirgenliği büyük oranda değişiklik göstermektedir [64, 73].

Sinterleme prosesi, kullanılan tozların katılaşmasının altındaki sıcaklıklarda (katı hal sinterlemesi) veya bir sıvı fazın varlığında yani katılaşmanın üzerindeki sıcaklıklarda (sıvı hal sinterlemesi) gerçekleştirilebilir [74]. Katı hal sinterlemesine ait klasik sinterleme kademeleri Tablo 1.4'te verilmiştir.

**Tablo 1.4** Sinterleme kademeleri ve bu kademelerde meydana gelen durumlar [73].

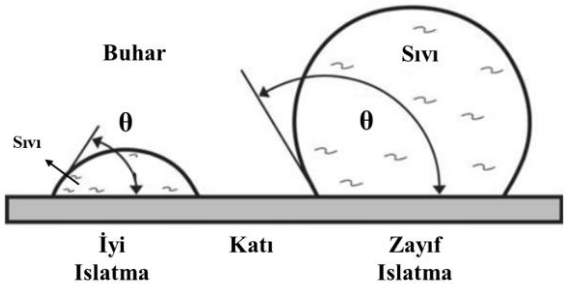
| Kademe | İşlem | Yüzey Alanı Kaybı | Yoğunlaşma | Kabalaşma |
|---|---|---|---|---|
| Yapışma | Temas | Minimum (Yüksek basınçta sıkıştırma olmaksızın) | Yok | Yok |
| İlk Kademe | Boyun büyümesi | %50'ye kadar kayıp oluşumu | Küçük miktarda yoğunlaşma | Çok az |
| Ara Kademe | Oluşan gözeneklerin yuvarlaklaşması ve uzaması | Açık gözeneklilik sebebiyle toplam kayıp | Dikkate değer bir yoğunlaşma | Gözenekte küçülme ve tane boyutunda büyüme |
| Son Kademe | Gözeneklerin kapanması ve son yoğunlaşmanın meydana gelmesi | Önemsiz | Yoğunlaşma yavaşlamakta ve nispeten daha az olmakta | Büyük tane oluşumu ve gözenek büyümesi |

Sinterlemenin ilk kademesi, her partikül üzerinde birkaç bölgede sinter bağının gelişmesi yani boyun oluşumu ile başlamaktadır. İki toz partikülü arasında oluşan boynun boyutu, diğer komşu boyunların bağımsız bir şekilde büyümelerine engel olmayacak kadar küçüktür. Başlangıçta gözenekler düzensiz ve köşeli bir yapıdadır. Boynun büyümesi ile birlikte kavis azalmakta ve işlem yavaşlamaktadır. Ara kademede ise gözenekler yuvarlaklaşmış, boyunlar birbiri ile etkileşime girecek ve örtüşecek şekilde büyümüştür. Gözenekler hala dışarı açık vaziyette bulunmaktadır. Ara kademenin ilerleyen aşamalarında taneler büyür ve gözenekler küçülür. Son kademede ise gözenekler kapanmış ve küresel hale gelmiştir. Tam yoğunluğa yaklaşıldıkça, tane sınırı hareketini zorlaştıran gözeneklerin sayısının iyice azalmasıyla birlikte tane büyümesi hızlanmaktadır. Sinterlemenin kavramsal kademeleri Şekil 1.11'de verilmiştir [64].




**Şekil 1.11** Sinterlemenin kavramsal kademelerinin gösterimi [64].

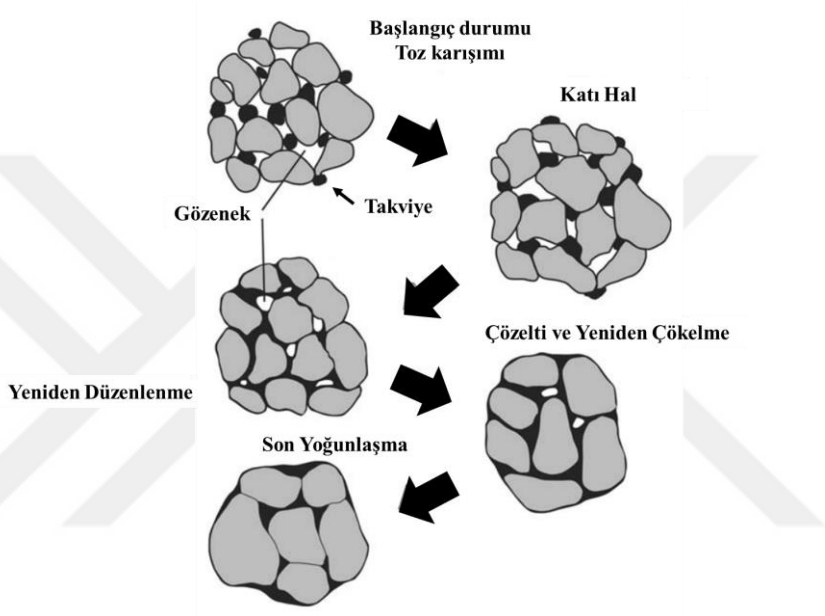
Sıvı faz sinterlemesi, hem seramik hem de metal tozlarının net şekilli üretilmesini sağlayan bir üretim yöntemidir [74]. Sıvı faz sinterlemesi, sinterleme işlemi sırasında bir sıvı oluşturmaya dayanır. Tipik sıvı faz sinterlemesinde, katı taneler sıvı içerisinde çözünür, bu çözünürlük, sıvı fazın katıyı ıslatmasına neden olur ve taneleri bir araya getiren kılcal bir kuvvet oluşur. Sıvı faz sinterlemesi sırasında kullanılan yüksek sıcaklık katıyı yumuşatır ve yoğunlaşmaya yardımcı olur. Sinterleme esnasında sıvı fazın oluşumu ile birlikte ortaya çıkan yüksek difüzyon hızları sinterleme hızını arttırmakta veya sinterleme sıcaklığını düşürmektedir [64, 75]. Sıvı fazlı sinterleme işleminde temel koşullardan biri olan katı tanelerin sıvı ile ıslatılmasının temas açısına göre değişimi Şekil 1.12'de verilmiştir.




**Şekil 1.12** Temas açısı ile katı-sıvı ara yüzeyindeki ıslatmanın değişimi [73].

Öncelikle katı taneler ısıtma süresince katı hal sinterlemesine maruz kalmaktadır. Isıtma sırasında oluşan katı bağlar deformasyonu engellemekte ve kompakt şeklin korunmasını sağlamaktadır. Bir tozun ergimesi ya da reaksiyona girmesiyle oluşan

sıvı fazın ortaya çıkmasıyla birlikte, sıvı faz katı fazı ıslatmakta, bunun sonucunda sıvı faz katı tanelerin arasına girmekte, oluşan sinter bağlarını çözerek tanelerin yeniden düzenlenmesini sağlamaktadır. Katı fazın sıvı fazın içerisinde çözünebilirliği sayesinde, tane kabalaşmasından ve yoğunlaşmadan sorumlu taşıma hızlarını artırmaktadır. Gözeneklerle ilişkili yüzey enerjisi gözeneklerin yok olmasına neden olurken, rijitliği arttırmak için ilerleyen mikroyapı kabalaşması ve bağlanması mevcuttur [74, 75]. Sıvı faz sinterlemesine ait şematik gösterim Şekil 1.13'te verilmiştir.



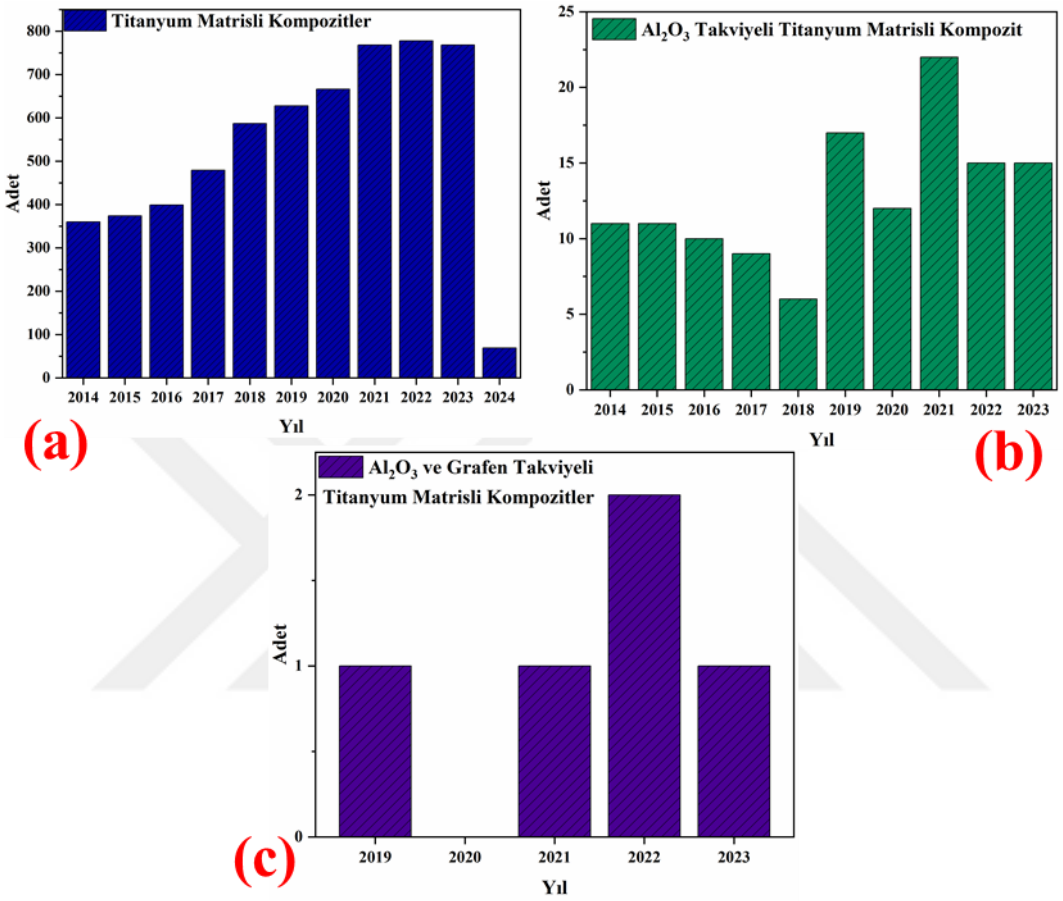

**Şekil 1.13** Sıvı faz sinterlemesi süresince yapıda meydana gelen değişimler [73].

## 1.4 Literatür Çalışmaları

Literatür çalışmaları dört alt başlık altında incelenmiştir. İlk olarak Ti matrisli kompozitlerin T/M yöntemi ile üretiminde PKA etkisinin incelendiği çalışmalar verilmiştir. Daha sonra sırasıyla $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitler ve $Al_2O_3$-$CeO_2$ takviyeli Ti matrisli hibrit kompozitlerin mekanik özellikleri, aşınma ve korozyon davranışları ile ilgili yapılan çalışmalar özetlenmiştir. Son olarak grafen ve $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Ti matrisli hibrit kompozitler ile ilgili yapılan çalışmalar derlenmiştir.

Öncelikle çalışmada üretmiş olduğumuz kompozitlere ait literatür taraması yapılmıştır. "Web of Science" veritabanı kullanılarak "titanyum matrisli kompozitler, $Al_2O_3$ takviyeli titanyum matrisli kompozitler, $Al_2O_3$ ve $CeO_2$

takviyeli titanyum matrisli kompozitler, $Al_2O_3$ ve grafen takviyeli titanyum matrisli kompozitler" anahtar ifadeleri kullanılarak 2014-2024 yıllara arasında yayınlanan makalelerin sayıları araştırılmış ve çıkan sonuçlar Şekil 1.14'te paylaşılmıştır. "$Al_2O_3$ ve $CeO_2$ takviyeli titanyum matrisli kompozit" anahtar ifadesine karşılık gelen bir çalışma olduğu için şekil içerisine yerleştirilmemiştir.




**Şekil 1.14** İlgili anahtar ifadeler ile "Web of Science" veri tabanından elde edilen 2014-2024 yılları arasında yayınlanan makale sayıları (Tarama tarihi 12.03.2024).

Yapılan literatür taraması sonucunda Ti matrisli kompozitlere ait ilginin yıllar içinde arttığı görülmektedir. $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozit yayınlarının ise son yıllarda artış yaşadığı görülmüştür. $Al_2O_3/CeO_2$ ve $Al_2O_3$/grafen takviyeli Ti matrisli kompozitler için yayınların son derece kısıtlı olduğu tespit edilmiştir.

### 1.4.1 Titanyum Matrisli Kompozitlerin T/M Yöntemi ile Üretiminde PKA'nın Etkileri Üzerine Yapılan Çalışmalar

Nouri vd. [76] 2010 yılında gözenekli Ti-16Sn-4Nb (ağ.) alaşımını T/M yöntemiyle iki farklı PKA (SA ve EBS) ve 3 farklı oran (ağ. %1, 2 ve 3) kullanarak üretmişler, yapısal ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Hazırlanan toz karışımına 200

rpmde 5 saat boyunca Ar atmosferi altında MA işlemi uygulanmıştır. MA sonrası elde edilen tozlar tek eksenli pres yardımıyla 500 MPa yük ile peletlenmiştir. Sinterleme işlemi vakum atmosferinde 1200 °C'de gerçekleştirilmiştir. Isıtma hızı 10 °C/dk. olup, maksimum sıcaklıkta 3 saat boyunca beklenilmiştir. MA işlemi sonrası elde edilen tozlar incelendiğinde, PKA kullanılmayan ve ağ. %1 PKA kullanılarak hazırlanan tozların simetrik bir toz dağılımı ile birlikte eş eksenli bir şekil gösterdiği görülmüştür. PKA oranının ağ. %3'e çıkarılmasıyla birlikte elde edilen tozların daha asimetrik bir toz dağılımı ve pul benzeri bir toz morfolojisine sahip olduğu görülmüştür. Ayrıca, MA sonrası toz içerisinde bulunan O, C, N, Fe ve Cr kontaminasyonuna bakılmıştır. PKA ilavesi ile kontaminasyonun arttığı, PKA olarak EBS kullanımının en yüksek değerlere sebep olduğu tespit edilmiştir. Sinterlenmiş numuneler incelendiğinde, PKA oranının artması ile birlikte yüzde yoğunlukta artış meydana geldiği, EBS kullanımının genel olarak daha yüksek yüzde yoğunluk sağladığı ve en düşük yüzde yoğunluğun PKA kullanılmayan numunede elde edildiği görülmüştür. Numunelere ait sertlik sonuçları içinde bu durum geçerlidir. PKA kullanılmayan numunenin sertliği 340 HV1 olarak bulunmuşken, ağ. %3 EBS kullanılarak üretilen numunenin sertliği yaklaşık olarak 600 HV1 olarak tespit edilmiştir. Bununla birlikte ağ. %1 SA ilavesinin sertlikte kayda değer bir artış meydana getirmediği görülmüştür. Ayrıca üretilen numuneler artan PKA içeriği ile birlikte elastik modül ve basma altında maksimum gerilme değerlerinde de artış meydana gelmiştir. Katkısız numunenin maksimum gerilme değeri yaklaşık olarak 6 MPa olarak bulunmuş, ağ. %3 EBS kullanılarak üretilen numunede ise bu değer 20 MPa seviyelerine yükselmiştir.

Machio [77] vd. 2011 yılında hazırlamış oldukları çalışmada, MA işlemine tabi tutulmuş Ti-Mg tozlarının özellikleri üzerine PKA'nın etkilerini incelemişlerdir. MA işlemi 800 rpm'de 8 saat boyunca gerçekleştirilmiştir. Ti içerisine ağ. %30 Mg ilave edilmiş, PKA olarak kullanılan SA ise ağ. %0, 2, 4 ve 6 oranlarında toz karışımına eklenmiştir. Öncelikle MA sonrası elde edilen tozların ortalama partikül boyutları incelenmiş ve ağ. %4 SA takviyesi ile birlikte en düşük partikül boyutuna 27 μm ile ulaşılmıştır. Bu oranın aşılması ile birlikte tane kabalaşması meydana gelmiş ve başlangıç toz boyutunun yaklaşık 3 katı ortalama partikül boyutu değerlerine ulaşılmıştır. Çalışmada en yüksek toz verimi %86 ile ağ. %6 SA takviyesi ile elde edilmiştir.

Zadra [70] 2013 yılında Ti'yi PKA olarak Ca, Mg, MgY ve CrY kullanarak T/M yöntemi ile üretmiştir. MA işlemi sırasında Ti tozu içerisine Ca, Mg ve MgY için ağ. %0,125, 0,25 ve 0,5 oranında, CrY ise ağ. %1, 2 ve 4 oranında ilave edilmiştir. MA işlemi, Ar atmosferinde veya vakum atmosferinde, 450 rpm hız ile yapılmış, toz sıcaklığının 100 °C altında kalması için 2 dk. öğütme işlemi sonrası 4 dk. duraklama gerçekleştirilmiştir. Toz karışımı başına en fazla 60 döngü (toplam 120 dk.) olacak şekilde MA işlemi gerçekleştirilmiş, 20 dk. aralıklarla toz verimini kontrol etmek için toz numunesi alınmıştır. MA işlemine tabi tutulmuş tozlar, 900, 950 ve 1250 °C olmak üzere 3 farklı sıcaklıkta 30 MPa yük ile SPS yöntemiyle sinterlenmiştir. Her sinterleme sıcaklığı için ısıtma hızı 100 °C/dk. olup, en yüksek sıcaklıkta bekleme süresi 1 dk. olarak uygulanmıştır. MA sonrası elde edilen toz verimleri incelendiğinde, PKA oranının artmasının toz verimini olumlu etkilediği, MA süresinin artmasının ise toz verimini düşürdüğü görülmüştür. Sadece PKA olarak CrY kullanılan tozlarda, düşük MA sürelerinde ağ. %2 CrY ilavesi daha iyi toz verimi sonuçları elde etmiştir. Üç nokta eğme testi sonuçlarına göre en yüksek dayanım ağ. %0,25 Ca takviyeli numunede elde edilmiştir. 900, 950, 1250 °C'de sinterlenmiş ve 1250 °C'de sinterlenip 1300 °C'de 1 saat boyunca ısıl işleme tabi tutulmuş numunelerin üç nokta eğme dayanımları kıyaslandığında, en yüksek dayanım değerine 900 °C'de sinterlenmiş numunede 3000 MPa ile ulaşılmıştır. Ağ. %0,25 Ca ilavesi, toz verimini arttırmak ve yüksek kalitede mikroyapısal stabilite ve mekanik özellikler elde etmek için en uygun yöntem olarak bulunmuştur.

Adamek [69] 2014 yılında yapmış olduğu çalışmada Ti-20Ta-20Nb (ağ.) alaşımını farklı PKA'lar (metil alkol, etil alkol ve isopropanol, ağ. %1,5) kullanarak T/M yöntemi ile üretmiştir. MA işlemi Ar atmosferi altında 100 saat boyunca gerçekleştirilmiştir. MA işlemi sonrası elde edilen tozlar, 100 MPa basınç ile tek eksenli pres yardımıyla preslenmiş ve 700 °C'de (350 °C/dk.) 10 dk. beklenerek yüksek frekanslı indüksiyon fırınında sinterlenmiştir. Yapılan analizler sonucunda, en yüksek toz verimi değerlerine PKA olarak etil alkolün kullanıldığı çalışmada ulaşılmıştır. Etil alkol ile 100 saat yapılan MA işleminden sonra yaklaşık olarak %80 toz verimi elde edilmiştir. Tüm tozlar için artan MA süresi ile birlikte toz veriminde ciddi düşüşler meydana gelmiştir. Sinterleme sonrası elde edilen yüzde yoğunluklar irdelendiğinde, en düşük %yoğunluğun %80,8 ile metil alkolde, en yüksek %yoğunluğun ise etil alkol ile hazırlanan numunede %88,5 olarak elde

edildiği görülmüştür. Son olarak numunelere uygulanan sertlik testine göre, en yüksek sertlik 520 HV0,3 ile etil alkol ile üretilen numunede elde edilmiştir. En düşük sertlik değeri ise 350 HV0,3 ile PKA olarak isopropanol kullanılan numunede elde edilmiştir.

Munir vd. [71] 2016 yılında yayımlamış oldukları çalışmada T/M yöntemiyle hazırlanan çok duvarlı KNT takviyeli Ti matrisli kompozitlerin özellikleri üzerine PKA (SA, ağ %0,5) etkisini incelemişlerdir. MA işlemi 150 ve 200 rpm olmak üzere iki farklı hızda, 4 saat boyunca koruyucu Ar atmosferinde gerçekleştirilmiştir. MA sonrası tozlara yapılan analizlerde, SA kullanımının iki farklı hızda da toz verimini arttırdığı, ortalama partikül boyutunu azalttığı ve tozların daha homojen bir partikül boyutu dağılımı sergilediği tespit edilmiştir.

Matula vd. [78] 2020 yılında yapmış oldukları çalışmada, Ti-10Ta-8Mo (ağ.) alaşımını, PKA olarak Sn (ağ. %3) kullanarak, T/M yöntemi ile üretmişlerdir. MA işlemi Ar atmosferi altında 200 rpm'de farklı süreler kullanılarak (10, 15, 20, 40, 60, 80 ve 100 saat) gerçekleştirilmiştir. MA sonrası toz verimleri incelendiğinde, tüm MA sürelerinde Sn katkılı üretimin çok daha yüksek toz verimine sahip olduğu görülmüştür. 10 saat boyunca MA işlemine tabi tutulan tozlar karşılaştırıldığında, PKA kullanılmaya tozların toz verimi %88'e düşerken, PKA olarak Sn'nin kullanıldığı tozun verimi %99 olarak ölçülmüştür. MA süresinin 60 saate kadar arttırılması, her iki toz türü için toz veriminin azalmasına sebep olurken, bunun üzerindeki MA sürelerinde toz verimlerinde artış görülmüştür. Sn ilavesi ile birlikte Ti'nin α ve β fazlarının nanokristalizasyonunu (kristalit boyutunun azalması) geliştirirken, soğuk kaynaklanma ve topaklanmanın azaltılması ile birlikte daha homojen bir partikül dağılımı elde edilmiştir.

### 1.4.2 $Al_2O_3$ Takviyeli Titanyum Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri, Aşınma ve Korozyon Davranışları ile İlgili Yapılan Çalışmalar

Chabri vd. [72] 2013 yılında $Al_2O_3$ (ağ. %0, 5, 10, 15, 20 ve 25) takviyeli Al, Mg, Cu ve Ti matrisli kompozitlerin üretimini T/M yöntemiyle gerçekleştirmiş ve mikroyapı ve mekanik özelliklerini analiz etmişlerdir. Hazırlanmış toz karışımlarına, gezegen tipi değirmen ile WC kaplar kullanılarak 300 rpm hız ile 1 saat boyunca MA işlemi uygulanmıştır. PKA olarak tolüen kullanılmıştır. MA sonrası elde edilen tozlar hidrolik pres yardımıyla 49.82 kN yük ile preslenmiştir.

Sinterleme sıcaklığı çalışmada kullanılan malzemelerin ergime sıcaklığının 0,7-0,75 katı olarak seçilmiştir. Yapılan sertlik analizine göre en yüksek sertlik değeri ve nanoindentasyon testi sonucunda en yüksek elastik modül ve özgül dayanım değerleri ağ. %15 $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitte bulunmuştur.

Fujii vd. [79] 2018 yılında hazırlamış oldukları çalışmada Ti-$Al_2O_3$ kompozit numunelerini T/M yöntemiyle üretmişlerdir. Çalışmada Ti kaynağı olarak saf Ti ve $TiH_2$ tozu kullanılmış, toz oranları birbirini hacimce (hac.) %100'e tamamlayacak şekilde yirminin katları (hac. %60Ti-40$Al_2O_3$ veya hac. %20$TiH_2$-%80$Al_2O_3$ gibi) olarak kullanılmıştır. Hazırlanan toz karışımları için 7 saat boyunca MA işlemi gerçekleştirilmiş, daha sonra SPS yöntemiyle 1300 °C'de 30 MPa basınç altında 30 dk. boyunca sinterlenmiştir. Üretilen numunelerin yoğunlukları incelendiğinde, hac. %20 $Al_2O_3$ içeren kompozitlerin en yüksek yoğunluğa sahip olduğu görülmüştür. Ti matrisli kompozitlerin yoğunluğunun %100'ün üzerinde olduğu tespit edilmiştir. Sertlik sonuçları incelendiğinde artan $Al_2O_3$ miktarı ile birlikte sertliğin yükseldiği, başlangıç tozu olarak $TiH_2$ tozunun kullanılmasının daha iyi sertlik değerlerine sebep olduğu görülmüştür. Sertliğin aksine, başlangıç tozu olarak Ti'nin kullanılması kırılma tokluğu değerlerinin daha yüksek olmasına sebebiyet vermiştir. Ti matrisli kompozitler için artan $Al_2O_3$ miktarı kırılma tokluğunu ve elastik modül değerlerini arttırmıştır. Saf Ti'ye kıyasla $Al_2O_3$ takviyesi eğme dayanımı düşürmüştür. $TiH_2$ ile hazırlanan kompozitlerde, saf Ti tozları ile hazırlanan numunelere göre daha iyi eğme dayanımı sonuçlarına ulaşılmıştır.

Bahraminasab vd. [80] 2019 yılında Ti-$Al_2O_3$ kompozitlerini T/M yöntemi ile hazırlamışlar ve Ringer çözeltisi içerisindeki elektrokimyasal korozyon davranışlarını incelemişlerdir. Çalışmada Ti içerisine hac. %25 ve 50 oranında $Al_2O_3$ takviyesi yapılmıştır. Uygun bileşimde hazırlanan tozlara 100 rpm hız ile 1 saat boyunca MA işlemi gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan tozlar SPS ile vakum atmosferi altında 1350 °C'de (ısıtma hızı 50-100 °C/dk.) 40 MPa basınç altında 3 dk. boyunca sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Analiz sonuçlarına göre, en yüksek korozyon dayanımı hac. %25 $Al_2O_3$ takviyeli kompozitte tespit edilmiştir. Bunun sebebi olarak yüzeyde oluşan oksit tabakasının daha stabil olduğu değerlendirmesi yapılmıştır. Ayrıca iki farklı sürede yapılan korozyon testleri sonucunda tüm numunelerin korozyon dayanımının 1 saate göre 24 saat sonunda

daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bunun sebebi olarak ise yüzeyde oluşan pasif filmin difüzyona izin vermemesi yönünde bir değerlendirme yapılmıştır.

Oliveira vd. [81] 2019 yılında yayımlamış oldukları çalışmada, hac. %5 $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitleri, hac. %0,4 PVA kullanarak T/M yöntemi ile hazırlamışlardır. Hazırlanan toz karışımına 130 rpm'de 4 saat boyunca koruyucu Ar atmosferi altında MA işlemi uygulanmıştır. Tek eksenli manuel pres yardımıyla 350 MPa yük altında 2 dk. boyunca preslenen toz karışımı, 1100 °C'de 3 saat boyunca vakum atmosferinde sinterlenmiştir. Sinterleme işlemi 5 °C/dk. ısıtma ve soğutma hızı ile gerçekleştirilmiştir. Yapılan sertlik testi sonucunda sertliğin 255 HV30'dan 319 HV30'a çıktığı görülmüştür. Farklı koşullarda gerçekleştirilen tribokorozyon testleri sonucunda, en hafif koşullar altında (1 N yük, 1 Hz kayma frekansı ve 30 dk. test süresinde), kompozit numunesi dört kat daha az aşınma hacim kaybı yaşarken, en zor koşullarda (2 N yük, 2 Hz kayma frekansı, 60 dk.) katkısız Ti numunesi daha az aşınma hacim kaybı yaşamıştır.

Jia vd. [40] 2020 yılında yapmış oldukları çalışmada üç farklı bileşimde (katkısız, ağ. %5 $Al_2O_3$ ve ağ. %6 SA takviyeli) hazırlanan Ti-22Al-25Nb (at. %) alaşımını MA yöntemi ile üretmişlerdir. MA işleminden önce uygun bileşimde hazırlanan tozlar 150 rpm'de 8 saat boyunca karıştırılmıştır. Bu işlemin ardından MA işlemi 390 rpm'de farklı sürelerde (5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60 saat) koruyucu Ar atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Analiz sonuçlarına göre tüm toz gruplarında artan MA süresi ile birlikte ortalama partikül boyutları azalmış, en düşük ortalama partikül boyutu SA takviyeli numunede 60 saat MA'dan sonra elde edilmiştir. Ortalama kristalit boyutları ve ortalama kafes gerilmeleri incelendiğinde, MA süresinin artması ile birlikte, tüm toz gruplarında ortalama kristalit boyutu azalmış, ortalama kafes gerilmeleri artmıştır. 60 saatlik MA sonucunda, katkısız ve $Al_2O_3$ takviyeli numunelerin ortalama kristalit boyutları sırasıyla 17 ve 18 nm iken SA takviyeli numunenin 23 nm'dir. Bu sonuçlarla uyumlu olarak 60 saat sonunda en düşük ortalama kafes gerilmesi SA takviyeli numunede elde edilmiştir. Tozların sertlikleri kıyaslandığında ise, tüm toz gruplarında artan MA süresi ile birlikte tozların sertliğinin arttığı görülmüştür. Bununla birlikte, $Al_2O_3$ takviyeli tozun, tüm MA sürelerinde en yüksek sertlik değerlerine sahip olduğu tespit edilmiştir.

Yang vd. [82] 2021 yılında yapmış oldukları çalışmada Ti alaşımını matris olarak kullanmış, SnAgCu ve $Al_2O_3$ takviyeli kendinden yağlamalı kompozitlerin

üretimini gerçekleştirmiştir. Uygun bileşimde hazırlanan tozlar 45-55 Hz aralığında karıştırılmış ve SPS işlemi uygulanmıştır. Sinterleme Ar atmosferi altında 100 °C/dk. ısıtma hızı ile 1000 °C'de 30-45 dk. beklenerek 35-40 MPa basınç altında gerçekleştirilmiştir. Sadece $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Ti matrisli kompozitlerde, matrise ağ. %4, 8, 12 ve 16 oranlarında takviye ilave edilmiştir. Tribolojik çalışmalar sonucunda, ağ. %12 $Al_2O_3$ takviyesinin en iyi aşınma dayanımına ve en düşük sürtünme katsayısı (COF) değerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Üretilen tüm numuneler içerisinde ise ağ. %12 $Al_2O_3$ ile birlikte ağ. %15 SnAgCu ile takviye edilmiş numune en yüksek aşınma direncine sahip olmuştur.

El-Tantawy vd. [83] 2021 yılında yapmış oldukları çalışmada Ti-12Mo-x$Al_2O_3$ kompozitlerini T/M yöntemi ile üretmiş ve karakterizasyonunu gerçekleştirmiştir. Çalışmada Ti içerisine ağ. %12 Mo ile ağ. %5, 10 ve 15 nano-$Al_2O_3$ eklenmiş ve takviyeli tozlar 100 rpm hız ile 24 saat boyunca Ar atmosferinde MA işlemine tabi tutulmuştur. Çalışmada PKA olarak etil alkol kullanılmıştır. MA işlemi sonrasında elde edilen tozlar 60 °C'de 30 dk. boyunca kurutulmuştur. Kurutma işleminin ardından hazırlanan tozlar tek eksenli pres yardımıyla 600 MPa yük altında preslenerek pelet haline getirilmiştir. Peletlere 1450 °C'de 90 dk. boyunca sinterleme işlemi gerçekleştirilmiş olup ısıtma hızı 5 °C/dk. olarak uygulanmıştır. Elde edilen analiz sonuçlarına göre, katkısız Ti'nin içerisine Mo ilavesi ile birlikte yüzde yoğunlukta bir miktar artış olmuştur. Buna karşılık $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte değerlerde düşüş meydana gelmiş ve artan $Al_2O_3$ miktarı ile birlikte düşüş hızlanmıştır. Kompozitlere ait sertlik değerleri incelendiğinde Mo ilavesi ile birlikte 320 HV20'den 440 HV20'ye çıkan sertlik, ağ. %5 $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte 594 HV20'ye ulaşmıştır. $Al_2O_3$ miktarının artması ile sertlikte düşüş meydana gelmiştir. Benzer durum aşınma testi sonuçları içinde geçerlidir. Mo ilavesi ile aşınma oranında düşüş yaşanmış fakat ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte en düşük aşınma oranına ulaşılmıştır.

Mohammadtaheri vd. [84] 2022 yılında $Al_2O_3$ (hac. %25) ve Hidroksiapatit (HA, hac. %10) takviyeli Ti matrisli kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonunu gerçekleştirmiştir. Çalışma kapsamında tozlar solvent bazlı karıştırma yöntemiyle üretilmiş ve 1300 °C'de 5 dk. boyunca 40 MPa basınç altında SPS yöntemiyle sinterlenmiştir. Analiz sonuçlarına göre, $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte yüzde yoğunlukta düşüş meydana gelmiş olup, $Al_2O_3$ ile birlikte HA ilavesi ile bir miktar

artış meydana gelmiştir. Üretilen kompozitlerin sertlik değerleri incelendiğinde ise $Al_2O_3$ ilavesi ile sertlik değerinin yaklaşık olarak 300 HV1'den 600 HV1'e, $Al_2O_3$ ve HA ilavesi ile birlikte ise sertlik değerinin 720 HV1 değerine yükseldiği görülmüştür. Yapılan basma testi sonucunda ise en düşük basma dayanımı değeri 244 MPa ile $Al_2O_3$ takviyeli numunede bulunmuştur. $Al_2O_3$ ve HA takviyeli numunede ise bu değer 699 MPa'ya yükselmiştir. Bu çalışmada Ti için basma dayanımı değeri ise yaklaşık olarak 2300 MPa olarak bulunmuştur. Üretilen numunelere ait elektrokimyasal ölçümler Ringer çözeltisi içerisinde gerçekleştirilmiş olup, $Al_2O_3$ ve HA takviyeli kompozit için en düşük korozyon oranına ulaşılmıştır.

Nsiah-Baafi vd. [85] 2022 yılında yapmış oldukları çalışmada farklı oranlarda $Al_2O_3$ (ağ. %0, 3, 5 ve 10) ile takviye edilmiş Ti6Al4V matrisli kompozitleri T/M yöntemiyle üretmişlerdir. Üretilen numunelerin aşınma dayanımları ve korozyon davranışları incelenmiştir. Kompozit üretimi için öncelikle uygun bileşimde tozlar tubular karıştırıcı yardımıyla 72 rpm'de 8 saat boyunca karıştırılmıştır. Hazırlanan karışım SPS yöntemiyle, vakum atmosferinde, 850 °C'de (100 K/dk. ısıtma hızı) 50 MPa basınç altında 5 dk. boyunca sinterleme işlemine tabi tutulmuşlardır. Sinterleme işlemi sonrası yapılan analizlere göre, $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte yüzde yoğunluklarda düşüş olduğu ve katkı miktarının artmasının bu düşüşü hızlandırdığı görülmüştür. Bununla birlikte $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte sertlikte artış meydana gelmiş, ağ. %10 $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte sertlik 374,6 HV0,1'den 424,1 HV0,1'e yükselmiştir. Aşınma testi sonuçlarına göre, $Al_2O_3$ takviyesi COF'un artmasına neden olmuştur. Bununla birlikte ağ. %10 $Al_2O_3$ takviyesinin üç yük içinde (5, 25 ve 35 N) test sonrası en düşük hacim kaybı değerlerine sahip olduğu görülmüştür. Korozyon testi sonuçlarına göre ise, ağ. %3 $Al_2O_3$ takviyesinin %3,5 NaCl çözeltisi için en yüksek korozyon direncine sahip olduğu tespit edilmiştir.

Li vd. [86] 2023 yılında yapmış oldukları çalışmada Ti-22Al-25Nb alaşımını ağ. %0, 2, 4, 6 ve 8 olacak şekilde nano-$Al_2O_3$ ile takviye ederek T/M yöntemi ile üretmişlerdir. Çalışma kapsamında öncelikle Ti, Al ve Nb tozları atomik oranda sırasıyla 53:22:25 oranında hazırlanmıştır. Hazırlanan toz karışımına yüksek enerjili gezegen tipi değirmen ile 400 rpm'de 40 saat boyunca koruyucu Ar atmosferinde MA işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu işlemin ardından toz karışımına uygun miktarda nano-$Al_2O_3$ tozları eklenmiş, 400 rpm'de 2 saat boyunca tekrar MA

işlemine tabi tutulmuştur. $Al_2O_3$ takviyeli tozlar 1250 °C'de 2 saat boyunca 35 MPa basınç altında sıcak pres sinterleme yöntemiyle sinterlenmiştir. Katkısız Ti22Al25Nb numunesi için sertlik değeri 4,3 GPa iken, en yüksek sertlik değerine ağ. %6 $Al_2O_3$ takviyeli numunede 8,6 GPa sertlik değeriyle ulaşılmıştır. Basma testi sonuçlarına göre ise ağ. %2 $Al_2O_3$ takviyesi ile 1967 MPa'dan 2190 MPa'ya çıkan basma dayanımı değeri, $Al_2O_3$ miktarının artması ile birlikte düşüş kaydetmiştir. Artan $Al_2O_3$ miktarı ile birlikte basma dayanımı değeri ağ. %8 $Al_2O_3$ takviyeli numunede yaklaşık olarak 1200 MPa olarak kaydedilmiştir.

Souza vd. [87] 2023 yılında hac. %5 ve %10 $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitleri T/M yöntemi ile hazırlamışlardır. Bahsedilen oranlarda toz karışımları hazırlanmış, 30 dk. boyunca kurutma işleminin ardından, hac. %0,4 PVA PKA olarak eklenmiştir. MA işlemi, 120 rpm'de koruyucu Ar atmosferinde 8 saat boyunca gerçekleştirilmiştir. MA işleminin ardından tozlar, 350 MPa yük ile 2 dk. boyunca tek eksenli pres yardımıyla pelet haline getirilmiştir. Sinterleme işlemi, vakum altında, 1100 °C'de 3 saat boyunca gerçekleştirilmiştir. Sinterleme sırasında ısıtma ve soğutma hızı 5 °C/dk. olarak uygulanmıştır. Yapılan analizler sonucunda hac. %5 $Al_2O_3$ takviyeli numunenin saf ve hac. %10 $Al_2O_3$ takviyeli numuneye kıyasla daha yüksek sertlik değerine sahip olduğu görülmüştür. Hac. %5 $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte kırılma tokluğunun saf Ti'nin kırılma tokluğunun onda biri seviyesine geldiği, artan $Al_2O_3$ miktarı ile bu değerin daha da düştüğü tespit edilmiştir. Tribokorozyon test sonuçları incelendiğinde ise, $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte aşınma direncinde önemli bir artış olmuştur. Sertlik sonuçları ile benzer şekilde takviye oranının hac. %5'ten 10'a çıkarılması aşınma direncinde düşüşe neden olsa bile, saf Ti'ye kıyasla $Al_2O_3$ takviyeli kompozitler çok daha iyi performans göstermektedirler. Tribokorozyon testlerinden farklı olarak, korozyon testleri sonucunda $Al_2O_3$ varlığının korozyon davranışını olumsuz yönde etkilediği ve takviye miktarının artmasının bu durumu daha da kötüleştirdiği sonucu ortaya çıkmıştır.

### 1.4.3 $CeO_2$ Takviyeli Titanyum Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri, Aşınma ve Korozyon Davranışları ile İlgili Yapılan Çalışmalar

Yapılan literatür çalışmalarında $CeO_2$ takviyeli Ti matrisli kompozitlere yönelik çalışmaların son derece kısıtlı olduğu görülmektedir. Bu sebeple $CeO_2$, $Al_2O_3$ ve Ti içeren kompozitler ile ilgili çalışmalar irdelenmiştir. Çalışmaların çok büyük bir

kısmı $Al_2O_3$ matrisli kompozitler içerisine yüksek miktarda Ti ilavesi ile farklı oranlarda $CeO_2$ takviyesini içermektedir. Literatürde yapılan çalışmalar aşağıda sunulmuştur.

Wu vd. [88] 2014 yılında yapmış oldukları çalışmada $CeO_2$ (hac. %0, 1, 2, 3, 4 ve 5) ve Ti (hac. %40) takviyeli $Al_2O_3$ (hac. %60'dan başlanmış ve $CeO_2$ takviyesi $Al_2O_3$ hacmi azaltılarak eklenmiştir) matrisli kompozitleri üretmişlerdir. Hazırlanan toz karışımı PKA olarak kullanılan etil alkol içerisinde 48 saat boyunca MA işlemine tabi tutulmuş ve daha sonra kurutma işlemi yapılmıştır. Hazırlanan toz karışımı uygun grafit kalıba konularak vakum sıcak presleme işlemi ile 1420 °C'de 30 MPa basınç altında 60 dk. boyunca sinterlenmiştir. Üretilen kompozitlere faz analizleri ve mikroyapı incelemesi yapılmıştır. Mekanik özelliklerini incelemek için yoğunluk, sertlik, eğme dayanımı ve kırılma tokluğu değerleri incelenmiştir. En yüksek yüzde yoğunluk, sertlik, eğme dayanımı ve kırılma tokluğu değerleri sırasıyla %97,6, 15,7 MPa, 406,5 MPA ve 6,36 MPa $m^{1/2}$ ile hac. %3 $CeO_2$ takviyeli kompozitte bulunmuştur. Bu değerin üzerindeki takviye oranlarında ise mekanik özelliklerde düşüş meydana gelmiştir.

Liu vd. [89] 2015 yılında yapmış oldukları çalışmada farklı oranlarda takviye olarak ayrı ayrı $CeO_2$ ve $Y_2O_3$ (hac. %2 ve 3) kullanarak Ti ve $Al_2O_3$ arasındaki ara yüzey difüzyon mekanizmasını incelemişlerdir. Numune üretimi için ilk olarak nadir toprak elementleri ve $Al_2O_3$ 1:44 ve 3:97 oranında karıştırılmıştır. Hazırlanan toz gezegen tipi bilyalı değirmen ile PKA olarak yüksek saflıkta etil alkol kullanılarak 4 saat boyunca MA işlemine tabi tutulmuştur. Elde edilen karışım 50 °C'de 6 saat boyunca kurutulmuştur. Hazırlanan karışımdan 15 g alınarak grafit kalıbın içerisine konulmuştur. Tozun üzerine Ti plaka yerleştirilmiştir. Hazırlanan karışımdan 15 g daha Ti plakanın üzerine konulmuştur. Sinterleme işleminde ısıtma hızı 10 °C/dk. hız (0-1200 °C) ve 5 °C/ dk. hız (1200-1450 °C) olarak uygulanmıştır. Sinterleme işlemi için iki farklı sıcaklık (1350 °C ve 1450 °C) kullanılmıştır. Bu sıcaklıklarda 1,5 saat boyunca 30 MPa basınç altında numuneler sinterlenmiştir. Yazarlar daha önce yapmış oldukları çalışmalarda Ti ve $Al_2O_3$ arasındaki ara yüzey reaksiyonlarının 1350 °C'de belirgin hale geldiğini ve 1450 °C'de reaksiyon katmanlarının tamamen oluştuğunu gözlemlemişlerdir. Bu sebeple sinterleme sıcaklığı olarak bu sıcaklıklar tercih edilmiştir. 1350 °C'de $Y_2O_3$ ilavesi ve $Y_2O_3$ miktarının artışı ile birlikte reaksiyon katman kalınlığında kayda değer bir azalış

meydana gelmemiştir. $CeO_2$ için ise hac. %2 katkı katman kalınlığında kayda değer bir düşüş meydana getirememiş olsa bile katkı miktarının hac. %3'e çıkmasıyla katman kalınlığı 61,4 µm'den 38,4 µm'ye gerilemiştir. Bu da 1350 °C'de ara yüzey kontrolünün en etkili yolunun hac. %3 $CeO_2$ katkısı olduğunu göstermektedir. 1450 °C'de ise hac. %3 $Y_2O_3$ ve $CeO_2$ ilave edilmiş ve katman kalınlıkları incelenmiştir. Bu sıcaklıkta da 80,6 µm katman kalınlığıyla $CeO_2$ ara yüzey kontrolünü $Y_2O_3$'e göre daha iyi bir şekilde sağlamıştır. Bu durumu XRD ile yapılan faz analizleri de doğrulamıştır. $Y_2O_3$ ilavesi sonucunda oluşan TiAl ve $Ti_3Al$ piklerinin $CeO_2$ ilavesi ile oluşan piklerden çok daha şiddetli olduğu tespit edilmiştir. Buradan da $CeO_2$ ilavesinin ara yüzey reaksiyonlarını daha fazla sınırlandırdığı sonucuna varılmıştır.

Shi vd. [90] 2016 yılında Ti:$Al_2O_3$:$CeO_2$ (hac. %40:57:3) kompozit malzemesinin vakum sıcak presleme tekniği ile farklı sıcaklıklarda üretmiş ve yoğunluk, sertlik, eğme dayanımı ve kırılma tokluğu değerlerini incelemiştir. Başlangıç tozları ilgili oranlarda hazırlanarak 48 saat boyunca yüksek saflıktaki etil alkol içerisinde gezegen tipi değirmende MA işlemine tabi tutulmuştur. Elde edilen karışım 80 °C'de 8 saat boyunca kurutulmuştur. Sinterleme işlemi 30 MPa basınç altında ve üç farklı sıcaklıkta (1420-1450-1480 °C) gerçekleştirilmiştir. Isıtma hızı 0-1200 °C' arasında 10 °C/dk., 1200 °C'nin üzerinde ise 5 °C/dk. olarak uygulanmıştır. Üç farklı sıcaklıkta da bekleme süresi 1 saat olarak uygulanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre, en yüksek yoğunluk, sertlik, eğme dayanımı ve kırılma tokluğu değerlerine 1450 °C sinterleme sıcaklığında ulaşılmıştır.

Hanoon vd. [91] 2018 yılında yapmış oldukları çalışmada Ti-15Al-5Mo alaşımını farklı miktarlarda nano-$CeO_2$ (ağ. %0, 3, 5, 7 ve 10) ile katkılandırmıştır. Hazırlanan toz karışımı 30 dk. boyunca bilyalı değirmende karıştırılmıştır. Elde edilen toz karışımı 175 MPa yük altında preslenmiş ve Ar atmosferinde 5 °C/dk. ısıtma hızı ile 650 °C'de 120 dk. boyunca sinterlenmiştir. Elde edilen veriler ışığında nano-$CeO_2$ takviyesinin yapıdaki gözenekliliği azalttığı, artan $CeO_2$ miktarı ile birlikte gözeneklilikteki düşüşün arttığı tespit edilmiştir. En yüksek sertlik ve basma dayanımına ağ. %7 nano-$CeO_2$ takviyesi ile ulaşılmıştır.

Shi vd. 2020 [92] yılında yayımlamış oldukları çalışmada $Al_2O_3$-Ti kompozitinin içerisine farklı mol oranlarındada (mol. %0, 1, 2, 3, 4 ve 5) $CeO_2$ takviyesi yapmış ve yoğunluk, mikroyapı, sertlik, eğme dayanımı, kırılma tokluğu ve elektriksel özelliklerini incelemişlerdir. Üretime ilk olarak Ti partiküllerinin $Al_2O_3$ içerisine

daha homojen dağılmasını sağlamak amacıyla $TiH_2$ tozları ile $Al_2O_3$ tozlarının bilyalı değirmen yardımı ile öğütülmesi ile başlanmıştır. Daha sonra farklı miktarda $CeO_2$ tozu ilave edilerek 24 saat boyunca etil alkol içerisinde MA işlemine tabi tutulmuşlardır. Elde edilen son toz karışımında hac. %20 oranında Ti ve hac. %80 oranında $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ tozları bulunmaktadır. Elde edilen karışım 60 °C'de 3 saat boyunca evaporator yardımı ile kurutulmuştur. Kurutulan karışım 12 saat boyunca Ar atmosferi altında tekrar MA işlemine tabi tutulmuştur. Elde edilen tozlar, 30 MPa basınç ve 1500 °C sıcaklıkta (ısıtma hızı: 20 °C/dk.), Ar atmosferinde 1 saat boyunca sıcak presleme yöntemiyle sinterlenmiştir. Bu işlem sırasında $TiH_2$'nin tamamıyla Ti'ye dönüşmesi amacıyla 800 °C'de 30 dk. beklenilmiştir. $CeO_2$ ilavesi ile birlikte yüzde yoğunlukta artış meydana gelmiş ve artan $CeO_2$ miktarı ile bu artış devam etmiştir. En yüksek sertlik (~15,8 GPa), eğme dayanımı (~580 MPa) ve kırılma tokluğuna (5,15 $MPa.m^{1/2}$) mol. %2 $CeO_2$ takviyeli numunede ulaşılmıştır. $CeO_2$ ilavesi ile birlikte elektriksel direnç özelliklerinde kayda değer bir değişiklik olmamıştır.

Li vd. [93] 2023 yılında yapmış oldukları çalışmada Ti6Al4V tozuna $CeO_2$ tozu (ağ. %0,1, 0,15, 0,2 ve 1) ekleyerek seçici lazer ergitme (SLM) yöntemi kullanarak kompozit üretimi gerçekleştirmiş, mikroyapı, sertlik ve çekme dayanımı özelliklerini incelemişlerdir. SLM işlemi öncesi uygun oranda hazırlanan tozlar bir karıştırıcı yardımıyla 500 dk. boyunca karıştırılmış, daha sonra hazırlanan karışım 110 °C'de 2 saat boyunca vakum atmosferinde kurutulmuştur. $CeO_2$ ilavesi ile birlikte katkısız numuneye göre akma dayanımı 700 MPa'dan 1079 MPa'ya (ağ. %0,1 $CeO_2$), çekme dayanımı 819 MPa'dan 1293 MPa'ya (ağ. %0,15 $CeO_2$) ve sertlik değeri 308,8 HV'den 396,65 HV'ye (ağ. %1 $CeO_2$) yükselmiştir. Yüzde uzama değerlerinde ise tüm katkılı numunelerde düşüş meydana gelmiştir. $CeO_2$ ilavesi ile birlikte mikroyapıda incelme meydana gelmiş, ağ. %0,2'nin üzerindeki katkıda ise mikroyapıda kabalaşmalar görülmüştür.

### 1.4.4 Çalışmada Kullanılan Takviyeler ile Takviye Edilmiş Titanyum Matrisli Hibrit Kompozitlerin Mekanik Özellikleri, Aşınma ve Korozyon Davranışları ile İlgili Yapılan Çalışmalar

Yapılan literatür taraması sonucunda Mart 2024 itibarıyla $Al_2O_3$/grafen takviyeli Ti matrisli hibrit kompozit üzerine yapılan bir çalışmaya rastlanmıştır.

Xue vd. [94] 2022 yılında yayımlamış oldukları çalışmada yerinde çöktürme yöntemi kullanarak indirgenmiş grafen oksit katmanları üzerine nano-$Al_2O_3$ partikülleri biriktirmiştir. Elde edilen indirgenmiş grafen oksit-$Al_2O_3$ tozu, üretilen kompozit malzeme içerisine iki farklı oranda (ağ. %0,3 ve 0,5) takviye elemanı olarak eklenmiştir. Ti6Al4V matrisli indirgenmiş grafen oksit-$Al_2O_3$ takviyeli kompozitler, 200 rpm'de 8 saat boyunca MA işlemine tabi tutulmuştur. MA işlemi sonrası elde edilen tozlar grafit kalıp içerisine alınmış 1000 °C'de 5 dk. boyunca 45 MPa basınç altında, vakum atmosferinde, SPS yöntemiyle sinterlenmiştir. Sinterleme işleminde ısıtma hızı 100 °C/dk. olarak uygulanmıştır. Yapılan analizler sonucunda, ağ. %0,5 indirgenmiş grafen oksit-$Al_2O_3$ takviyeli numunenin çekme dayanımı ve akma dayanımında takviyesiz Ti6Al4V numunesine kıyasla sırasıyla %20,3 ve %17 artış meydana gelmiştir. Mekanik dayanımda meydana gelen bu artışın sebebi olarak iki ana faktör gösterilmiştir. Bunlardan birincisi, yapı içerisine homojen bir şekilde dağılmış yüksek sertlik ve dayanıma sahip indirgenmiş grafen oksit-$Al_2O_3$ takviyesinin, Ti matris içerisinde verimli yük aktarım ortamı görevi görmesidir. Katkı malzemesinin Ti6Al4V yüzeyinde ve metal matris sınırlarında üniform bir dağılım gösterdiği, çalışmada yapılan SEM incelemesi ile ortaya konulmuştur. Oluşan bu yapı, gerilmenin yapı içerisinde dağıtılmasında, sonuç olarak kompozitin mekanik dayanımının artmasında etkili olmuştur. İkinci olarak, metal matris tane sınırlarında bulunan indirgenmiş grafen oksit-$Al_2O_3$ takviyesi, matriste meydana gelebilecek tane büyümesini engelleyici rol üstlenmektedir. Dayanımda meydana gelen artış ile birlikte, kompozit malzemenin sünekliğinde azalma meydana gelmiştir. $Al_2O_3$ ile Ti arasındaki düşük ara yüzey bağlanması bunun ana sebebi olarak gösterilmektedir. Yapı içerisinde oluşan çatlakların başlangıç noktaları Ti6Al4V/$Al_2O_3$ ara yüzeyler olarak tespit edilmiştir.

# 2
# MALZEME ve YÖNTEM

## 2.1 Malzemeler

Çalışmada başlangıç tozları olarak Ti tozu (Nanografi, %99,5 saflıkta, 325 mesh, CAS:7440-32-6, Türkiye), $Al_2O_3$ tozu (Acros Organics, %99 saflıkta, CAS:1344-28-1, Amerika Birleşik Devletleri (ABD)), $CeO_2$ tozu (Alfa Aesar, %99,5 saflıkta, 0,07-0,1 µm, CAS:1306-38-3, Almanya), mikron altı $Al_2O_3$ tozu (Nanografi, %99,95 saflıkta, 290 nm, CAS:1344-28-1, Türkiye) ve grafen (Nanografi, +%99,9 saflıkta, boyut 5 nm, yüzey alanı 170 $m^2/g$, Türkiye) kullanılmıştır. MA sırasında PKA olarak SA tozu ($C_{18}H_{36}O_2$, ZAG, %99,5, CAS:57-11-4, Türkiye), PVA (Acros Organics, %99,5-96,5, hidrolize edilmiş, CAS:9005-89-5, ABD) ve etil alkol (Tekkim, %96 etil alkol+2-propanol, %96, Türkiye) kullanılmıştır. Grafenin fonksiyonelleştirilmesi için Triton X-100 (Merck, analitik saflıkta, CAS: 9036-19-5, Almanya) kullanılmıştır. Tozların hazırlık aşaması glovebox içerisinde Ar (%99,999, Asalgaz) kontrollü atmosferinde gerçekleştirilmiştir.

## 2.2 Yöntem

### 2.2.1 Farklı Proses Kontrol Ajanları ve Üretim Yöntemiyle Üretilen $Al_2O_3$ Takviyeli Titanyum Matrisli Kompozitlerin Üretimi

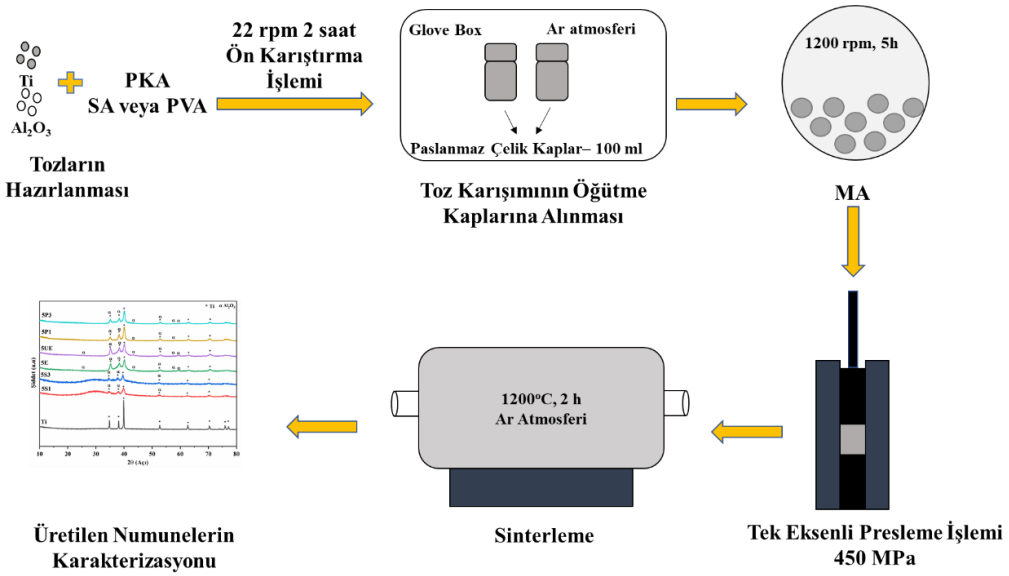
Çalışmanın ilk aşamasında $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitlerin proses optimizasyonu farklı üretim yöntemleri, PKA'lar ve değişken ağırlık oranları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozit tozlarının MA ile üretilmesinde; yüksek enerjili bilyalı değirmen kullanılmıştır. Ti tozuna ağ. %5 ve %10 $Al_2O_3$ takviye edilerek kompozit tozları hazırlanmıştır. MA sırasında soğuk kaynaklanma-kırılma mekanizmasını dengelemesi, öğütme işlemi sırasında tozların öğütme kabı içerisine sıvanmasını ve topaklanmasını engelleyen PKA da farklı tür ve oranlarda tozların içerisine katılmıştır. Hazırlanan tüm toz karışımları Ar gazı ile inert atmosferin oluşturulduğu Mattek marka kapalı ortam kutusu içerisinde öğütme kaplarının içerisine alınmıştır. Numune kodları (ABC) oluşturulurken, A kompozit bileşiminde bulunan ağ. % $Al_2O_3$ miktarını, B kullanılan PKA'nın türünü (S: SA, P: PVA ve E: etil alkol) ve C ise kullanılan

PKA'nın ağ %'sini ifade etmektedir. PKA olarak etil alkolün kullanıldığı durumlarda etil alkol miktarı 20 ml olarak kullanılmış olup, kodlamada kullanılan hacime yönelik ayrıca bir ifade kullanılmamıştır. Ultrasonik yardımlı olarak üretilen numunelerde ise A'dan sonra U harfi eklenerek kodlama yapılmıştır. Hazırlanan tozlara ait numune kodları, toz bileşimleri, kullanılan PKA'lar Tablo 2.1'de sunulmuştur.

**Tablo 2.1** $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozit tozlarının bileşimi ve bileşimlere ait numune kodları.

| Numune Kodu | $Al_2O_3$ (Ağ. %) | Ti (Ağ. %) | PKA | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | SA (Ağ. %) | PVA (Ağ. %) | Etil Alkol (20 ml) |
| **Ti** | - | 100 | - | - | - |
| **5S1** | 5 | 95 | 1 | - | - |
| **10S1** | 10 | 90 | 1 | - | - |
| **5S3** | 5 | 95 | 3 | - | - |
| **10S3** | 10 | 90 | 3 | - | - |
| **5E** | 5 | 95 | - | - | + |
| **10E** | 10 | 90 | - | - | + |
| **5UE** | 5 | 95 | - | - | + |
| **10UE** | 10 | 90 | - | - | + |
| **5P1** | 5 | 95 | - | 1 | - |
| **10P1** | 10 | 90 | - | 1 | - |
| **5P3** | 5 | 95 | - | 3 | - |
| **10P3** | 10 | 90 | - | 3 | - |

Çalışmada üç farklı üretim yöntemi kullanılmıştır. PKA olarak SA ve PVA'nın kullanıldığı ilk yönteme ait üretim şeması Şekil 2.1'de verilmiştir. $Al_2O_3$ ve Ti tozları toplam 10 g olacak şekilde tartılmış ve daha sonra ilgili oranda PKA toz karışımına eklenmiştir. Tartımı yapılan kompozit tozları önce Şekil 2.2'de gösterilen toz karıştırıcı (Teknosem marka TR4 model) yardımıyla 22 rpm'de 2 saat boyunca ön karıştırma işlemine tabi tutulmuştur.

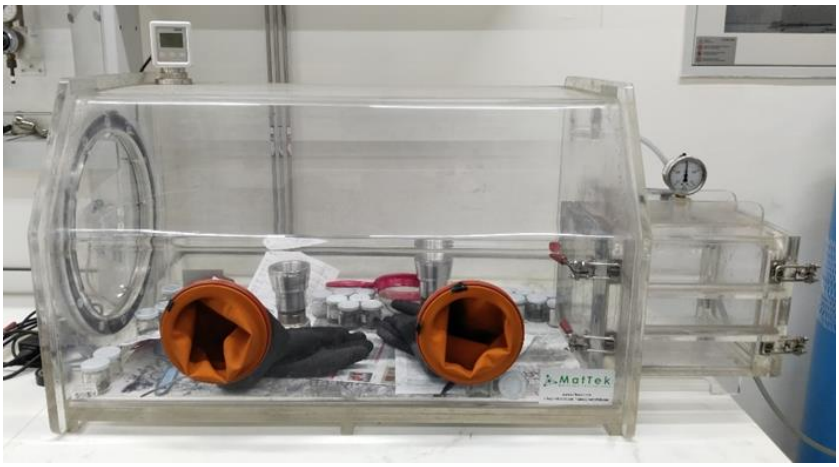



**Şekil 2.1** SA ve PVA ile hazırlanan kompozitlere ait üretim şeması.



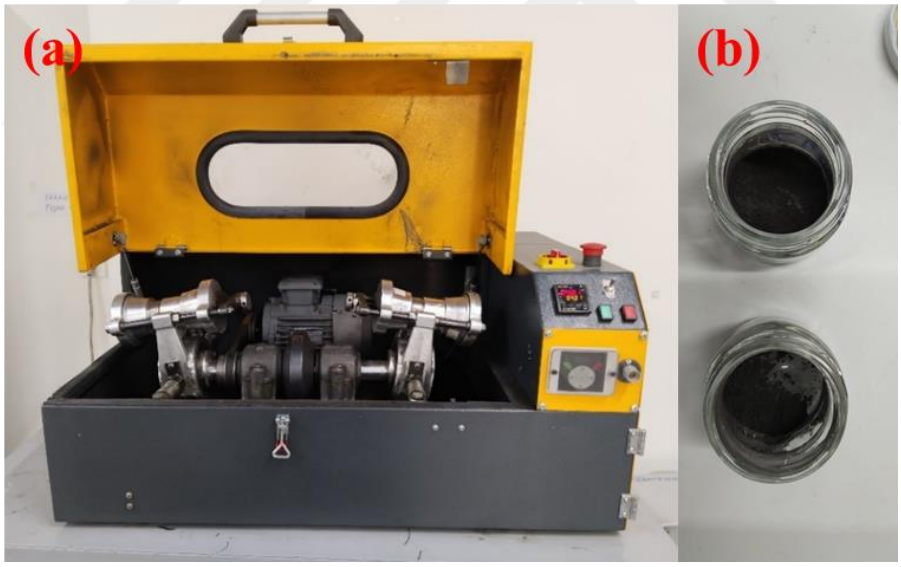
**Şekil 2.2** Teknosem TR4 toz karıştırıcı cihaz görünümü.

Karıştırılmış olan tozlar Ar atmosferinde Mattek marka kapalı ortam kutusu (Şekil 2.3) içerisinde 100 ml hacme sahip paslanmaz çelik öğütücü kaplarının içerisine alınmıştır. Bilya:toz oranı 7:1 olarak uygulanmıştır. Kullanılan bilyalar paslanmaz çelik olup 5 mm çapındadırlar. Öğütücü kapların içerisine tozların ve bilyaların konulması ile birlikte kap kapalı ortam kutusunda kapatılmıştır.



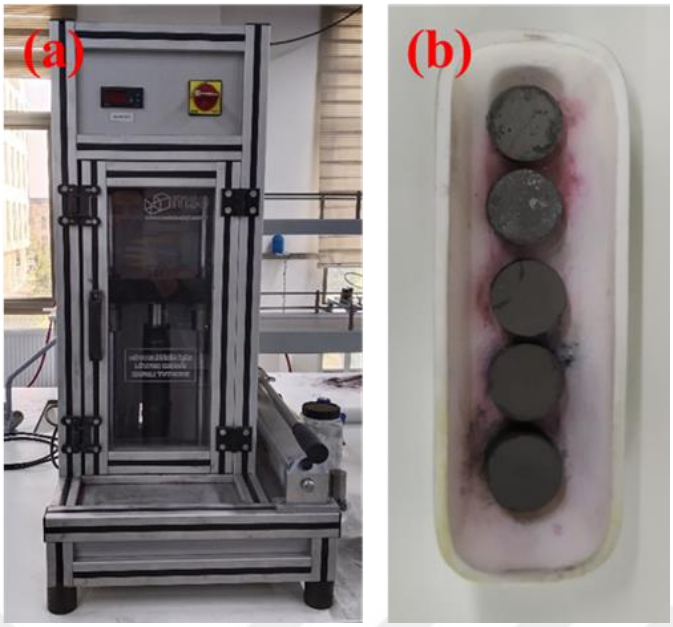

**Şekil 2.3** Üretimde kullanılan Mattek marka kapalı ortam kutusu.

Hazırlanan kaplar Varsan marka speks tipi yüksek enerjili bilyalı değirmende 1200 rpm'de 5 saat boyunca MA işlemine tabi tutulmuştur. Speks tipi yüksek enerjili bilyalı değirmen Şekil 2.4(a)'da gösterilmiştir. MA işlemi sonrası kaplar, Ar atmosferinde kapalı ortam kutusu içerisinde açılmış ve cam kaplara alınmıştır (Şekil 2.4(b)).



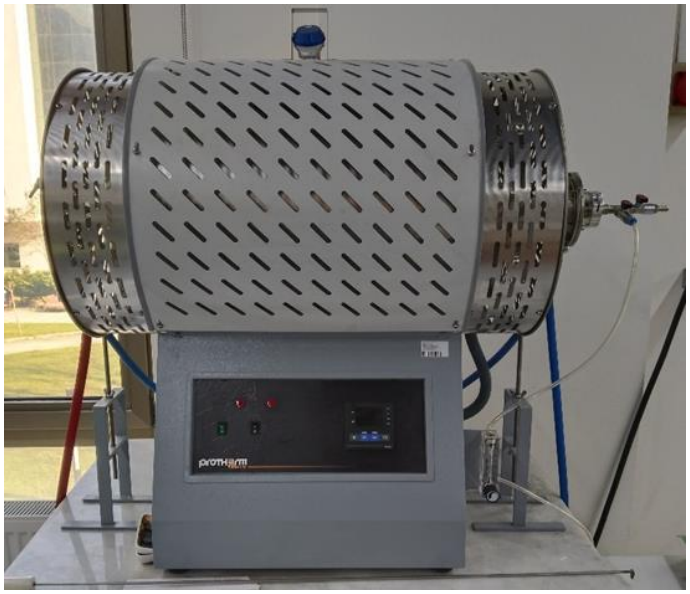

**Şekil 2.4** Varsan marka speks tipi yüksek enerjili bilyalı değirmenin görünümü ve (b) MA sonrası elde edilen tozların görünümü.

Hazırlanan tozlar 3'er g tartılarak manuel pres (MSE manuel pres, 10 ton) yardımıyla 450 MPa yük ile preslenmiş ve 16 mm çapında peletler haline getirilmiştir. Çalışmalarımızda kullanılan manuel pres ve sinterleme öncesi peletlenmiş numuneler Şekil 2.5'te verilmiştir.



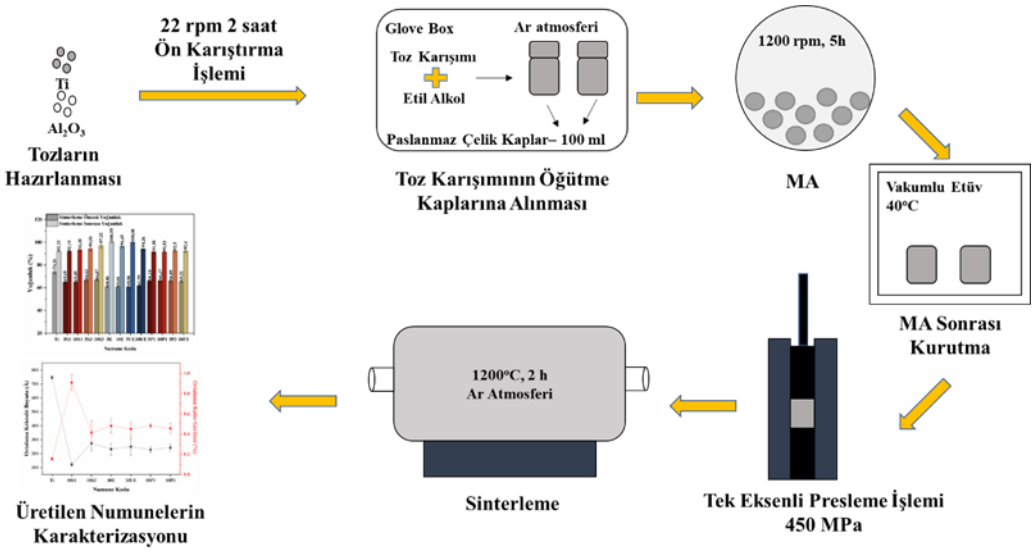

**Şekil 2.5** Çalışmada kullanılan (a) MSE marka manuel pres ve (b) presleme sonrası numunelerin görünümü.

Peletlenen tozlar Şekil 2.6'da gösterilmiş olan atmosfer kontrollü tüp fırın (Protherm PTF15-50-250) ile 1200 °C'de 2 saat boyunca Ar atmosferinde sinterlenmiştir. Isıtma ve soğutma hızı 5 °C/dk. olarak uygulanmıştır. Sinterleme sonrası üretilen numunelere karakterizasyon işlemleri uygulanmıştır.



**Şekil 2.6** Protherm PTF15-50-250 marka atmosfer kontrollü tüp fırın.

Çalışmada kullanılan ikinci üretim yöntemi, PKA olarak etil alkolün kullanıldığı kompozit tozlarında kullanılmış olup yönteme ait üretim şeması Şekil 2.7'de gösterilmiştir.



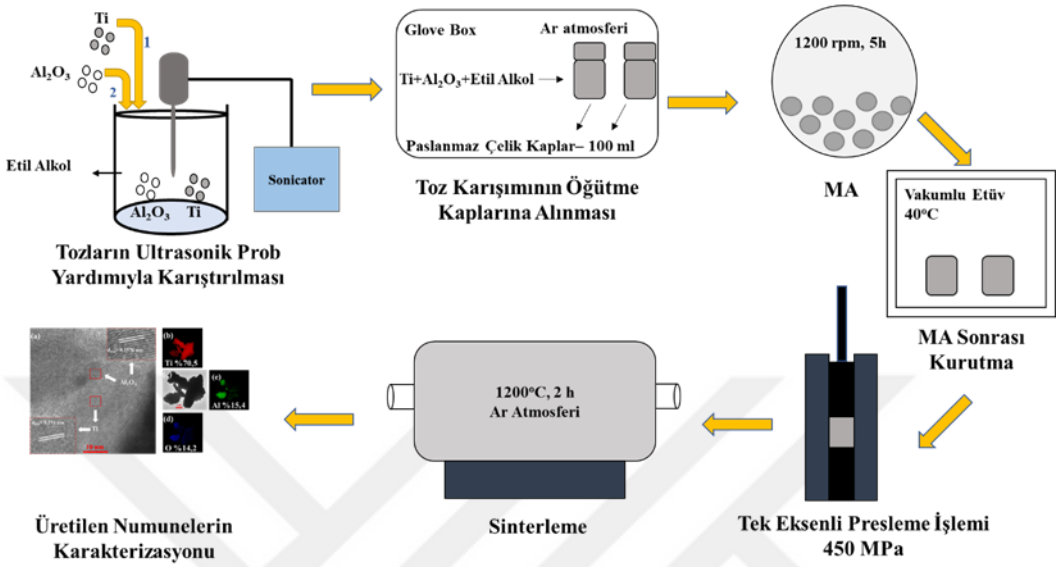

**Şekil 2.7** Etil alkol ile hazırlanan kompozitlere ait üretim şeması.

Bu yöntemde Ti ve $Al_2O_3$ tozları bileşimlerine göre toplam 10 g olacak şekilde tartılmıştır. Tartımları yapılan tozlar toz karıştırıcı içerisinde 22 rpm'de 2 saat boyunca karıştırıldıktan sonra Ar atmosferindeki kapalı ortam kutusuna alınmıştır. Karıştırılan kompozit tozları, bilyalar (bilya:toz oranı 7:1) ve PKA olarak 20 ml etil alkol her bir öğütücü kaba konulmuş ve kaplar kapatılmıştır. Hazırlanan toz karışımı speks tipi yüksek enerjili bilyalı değirmen ile 1200 rpm'de 5 saat boyunca MA işlemine tabi tutulmuştur. MA işlemi sonrası kaplar açılmış ve vakumlu etüv (Binder marka VD53 Model, Şekil 2.8(a)) içerisinde vakum atmosferi altında 40 °C'de gece boyunca kurutulmuştur. Presleme ve sinterleme işlemi tüm çalışmada aynı parametrelerle uygulanmıştır.




**Şekil 2.8** Çalışmada kullanılan (a) Binder VD53 model vakumlu etüv ve (b)Bandelin marka UW3200 model homojenizatör.

Çalışmada kullanılan üçüncü ve son yöntem Şekil 2.9'da gösterilmiştir. Üçüncü yöntemde de PKA olarak etil alkol kullanılmıştır. İkinci yöntemden farklı olarak başlangıç tozları ultrasonik prob (Şekil 2.8(b), Bandelin UW3200) yardımıyla etil alkolün içerisinde dağıtıldıktan sonra MA işlemi uygulanmıştır.




**Şekil 2.9** Ultrasonik yardımlı etil alkol ile hazırlanan kompozitlere ait üretim şeması.

Toplam 10 g olacak şekilde uygun bileşimde tartımı yapılan Ti ve $Al_2O_3$ tozlarından ilk olarak Ti tozu 20 ml etil alkolün içerisine alınır ve ultrasonik prob yardımıyla etil alkol içerisinde 30 dk. boyunca 50 W güç 1 saniyelik atımlarla dağıtılır. Elde edilen Ti-etil alkol karışımına $Al_2O_3$ tozu eklenir ve aynı parametrelerle 30 dk. boyunca ultrasonik prob yardımıyla karıştırma işlemi tekrarlanır. Hazırlanmış karışım, Ar atmosferindeki kapalı ortam kutusu içerisine alınır ve her bir öğütücü kaba bilyalar (bilya:toz oranı 7:1) ile birlikte hazırlanan karışım konulur. Speks tipi yüksek enerjili bilyalı değirmende 5 saat boyunca 1200 rpm'de MA işlemine tabi tutulduktan sonra kurutma işlemi 40 °C'de vakum atmosferinde vakumlu etüv içerisinde gece boyunca gerçekleştirilmiştir. Presleme ve sinterleme işlemi tüm çalışmada aynı parametrelerde yapılmıştır. Sinterleme işleminden sonra numuneler karakterizasyon testlerine tabi tutulmuştur.

### 2.2.2 $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ Takviyeli Titanyum Matrisli Hibrit Kompozitlerin Üretimi

$Al_2O_3$ ve $CeO_2$ takviyeli hibrit kompozitler, $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitlerin optimize edilmiş üretim koşulları kullanılarak üretilmiştir. Ti ve 5UE

numuneleri çalışmanın ilk kısmında hazırlanmış olup, tekrar üretim yapılmamıştır. Hazırlanan kompozit tozlarına ait numune kodları ve toz bileşimleri Tablo 2.2'de verilmiştir.

**Tablo 2.2** $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ takviyeli Ti matrisli hibrit kompozit tozlarının bileşimi ve bileşimlere ait numune kodları.

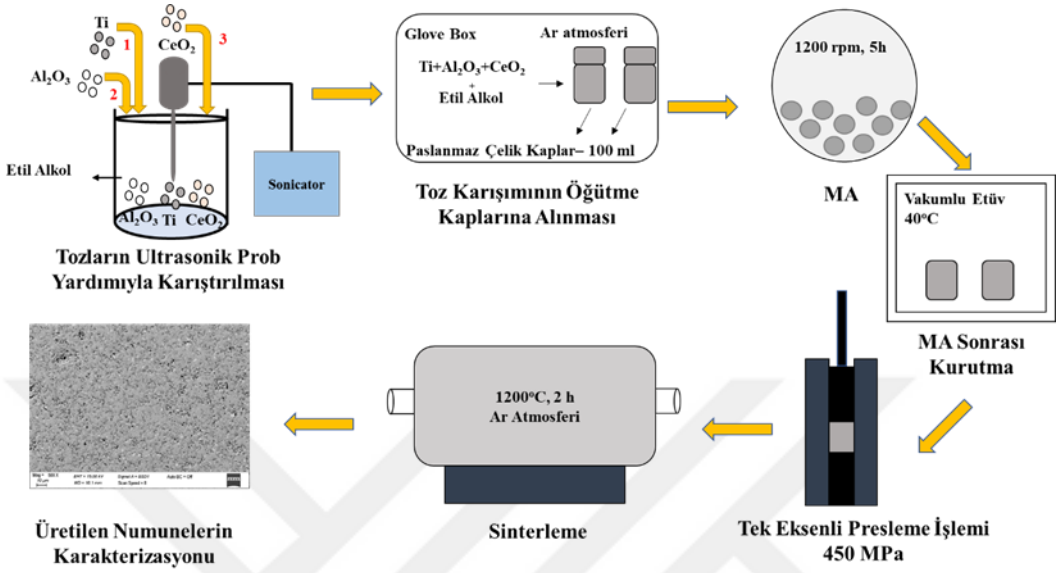
| Numune Kodu | $Al_2O_3$ (Ağ. %) | $CeO_2$ (Ağ. %) | Ti (Ağ. %) | PKA |
|---|---|---|---|---|
| **Ti** | - | - | 100 | Etil Alkol 20 ml |
| **5UE** | 5 | - | 95 | |
| **C1** | 5 | 1 | 94 | |
| **C2** | 5 | 2 | 93 | |
| **C3** | 5 | 3 | 92 | |

Çalışmada kullanılan üretim yöntemi Şekil 2.10'da verilmiştir. Ti, $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ tozları uygun bileşimde toplam 10 g olacak şekilde tartılmıştır. İlk olarak Ti tozu 20 ml etil alkolün içerisine eklenir ve ultrasonik prob yardımıyla 30 dk boyunca 50 W güç 1 saniyelik atımlarla karıştırılır. Elde edilen Ti-etil alkol karışımına sırasıyla $Al_2O_3$ tozu ve $CeO_2$ tozu eklenir ve her bir tozun eklenmesiyle birlikte aynı parametrelerle 30 dk daha ultrasonik prob yardımıyla karıştırılma işlemi tekrarlanır. Hazırlanan karışım, Ar atmoferindeki kapalı ortam kutusu içerisine alınır. Öğütücü kapların içerisine bilyalar (bilya:toz oranı 7:1) ile birlikte karışım ilave edilir ve kaplar kapatılır. Speks tipi yüksek enerjili bilyalı değirmende 5 saat boyunca 1200 rpm'de MA işlemine tabi tutulduktan sonra 40 °C'de vakum atmosferinde vakumlu etüv içerisinde gece boyunca kurutma işlemi gerçekleştirilir. Hazırlanan tozlar 3'er g tartılarak manuel pres yardımıyla 450 MPa yük ile preslenmiş ve pelet haline getirilmiştir. Peletlenen tozlar atmosfer kontrollü tüp fırın içerisinde 1200 °C'de 2 saat boyunca Ar atmosferinde sinterlenmiştir. Isıtma ve soğutma hızı 5 °C/dk olarak uygulanmıştır. Üretilen numunelere karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir.

### 2.2.3 Farklı Partikül Boyutlarına Sahip $Al_2O_3$ ile Takviye Edilmiş Titanyum Matrisli Kompozitlerin Üretimi

Tez çalışmasının üçüncü kısmında farklı partikül boyutlarına sahip (325 mesh ve 290 nm) $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Ti matrisli kompozitlerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Kompozitler, çalışmanın ilk kısmında bulmuş olduğumuz optimum üretim yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. PKA olarak 20 ml etil alkol

kullanılmıştır. Ti ve 5UE numuneleri çalışmanın ilk kısmında hazırlanmış olup, tekrar üretim gerçekleştirilmemiştir. Hazırlanan kompozit tozlarına ait numune kodları ve toz bileşimleri Tablo 2.3'te, kullanılan üretim yöntemi Şekil 2.11'de verilmiştir.



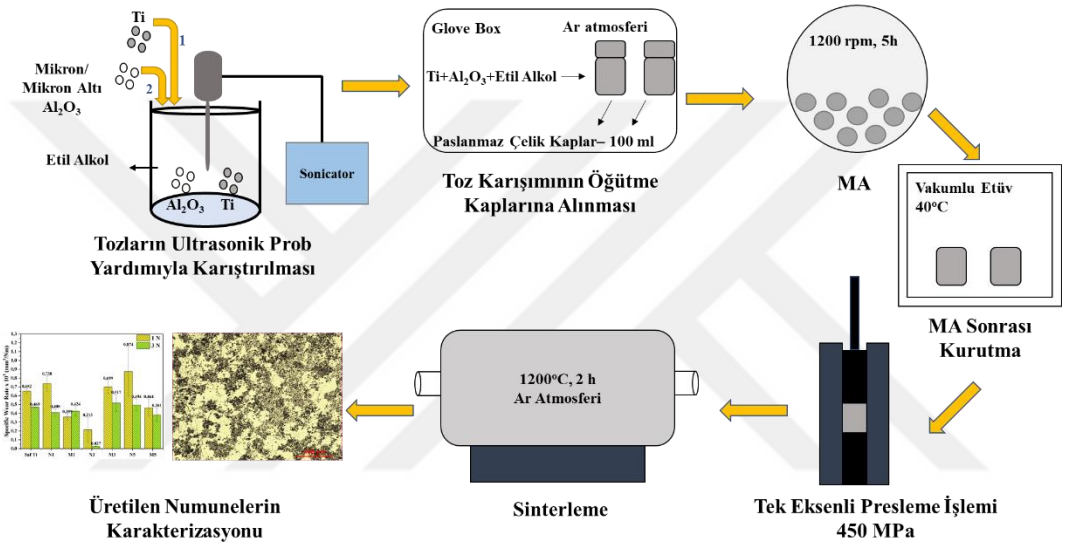

**Şekil 2.10** $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ takviyeli Ti matrisli hibrit kompozitlere ait üretim şeması.

**Tablo 2.3** Farklı tane boyutlarına sahip $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Ti matrisli kompozit tozlarının bileşimi ve bileşimlere ait numune kodları.

| Numune Kodu | Mikron Altı $Al_2O_3$ (Ağ. %) | Mikron-$Al_2O_3$ (Ağ. %) | Ti (Ağ. %) | PKA |
|---|---|---|---|---|
| **Ti** | - | - | 100 | Etil Alkol 20 ml |
| **N1** | 1 | - | 99 | |
| **N3** | 3 | - | 97 | |
| **N5** | 5 | - | 95 | |
| **M1** | - | 1 | 99 | |
| **M3** | - | 3 | 97 | |
| **5UE** | - | 5 | 95 | |

Ti ve bileşim oranına uygun miktarda mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ tozları toplam 10 g olacak şekilde tartılmıştır. İlk olarak Ti tozu 20 ml etil alkolün içerisine eklenmiş ve ultrasonik prob yardımıyla 30 dk. boyunca 50 W güç 1 saniyelik atımlarla karıştırılmıştır. Elde edilen Ti-etil alkol karışımına $Al_2O_3$ tozu eklenmiş ve aynı parametrelerle 30 dk. daha ultrasonik prob yardımıyla karıştırma işlemi tekrarlanmıştır. Hazırlanan karışım, Ar atmoferindeki kapalı ortam kutusu içerisine

alınır. Öğütücü kapların içerisine bilyalar (bilya:toz oranı 7:1) ile birlikte karışım ilave edilir ve kaplar kapatılır. Speks tipi yüksek enerjili bilyalı değirmende 5 saat boyunca 1200 rpm'de MA işlemine tabi tutulduktan sonra 40 °C'de vakum atmosferinde vakumlu etüv içerisinde gece boyunca kurutma işlemi gerçekleştirilir. Hazırlanan tozlar 3'er g tartılarak manuel pres yardımıyla 450 MPa yük ile preslenmiş ve pelet haline getirilmiştir. Peletlenen tozlar atmosfer kontrollü tüp fırın içerisinde 1200 °C'de 2 saat boyunca Ar atmosferinde sinterlenmiştir. Isıtma ve soğutma hızı 5 °C/dk. olarak uygulanmıştır. Üretilen numunelere karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir.



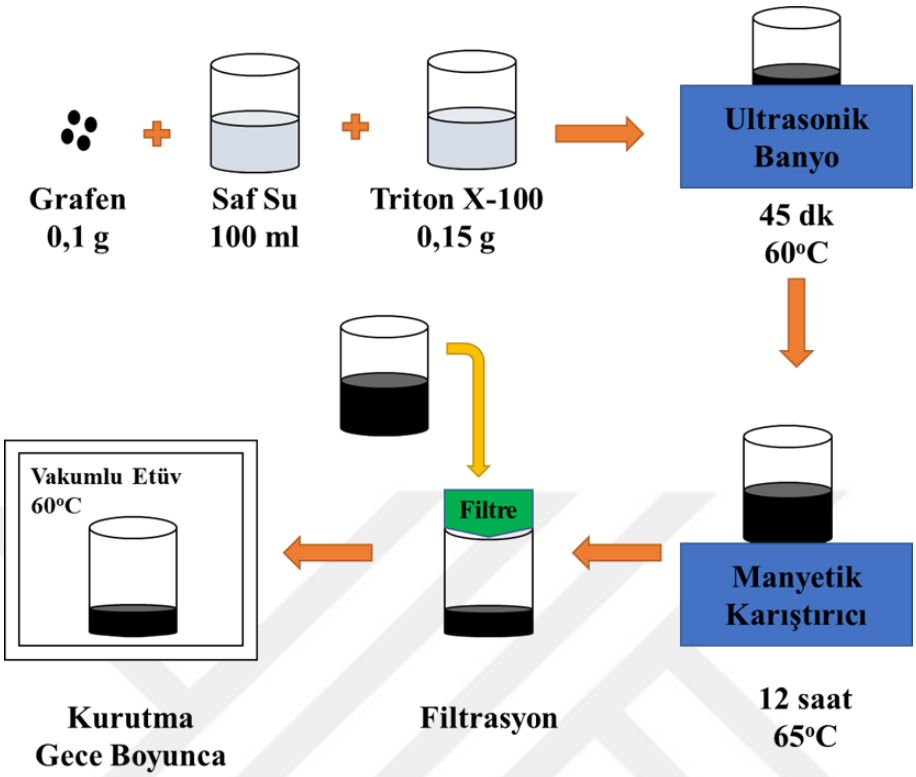

**Şekil 2.11** Farklı partikül boyutlarına sahip $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Ti matrisli kompozit numunelerine ait üretim şeması.

### 2.2.4 Grafenin Fonksiyonelleştirilmesi

Çalışmada kullanılacak olan grafen katkısı, daha iyi bir matris-ara yüzey etkileşimi için, fonksiyonelleştirme işlemine tabi tutulmuştur. Grafenin fonksiyonelleştirilmesine ait akış şeması Şekil 2.12'de verilmiştir.

Fonksiyonelleştirme işlemi için 0,1 g grafen ve 0,15 g Triton x-100 tartılarak beher içerisine alınmıştır. Beher içerisine 100 ml saf su eklenerek ultrasonik banyo yardımıyla 60 °C'de 45 dk. boyunca karıştırılmıştır. Elde edilen karışım manyetik karıştırıcı ile 12 saat boyunca 65 °C'de karıştırılmıştır. Bu işlemin ardından elde edilen karışım vakum pompası yardımıyla filtrasyon işlemine tabi tutulmuş ve filtre kağıdının üzerinde sadece fonksiyonelleştirilmiş grafen kalıncaya kadar bu işlem devam etmiştir. Elde edilen fonksiyonelleştirilmiş grafen vakumlu etüv içerisinde

60 °C'de gece boyunca kurutulmaya bırakılmıştır. Ticari grafen ve fonksiyonelleştirilmiş grafen karakterizasyon testlerine tabi tutulmuştur.




**Şekil 2.12** Ticari grafenin fonksiyonelleştirilmesine ait akım şeması.

### 2.2.5 Mikron Altı $Al_2O_3$ ve Fonksiyonelleştirilmiş Grafen Takviyeli Titanyum Matrisli Hibrit Kompozitlerin Üretimi

Daha önce yapmış olduğumuz çalışmalarla birlikte $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitlerin optimum üretim yöntemi bulunmuştur. $CeO_2$ ilavesi ile birlikte $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitlerin özelliklerinde değişimler incelenmiştir. Takviye elemanı olarak kullanılan $Al_2O_3$'ün farklı partikül boyutlarında Ti matrisli kompozitlere ilavesinin etkileri de irdelenmiştir. Bu çalışmalar sonucunda ağ. %3 mikron altı boyutta $Al_2O_3$ takviyesinin optimum takviye oranı olduğu tespit edilmiştir. Çalışmanın son kısmında ultrasonik yardımlı T/M yöntemi ile ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ ve ağ. %0,1, 0,3 ve 0,5 fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli Ti matrisli hibrit kompozitlerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan kompozit tozlarına ait numune kodları ve toz bileşimleri Tablo 2.4'te verilmiştir. Hibrit kompozitlere ait üretim şeması Şekil 2.13'te verilmiştir.

**Tablo 2.4** Fonksiyonelleştirilmiş grafen ve mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Ti matrisli hibrit kompozit tozlarının bileşimi ve bileşimlere ait numune kodları.

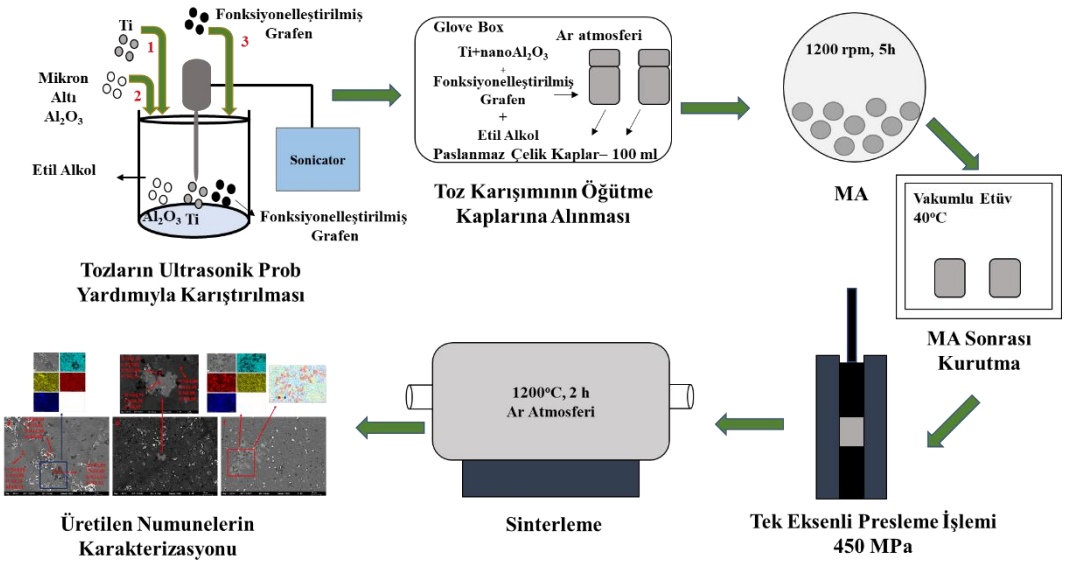
| Numune Kodu | Mikron Altı $Al_2O_3$ (Ağ. %) | Fonksiyonelleştirilmiş Grafen (Ağ. %) | Ti (Ağ. %) | PKA |
|---|---|---|---|---|
| **Ti** | - | - | 100 | Etil Alkol 20 ml |
| **N3** | 3 | - | 97 | |
| **FG1** | | 0,1 | 96,9 | |
| **FG3** | | 0,3 | 96,7 | |
| **FG5** | | 0,5 | 96,5 | |

Ti ve bileşim oranına uygun miktarda mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen tozları toplam 10 g olacak şekilde tartılmıştır. İlk olarak Ti tozu 20 ml etil alkolün içerisine eklenir ve ultrasonik prob yardımıyla 30 dk. boyunca 50 W güç 1 saniyelik atımlarla karıştırılır. Elde edilen Ti-etil alkol karışımına mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen tozu eklenir ve aynı parametrelerle 30 dk. daha ultrasonik prob yardımıyla karıştırılma işlemi tekrarlanır. Hazırlanan karışım, Ar atmoferindeki kapalı ortam kutusu içerisine alınır. Öğütücü kapların içerisine bilyalar (bilya:toz oranı 7:1) ile birlikte karışım ilave edilir ve kaplar kapatılır. Speks tipi yüksek enerjili bilyalı değirmende 5 saat boyunca 1200 rpm'de MA işlemine tabi tutulduktan sonra 40 °C'de vakum atmosferinde vakumlu etüv içerisinde gece boyunca kurutma işlemi gerçekleştirilir. Hazırlanan tozlar 3'er g tartılarak manuel pres yardımıyla 450 MPa yük ile preslenmiş ve pelet haline getirilmiştir. Peletlenen tozlar atmosfer kontrollü tüp fırın içerisinde 1200 °C'de 2 saat boyunca Ar atmosferinde sinterlenmiştir. Isıtma ve soğutma hızı 5 °C/dk olarak uygulanmış elde edilen numunelere karakterizasyon işlemleri uygulanmıştır.

## 2.3 Karakterizasyon Çalışmaları

### 2.3.1 X Işını Floresans (XRF) Spektroskopisi Analizi

Ti, mikron-$Al_2O_3$, mikron altı $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ başlangıç tozlarının elemental analizi Rigaku marka Supermini 200 model XRF spektroskopi cihazı (Şekil 2.14) ile Helyum atmosferi altında yarı-kantitatif olarak gerçekleştirilmiştir.




**Şekil 2.13** Fonksiyonelleştirilmiş grafen ve mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Ti matrisli hibrit kompozitlere ait üretim şeması.




**Şekil 2.14** Rigaku Supermini 200 model XRF spektroskopisi cihazı.

### 2.3.2 Toz Partikül Boyut Ölçümü

Ti ve mikron $Al_2O_3$ başlangıç tozlarına ve MA işlemi sonrası elde edilen tüm kompozit tozlarının partikül boyutu analizleri, dispersiyon ortamı olarak su kullanılarak Malvern Mastersizer Hydro 2000MU (Şekil 2.15(a)) cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Mikron altı $Al_2O_3$, $CeO_2$, grafen ve fonksiyonelleştirilmiş grafen tozlarının partikül boyutu analizleri, dispersiyon ortamı olarak su kullanılarak Malvern Nano ZS zeta potansiyel ölçüm cihazı (Şekil 2.15 (b)) ile yapılmıştır.




**Şekil 2.15** Partikül boyut ölçümü yapılan cihazlar (a) Malvern Mastersizer Hydro 2000MU ve (b) Malvern Nano ZS.

### 2.3.3 MA Sonrası Toz Verimi Ölçümleri

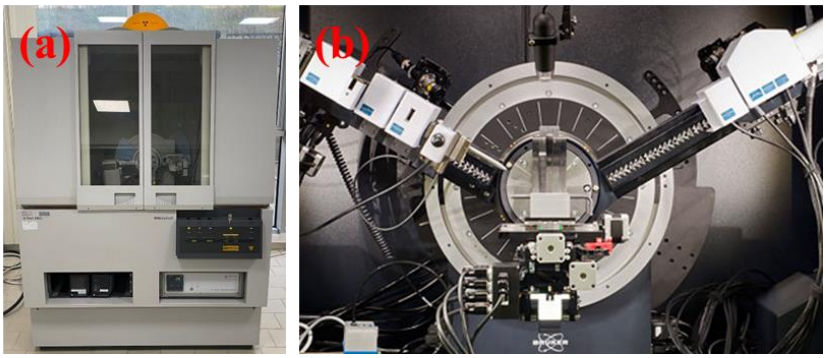
Çalışmanın ilk kısmında $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitler için uygun üretim yönteminin belirlenmesi için farklı üretim prosesleri ve PKA'lar kullanılmış olup, MA sonrası toz verimi aşağıdaki denklem (2.1) kullanılarak hesaplanmıştır:

$$\boldsymbol{Toz\ verimi} = \left(\frac{MA\ sonrası\ elde\ edilen\ toz\ miktarı}{Başlangıç\ tozlarının\ miktarı}\right) \times 100 \qquad (2.1)$$

PKA olarak etil alkolün kullanıldığı durumlarda, MA sonrası elde edilen toz miktarı vakum altında kurutma işlemi sonrası tespit edilmiştir.

### 2.3.4 X Işınları Difraksiyon (XRD) Analizleri

Başlangıç tozları olan Ti, mikron ve mikron altı $Al_2O_3$, $CeO_2$, grafen, fonksiyonelleştirilmiş grafen ve MA işlemi sonucunda elde edilen kompozit tozlarına Malvern PANalytical X'Pert PRO cihazı (Şekil 2.16(a), CuKα=1,54059 Å, 35 kV, 40 mA, 2θ=10°–90, tarama hızı 3°/dk) ile XRD analizleri gerçekleştirilmiştir. Üretilen kompozit numunelerine ise Bruker D8 Discover (Şekil 2.16(b), CuKα=1,54059 Å, 35 kV, 40 mA, 2θ=10°–90, tarama hızı 3°/dk) cihazı ile XRD analizleri uygulanmıştır.




**Şekil 2.16** XRD analizlerinde kullanılan cihazlar (a) Malvern PANalytical X'Pert PRO ve (b) Bruker D8 Discover.

Elde edilen XRD analiz sonuçları kullanılarak Ti'nin ortalama kristalit boyutu ve ortalama kafes gerilimi değerleri PANalytical XPert High-Score Plus yazılımı kullanılarak tespit edilmiştir. Lorentzian kuralı ve Williamson-Hall yöntemine uygun olarak numunelerin kristalit boyutu XRD piklerinin genişlemesi analiz edilerek bulunmuştur. Williamson-Hall denklemi (2.2) aşağıdaki gibidir:

$$\beta_{hkl} \cos\theta_{hkl} = (\frac{k\lambda}{D}) + 4\varepsilon \sin\theta_{hkl} \quad (2.2)$$

Denklemde k bir sabittir, $\beta_{hkl}$ kırınım pikinin cihaz tarafından düzeltilmiş tam genişlik yarı maksimumunu (FWHM) temsil eder. D kristalit boyutunu (nm), λ gelen CuKα X ışını dalga boyunu ve ε kafesteki gerilmeyi tanımlamaktadır.

### 2.3.5 Raman Spektroskopisi Analizleri

Ticari grafen ve fonksiyonelleştirilmiş grafenin Raman spektroskopisi analizleri Renishaw InVia marka cihaz ile lazer dalga boyu 532 nm, lazer gücü %10 ve tarama süresi 30 s olacak şekilde gerçekleştirilmiştir (Şekil 2.17).




**Şekil 2.17** Raman analizlerinde kullanılan Renishaw InVia marka cihaz.

### 2.3.6 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizleri

Başlangıç tozları Ti, mikron ve mikron altı $Al_2O_3$, $CeO_2$, grafen ve fonksiyonelleştirilmiş grafen ile üretilen Ti, 5UE, C1, N3, FG1, FG3 ve FG5 kodlu numunelerin SEM analizleri Carl Zeiss/Gemini 300 marka SEM cihazı (Şekil 2.18) ile gerçekleştirilmiştir. Numunelere ait elemental analiz ve haritalama işlemleri SEM cihazına entegre Bruker/X Flash 6I100 enerji dağılım spektroskopi (EDS) ile gerçekleştirilmiştir.



**Şekil 2.18** Carl Zeiss/Gemini 300 marka SEM cihazı.

### 2.3.7 Yüksek Çözünürlüklü Geçirimli Elektron Mikroskobu (HR-TEM) Analizleri

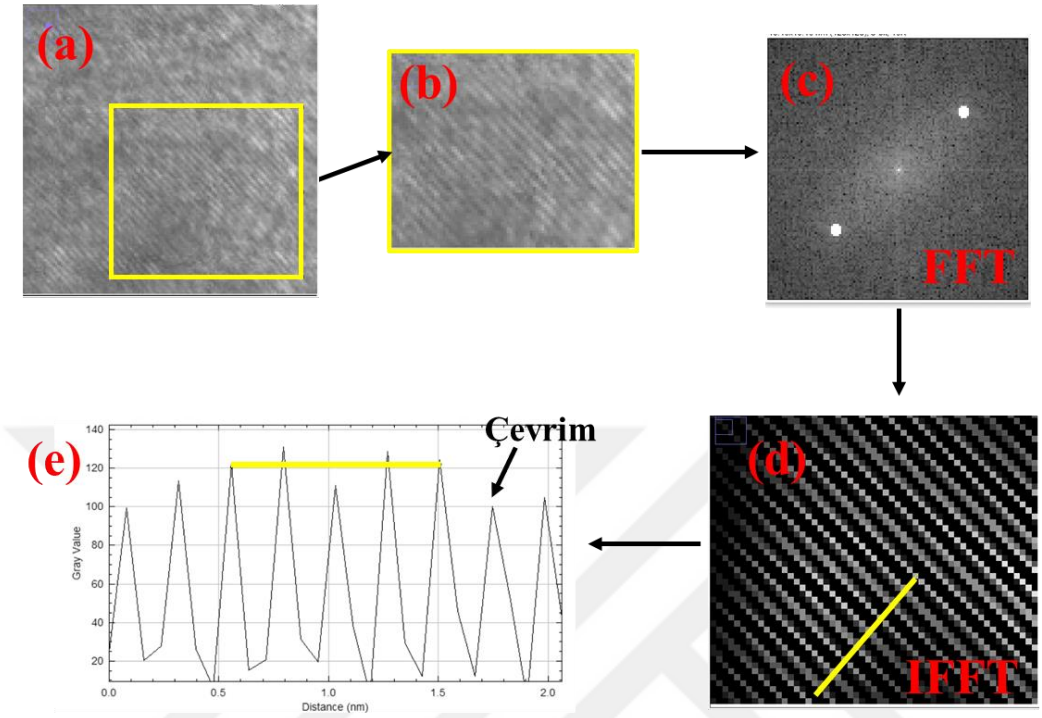
MA ile üretmiş olduğumuz 5UE, C1 ve N3 kodlu kompozitler, fonksiyonelleştirilmiş grafen ve çalışma boyunca kullanmış olduğumuz Ti tozlarına FEI Talos F200S-200 kV marka (Şekil 2.19) HR-TEM cihazı ile analizler gerçekleştirilmiştir.




**Şekil 2.19** FEI Talos F200S-200 kV marka HR-TEM cihazı.

HR-TEM görüntüleri kullanılarak Ti, 5UE, N3 ve fonksiyonelleştirilmiş grafen tozlarına ait düzlemler arası mesafe hesaplanmıştır. Hesaplama için ImageJ (Wisconsin Üniversitesi, ABD) adlı yazılım kullanılmıştır. İlk olarak HR-TEM ile çekilen görüntüden (Şekil 2.20(a)) analizin yapılacağı bölge (Şekil 2.20(b)) belirlenmiştir. Belirlenen bölgeden hızlı Fourier dönüşümü (FFT) görüntüleri (Şekil 2.20(c)) elde edilmiş, belirgin kırınım noktaları seçilmiş ve bu noktalar

kullanılarak ters Fourier dönüşümü (IFFT) görüntüsü (Şekil 2.20(d)) oluşturulmuştur. IFFT görüntüsündeki çizgilere dik bir çizgi çizilmiş ve çevrim sayısı grafiğinden düzlemler arası mesafe tespit edilmiştir [95].




**Şekil 2.20** Fonksiyonelleştirilmiş grafene ait düzlemler arası mesafe hesabının şematik gösterimi (a) HR-TEM görüntüleri, (b) analizin gerçekleştirileceği bölgenin seçimi, (c) analizin gerçekleştirileceği bölgeden elde edilen FFT görüntüsü, (d) FFT görüntüsünden elde edilen IFFT görüntüsü ve (e) IFFT görüntüsünde çizilen çizgi boyunca mesafe-çevrim sayısı grafiği.

### 2.3.8 Hacimsel Değişim Ölçümleri

Çalışma kapsamında üretilen tüm numunelere, presleme işleminden sonra ve sinterleme işlemi ardından dijital kumpas yardımıyla çap ve kalınlık ölçümü gerçekleştirilmiştir. Presleme sonrası elde edilen değerler kullanılarak sinterleme öncesi hacim, sinterleme işlemi ardından elde edilen veriler kullanılarak sinterleme sonrası hacim verileri elde edilmiştir. Her bir numune için oluşan farklar hesaplanarak %hacimsel değişim değerleri bulunmuştur.

### 2.3.9 Yoğunluk Ölçümleri

MA işlemi sonrası elde edilen tozların preslenmesi ile birlikte pelet haline getirilen numunelerin sinterleme öncesi ve sonrası boyutsal ölçümleri dijital kumpas yardımıyla yapılmıştır. Sinterleme öncesi yoğunluğun belirlenmesi amacıyla peletlerin ağırlıkları Ohaus marka hassas terazi (Şekil 2.21) yardımıyla ölçülmüştür.

Sinterleme sonrası numunelerin yoğunlukları ise Arşimet yoğunluk ölçüm kiti (Şekil 2.21) ile belirlenmiştir. Bu yöntemde sinterlenmiş numunelerin havada ve etil alkol içerisinde ağırlıkları ölçülmüştür. Bu işlem her bir numune için iki kez tekrarlanmıştır. Elde edilen veriler ışığında (2.3) eşitliği kullanılarak her bir numuneye ait Arşimet yoğunluk değeri tespit edilmiştir.

$$d_{Arş} = \left(\frac{Havadaki\ ölç.ağ.}{Havadaki\ ölç.ağ. - Alkoldeki\ ölç.ağ.}\right) \times (d_\alpha - d_h) + d_h \qquad (2.3)$$

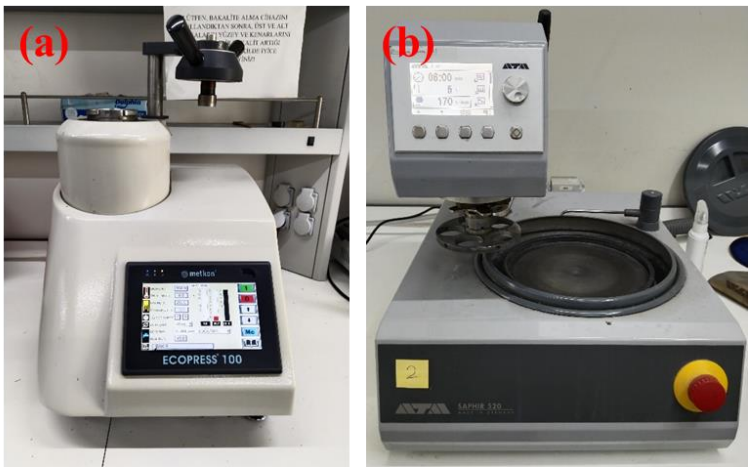
Kullanılan bu denklemde; "$d_{Arş}$" Arşimet yoğunluğunu, "$d_\alpha$" alkolün ilgili sıcaklıktaki yoğunluğunu, "$d_h$" ise havanın yoğunluğunu ifade etmektedir. Çalışmada kullandığımız yüzde yoğunluk ise bir malzemenin yoğunluğunun, teorik yoğunluğuna oranının 100 ile çarpımı sonucu elde edilmektedir.



**Şekil 2.21** Arşimet yoğunluk ölçüm kiti ve Ohaus marka hassas terazi.

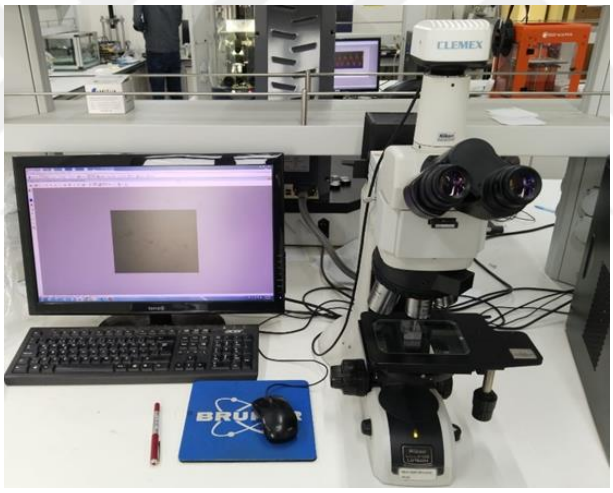
### 2.3.10 Optik Mikroskop (OM) Analizleri

Sinterleme sonrası elde edilen bulk numuneler, boyutları ve yoğunlukları ölçüldükten sonra mikroyapı analizi için metalografik işlemlere tabi tutulmuştur. Bulk numuneler öncelikle Metkon Ecopress100 marka bakalite alma cihazı (Şekil 2.22(a)) ile bakalite alınmıştır. Bakalite alınan numuneler daha sonrra ATM Saphir 520 marka zımparalama-parlatma cihazı (Şekil 2.22(b)) ile zımparalama (320/500/800/1200/2500 grid) ve parlatma (6 mikron ve 1 mikron elmas süspansiyon ile kolloidal silika süspansiyon kullanılarak) işlemlerine tabi tutulmuştur.




**Şekil 2.22** Metalografik işlemlerde kullanılan cihazlar (a) Metkon Ecopress100 marka bakalite alma cihazı ve (b) ATM Saphir 520 marka zımparalama ve parlatma cihazı.

Hazırlanan numunelerin görüntüleri Nikon-Eclipse LV 150N marka OM (Şekil 2.23) yardımıyla alınmıştır.



**Şekil 2.23** Nikon-Eclipse LV 150N marka OM.

### 2.3.11 Sertlik Ölçümleri

Sertlik ölçümü için metalografik işlemler sonucu hazırlanmış olan numunelerin Vickers sertlik ölçümleri Qness Q10M marka sertlik cihazı (Şekil 2.24) ile 136º elmas piramit uç kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümleri 1000 g yükün 10 s boyunca numune yüzeyine uygulanması ile elde edilmiştir. Her numune için toplam 10 adet sertlik ölçümü alınmış olup, bu değerlerin ortalaması alınarak numuneye ait sertlik değerleri elde edilmiştir.

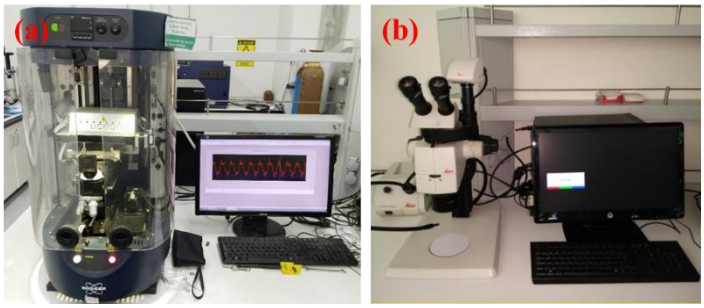



**Şekil 2.24** Qness Q10M marka Vickers sertlik cihazı.

### 2.3.12 Aşınma Testleri

Metalografik işlemler sonucunda parlatılmış ve aşınma testine hazır hale getirilmiş numunelerin kuru ortamda lineer bir şekilde ileri-geri (reciprocating) olacak şekilde aşınma testleri Bruker UMT2 marka aşınma cihazı (Şekil 2.25(a)) ile gerçekleştirilmiştir. Aşınma testlerinde ASTME52100 standartlarında 5 mm çapında çelik bilyalar ve 5 mm çapında WC bilyalar kullanılmıştır. Testlerde 1 N ve 3 N olmak üzere iki farklı yük kullanılmış, iz uzunluğu 5 mm, aşınma hızı 5 mm/s ve toplam mesafe olarak 50 m olacak şekilde aşınma testleri uygulanmıştır. Aşınma testi sonrası oluşan izler Leica M125 marka stereomikroskop (Şekil 2.25(b)) ile incelenmiştir. Özgül aşınma oranları (2.4) denklemi kullanılarak hesaplanmıştır [21].

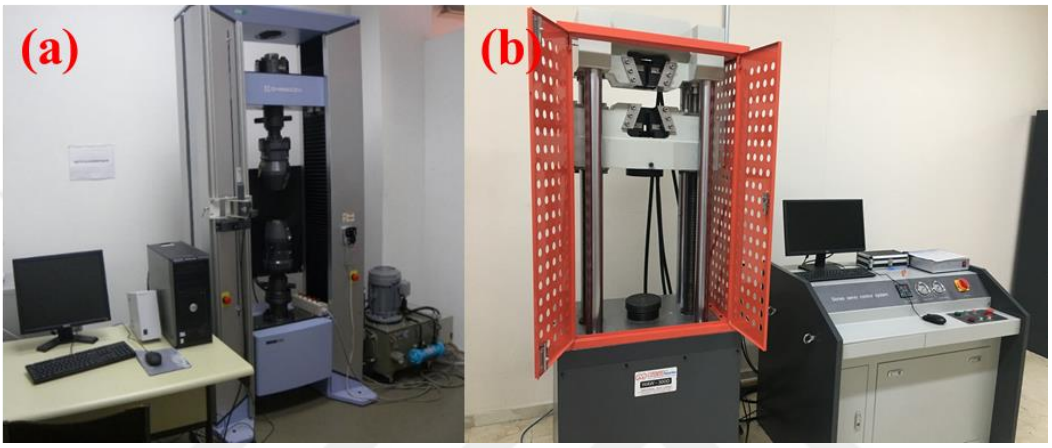
$$\text{Özgül Aşınma Oranı} = \frac{\textit{Alan kaybı x Aşınma iz uzunluğu}}{\textit{Uygulanan yük x Toplam mesafe}} \qquad (2.4)$$




**Şekil 2.25** Aşınma testlerinin gerçekleştirildiği Bruker UMT2 marka aşınma cihazı (a), aşınma testi sonrası oluşan izlerin incelendiği Leica M125 marka stereomikroskop.

### 2.3.13 Basma Dayanımı Testleri

Üretilen Ti, 5S3, 5E ve 5UE kodlu numunelere ait basma testleri Shimadzu$^{Tm}$ Ag-X Plus (250 kN, Şekil 2.26(a)) marka mekanik test cihazı ile 0,18 mm/dk. hız ile gerçekleştirilmiştir. C1, C2, C3, N1, M1, N3, M3, FG1, FG3 ve FG5 kodlu numunelere ise Bulut Makine WAW-300D mekanik test cihazı (300 kN, Şekil 26(b)) kullanılarak 0,18 mm/dk. hız ile basma testleri gerçekleştirilmiştir. Tüm testlerde 8 mm x 18 mm (çap x kalınlık) boyutlarında numuneler kullanılmıştır.



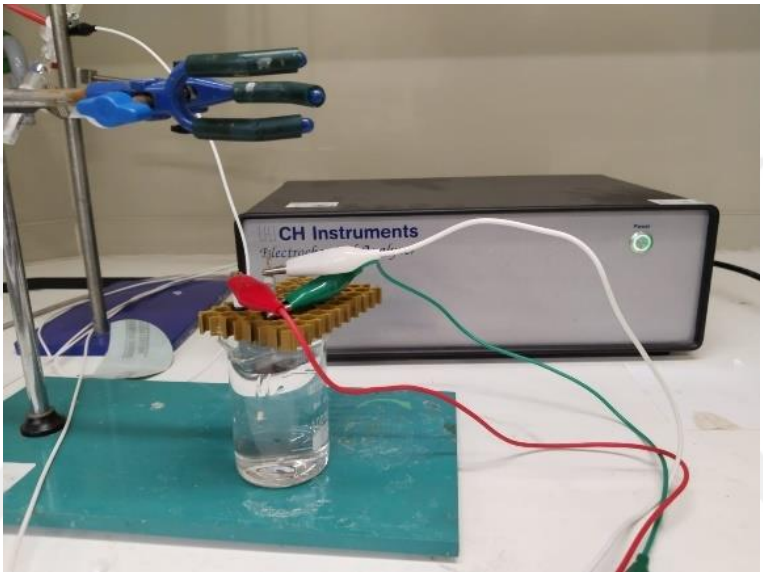

**Şekil 2.26** Basma testleri için kullanılan mekanik test cihazları (a) ShimadzuTm Ag-X Plus (250 kN) ve (b) Bulut makine WAW-300D.

### 2.3.14 Korozyon Testleri

Üretilen Ti, 5UE, C1, N3 ve FG1 numunelerine CHI Instruments marka CHI608E model potansiyostat kullanılarak oda sıcaklığında korozyon testleri gerçekleştirilmiştir. Üç elektrotlu hücre ile gerçekleştirilen testlerde, bakalit içerisine yerleştirilen bulk numunelerin arka tarafından bir matkap yardımıyla numuneye bir yol açılmış, iletken bir vida vasıtasıyla numunenin iletkenliği sağlanmıştır. Üç elektrotlu hücrede referans elektrot olarak Ag/AgCl, yardımcı elektrot olarak ise platin tel kullanılmıştır. Testler sırasında ağ. %3,5 NaCl içeren sulu çözelti kullanılmış, her numune için özel olarak test öncesinde hazırlanmıştır. Potansiyostat ve üç elektrotlu hücre Şekil 2.27'de verilmiştir.

Korozyon testleri için ilk olarak açık devre potansiyeli (OCP) en az 6 saat uygulama süresi olacak şekilde gerçekleştirilmiştir. Sistem için potansiyel dengesi sağlanmış ve ardından Tafel testlerine geçilmiştir. OCP sonucu elde edilen voltaj değerleri kullanılarak (elde edilen voltaj değeri +0,5 V ve -0,5 V olacak şekilde Tafel test aralığı belirlenmiştir) 1 mV/s tarama hızı ile tafel testleri uygulanmıştır. Taramalar

pozitif değerden negatif değere doğru uygulanmıştır. Tafel eğrileri elde edildikten sonra, korozyon testinin uygulandığı yüzey alanı, korozyon potansiyeli, valans elektronu, yoğunluk ve atomik kütle değerleri kullanılarak korozyon hızı hesabı yapılmıştır. Teste tabi tutulan numunelerin yüzey alanları her bir numune için dijital kumpas yardımıyla ölçülmüştür. Ti'nin atom kütlesi 47,867 atomik kütle birimi, valans elektron sayısı 4 olarak kullanılmıştır. Numunelerin yoğunluk değerleri, Ti için 4,16 g/cm$^3$, 5UE için 4,48 g/cm$^3$, C1 için 4,38 g/cm$^3$, N3 için 4,53 g/cm$^3$ ve FG1 için ise 4,58 g/cm$^3$ olarak alınmıştır.




**Şekil 2.27** CHI Instruments-CHI608E model potansiyostat ve üç elektrotlu hücre görünümü.

# 3
# BULGULAR VE TARTIŞMA

## 3.1 Başlangıç Tozlarının Karakterizasyonu

### 3.1.1 Başlangıç Tozlarına Ait XRF Analizi Sonuçları

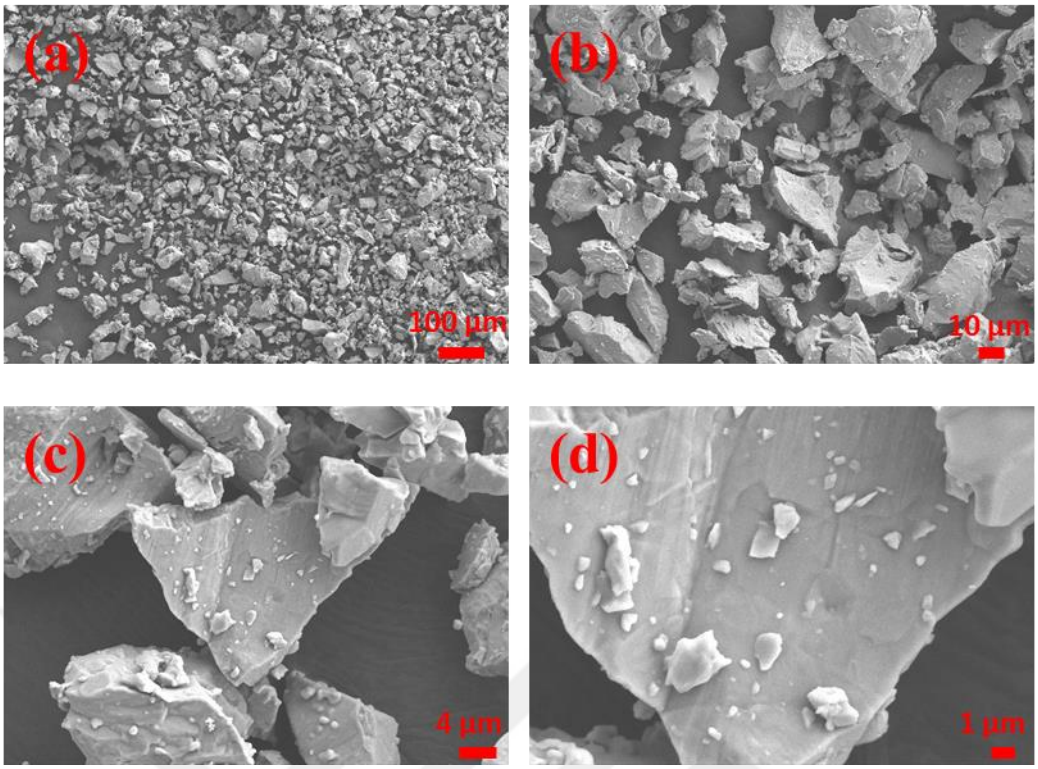
Çalışmada kullanılan Ti, $Al_2O_3$, mikron altı $Al_2O_3$, $CeO_2$ tozlarına ait XRF analizi sonuçları Tablo 3.1'de verilmiştir. Analiz sonuçlarına göre kullanmış olduğumuz tozların yüksek saflıkta olduğu tespit edilmiştir.

**Tablo 3.1** Başlangıç tozlarına ait XRF analizi sonuçları.

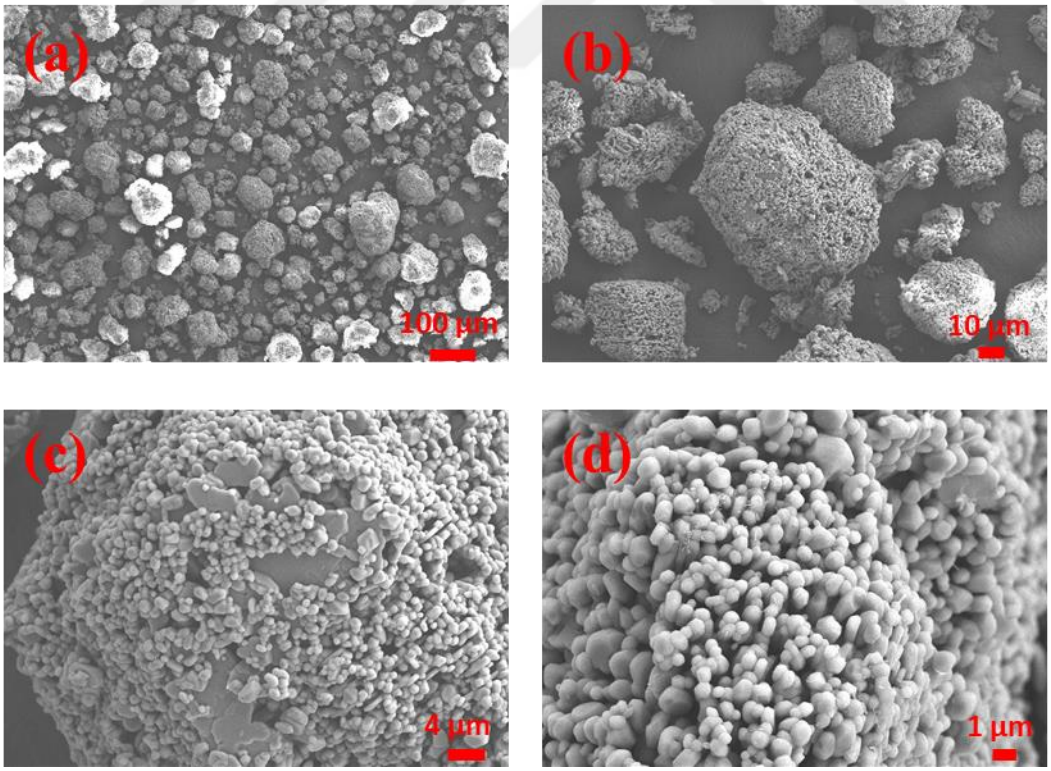
| Ağ. % | Al | Si | Cl | K | F | Fe | Ti | Ca | Ga | S | Ce |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Ti** | 0,029 | - | 0,03 | 0,06 | 0,19 | 0,07 | 99,80 | | - | - | - |
| **$Al_2O_3$** | 99,50 | 0,14 | 0,02 | 0,19 | 0,10 | - | - | | 0,05 | - | - |
| **Mikron Altı $Al_2O_3$** | 99,80 | - | - | - | - | 0,14 | - | 0,04 | - | - | - |
| **$CeO_2$** | - | - | 1,05 | 0,03 | - | - | - | | - | 0,01 | 98,90 |

### 3.1.2 Başlangıç Tozlarına Ait SEM Görüntüleme Sonuçları

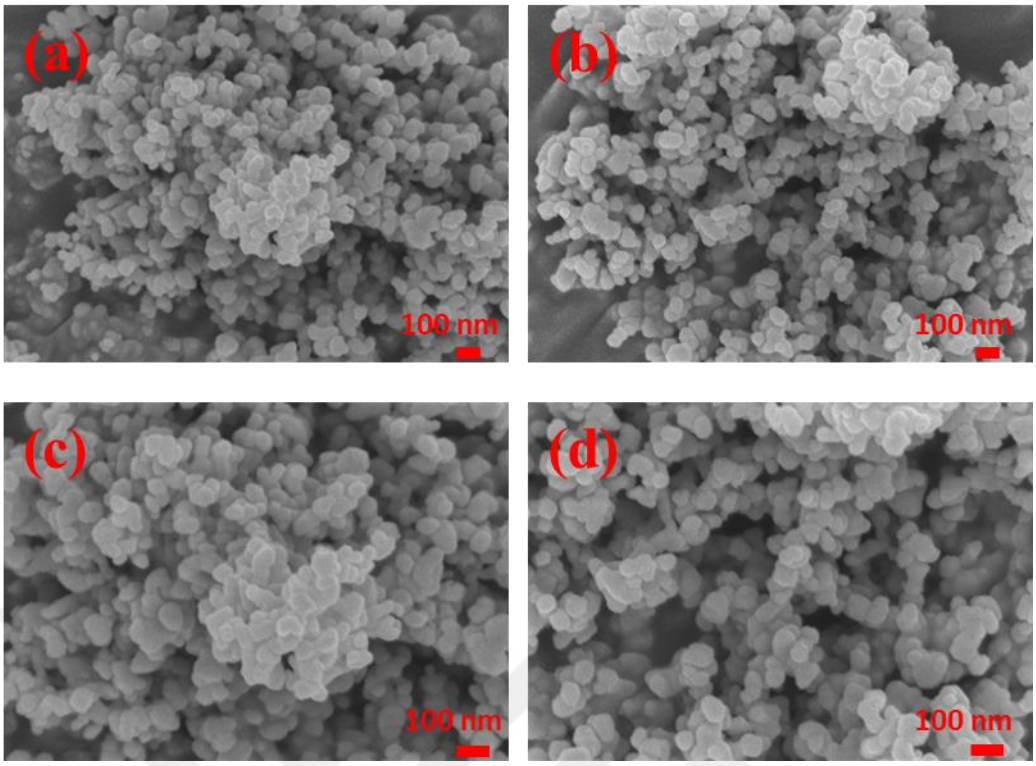
Çalışmada kullanılan Ti tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri Şekil 3.1'de, $Al_2O_3$ tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri Şekil 3.2'de, $CeO_2$ tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri Şekil 3.3'te, mikron altı $Al_2O_3$ tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri Şekil 3.4'te ve saf grafene ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri Şekil 3.5'te verilmiştir. $CeO_2$ ve mikron altı $Al_2O_3$ tozunun partikül boyutlarının diğer tozlardan çok daha küçük olduğu SEM görüntülerinden de görülmektedir.



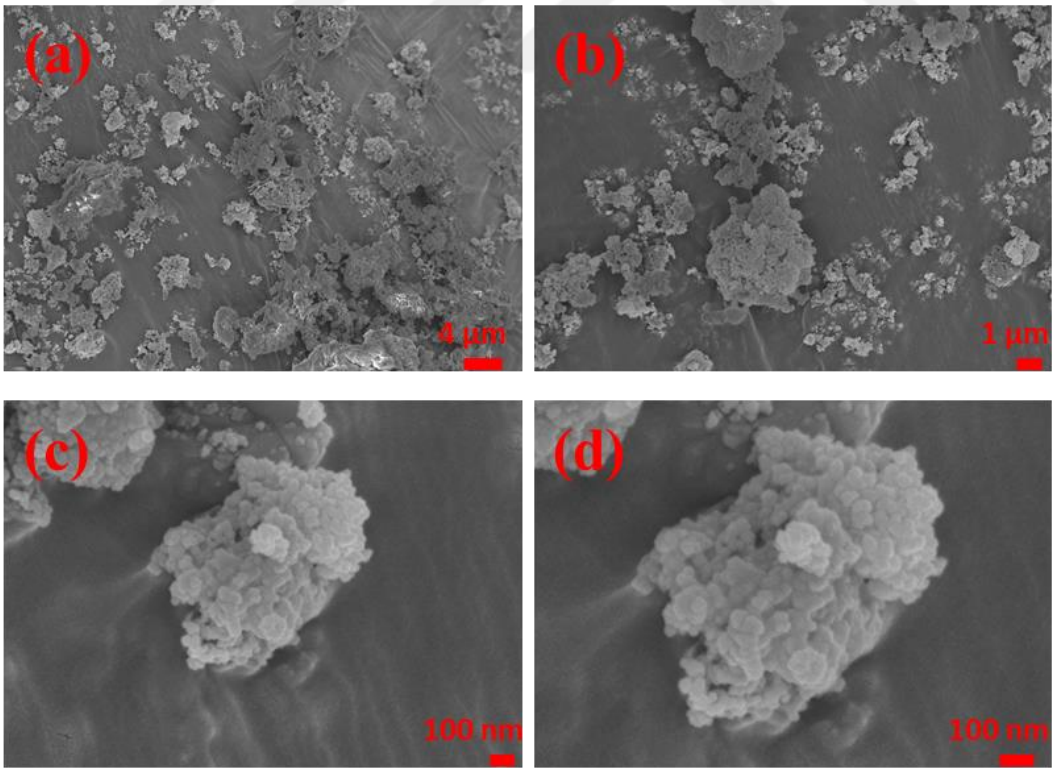

**Şekil 3.1** Ti tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) 100x, (b) 500x, (c)2000x ve (d) 5000x.



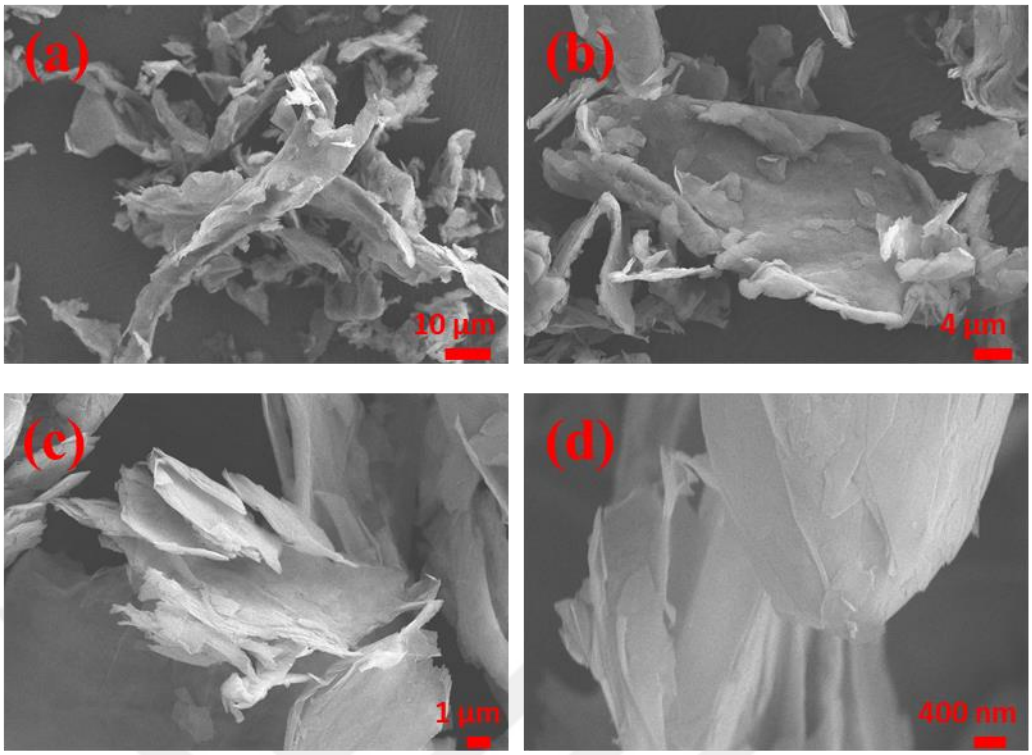

**Şekil 3.2** $Al_2O_3$ tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) 100x, (b) 500x, (c)2000x ve (d) 5000x.




**Şekil 3.3** $CeO_2$ tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a,b) 50000x ve (c ve d) 70000x.



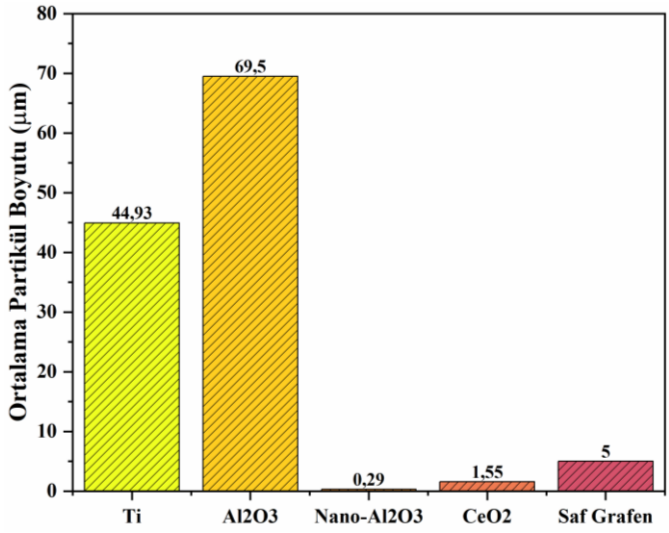

**Şekil 3.4** Mikron altı $Al_2O_3$ tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) 2000x, (b) 5000x, (c) 50000x ve (d) 70000x.




**Şekil 3.5** Saf grafene ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) 1000x, (b) 2000x, (c) 5000x ve (d) 17000x.

### 3.1.3 Başlangıç Tozlarının Ortalama Partikül Boyutu Analizi

Başlangıç tozlarına ait ortalama partikül boyutu analiz sonuçları Şekil 3.6'da paylaşılmıştır. Başlangıç tozlarımız içerisinde $Al_2O_3$ 69,5 µm ile en yüksek ortalama partikül boyutuna sahip iken, mikron altı $Al_2O_3$ 0,29 µm ile en düşük ortalama partikül boyutu değerine sahiptir.



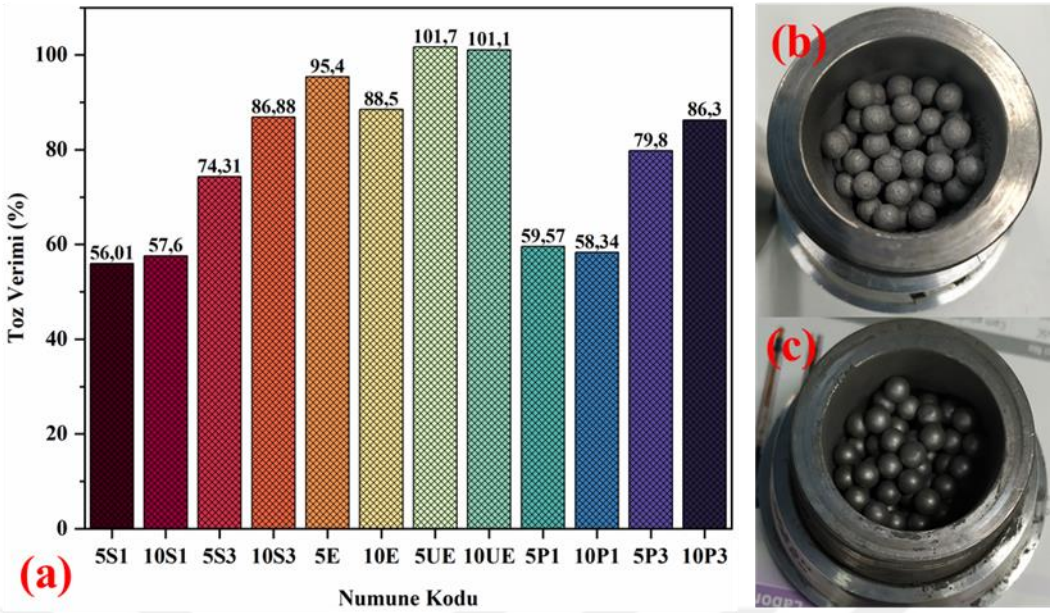

**Şekil 3.6** Başlangıç tozlarının ortalama partikül boyutu analiz sonuçları.

## 3.2 Farklı Proses Kontrol Ajanları ve Üretim Yöntemiyle Üretilen $Al_2O_3$ Takviyeli Titanyum Matrisli Kompozitlerin Analiz Sonuçları

### 3.2.1 Toz Verimi

MA sonrası tozların verimi ve MA işlemi sonrası 5S1 ve 5UE numunelerine ait öğütme kaplarının görünümü Şekil 3.7'de gösterilmiştir. PKA olarak etil alkolün kullanıldığı numunelerde tartım işlemi vakumlu etüv içerisinde 40 °C'de gece boyunca yapılan kurutma işlemi sonrası yapılmıştır. MA sonrası elde edilen toz verimi değerleri %56,01 ile %101,7 arasında değişmektedir. Çalışma kapsamında en yüksek toz verimi 5UE numunesinde, en düşük toz verimi ise 5S1 numunesinde bulunmuştur. Analiz sonuçlarına göre PKA olarak etil alkolün kullanılmasının, SA ve PVA'ya nazaran toz verimini arttırdığı görülmektedir. PKA olarak etil alkol kullanılan numunelerde $Al_2O_3$ miktarının ağ. %5'ten %10'a çıkarılması toz veriminde düşüşe neden olmuştur. Ayrıca üretim metoduna ultrasonik karıştırma işleminin dahil edilmesinin toz verimini olumlu yönde etkilediği tespit edilmiştir. Ultrasonik işlem sürecinde, toz-sıvı karışımına yüksek yoğunluklu ultrasonik dalgalar gönderilir. Bu sayede sıvı içerisinde binlerce mikro kabarcığın oluşumu, birkaç negatif basınç döngüsü sırasında titreşimi ve büyümeyi içeren bir akustik kavitasyon etkisi oluşturur. Bu süreç kritik bir yarıçapa ulaşılana kadar devam eder. Sıvı içerisinde oluşan kabarcıklar ve patlamalı kabarcık çöküşünden kaynaklanan şok dalgaları kümelenmiş ince parçacıkları parçalayacak kadar güçlüdür. Bunun sonucunda nano-tozlar süspansiyon içerisinde daha iyi bir şekilde dağılır. Partikül boyutunun düşmesi, ultrasoniğin dağıtma kabiliyetini azaltır. Ultrasonik işlem süresinin belirli bir değere çıkarılmasıyla kritik boyut aralığına ulaşıldığında çok az aglomerasyon dağıtılabilmektedir. Sürenin aşırı artması, tozun daha homojen dağılmasıyla sonuçlanmamaktadır. Buna ilave olarak ultrasonik işlemin neden olduğu termo etki, sıcaklığın artmasına ve bunun sonucunda buhar basıncının artarak partikülleri dağıtmak için gereken şok dalgalarının üretilmesini zorlaştırmaktadır. Bu süreçte termo etki, dağılmış partiküllerin ikincil aglomerasyonuna neden olabilmektedir. Bunların sonucunda gereğinden uzun ultrasonik işlemin tozun karışım içerisinde dağıtılmasını sekteye uğrattığı görülmektedir. Ultrasonik işlem sonrası bilyalı öğütme, ultrasonik işlemin neden olabileceği termo etki olmadan, agglomerasyonun daha da dağılmasını

sağlayabilmektedir [96-98]. Shihao vd. [96] yapmış oldukları çalışmada $La_2O_3$ partiküllerinin etil alkol içerisinde dağıtmak için dört farklı metot uygulamış ve en iyi yöntemin ultrasonik işlemi takip eden bilyalı öğütme olduğunu gözlemlemişlerdir. Yapmış olduğumuz çalışmada ultrasonik yardımlı üretilen numunelerde verimin %100'ün üzerinde çıkmasının, yapıdan etil alkolün tam olarak uzaklaşmamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Şekil 3.7(b-c), 5S1 ve 5UE numuneleri için MA sonrası öğütme kaplarının içerisini göstermektedir. MA uygulanan alaşım sistemlerinde büyük oranda sünek malzeme bulunması durumunda, soğuk kaynaklanma ve kırılma arasındaki denge bozulur ve soğuk kaynaklanma baskın mekanizma haline gelir. Bunun sonucunda toz partikülleri daha kaba hale gelir, bilya ve öğütme kabına yapışır. PKA'nın işlevi MA süresince soğuk kaynaklanma ve kırılma arasındaki dengeyi sağlamaktır [68]. Eğer MA sonrası elde edilen toz verimi yüksek ise PKA'nın soğuk kaynaklanma ve kırılma arasındaki dengeyi sağlamada başarılı olduğu, kaba ve bilyalara yapışma gerçekleşmediği sonucuna ulaşılabilmektedir [67]. Şekil 3.7(b) 5S1 tozunun öğütme kabına ve bilyalara yapıştığını göstermektedir. Bu durum kullanılan SA miktarının soğuk kaynaklanma ve kırılma arasındaki dengeyi sağlamak için yetersiz olduğunu göstermektedir. Şekil 3.7(c)'de ise 5UE tozunun öğütme kabına ve bilyalara neredeyse yapışmadığı görülmektedir. Bu durum etil alkolün, SA'ya göre soğuk kaynaklanma ve kırılma arasındaki dengeyi çok daha iyi bir şekilde sağladığını göstermektedir. SA ve PVA kullanılarak üretilen numunelerde ise PVA toz verimi açısından daha iyi bir performans sergilemiştir. Her iki PKA için kullanım miktarlarının ağ. %3'e çıkması toz verimini ciddi oranda arttırmıştır. Örnek olarak ağ. %10 $Al_2O_3$ takviyeli ve SA kullanılarak üretilen numunede SA oranının ağ. %1'den 3'e çıkmasıyla birlikte toz veriminde %52,26'lık bir artış meydana gelmiştir. Benzer bir durum ağ. %10 $Al_2O_3$ takviyeli ve PVA kullanılarak üretilen numunede de gerçekleşmiş olup, PVA oranının %3'e çıkarılmasıyla birlikte toz veriminde %47,93'lük bir artış oluşmuştur. Etil alkolün aksine PVA ve SA kullanılarak üretilen numunelerde $Al_2O_3$ miktarının artışı toz verimini genellikle olumlu yönde etkilemiştir. Daha önce yapılan çalışmalarda, PKA kullanımının elde edilen toz verimi üzerinde artışa neden olduğu tespit edilmiştir [69, 71, 77].



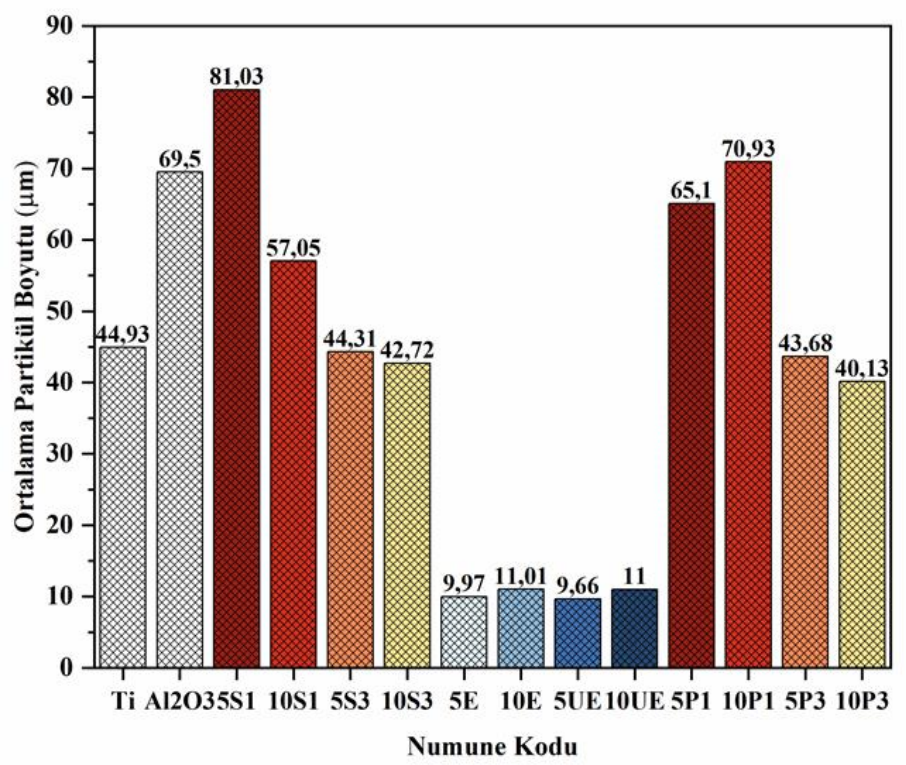

**Şekil 3.7** MA sonrası elde edilen toz verimi sonuçları (a), 5S1 tozunun MA sonrası öğütme kabı görünümü (b) ve (c) 5UE tozunun MA sonrası öğütme kabı görünümü.

### 3.2.2 Ortalama Partikül Boyutu Analizi

Başlangıç tozları olan Ti ve $Al_2O_3$ ile MA sonrası elde edilen kompozit tozlarının ortalama partikül boyutu sonuçları Şekil 3.8'de verilmiştir. Yapılan analizlere göre başlangıç tozları olan Ti ve $Al_2O_3$'ün ortalama partikül boyutları sırasıyla 44,93 µm ile 69,5 µm olarak tespit edilmiştir. MA işlemine tabi tutulmuş numunelere ait ortalama partikül boyutları 9,66 µm ile 81,03 µm arasında değişmektedir. En düşük ortalama tane boyutu, ultrasonik yardımlı üretilen PKA olarak etil alkolün kullanıldığı ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyeli 5UE numunesinde tespit edilmiştir. Tüm numune grupları arasında en düşük ortalama tane boyutu PKA olarak etil alkolün kullanıldığı gruplarda bulunmuştur. SA ve PVA kullanılarak üretilen numunelerde en düşük ortalama tane boyutu ağ. %3 PVA ve ağ. %10 $Al_2O_3$ ile hazırlanan 10P3 numunesinde 40,13 µm olarak tespit edilmiştir. Bu değer en düşük ortalama partikül boyutunun neredeyse 4 katıdır. Ağ. %1 SA ve PVA ilavesinin MA sonucunda başlangıç tozlarına kıyasla tozların kabalaşmasıyla sonuçlandığı görülmüştür. Bu durumda MA işlemi sırasında soğuk kaynaklanmanın baskın mekanizma olduğu düşünülmektedir. Bu sonuç elde ettiğimiz toz verimi sonuçları ile uyumludur. SA ve PVA ilavesinin ağ. %1'den %3'e çıkarılması ile birlikte partikül boyutları başlangıç toz boyutlarına yakın bir seviyeye gelmiştir. Buna rağmen partikül boyutlarında beklenildiği gibi bir düşüş meydana gelmemiştir.

PKA kullanımı ile birlikte toz partikülleri arasındaki soğuk kaynaklanma azaltılarak partiküllerin topaklanmasının önüne geçilmektedir. PKA olarak etil alkol ilavesinin ise hem toz veriminin artmasına hem de partikül boyutunda azalmaya sebep olduğu görülmüştür. PKA'lar toz partiküllerinin yüzeyine absorbe olarak topaklanmayı önlerken aynı zamanda toz partikülleri arasındaki soğuk kaynaklanmayı azaltmaktadır [68]. Kuru öğütme sistemleri genel olarak ıslak öğütme sistemlerine nazaran daha az verimlidir. Toz partikülleri, sıvı ortamdaki akışkanın akışı nedeniyle darbenin yanı sıra aynı zamanda aşınmaya ve ufalanmaya da maruz kalmaktadır. Toz içerisindeki büyük partiküller küçük partikülleri doğrudan darbeden korurken küçük partiküllere nazaran çok daha fazla darbe alırlar. Sonuç olarak etil alkol ile öğütülen parçacıklar düzensiz ve daha küçük partikül boyutlu parçacıklar oluşturur. Kuru öğütme ve ıslak öğütme ile üretilen tozlar karşılaştırıldığında, ıslak öğütme ile üretilen tozların daha düzensiz partikül boyutuna ve daha düzgün çatlaksız yüzeylere sahip olduğu görülmüştür [99]. Sert ve kırılgan $Al_2O_3$ tozları öğütme işlemi sırasında sertleşme ve kırılma açısından faydalıdır. Bilyalar ve toz partikülleri arasında çarpışmalar nedeniyle, $Al_2O_3$ partikülleri katı çözelti boyunca dağılır ve katı çözelti içerisine yerleşir. Bunun nedeni, daha büyük toz partiküllerinin daha küçük toz partiküllerine öğütülmesi, oluşan küçük partiküllerin yeniden kaynaklanması ve sonuç olarak çeşitli yeni yüzeylerin elde edilmesidir. Öğütme işlemi ardından oluşan karışık toz, yüzey kusurları ve plastik deformasyon nedeniyle daha yüksek bir yüzey enerjisine ve dislokasyon yoğunluğuna sahip olmuştur. Bu özellikleri sinterleme sırasında difüzyonun ve yoğunlaşmanın hızlandırılmasına yardımcı olacaktır [86]. PKA ilavesi ile birlikte ortalama partikül boyutunun azaldığına yönelik çalışmalar yapılmıştır. Munir vd. [71] hazırlamış oldukları KNT takviyeli Ti matrisli kompozitleri PKA olarak SA kullanarak ve kullanmadan T/M yöntemi ile üretmişlerdir. 200 rpm'de 4 saat boyunca gerçekleşen öğütmenin ardından ortalama toz partikül boyutu incelenmiş, PKA kullanımının toz partikül boyutunu 37 µm seviyelerinden 23 µm seviyelerine düşürdüğünü tespit etmişlerdir. Rabiee vd. [100] PKA olarak tolüen kullanarak Cu-Fe alaşımını T/M yöntemiyle üretmişler ve 20 saatlik öğütmenin ardından tolüen kullanımının ortalama partikül boyutunu 540 µm'den 15 µm'ye düşürdüğünü göstermişlerdir. Machio vd. [77] üretmiş oldukları Ti-Mg alaşımına PKA olarak SA katmış, ve ağ. %4 SA ilavesi ile birlikte PKA'sız

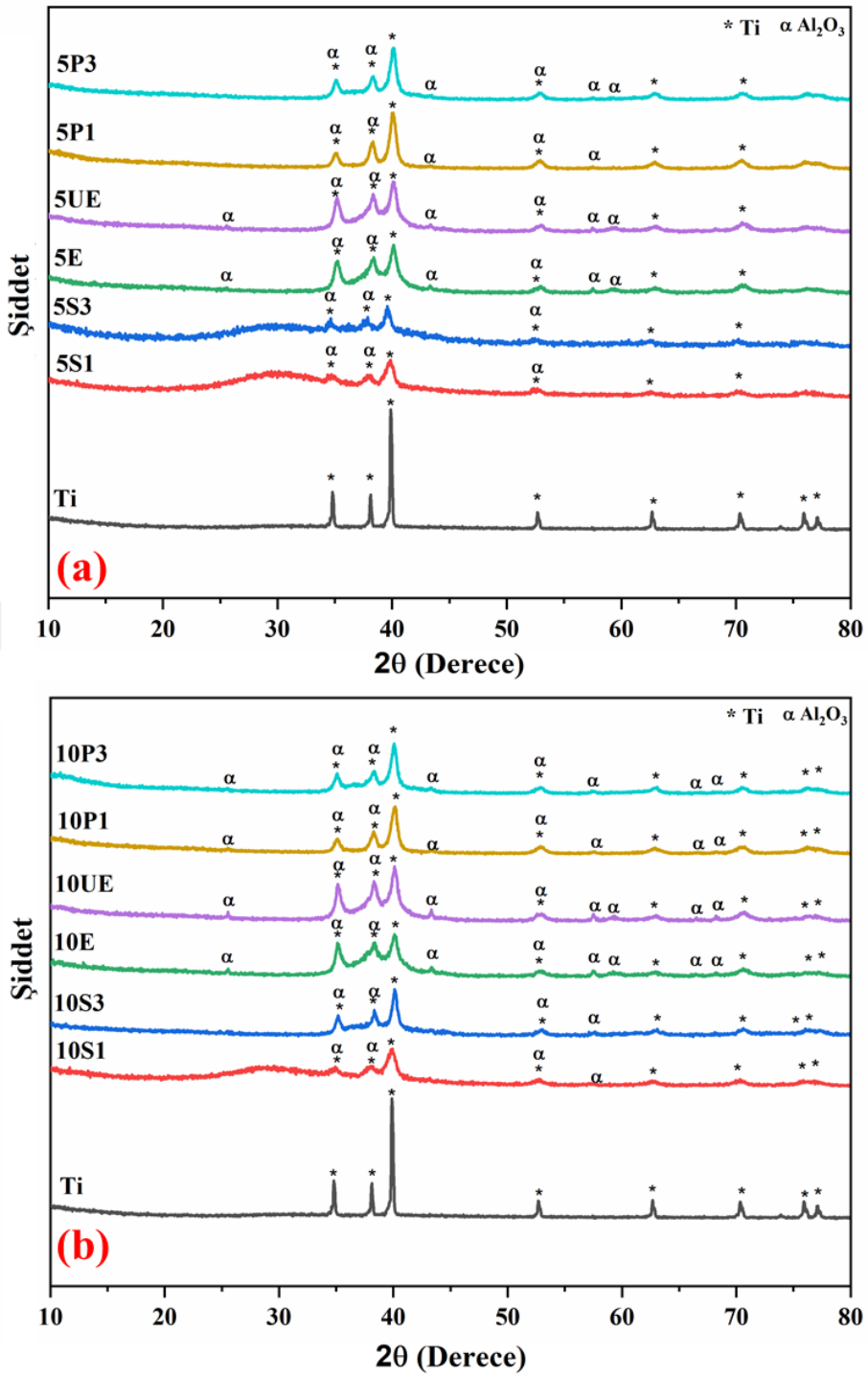
öğütülmüş tozlarla kıyaslandığında ortalama partikül boyutunda %34'lük bir düşüş tespit etmişlerdir.




**Şekil 3.8** Başlangıç tozları ile MA sonrası elde edilen tozlara ait ortalama partikül boyutu sonuçları.

### 3.2.3 Tozlara Ait XRD Sonuçları

Ti tozuna ve MA işlemi sonrası Ti matrisli kompozit tozlarına ait XRD sonuçları Şekil 3.9'da verilmiştir. Tozlara yapılan XRD analizlerinin tümünde Ti (Referans kodu:96-901-1601, hekzagonal, a=b=2,97 Å, c=4,72 Å) ve $Al_2O_3$ (Referans kodu: 96-900-8082, hekzagonal, a=b= 4,75 Å, c= 12,991 Å) fazları tespit edilmiştir. Ti ve $Al_2O_3$ arasında herhangi bir reaksiyon meydana gelmemiş olup, herhangi bir intermetalik yapı fazı da tespit edilmemiştir. Ayrıca XRD sonuçlarında herhangi bir karbür fazına, oksidasyon sonucu oluşabilecek oksit fazına ve öğütme kabının aşınmasından kaynaklanabilecek herhangi bir empüriteye rastlanmamıştır. Mekanik alaşımlanmış tozların tümünde, $Al_2O_3$ takviyesinin ağ. %5'ten %10'a çıkmasıyla birlikte tespit edilen $Al_2O_3$ piklerinin sayısı ve şiddeti artmıştır. Ayrıca PKA olarak etil alkolün kullanıldığı tozlarda diğer PKA'lara oranla $Al_2O_3$ piklerinin sayısı ve şiddeti artış göstermiştir. Dercz vd.[101] yapmış oldukları çalışmada benzer XRD sonuçları elde etmiştir.

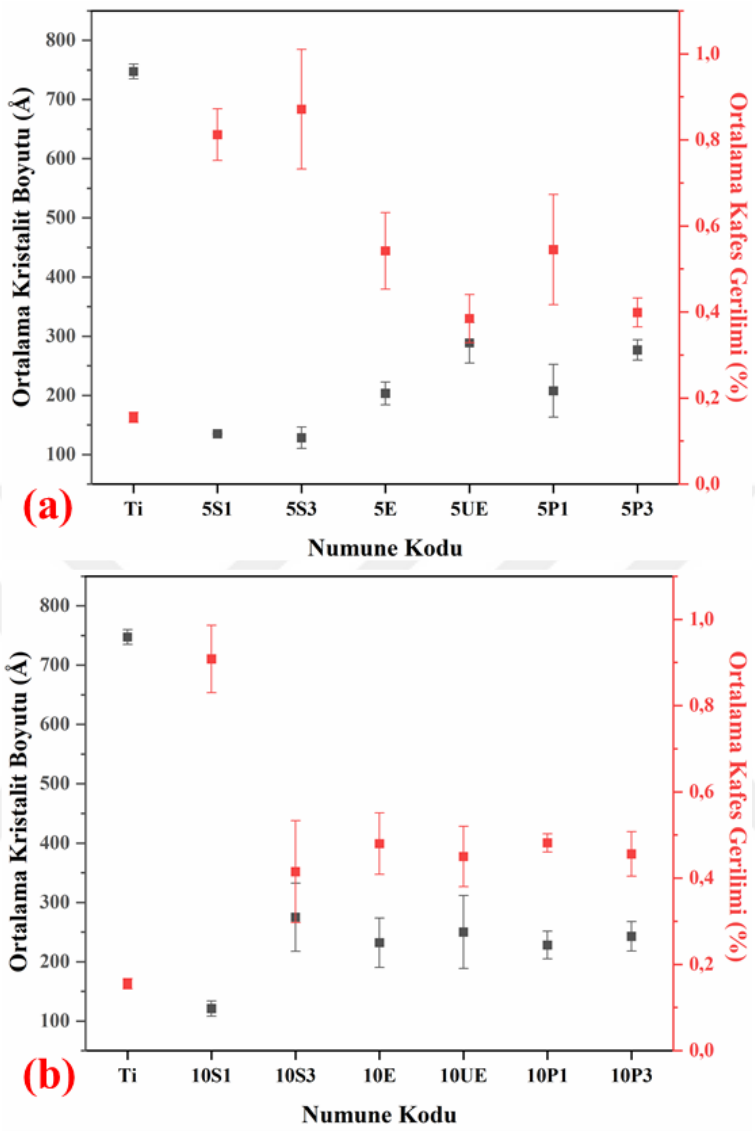



**Şekil 3.9** Ti ve MA sonrası tozların XRD analizi sonuçları (a) ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyeli ve (b) ağ. %10 $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozit tozları.

MA sonrası ortalama kafes gerilimi ve ortalama kristalit boyutunda meydana gelen değişimler Şekil 3.10'da gösterilmiştir. MA ile birlikte Ti matrisli kompozit tozlarının ortalama kafes gerilimlerinde artış meydana gelirken, ortalama kristalit boyutlarında düşüş meydana gelmiştir. Ortalama kafes gerilimlerindeki artış, MA sonrası kristal hatalarındaki artıştan meydana gelmektedir. MA süresince, ortalama

kristalit boyutu ve partikül boyutundaki azalma, soğuk kaynaklanma, plastik deformasyon ve kırılma mekanizmasından dolayı meydana gelmektedir [102, 103]. En düşük ortalama kristalit boyutu ve en yüksek ortalama kafes gerilimi ağ. %10 $Al_2O_3$ takviyeli ve ağ. %1 SA ile hazırlanmış kompozitte (10S1) sırasıyla 121 Å ve %0,90 olarak bulunmuştur. SA ile hazırlanan kompozit tozlarının daha düşük ortalama kristalit boyutuna ve daha yüksek ortalama kafes gerilimine sahip olduğu tespit edilmiştir. Aynı SA/PVA oranına sahip numunelerde genellikle artan $Al_2O_3$ miktarı ile birlikte ortalama kristalit boyutunda düşüş meydana gelmiştir. $Al_2O_3$ yüzdesi arttıkça, MA sırasında oluşan kırılma mekanizmasının yoğunluğu artar ve yumuşak sünek matris partikül-partikül soğuk kaynağına hakim olur. Eş eksenli, rastgele yönlendirilmiş arayüz sınırlarına sahip çok ince partiküllerin oluşmasıyla sonuçlanır. Yüksek takviye oranı ile birlikte artan kırılma eğilimi, bilyalarla daha fazla çarpışma ve sert seramik partiküllerin daha fazla desteğinden kaynaklanmaktadır [104]. Sert seramik partikülde çatlakların başlamasıyla parçalanma süreci hızlanır. Aynı zamanda sert seramik partikülleri, öğütme bileşenlerine benzer şekilde davranarak ufalama etkisinin ve plastik deformasyonun partikül büyümesini etkilemesine imkân tanır. Ayrıca, büyük seramik partiküllerine yakın konumda olan matris partikülleri, bilyalı öğütme sırasında daha şiddetli deformasyona maruz kalır [102]. Literatürde bu yönde çalışmalar mevcuttur. Wagih [104] T/M yöntemiyle üretmiş olduğu $Al_2O_3$ takviyeli Al matrisli kompozitlerin ortalama kristalit boyutu ve ortalama kafes gerilmelerini incelediğinde, artan $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte kristalit boyutunun azaldığını, kafes gerilmesinin ise arttığını gözlemlemiştir. Akçamlı vd. [102] yapmış oldukları çalışmada $B_4C$ takviyeli Al alaşımını T/M yöntemiyle üretmişler ve yapmış oldukları XRD analizleri sonucunda ağ. %10 $B_4C$ ilavesi ile birlikte ortalama kristalit boyutunda 78 nm'den 61 nm'ye düşüş, ortalama kafes gerilmelerinde %0,23'ten %0,44'e artış tespit etmişlerdir. $ZrO_2$, SiC ve $B_4C$ gibi seramik takviyeli MMK'de takviye oranının artması ortalama kristalit boyutunu düşürmüştür [105-108]. Bunun yanı sıra, aynı miktarda $Al_2O_3$ takviye edilmiş numunelerde artan SA/PVA oranının ortalama krtistalit boyutunu arttırdığı görülmektedir. PKA ilavesi ile birlikte MA sırasında reaktanların davranışı değişmekte ve yer değiştirme reaksiyonunu geciktirmektedir. Reaksiyonun baskılanması öncelikle PKA ilavesi ile birlikte reaktanlar arasındaki temas yüzeylerinin azalmasından dolayı olmaktadır. Ayrıca PKA oranının artması ile birlikte oluşan yüksek yağlamanın çarpışma sırasındaki lokal sıcaklığı

düşürdüğü düşünülmektedir [109]. PKA katkısının ortalama kristalit boyutunu arttırdığına dair çalışmalar literatürde bulunmaktadır [40, 100, 110].

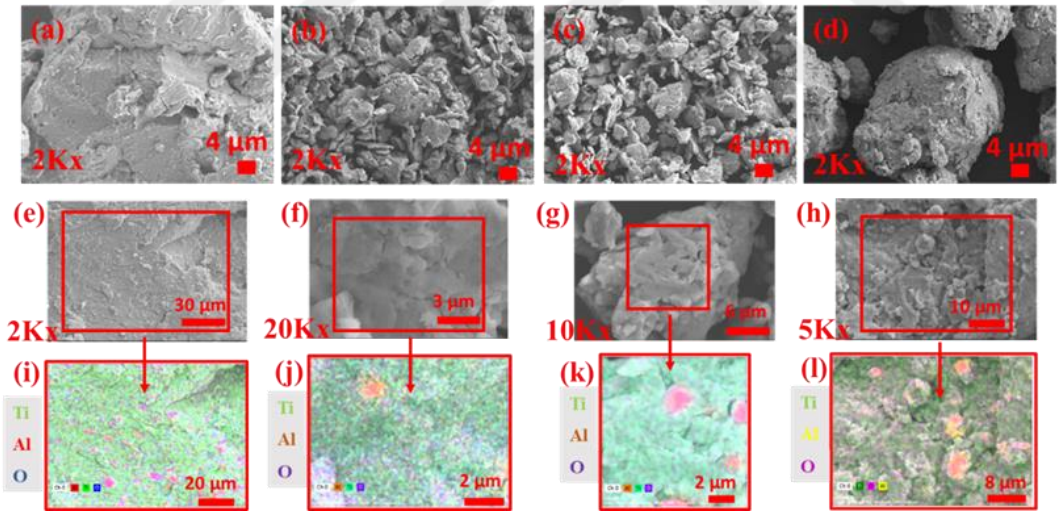



**Şekil 3.10** Ti ve MA sonrası elde edilen tozların ortalama kristalit boyutu ve ortalama kafes gerilimi sonuçları (a) ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyeli ve (b) ağ. %10 $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozit tozlarına ait sonuçlar.

### 3.2.4 MA Sonrası Tozlara Ait SEM Analizi Sonuçları

MA sonrası elde edilen tozlara ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri Şekil 3.11'de verilmiştir. Ortalama partikül boyutu analizleri ile uyumlu olarak en düşük tane boyutları PKA olarak etil alkol kullanılan 5E ve 5UE numunelerinde elde edilmiştir. MA süresince tekrarlayan düzleşme, soğuk kaynaklanma ve kırılma mekanizmaları partiküllerin son mikroyapılarının oluşmasında hakim rol oynamaktadır [67]. 5E ve 5UE numuneleri için, MA sonrasında ortalama partikül

boyutlarının başlangıç tozlarına göre azaldığı ve partiküllerinin pul benzeri şekiller aldığı görülmektedir. Pul benzeri yapılar ile sünek malzemelerin MA işlemine tabi tutulması sonrasında sıklıkla karşılaşılmaktadır [111-114]. MA'nın ilk aşamalarında, kırılgan olan malzeme öğütülürken, sünek malzeme pul benzeri bir şekle deforme olmaktadır. İlerleyen aşamalarda öğütülen gevrek malzeme pul şeklini almış olan sünek malzemenin arasına yerleşir [115, 116]. Ayrıca daha küçük $Al_2O_3$ partiküllerinin 5E ve 5UE numunelerinde daha homojen dağıldığı görülmektedir. PKA olarak etil alkolün kullanıldığı toz karışımlarında soğuk kaynaklama ve kırılma arasında dengenin daha iyi bir şekilde kurulması, toz tane boyutunun küçülmesine ve daha homojen bir karışımın ortaya çıkmasını sağlamıştır. 5S3 ve 5P3 numunelerinde bulunan $Al_2O_3$ partiküllerinin çok daha büyük olduğu elemental haritalama sonuçlarından görülmektedir. Elde edilen SEM görüntüleri ve ortalama partikül boyutu analizlerine göre, etil alkolün diğer PKA'lara göre soğuk kaynaklanma ve kırılma arasında daha iyi bir denge sağladığı, daha ince partiküller ve homojen bir partikül boyutu dağılımı sağladığı görülmektedir.

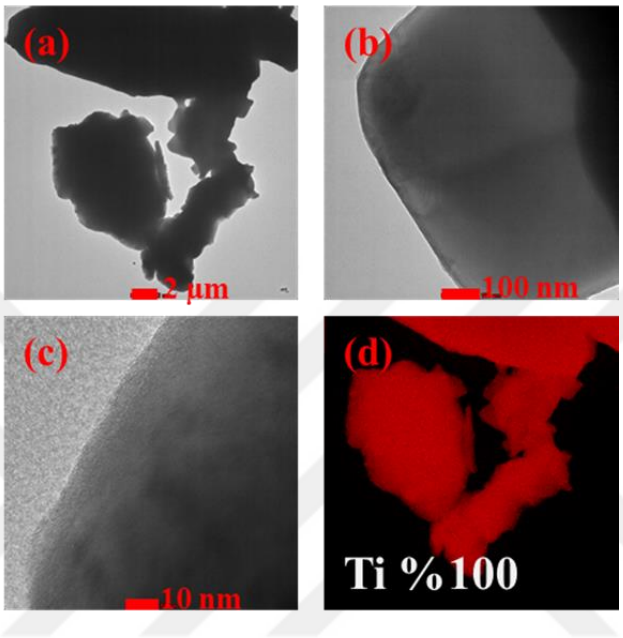



**Şekil 3.11** MA sonrası elde edilen tozların çeşitli büyütmelerdeki görüntüleri ve elemental haritalama sonuçları (a, e, i) 5S3, (b, f, j) 5E, (c, g, k) 5UE ve (d, h, l) 5P3.

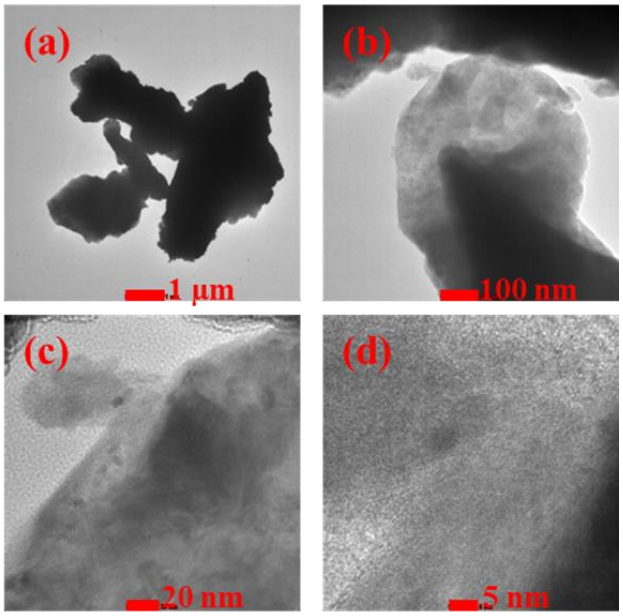
### 3.2.5 Tozlara Ait HR-TEM Analizi Sonuçları

Ti tozuna ait HR-TEM görüntüleri ve haritalama sonuçları Şekil 3.12'de, 5UE tozuna ait HR-TEM görüntüleri ise Şekil 3.13'te verilmiştir. Ayrıca 5UE tozuna ait HR-TEM görüntüleri ile birlikte haritalama sonuçları Şekil 3.14'te gösterilmiştir. Şekil 3.14 (d-e)'deki haritalama sonuçlarından görülebileceği üzere, Al ve O'nun

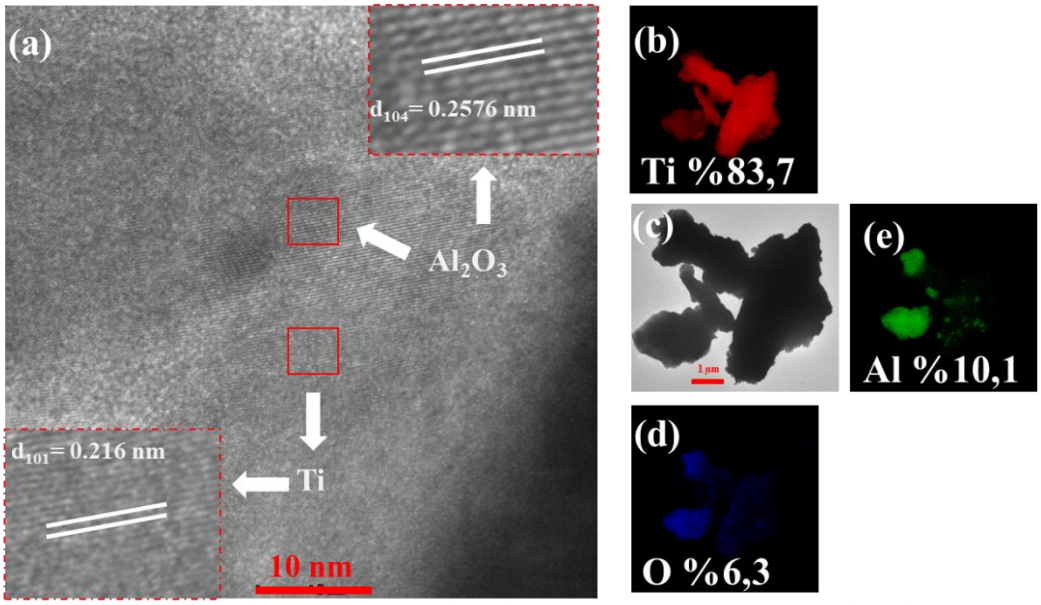
bazı bölgelerde birlikte yoğunlaştıkları görülmektedir. Bu sebeple, MA sonrası $Al_2O_3$ tozlarının aglomerasyonundan bahsedilebilmektedir. Şekil 3.14 (a)'da kırmızı kare ile işaretlenmiş alanlarda Ti fazı (101) düzlem ailesi için 0,216 nm'lik düzlemler arası uzaklık ve $Al_2O_3$ fazı (104) düzlem ailesi için 0,2576 nm'lik düzlemler arası uzaklık gösterilmiştir. Elde edilen bu sonuçlar toz numunelere yapılan XRD analizleri ile uyumludur.




**Şekil 3.12** Ti tozuna ait TEM görüntüleri, (a-c) çeşitli büyütmelerde TEM görüntüleri ve (d) TEM haritalama sonuçları.




**Şekil 3.13** 5UE tozuna ait TEM görüntüleri, (a-d) çeşitli büyütmelerde TEM görüntüleri.



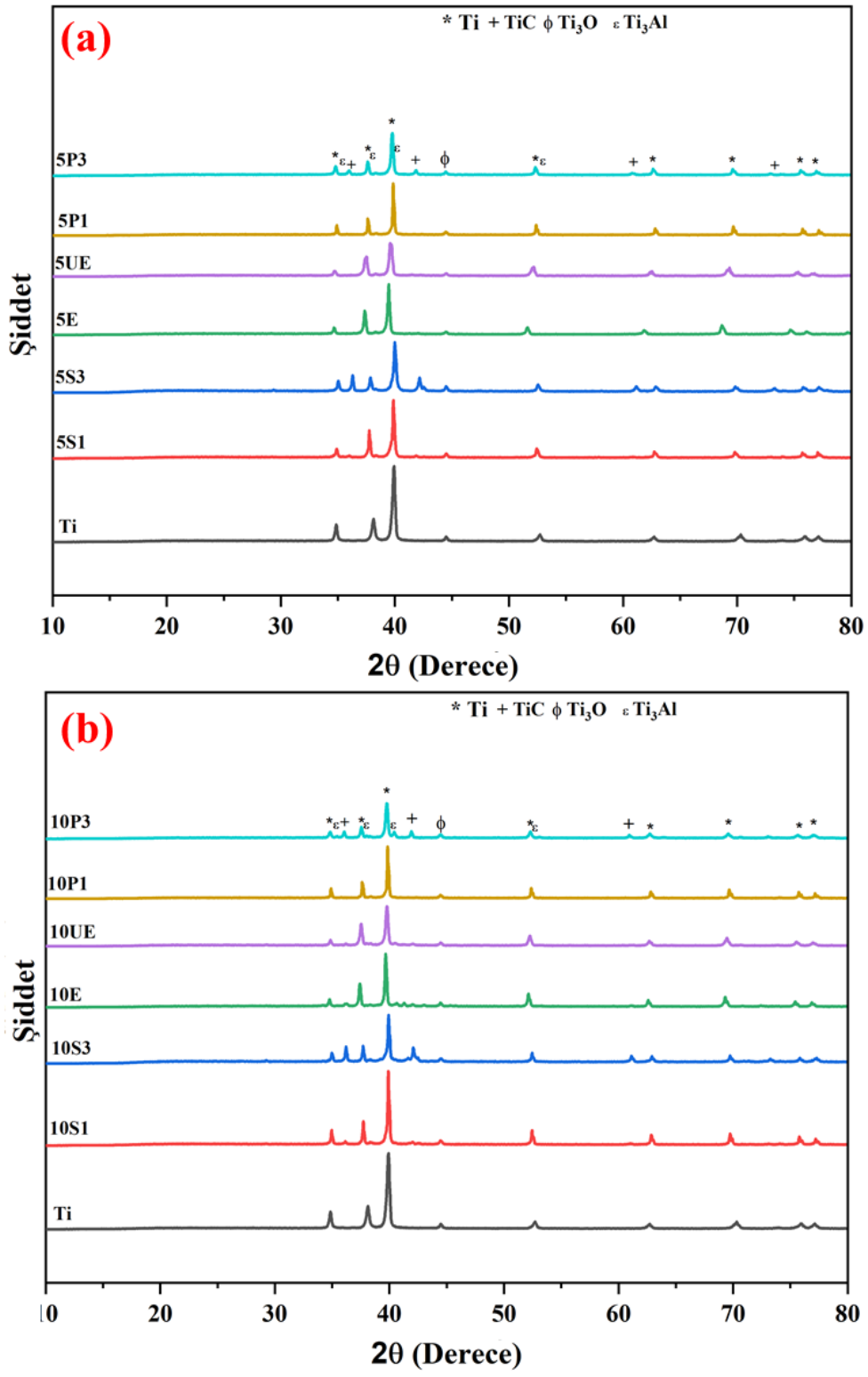

**Şekil 3.14** 5UE tozuna ait HR-TEM görüntüleri (a,c) ve 5UE tozuna ait haritalama sonuçları, (b) Ti, (d) O ve (e) Al.

### 3.2.6 Sinterlenmiş Numunelere ait XRD Sonuçları

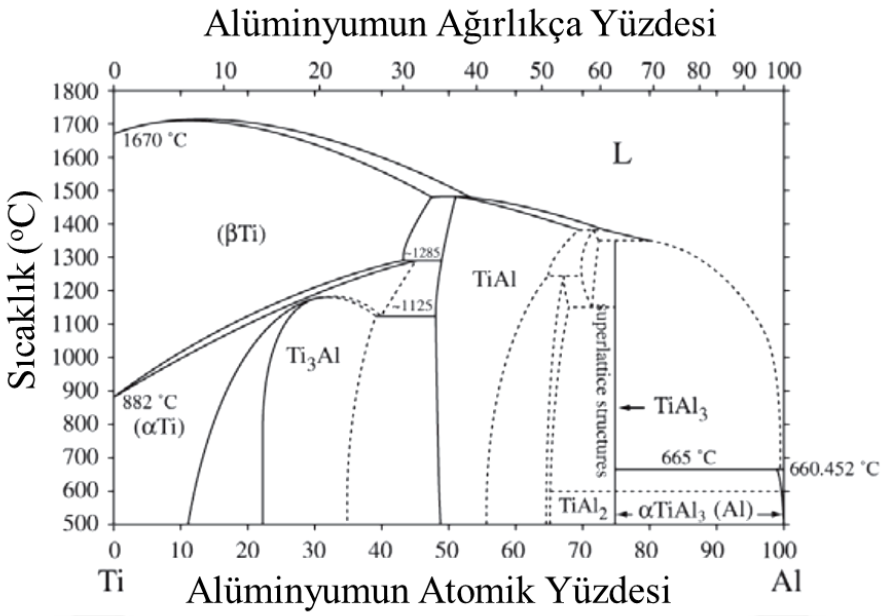
Sinterleme sonrası elde edilen numunelere ait XRD analiz sonuçları Şekil 3.15'te verilmiştir. XRD analiz sonuçlarına göre takviye edilmemiş Ti numunesinde Ti fazı (Referans kodu: 96-901-1601, hekzagonal kafes yapısı, a=b= 2,97 Å, c=4,72 Å) ve $Ti_3O$ fazı (Referans kodu: 96-152-9955, hekzagonal, a=b=5,15 Å, c=9,56 Å) tespit edilmiştir. $Al_2O_3$ takviyeli kompozit numunelerinde ise Ti ve $Ti_3O$ fazlarının yanı sıra $Ti_3Al$ fazı (Referans kodu: 96-153-2768, hekzagonal, a=b=5,7640 Å, c=4,6640 Å) tespit edilmiştir. PKA olarak PVA ve SA kullanılan numunelerde, etil alkol ile hazırlanan numunelerin aksine TiC fazı (Referans kodu:96-591-0092, kübik, a=b=c=4,29 Å) bulunmuştur. Bu numunelerde, TiC fazının şiddeti artan PKA miktarı ile birlikte artış göstermiştir.

Ti-$Al_2O_3$ sistemlerinde TiAl ve $Ti_3Al$ oluşumu lokal oksijen aktivitesine ve sıcaklığa göre değişmektedir. Düşük oksijen basıncında oksijen ve Al, $Al_2O_3$ içinde çözünür ve Ti ile reaksiyona girerek Ti-Al intermetalik bileşiklerini oluşturur. İlk olarak Ti matris yakınında TiAl intermetaliği oluşur. Bunu $Ti_3Al$ intermetaliğinin oluşumu takip eder. $Ti_3Al$ fazının kompozitlerin mekanik özellikleri üzerine etkisi büyüktür. $Al_2O_3$ içerisinde çözünen oksijende Ti matris ile etkileşime girerek TiO ve $AlTiO_2$ gibi oksitleri oluşturur. Ti-$Al_2O_3$ arasında gerçekleşen kimyasal reaksiyonlar aşağıda verilmiş olup Ti-Al faz diyagramı Şekil 3.16'da gösterilmiştir

[87, 117-124]. Çalışmada elde ettiğimiz XRD sonuçları ile uyumlu çalışmalar literatürde bulunmaktadır [80, 81, 101].




**Şekil 3.15** Sinterlenmiş numunelere ait XRD analiz sonuçları (a) ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyeli numuneler ve (b) ağ. %10 $Al_2O_3$ takviyeli numuneler.




**Şekil 3.16** Ti-Al faz diyagramı [118].

$$Al_2O_3 = 2Al + 3/2\,O_2 \quad (3.1)$$

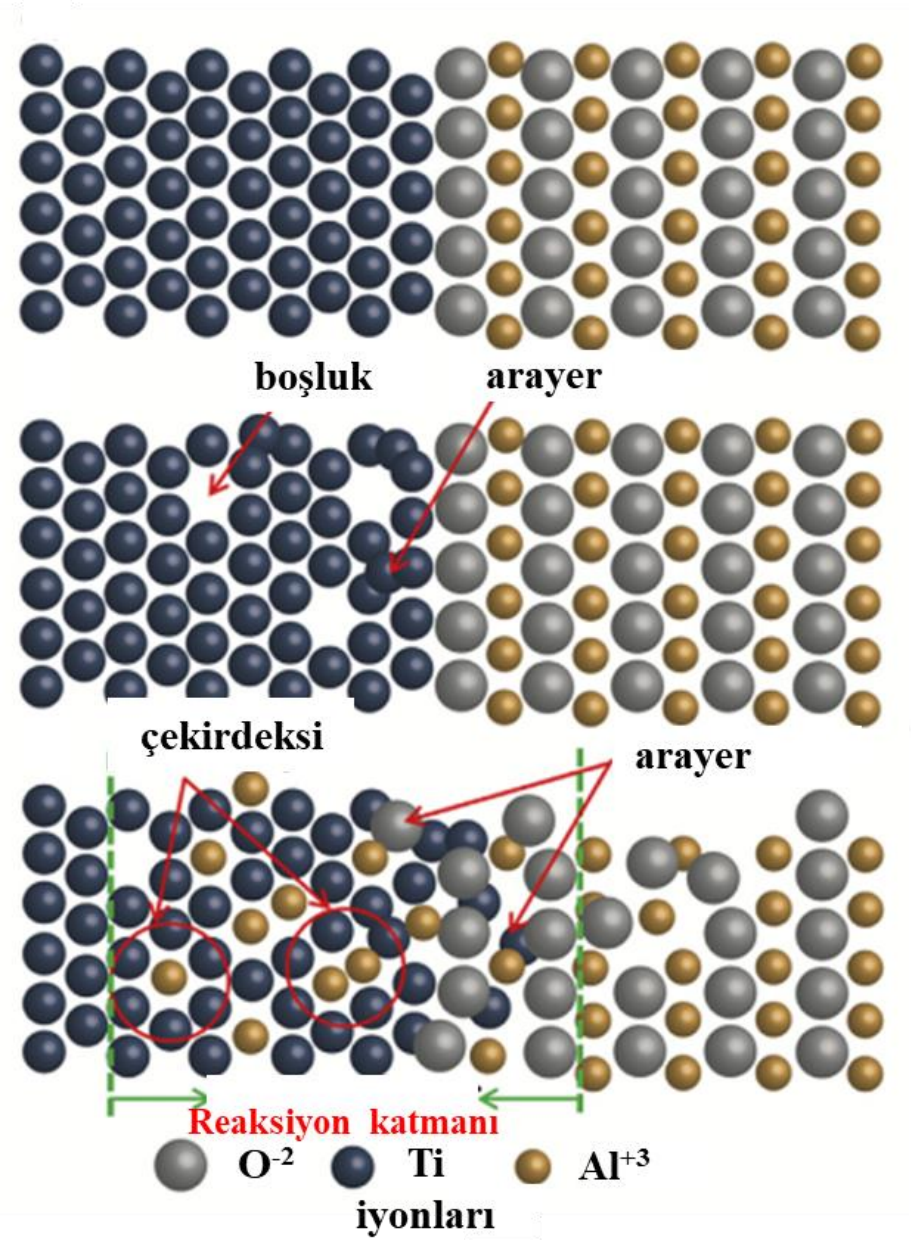
$$Al + 3Ti = Ti_3Al \quad (3.2)$$

$$Al + Ti = TiAl \quad (3.3)$$

$$2Al + Ti + 5/2O_2 = Al_2TiO_5 \quad (3.4)$$

Arayüzeyde bulunan elementlerin difüzyonunun şematik gösterimi Şekil 3.17'de verilmiştir. Ti-$Al_2O_3$ arasındaki reaksiyon katmanının oluşum süreci üç aşamadan oluşmaktadır. İlk aşamada sıcaklığın artmasıyla birlikte Ti'nin içerisinde büyük boşluk konsantrasyonuna ulaşılabilir. Modern katı hal teorisine göre saf metalde, boşluk oluşum enerjisi, arayer oluşum enerjisinden çok daha küçüktür. İkinci aşamada ise daha küçük iyon yarıçapına sahip $Al^{+3}$ negatif yüklü boşluğa doğrudan yayılabilir. Daha büyük iyon yarıçapına sahip $O^{-2}$ ise farklı yükler arasındaki itme nedeniyle kafes arasına çok az miktarda girebilir. $Al_2O_3$ içerisinde noktasal hata gibi kusur oluşum enerjisi çok yüksektir, bu sebeple Ti iyonlarının $Al_2O_3$ içerisine difüzyonu oldukça zordur. Ayrıca daha önce yapılmış olan çalışmalarda [125] Ti'nin kendi kendine difüzyon katsayısının, metal Ti içerisindeki Al ile aynı büyüklük sırasına sahip olduğu, dolayısıyla Al iyonlarının Ti içerisinde neredeyse ikame olacak şekilde çözündüğü ve boşluk mekanizması tarafından yayıldığı görülmüştür. Al iyonlarından farklı olarak Ti ve O iyonları doğrudan arayer mekanizmasıyla taşınırlar. Son aşamada ise Ti ve Al konsantrasyon oranları TiAl

ve $Ti_3Al$ için gerekli oranlara ulaştığında reaksiyonlar başlar ve bunun sonucunda tane fazları büyür ve birleşerek reaksiyon katmanını meydana getirir. Reaksiyon katmanının içerisinde Al elementinin homojen olmayan dağılımına katkıda bulunur [122].

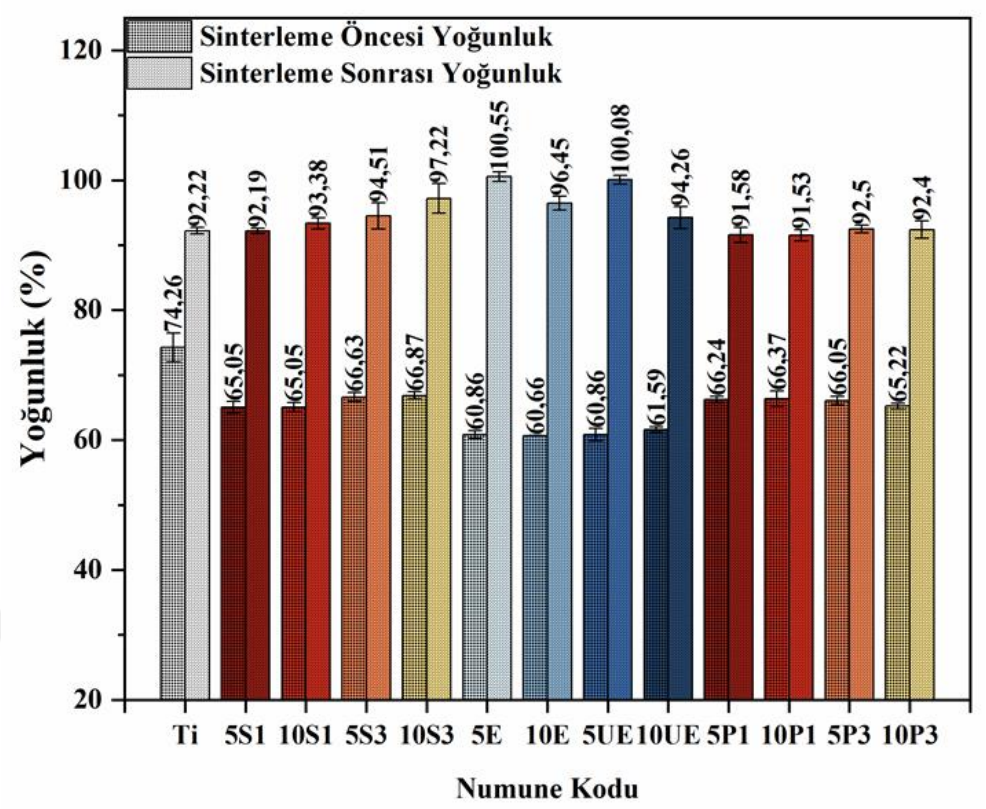



**Şekil 3.17** Arayüzdeki elementlerin difüzyonunun şematik gösterimi [122].

### 3.2.7 Yoğunluk Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Üretilen numunelere ait sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yüzde yoğunluk değerleri Şekil 3.18'de verilmiştir. Numunelerin sinterleme öncesi yoğunlukları %60,66 ile %74,26 arasında değişmektedir. En yüksek sinterleme öncesi yoğunluk

takviyesiz Ti numunesi olup, $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte yüzde yoğunluk değerlerinde düşüş meydana gelmiştir. En düşük sinterleme öncesi yoğunluklar etil alkolün PKA olarak kullanıldığı numunelerde elde edilmiştir. Sinterleme öncesi yoğunluklara bakıldığında SA ve PVA'nın benzer performanslar gösterdiği görülmektedir. 1200 °C'de 2 saat boyunca Ar atmosferinde sinterlenen preslenmiş numunelerin yüzde yoğunlukları %91,53 ile %100,55 arasında değişmektedir. En düşük sinterleme öncesi yüzde yoğunluk değerlerine sahip olan PKA olarak etil alkolün kullanıldığı grup en yüksek sinterleme sonrası %yoğunluğa sahiptir. 5E ve 5UE numunelerinin yoğunluklarının teorik yoğunluklarından fazla olduğu görülmektedir. Bunun oluşan katı çözeltinin veya reaksiyon ürünlerinin kristal yapıyı etkilemesinden kaynaklandığı düşünülmektedir [79, 80, 126]. $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozit çalışmalarında da benzer sonuçlar gözlemlenmiştir. Bahraminasab vd. [126] T/M ve SPS yöntemiyle üretmiş oldukları hac. %25 $Al_2O_3$ takviyeli Ti numunesinde %102,51 yüzde yoğunluk değeri elde etmiştir. Bir başka çalışmada Fujii vd. [79] Ti ve $TiH_2$ başlangıç tozları kullanarak Ti-$Al_2O_3$ kompozitini T/M ve SPS yöntemiyle üretmişler ve hac. %20 ve 40 $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlerin ölçülen yoğunluklarının teorik yoğunluklarından yüksek çıktığını bulmuşlardır. Bahraminasab vd. [80] yapmış oldukları diğer bir çalışmada, hac. %25 $Al_2O_3$ takviyeli numunenin %yoğunluğu %101,6 olarak bulmuşlardır. Etil alkol ile üretilen numuneler için $Al_2O_3$ takviyesinin ağ. %5'ten %10'a çıkması göreceli yoğunlukta ortalama %5'e yakın bir düşüşe neden olmuştur. Takviye miktarının artışı ile birlikte göreceli yoğunlukta düşüş PKA olarak PVA kullanılan numunelerde de gerçekleşmiştir. Nsiah-Baafi vd. [85] hazırlamış oldukları Ti6Al4V-$Al_2O_3$ kompozitlerinde, ağ. %10 $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte yüzde yoğunluk değerlerinin yaklaşık %99'dan %91'e düştüğünü tespit etmişlerdir. Bunu sinterleme işlemi sırasında oluşan gözeneklerin artışı ile açıklamışlardır. PVA ve SA'nın ağ. %1'den %3'e çıkması ile birlikte yüzde yoğunlukta artış meydana gelmiştir. PVA'ya kıyasla SA'nın kullanımı yüzde yoğunluk olarak daha iyi değerlere ulaşılmasını sağlamıştır. Nouri vd. [76] Ti-16Sn-4Nb (ağ. %) alaşımını T/M yöntemiyle hazırlamış ve PKA'ların (SA ve EBS, ağ. %1, 2 ve 3) mekanik özellikler üzerine etkisini incelemişlerdir. Elde ettikleri sonuçlara göre, PKA ilavesi ile birlikte yüzde yoğunluklarda artış meydana gelmiştir. PKA oranının artması da yüzde yoğunluklara olumlu olarak yansımıştır.

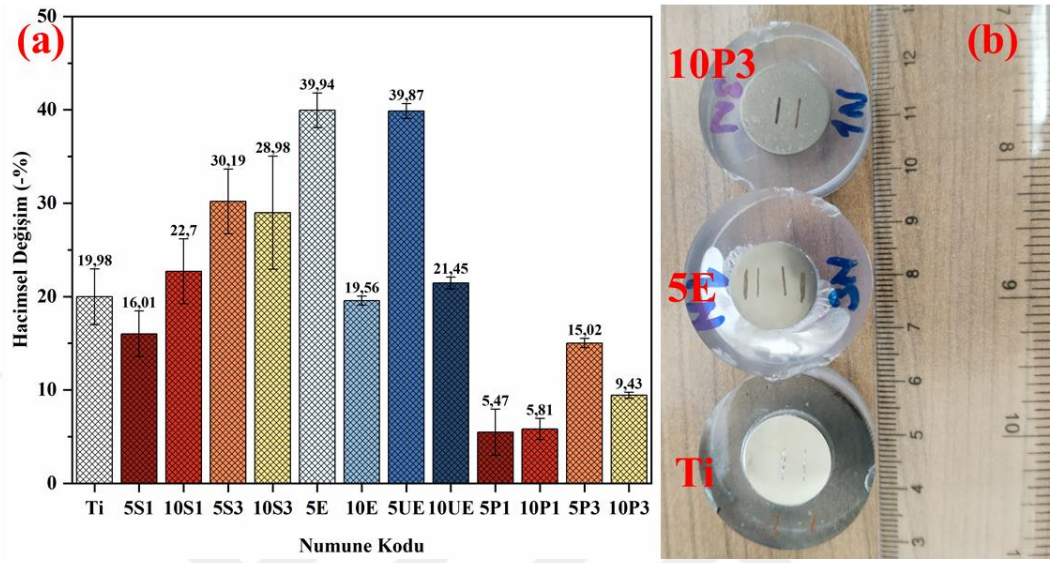



**Şekil 3.18** Üretilen numunelere ait sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yüzde yoğunluk sonuçları.

### 3.2.8 Sinterleme Sonrası Numunelerde Oluşan Hacimsel Değişimler

MA sonrası preslenen numunelerin boyutsal ölçümleri dijital kumpas yardımıyla yapılmış ve sinterleme öncesi hacimleri hesaplanmıştır. Sinterleme işlemi sonrası atmosfer kontrollü fırından alınan numuneler dijital kumpas yardımıyla ölçülmüş ve hacimsel değişimler hesaplanmıştır. Numunelere ait hacimsel değişimler ve numune görünümleri Şekil 3.19'da verilmiştir. Takviyesiz Ti numunesine ait hacimsel değişim oranı -%19,98 olarak bulunmuştur. En yüksek hacimsel değişim -%39,94 ile PKA olarak etil alkol ile üretilen 5E numunesinde bulunmuştur. 5E numunesini ultrasonik yardımlı etil alkol ile üretilmiş 5UE numunesi -%39,87 hacimsel değişim ile izlemektedir. Bu numuneler aynı zamanda en yüksek %yoğunluğa sahip olan numunelerdir. Daha önce yapılmış çalışmalar, sinterleme performansının artmasıyla büzülmeninde arttığını ortaya koymuştur [127, 128]. Etil alkol ile üretilen numunelerde $Al_2O_3$ miktarının artması hacimsel değişimlerin dramatik bir şekilde azalmasına sebep olmuştur. Genel olarak Ti'nin büzülmesi üç aşamada gerçekleşmektedir. İlk aşamada (606-875 °C) α-Ti daha az büzülmeye uğramaktadır. İkinci aşamada ise (875-925 °C) kristal yapısının hekzagonal sıkı

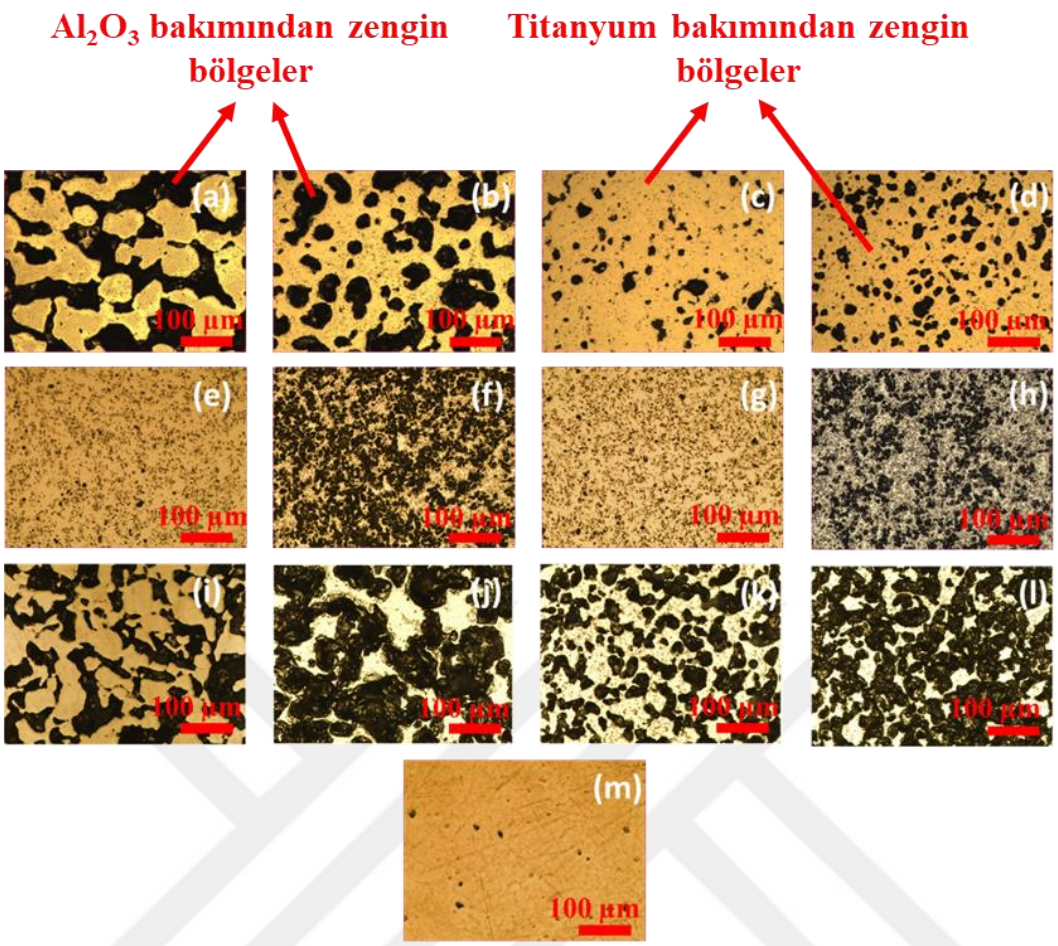
paketten HMK'ya dönmesiyle β-Ti'nin büzülmesi biraz daha yüksektir. Son aşamada ise (925 °C'den yüksek sıcaklıklarda) maksimum büzülme meydana gelmektedir. Bunun nedeni ise oksijenin Ti içerisinde çözünmesi ve sinterleme performasını arttırmasından kaynaklanmaktadır [127].




**Şekil 3.19** Üretilen numunelere ait hacimsel değişim sonuçları ve sinterleme sonrası numunelerin görünümü.

### 3.2.9 Sinterlenmiş Numunelere ait OM Görüntüleri

Ti ve Ti matrisli kompozitlerin OM görüntüleri Şekil 3.20'de gösterilmiştir. Katkısız Ti numunesine ait OM görüntüsü Şekil 3.20(m)'de verilmiş olup, yapı içerisinde gözenekler görülmektedir. Bu numunede herhangi bir farklı yapı tespit edilmemiştir. Üretilen kompozit numunelerinde ise koyu bölgeler $Al_2O_3$, parlak bölgeler ise Ti bakımından zengin bölgeler olarak karşımıza çıkmaktadır. $Al_2O_3$ partikülleri malzemenin tamamına dağılmış olup, farklı boyut şekil özelliklerine sahiptir. Bu bölgelerin miktarı $Al_2O_3$ miktarına ve kullanılan PKA türü/oranına göre değişiklik göstermektedir. Etil alkol ile hazırlanan ve ağ. %5 $Al_2O_3$ ile takviye edilen numunelerde, $Al_2O_3$ bölgelerinin çok daha küçük olduğu ve yapıya daha homojen bir şekilde dağıldığı görülmektedir. Tüm kompozitlerde, artan $Al_2O_3$ miktarı ile numunelerde $Al_2O_3$ bakımından zengin bölgelerin kabalaşmasına sebep olmuştur. Benzer görüntüler daha önce yapılan çalışmalarda da elde edilmiştir [81, 126, 129-132].

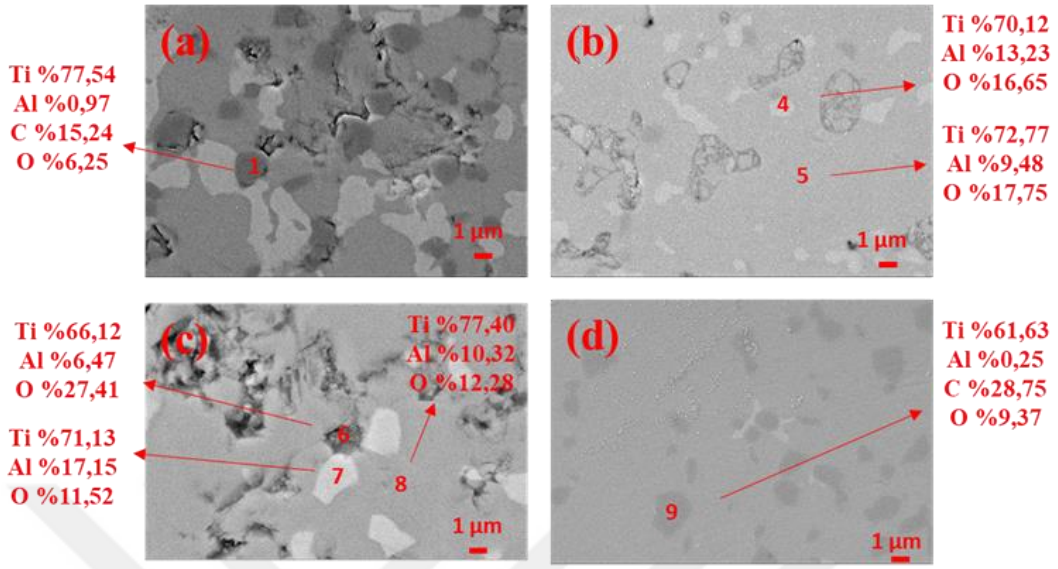



**Şekil 3.20** Üretilen numunelere ait OM görüntüleri (a) 5S1, (b) 10S1, (c) 5S3, (d) 10S3, (e) 5E, (f) 10E, (g) 5UE, (h)10UE, (i) 5P1, (j) 10P1, (k) 5P3, (l) 10P3 and (m) Ti.

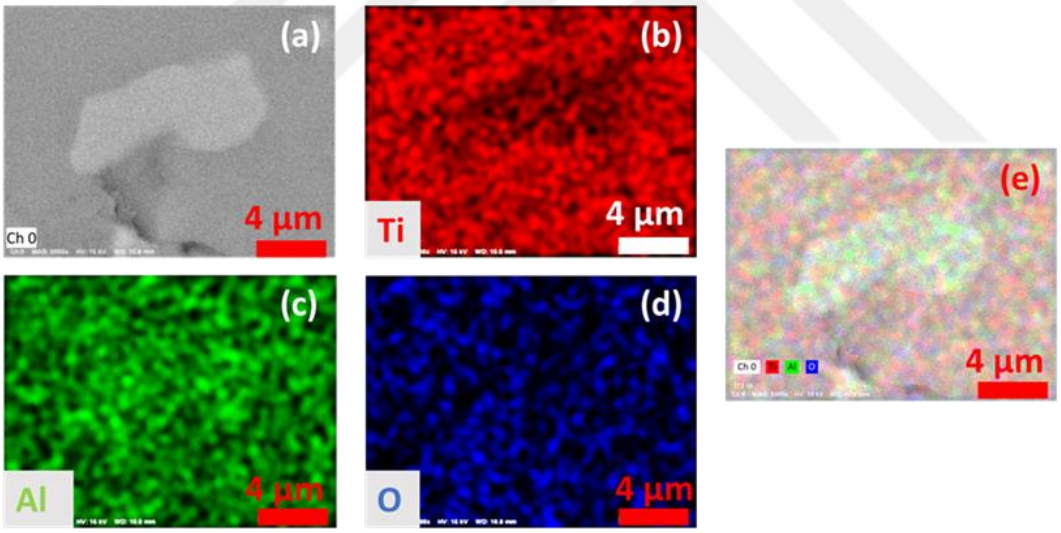
### 3.2.10 Sinterlenmiş Numunelere ait SEM Görüntüleri ve Haritalama Sonuçları

Üretilmiş olan 5S3, 5E, 5UE ve 5P3 numunelerine ait SEM görüntüleri ile çeşitli bölgelere yapılan EDS sonuçları Şekil 3.21'de verilmiştir. 5UE numunesine ait haritalama sonuçları ise Şekil 3.22'de gösterilmiştir. SEM görüntülerinde açık renkli bölgeler $Al_2O_3$, koyu olan bölgeler ise Ti'ce zengin bölgelerdir. Numuneye yapılan EDS ve haritalama analizleri, açık renkli bölgelerin Al yönünden zengin olduğunu ortaya koymaktadır. Bu bölgeler, SEM analizi yapılan tüm numunelerde bulunmaktadır. Fakat diğer numunelerden farklı olarak 5S3 ve 5P3 bölgelerinde görülen siyah bölgeler (Şekil 3.21'de 1.ve 9.nokta) bulunmaktadır. Yapılan EDS analizlerine göre bu bölgeler TiC olarak tespit edilmiştir. Sinterleme sonrası numunelere yapılan XRD analizlerinde de PVA ve SA kullanılarak üretilen kompozitlerde TiC fazının varlığı tespit edilmiştir. Dolayısıyla elde ettiğimiz SEM

görüntüleri ile XRD analizleri birbirlerini doğrulamaktadır. Numunelerimize ait görüntüler, daha önce yapılmış çalışmalar ile uyumludur [81, 126, 129-132].




**Şekil 3.21** 5S3, 5E, 5UE ve 5P3 numunelerinin SEM görüntüleri ve EDS sonuçları (a) 5S3 (b) 5E, (c) 5UE ve (d)5P3.




**Şekil 3.22** 5UE numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge ve elemental haritalama sonuçları (b) Ti, (c) Al, (d) O ve (e) tüm elementlerin üst üste gösterimi.

### 3.2.11 Sinterlenmiş Numunelerin Sertlik Testi Sonuçları

Üretilen numunelere ait sertlik ölçüm sonuçları Şekil 3.23'te verilmiştir. Buna göre üretilen numunelerin sertlik sonuçları 190,93 HV1 ile 873,6 HV1 arasında değişmektedir. En yüksek sertlik değerine sahip 5UE numunesinin sertliği katkısız numunenin sertlik değerinin yaklaşık olarak 3,5 katıdır. PKA olarak etil alkol

kullanılan ve ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyeli 5UE numunesi üretilen numuneler arasında en yüksek sertlik değerine sahiptir. Bununla birlikte ultrasonik yardımlı karıştırma yönteminin sertliği yaklaşık %10 oranında arttırdığı görülmüştür. Sertlikteki artış, $Al_2O_3$ parçacıklarının Ti matris içerisine eklenmesiyle birlikte oksit dispersiyon güçlendirme mekanizmasını tetiklemesiyle açıklanabilir [85]. Ayrıca yapıda Ti-$Al_2O_3$ etkileşimi ile oluşan sert $Ti_3Al$ ve TiAl intermetalik fazlarınında sertlik artışı üzerinde etkisi olduğu düşünülmektedir [84]. 5UE ve 5E kodlu numuneler MA sonrası en düşük ortalama partikül boyutu değerlerine sahiptir. Daha küçük partiküller sinterleme sonrası elde edilen mikroyapının incelmesini sağlayarak sertliğin artmasına sebep olabilmektedir [133]. Elde edilen analiz sonuçlarına göre $Al_2O_3$ miktarının ağ. %10'a çıkarılması sertliği olumsuz yönde etkilemiştir. Özellikle PKA olarak etil alkol kullanılan numunelerde $Al_2O_3$ miktarının arttırılması dramatik bir düşüşe neden olmuştur. PVA ile üretilen kompozit numunelerinde elde edilen sertlik değerleri takviyesiz Ti numunesine kıyasla daha düşük olup, $Al_2O_3$ takviyesinin genel olarak sertliği negatif yönde etkilediği görülmektedir. PKA olarak SA kullanılarak hazırlanan kompozit malzemelerde özellikle ağ. %3 SA kullanımı ve ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte sertlikte kayda değer bir artış meydana gelmiştir. 5S3 kodlu numune PVA ve SA kullanılarak hazırlanan numuneler arasında en yüksek sertlik değerine sahiptir. Diğer numunelerde olduğu gibi $Al_2O_3$ miktarının artması ile birlikte 10S3 numunesinin sertliği azalmış olsa da ağ. %10 $Al_2O_3$ takviyeli numuneler içerisinde en yüksek sertliğe sahip numunedir. Daha önce yapılmış olan çalışmalarda da benzer sonuçlar elde edilmiştir. Mohammadtaheri vd. [84] $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte sertlik değerinin saf Ti numunesine kıyasla neredeyse iki katına çıktığını tespit etmişlerdir. Nsiah-Baafi vd. [85] $Al_2O_3$ takviyeli Ti-6Al-4V kompozitlerini üretmiş ve ağ. %10 $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte sertlik değerinin 375 HV0,1'den 424 HV0,1'e çıktığını bulmuşlardır.

### 3.2.12 Sinterlenmiş Numunelerin Aşınma Testi Sonuçları

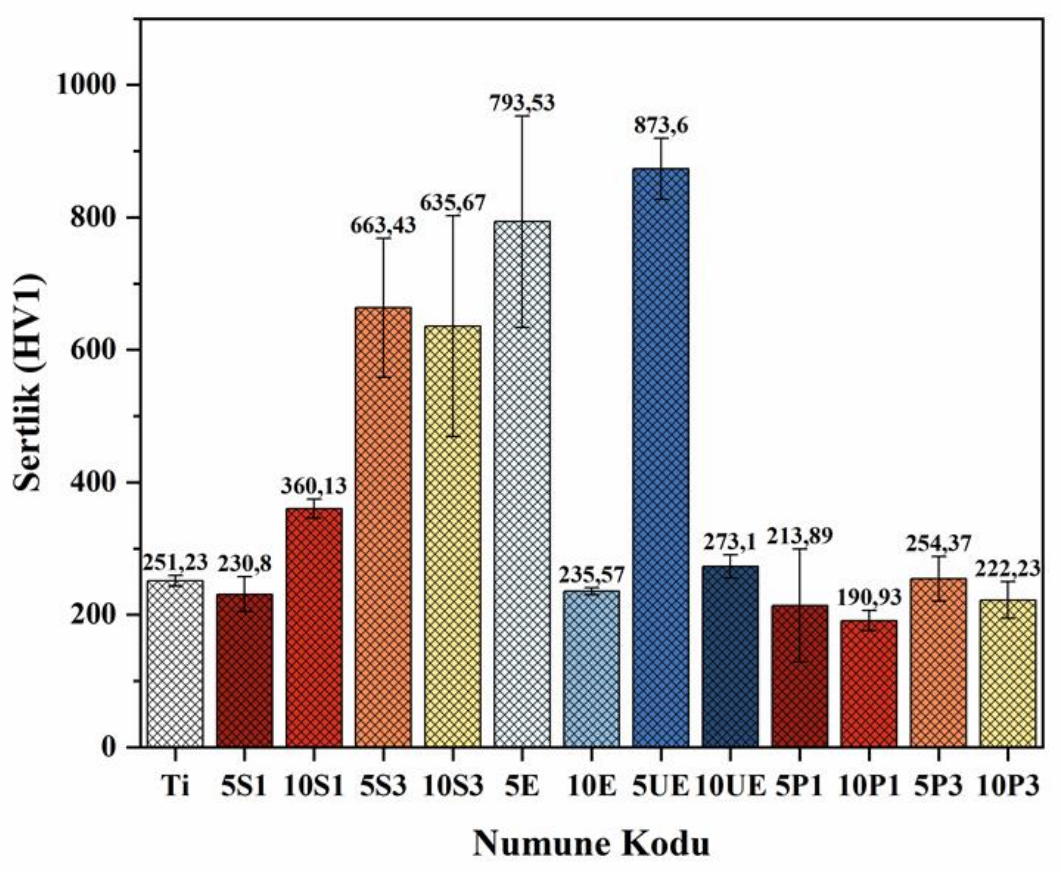
Yapılan karakterizasyon çalışmaları sonucunda optimum sonuçlar 5S3, 5E ve 5UE numunelerinde elde edilmiştir. Saf Ti ile optimum sonuçlara sahip bu numunelere aşınma testleri uygulanmıştır. Elde edilen COF ve özgül aşınma oranı değerleri Şekil 3.24'de verilmiştir. Aşınma testi sonuçlarına göre, en düşük özgül aşınma oranı her iki yük içinde 5UE kodlu numunede elde edilmiştir. 1 N yük ile yapılmış

testler için, en düşük COF 5S3 kodlu numunede elde edilirken, 3 N yük için en düşük COF 5UE kodlu numunede elde edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre $Al_2O_3$ takviyeli numunelerin aşınma direnci katkısız numuneye nazaran artış göstermiştir. Kompozit numunelerin sertlik değerleri, katkısız Ti numunesine göre çok daha yüksektir. Archard's denklemine (dV= Kw (PdS/H), dv: aşınma hacmi, P:normal yük, ds: aşınma mesafesi, H: sertlik, ve Kw: aşınma katsayısı) [134] göre aşınma direnci sertlikle doğru orantılıdır. Bu nedenle, sertliğin artması ile birlikte kompozitlerin plastik deformasyona olan direnci artmaktadır. Bunun sonucunda kompozitlerin aşınma performansında artış meydana gelmektedir. Bununla birlikte Ti ve $O_2$ parçalanmaya yatkın $TiO_2$ dökünтülerini oluşturma konusunda güçlü bir afiniteye sahiptir. $Al_2O_3$ partiküllerinin ise Ti'ye göre oksidasyon direnci çok daha yüksektir. Bu sebeple kompozit yüzeyinde bulunan $Al_2O_3$ partikülleri, yüzeydeki oksitlenmeyi azaltırken aşınma oranını düşürmektedir [135-137]. Yang vd. [82] yapmış oldukları çalışmada $Al_2O_3$ katkılı Ti matrisli kompozitlerin tribolojik performanslarını incelemişler ve elde ettikleri bulgular ışığında $Al_2O_3$ ilavesinin aşınma dayanımını arttırdığını bulmuşlardır. Bu çalışmada, en düşük özgül aşınma oranı ve en düşük COF değerine ağ. %12 $Al_2O_3$ katkısı ile ulaşılmıştır.

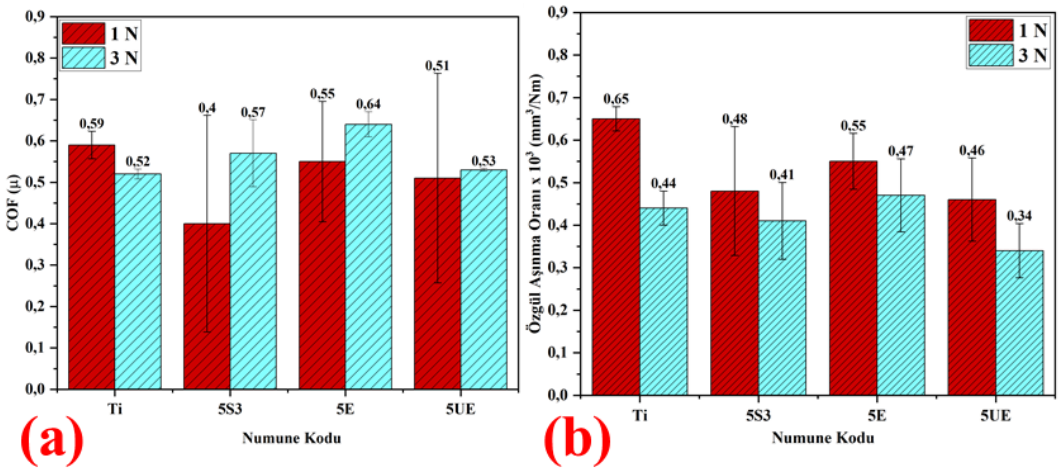
### 3.2.13 Sinterlenmiş Numunelerin Basma Testi Sonuçları

Üretilen optimum numunelere ait basma dayanımı sonuçları ve 5UE numunesinin basma dayanımı testi öncesi ve sonrası görünümleri Şekil 3.25'te verilmiştir. En yüksek basma dayanımı sonuçları saf Ti numunesinde 1710,01 MPa olarak, en düşük basma dayanımı değeri ise 71,64 MPa olarak 5UE numunesinde bulunmuştur. Basma testi sırasında saf Ti numunesi sünek kırılma davranışı gösterirken, 5UE numunesi ise gevrek kırılma davranışı göstermiştir. $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitlerin mekanik özellikleri, yapı içerisinde oluşan ve yüksek gevrekliğe sahip TiAl ve $Ti_3Al$ fazlarının varlığı nedeniyle olumsuz etkilenmektedir. Ayrıca bu fazların oluşumu daha zayıf bir seramik/matris ara yüzüne neden olmaktadır [87, 126, 138]. Sertliği daha yüksek olan 5UE numunesinin yapısında daha fazla TiAl ve $Ti_3Al$ intermetalik fazlarının bulunduğu, dolayısıyla 5E numunesine kıyasla daha gevrek bir davranış göstererek daha düşük basma dayanımına sahip olduğu değerlendirilmektedir. Literatürde benzer sonuçlar bulunmaktadır. Mohammadtaheri vd. [84] yapmış oldukları çalışmada $Al_2O_3$

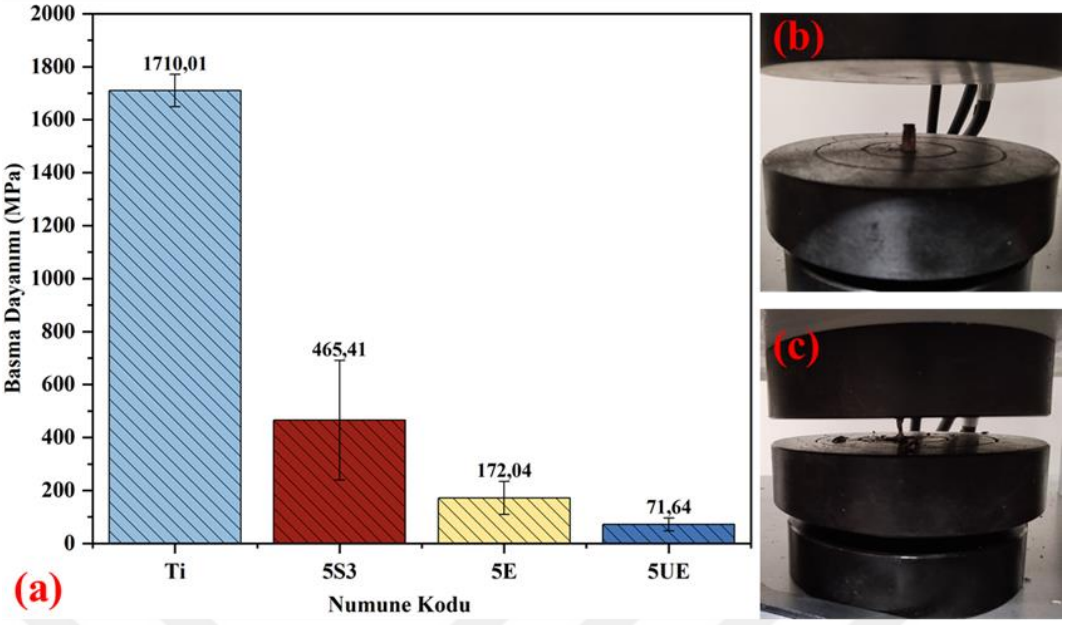
takviyesi ile birlikte basma dayanımında kayda değer bir düşüş olduğunu tespit etmişlerdir.




**Şekil 3.23** Üretilen numunelere ait sertlik değerleri.




**Şekil 3.24** Ti ve optimum numunelere ait (a) COF ve (b) özgül aşınma oranı sonuçları.




**Şekil 3.25** Ti ve optimum numunelere ait (a) basma dayanımı sonuçları, (b)5UE numunesinin test öncesi ve (c) test sonrası görünümü.

## 3.3 $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ Takviyeli Titanyum Matrisli Hibrit Kompozitlerin Analiz Sonuçları

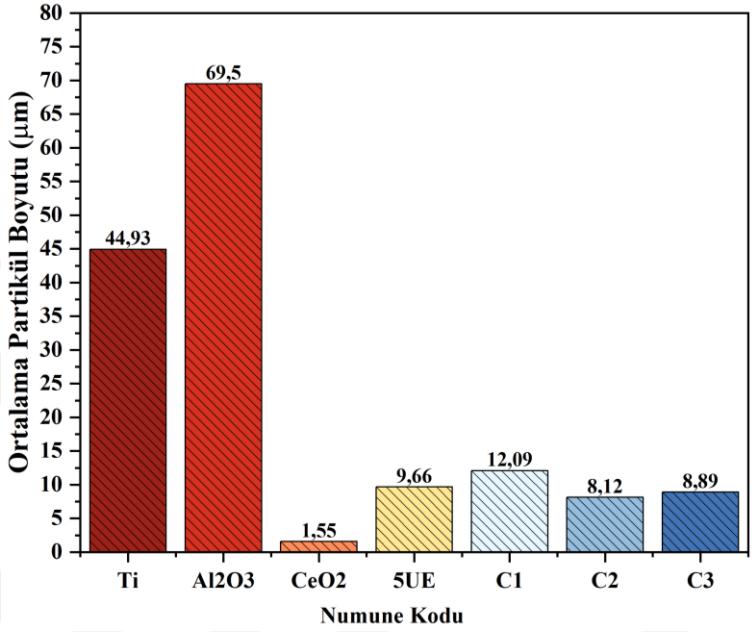
### 3.3.1 Ortalama Partikül Boyutu Analizi

Başlangıç tozları olan Ti, $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ ile MA sonrası elde edilen kompozit tozlarının ortalama partikül boyutu sonuçları Şekil 3.26'da verilmiştir. MA işlemi sonucunda en düşük ortalama partikül boyutu C2 kodlu numunede 8,12 µm, en yüksek ortalama partikül boyutu ise 12,09 µm ile C1 kodlu numunede elde edilmiştir. Sadece ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyeli 5UE numunesinin içerisine başlangıçta ağ. %1 $CeO_2$ ilavesi ortalama toz partikül boyutunun artmasına sebep olmuştur. $CeO_2$ oranının ağ. %2'ye çıkmasıyla birlikte en düşük ortalama partikül boyutuna ulaşılmış, oranın ağ. %3'e çıkmasıyla birlikte ortalama partikül boyutunda yaklaşık olarak %9,5'lik bir artış meydana gelmiştir. Daha önce de bahsedildiği üzere seramik takviye öğütücü eleman gibi davranmakta, MA sürecini hızlandırmakta ve tane incelmesine neden olmaktadır.

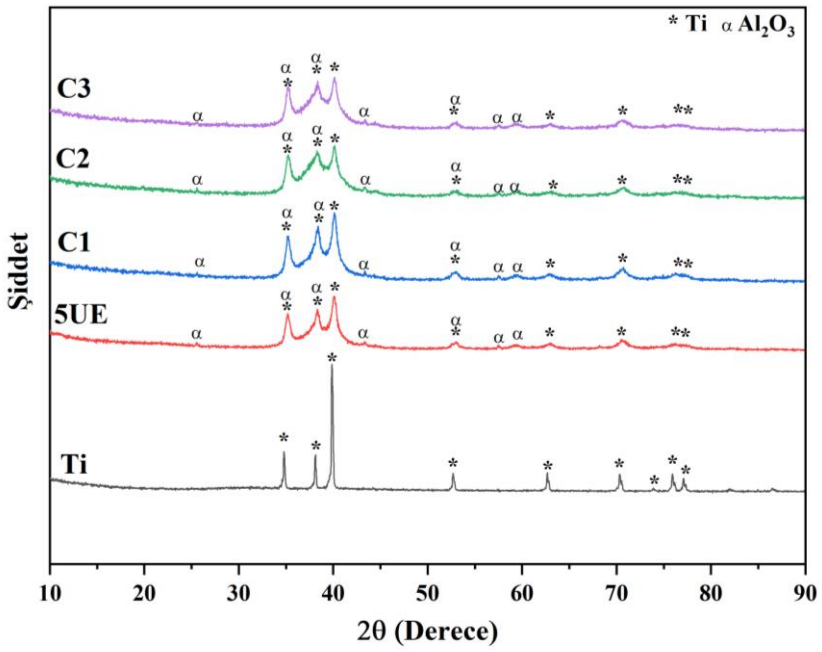
### 3.3.2 Tozlara ait XRD Sonuçları

Ti tozuna ve MA işlemi sonrası Ti matrisli hibrit kompozit tozlarına ait XRD sonuçları Şekil 3.27'de verilmiştir. Tozlara yapılan XRD analizlerinin tümünde Ti (Referans kodu:96-901-1601, hekzagonal, a=b=2,97 Å, c=4,72 Å) ve $Al_2O_3$

(Referans kodu: 96-900-8082, hekzagonal, a=b= 4,75 Å, c= 12,991 Å) fazları tespit edilmiştir. Ayrıca XRD sonuçlarında herhangi bir karbür fazına, oksidasyon sonucu oluşabilecek oksit fazına, Ti ve $Al_2O_3$ arasındaki reaksiyon sonucu oluşabilecek intermetalik fazına ve öğütme kabının aşınmasından kaynaklanabilecek herhangi bir empüriteye rastlanmamıştır. $CeO_2$ takviyeli kompozitlerde $CeO_2$ fazına ve $Al_2O_3$-$CeO_2$ reaksiyon ürünü fazlara rastlanmamıştır.

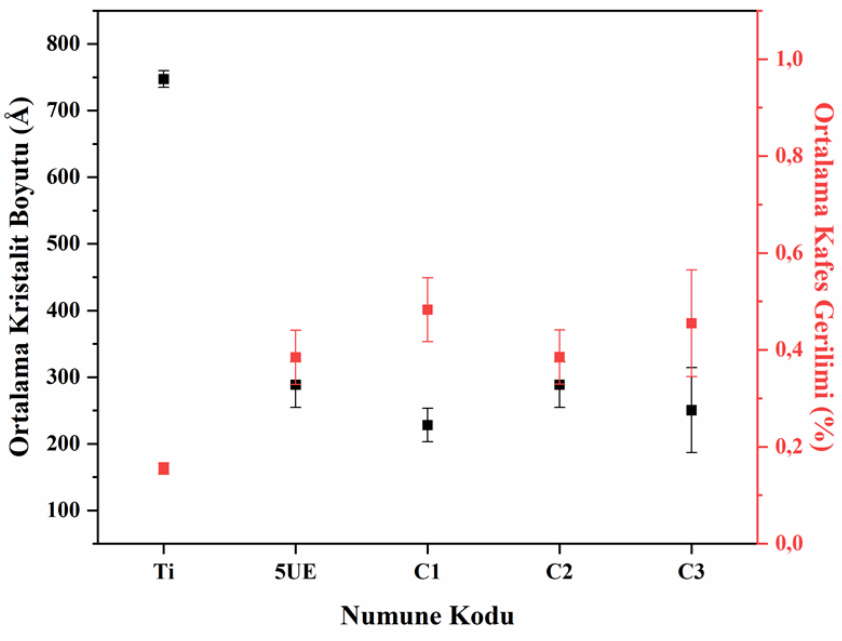



**Şekil 3.26** Başlangıç tozları ile MA sonrası elde edilen tozlara ait ortalama partikül boyutu sonuçları.




**Şekil 3.27** Ti ve MA sonrası kompozit tozlarının XRD analizi sonuçları.

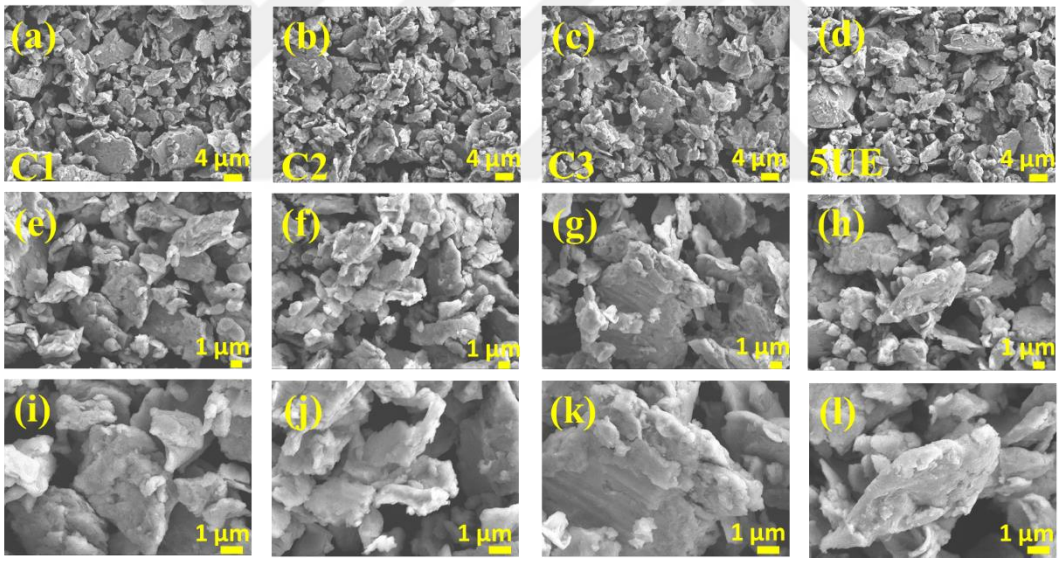
Saf Ti ve MA işlemine tabi tutulmuş kompozit tozlarının ortalama kafes gerilimi ve ortalama kristalit boyutunda meydana gelen değişimler Şekil 3.28'de verilmiştir. MA ile birlikte kompozit tozlarının ortalama kafes gerilimlerinde artış meydana gelirken, ortalama kristalit boyutlarında düşüş meydana gelmiştir. Ortalama kafes gerilimlerindeki artış, MA sırasında süregelen soğuk kaynaklanma-kırılma mekanizmasından dolayı kristal hatalarındaki artıştan meydana gelmektedir [102, 103]. Analiz edilen tozlar arasında en yüksek ortalama kristalit boyuta (747,33 Å) ve en düşük ortalama kafes gerilimine (%0,155) MA işlemine tabi tutulmayan saf Ti numunesinde ulaşılmıştır. MA ve $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte ortalama kristalit boyutunda düşüş ve ortalama kafes geriliminde ise artış kaydedilmiştir. Toz karışımının içerisine ağ. %1 ve 3 $CeO_2$ ilavesi ile birlikte ortalama kristalit boyutunda düşüş ve ortalama kafes geriliminde artış meydana gelmiştir. MA sırasında sert seramik partikülde çatlakların başlamasıyla partiküllerin parçalanma süreci hızlanmakta, aynı zamanda sert seramik partikülleri, öğütme bileşenlerine benzer şekilde davranarak ufalama etkisinin ve plastik deformasyonun partikül büyümesini etkilemesine imkân tanımaktadır. Öğütme işlemi sırasında büyük seramik partiküllerine yakın konumda olan matris partiküllerinin, öğütme sırasında daha şiddetli deformasyona maruz kaldığı tespit edilmiştir [102]. Çalışmanın ilk kısmında da benzer sonuçlar elde edilmiştir. Ayrıca literatürde seramik partikül takviyeli kompozitlerde de benzer sonuçlar bulunmuştur [102, 104-108].




**Şekil 3.28** Ti ve MA sonrası elde edilen tozların ortalama kristalit boyutu ve ortalama kafes gerilimi sonuçları.

### 3.3.3 MA Sonrası Tozlara ait SEM Analizi Sonuçları

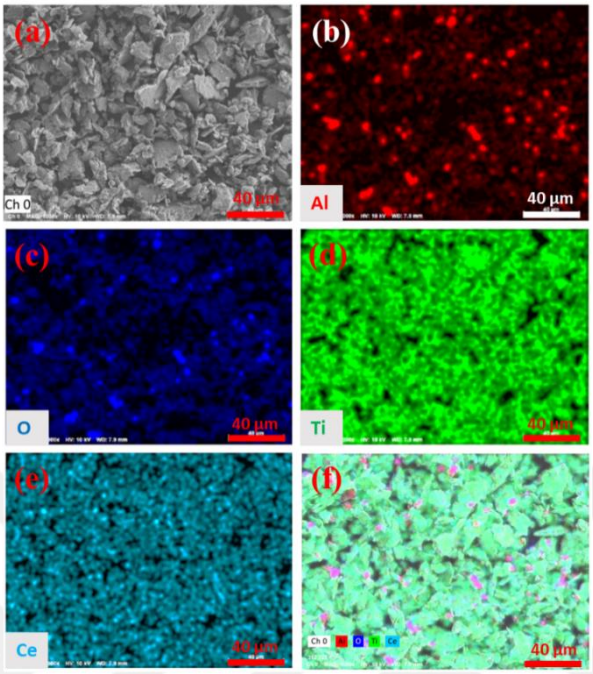
MA sonrası elde edilen kompozit tozlarına ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri Şekil 3.29'da gösterilmiştir. Daha önceki kısımda belirtildiği gibi toz partiküllerinin son mikroyapılarının oluşumunda MA süresince tekrarlayan düzleşme, soğuk kaynaklanma ve kırılma mekanizmaları önemli rol almaktadır [67]. Tüm tozların benzer toz morfolojisine sahip olduğu, MA sonrasında ortalama partikül boyutlarının başlangıç tozlarına göre azaldığı ve partiküllerin pul benzeri şekiller aldığı tespit edilmiştir. MA sonrası sünek malzemelerin pul benzeri görünüme sahip olması sıklıkla karşılaşılan bir durumdur [111-114]. MA'nın ilk aşamalarında, kırılgan olan malzeme öğütülürek ufalamaya maruz kalırken, sünek malzeme pul benzeri bir şekle bürünmektedir. MA'nın ilerleyen safhalarında ufalanmaya maruz kalan gevrek malzeme pul şeklini almış olan sünek malzemenin arasına yerleşmektedir [115, 116]. Ortalama partikül boyutu birbirine yakın olan malzemelerin bu durumu alınan SEM görüntüleriyle de doğrulanmaktadır.



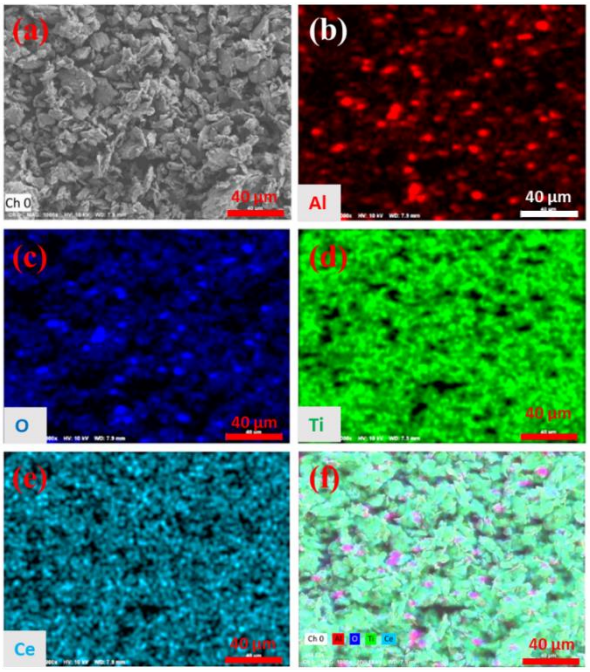

**Şekil 3.29** MA sonrası tozlara ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a, e, i) C1, (b, f, j) C2, (c, g, k) C3 ve (d, h, l) 5UE.

C1, C2 ve C3 numunelerine ait SEM-haritalama sonuçları Şekil 3.30 ile Şekil 3.33 arasında gösterilmiştir. Tez çalışmasının ilk bölümünde olduğu gibi, haritalama sonuçlarından Al ve O'nun belirli bölgelerde yoğunlaştığı görülmektedir. Her ne kadar $Al_2O_3$ toz içerisinde nispeten homojen dağılım gösterse bile bazı bölgelerde daha büyük partiküller ile varlığını sürdürmektedir. Şekil 3.32'de, MA sonrası toz içerisinde bulunan $Al_2O_3$ partikülleri gösterilmiştir. Sünek Ti tozu pul benzeri yapılara dönüşürken, gevrek $Al_2O_3$ tozu öğütülmektedir. Elde edilen görüntüler bu

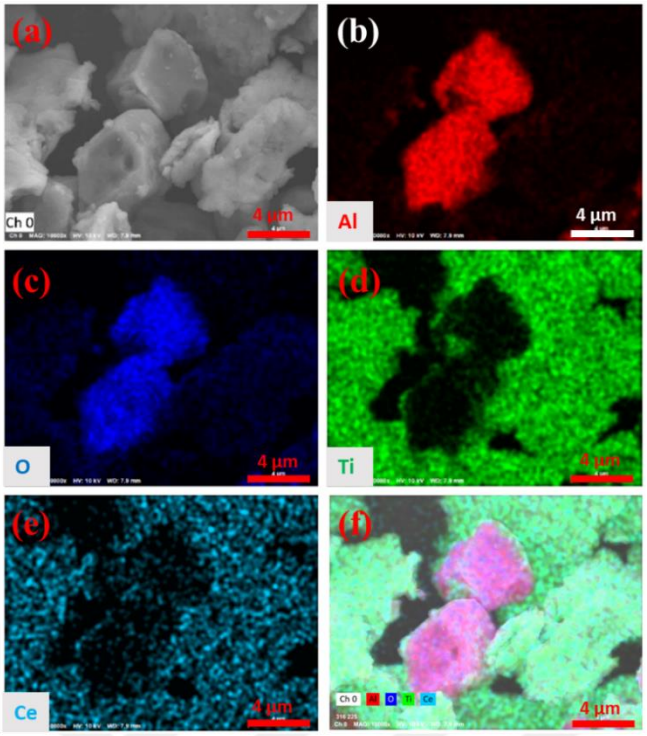
durumu doğrulamaktadır. Çok daha küçük ortalama partikül boyutuna (1,55 µm) sahip $CeO_2$ tozunun ise yapı içerisine homojen bir şekilde dağıldığı, herhangi bir bölgede topaklanmaya maruz kalmadığı haritalama görüntüleri ile tespit edilmiştir.



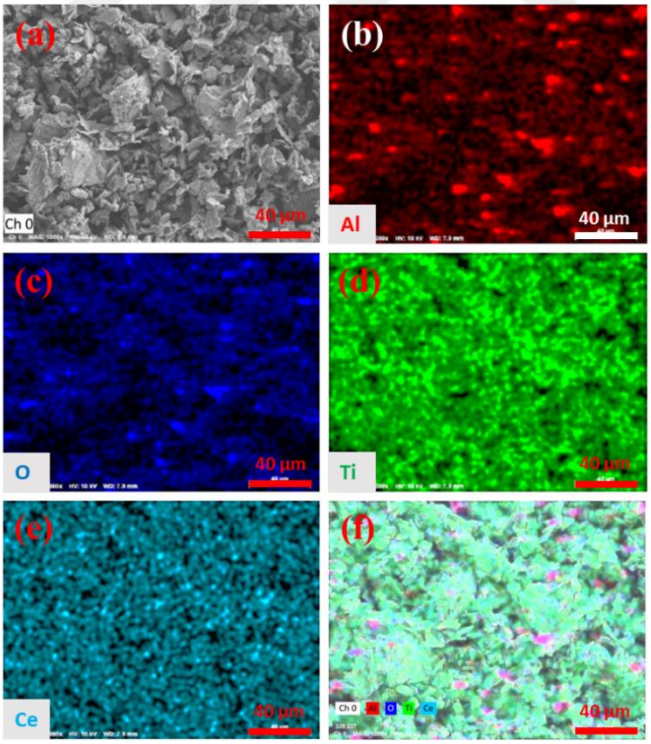

**Şekil 3.30** MA sonrası C1 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Al, (c) O, (d) Ti, (e) Ce ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi.




**Şekil 3.31** MA sonrası C2 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Al, (c) O, (d) Ti, (e) Ce ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi.

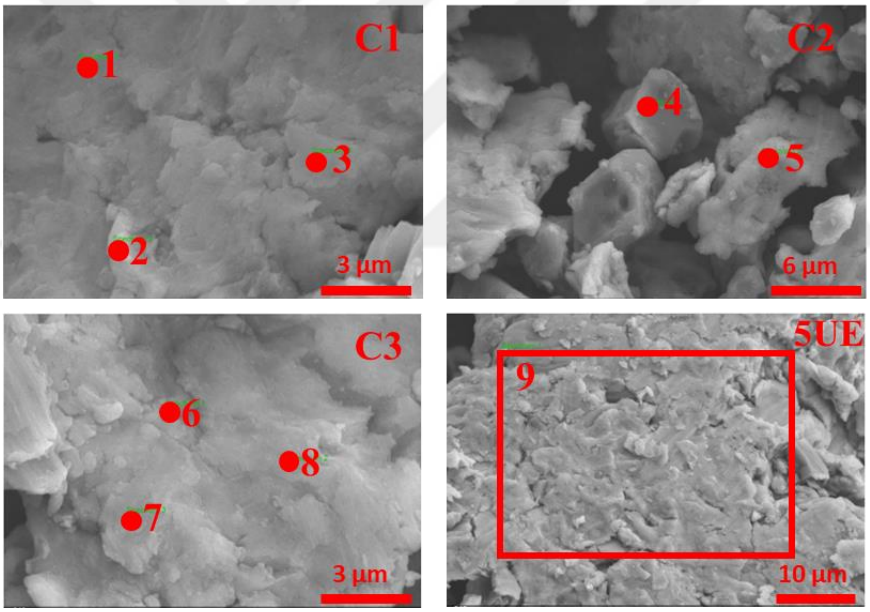



**Şekil 3.32** MA sonrası C2 numunesinde $Al_2O_3$ partiküllerin bulunduğu bölgeye ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Al, (c) O, (d) Ti, (e) Ce ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi.




**Şekil 3.33** MA sonrası C3 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Al, (c) O, (d) Ti, (e) Ce ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi.

C1, C2, C3 ve 5UE'nin nokta ve bölgesel EDS analizi sonuçları Tablo 3.2'de, her bir numunenin hangi bölgelerinin analiz edildiği ise Şekil 3.34'te verilmiştir. Buna göre, Şekil 3.32'de görülen $Al_2O_3$ partiküllerinin noktasal EDS sonucunda da $Al_2O_3$ partikülleri olduğu kanıtlanmıştır. Ti tozlarının nokta EDS analizi sonuçlarının birbirine yakın olduğu görülmektedir. $CeO_2$ takviyeli kompozit tozlarında noktasal EDS analizleri sonucunda Ce varlığı tespit edilememiş olup, bu durumun detektör tespit sınırının altında olması ile açıklanmıştır. Diğer numunelerden farklı olarak, ağ. %3 $CeO_2$ ile takviye edilmiş C3 tozlarında Ce ile birlikte Al'de tespit edilememiştir. Ce ve Al'nin sünek Ti metalinin içerisine gömüldüğü değerlendirmesi yapılmaktadır. MA sırasında daha küçük partiküller kırılmaya uğramadan deformasyona dayanabilir. Aynı zamanda çok ince ve çok büyük partikülleri orta bir boyuta doğru getirme eğilimi göstererek, daha büyük partiküllere kaynaklanma eğilimindedirler [139].




**Şekil 3.34** C1, C2, C3 ve 5UE kodlu numunelere ait SEM görüntüleri ve EDS alınan nokta ve bölgelerin gösterimi.

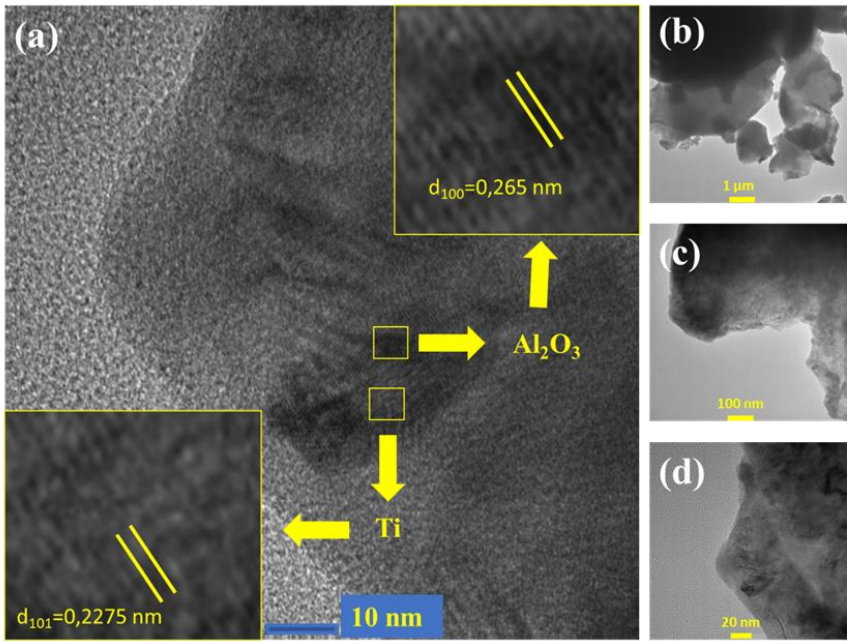
### 3.3.4 Tozlara ait HR-TEM Analizi Sonuçları

Ti ve 5UE tozlarına ait HR-TEM görüntüleri ve haritalama sonuçları sırasıyla Şekil 3.12 ve Şekil 3.13'te verilmiştir. 5UE tozunun haritalama sonuçları Şekil 3.14'te gösterilmiştir. C1 kodlu numuneye ait tozun HR-TEM görüntüleri Şekil 3.35'te ve aynı numuneye ait haritalama sonuçları Şekil 3.36'da gösterilmiştir. Haritalama sonuçlarında Al ve O'nun bazı bölgelerde birlikte yoğunlaşmalarından dolayı bu bölgelerde $Al_2O_3$'ün aglomerasyonundan bahsedilebilmektedir. Şekil 3.35(a)'da

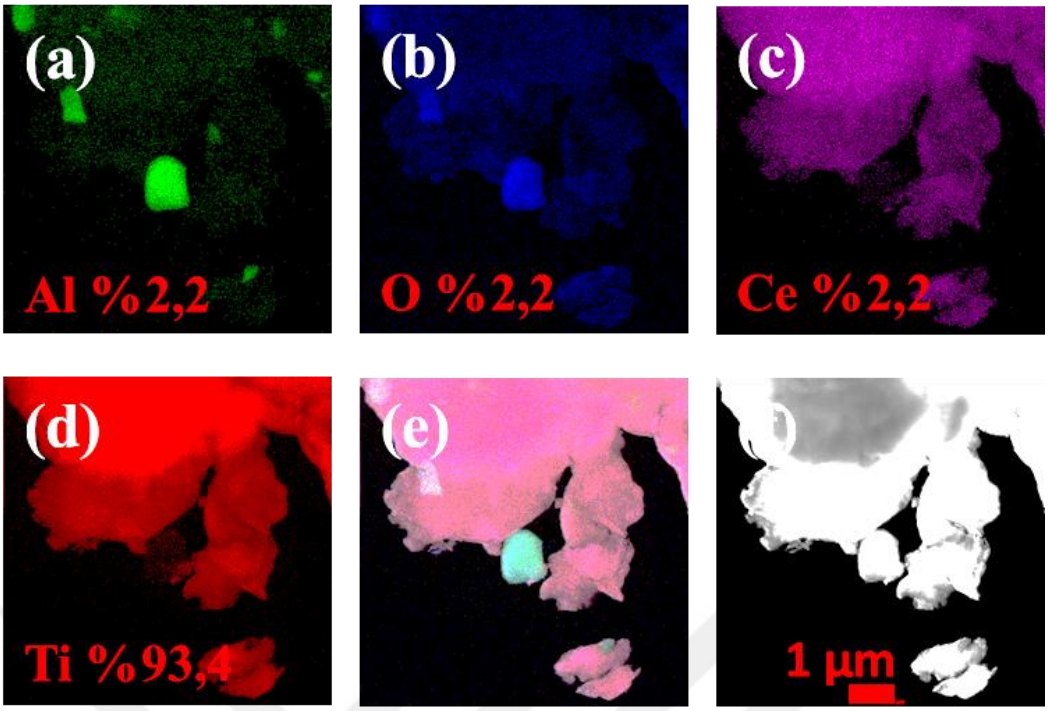
sarı alan ile işaretlenmiş alanlarda Ti fazı için (101) düzlem ailesi için 0,2275 nm'lik düzlemler arası mesafe tespit edilmiştir. $Al_2O_3$ için ise (100) düzlem ailesi için 0,265 nm'lik düzlemler arası mesafe bulunmuştur. Toz numunelere yapılan XRD analizleri sonucunda da sadece Ti ve $Al_2O_3$ fazları bulunmuş olup, bulunan düzlemler arası mesafe sonuçları bunu doğrulamaktadır. $Al_2O_3$ takviyesinin aksine $CeO_2$'nin toz içerisinde daha homojen bir dağılım sergilediği haritalama sonuçlarından görülebilmektedir.

**Tablo 3.2** C1, C2, C3 ve 5UE numunelerinden alınan EDS analizlerinin sonuçları.

| Kod | Ti (Ağ. %) | Al (Ağ. %) | O (Ağ. %) | Ce (Ağ. %) |
|---|---|---|---|---|
| **1** | 80,39 | 3,30 | 16,31 | 0 |
| **2** | 73,16 | 5,68 | 21,16 | 0 |
| **3** | 79,66 | 1,69 | 18,65 | 0 |
| **4** | 4,12 | 46,86 | 49,03 | 0 |
| **5** | 64,87 | 6,26 | 28,87 | 0 |
| **6** | 82,78 | 0 | 17,22 | 0 |
| **7** | 87,11 | 0 | 12,89 | 0 |
| **8** | 82,27 | 0 | 17,73 | 0 |
| **9** | 60,43 | 15,27 | 22,61 | 0 |



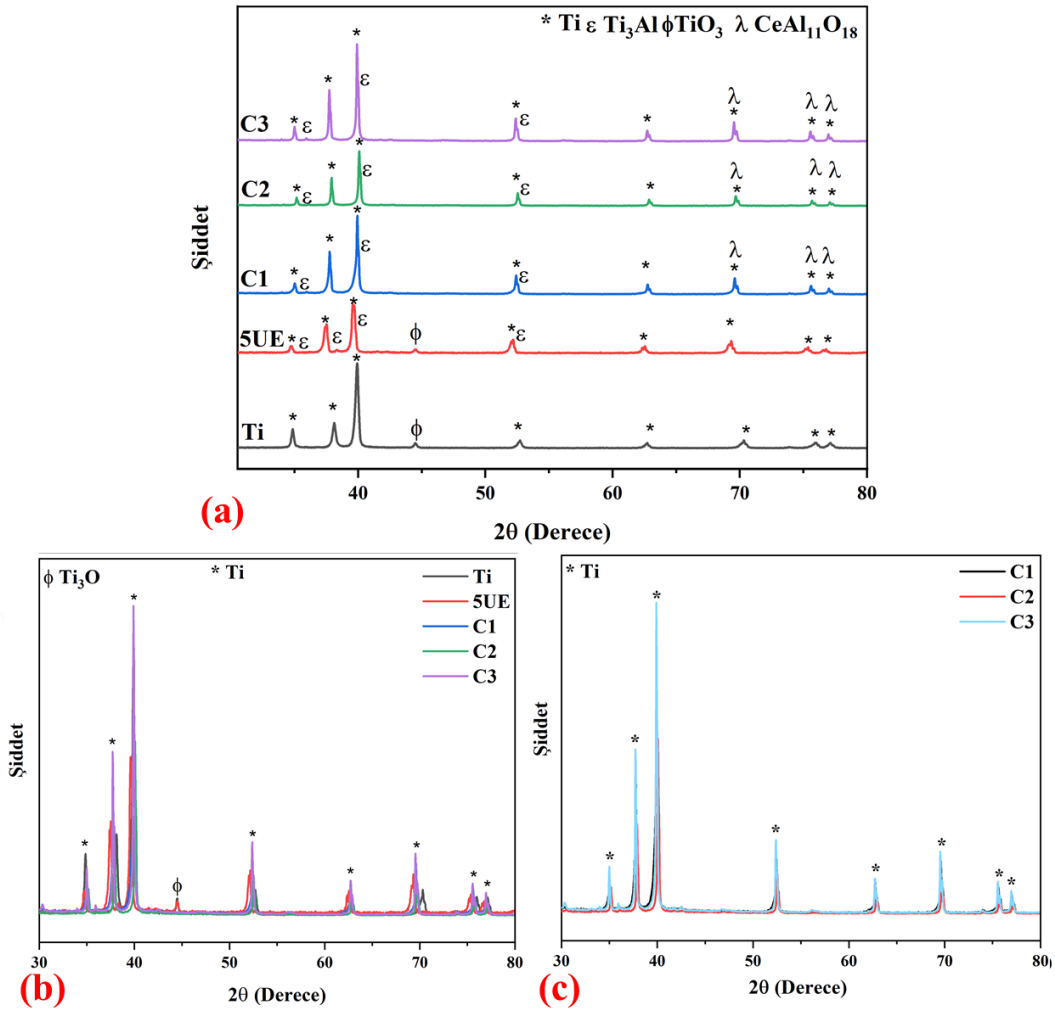

**Şekil 3.35** C1 tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki HR-TEM görüntüleri.




**Şekil 3.36** C1 tozuna ait haritalama sonuçları (a) Al, (b) O, (c) Ce, (d) Ti, (e) tüm elementlerin üst üste gösterimi ve (f) haritalama yapılan bölgenin HR-TEM görüntüsü.

### 3.3.5 Sinterlenmiş Numunelere ait XRD Sonuçları

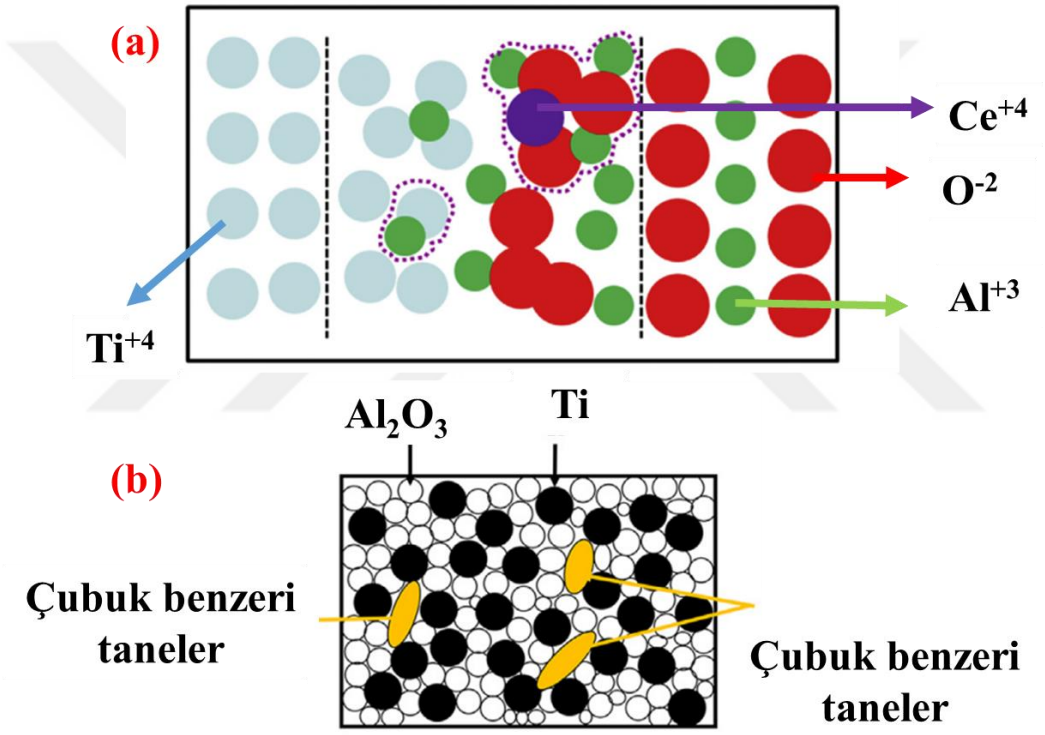
Sinterleme sonrası saf Ti ve kompozitlere ait XRD analiz sonuçları Şekil 3.37(a)'da ve XRD sonuçlarının kıyaslanması Şekil 3.37 (b-c)'de gösterilmiştir. Analiz sonuçlarına göre takviye edilmemiş Ti numunesinde Ti fazı (Referans kodu: 96-901-1601, hekzagonal kafes yapısı, a=b= 2,97 Å, c=4,72 Å) ve $Ti_3O$ fazı (Referans kodu: 96-152-9955, hekzagonal, a=b=5,15 Å, c=9,56 Å) tespit edilmiştir. $Al_2O_3$ takviyeli 5UE numunesinde ise Ti ve $Ti_3O$ fazları ile birlikte $Ti_3Al$ fazı (Referans kodu: 96-153-2768, hekzagonal, a=b=5,7640 Å, c=4,6640 Å) tespit edilmiştir. $Al_2O_3$ ile birlikte $CeO_2$ ilave edilen hibrit kompozit numunelerinde ise Ti fazı ile birlikte $CeAl_{11}O_{18}$ (Referans kodu: 00-0048-0055, hekzagonal, a=b=5,5581 Å, c=22,0121 Å) fazı tespit edilmiştir. Şekil 3.37(a)'da görüldüğü üzere, $CeO_2$ ilavesinin sonucunda saf Ti ve 5UE numunelerinde bulunan $Ti_3O$ fazı hibrit kompozit yapılarında tespit edilmemiştir. Üretilen hiçbir numunede TiC fazına rastlanmamıştır. Şekil 3.37(b)'de görüldüğü gibi, artan $CeO_2$ ilavesi ile birlikte Ti piklerinin şiddetinde artış meydana gelmiştir.




**Şekil 3.37** Sinterlenmiş numunelere ait XRD analiz sonuçları (a) tüm numunelerin XRD sonucu kıyaslamaları ve (c) C1, C2 ve C3 numunelerinin XRD sonucu kıyaslamaları.

Daha önce bahsedildiği üzere, Ti-$Al_2O_3$ sistemlerinde TiAl ve $Ti_3Al$ oluşumu lokal oksijen aktivitesine ve sıcaklığa göre değişmektedir. Düşük oksijen basıncında oksijen ve Al, $Al_2O_3$ içinde çözünür ve Ti ile reaksiyona girerek Ti-Al intermetalik bileşiklerini oluşturur. İlk olarak Ti matris yakınında TiAl intermetaliği oluşur. Bunu $Ti_3Al$ intermetaliğinin oluşumu takip eder. $Ti_3Al$ fazının kompozitlerin mekanik özellikleri üzerine etkisi büyüktür. $Al_2O_3$ içerisinde çözünen oksijende Ti matris ile etkileşime girerek TiO ve $AlTiO_2$ gibi oksitleri oluşturur [87, 117-123]. $CeO_2$ ilavesi ile birlikte $Ce^{+4}$ iyonları $Al_2O_3$ tanesinin yüzeyine difüze olarak $CeA_{l1}1O_{18}$ katı çözeltisini oluşturur ve tane büyümesinde anormalliğe (çubuk benzeri taneler) neden olur. Oluşan bu bileşim yapıda Ti ve $Al_2O_3$ arasındaki boşlukları dolduracak (whisker güçlendirme etkisi gibi) ve yoğunluğu arttıracaktır. Bunun sonucunda mekanik özelliklerde iyileşme meydana gelecektir. Optimum

miktar sonrası ise yapıda oluşan yoğun $CeAl_{11}O_{18}$ homojen olmayan tane boyutu ve çubuk benzeri tanelerin düzensiz dağılımı neticesinde kompozitin mekanik dayanımında belirgin bir azalmaya sebep olacaktır [88]. Şekil 3.37(c)'de görüldüğü gibi, artan $CeO_2$ ilavesi ile birlikte Ti piklerinin şiddetinde artış meydana gelmiştir. Buradan $CeO_2$ ilavesi ile birlikte Ti-$Al_2O_3$ arayüzeyinde meydana gelen reaksiyonların azaldığı sonucuna varılabilir. Daha önce yapılan Ti-$Al_2O_3$ çalışmalarında, nadir toprak elementleri ilavesi ile birlikte Ti-$Al_2O_3$ reaksiyonunun meydana geldiği reaksiyon tabakası kalınlığının azaldığı bildirilmiştir [89]. $CeO_2$ ilavesi ile Ti-$Al_2O_3$ kompozitlerinin arayüzeyinde meydana gelen difüzyon ve yapıda $CeAl_{11}O_{18}$'in görünümü Şekil 3.38'de gösterilmiştir.

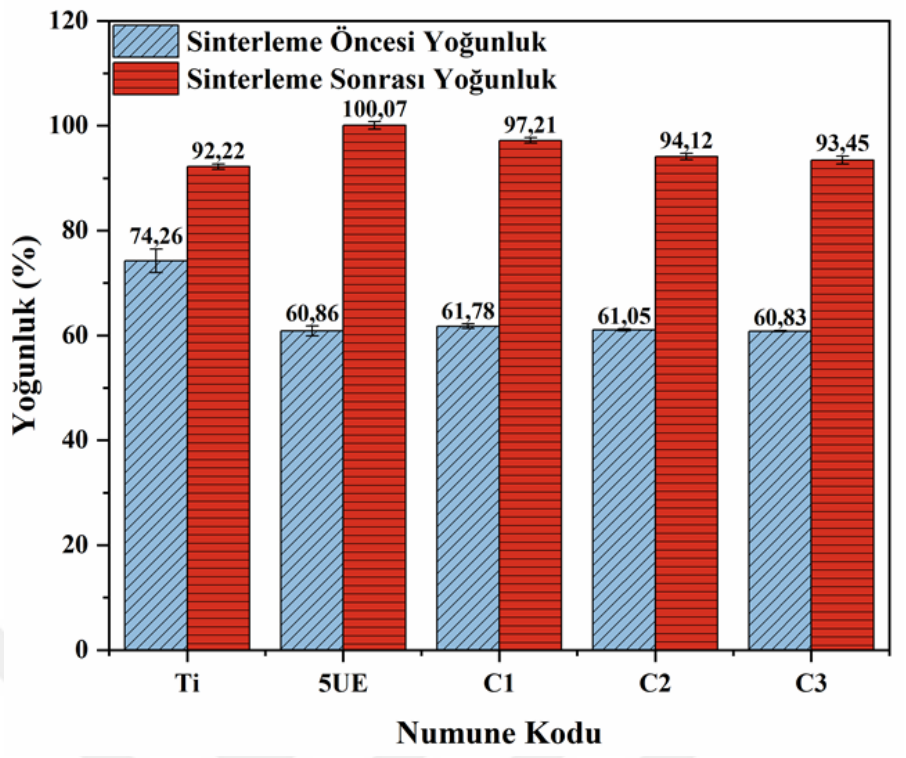



**Şekil 3.38** $CeO_2$ ilavesi ile birlikte (a) arayüzeyde meydana gelen difüzyon ve (b) yapıda meydana gelen $CeAl_{11}O_{18}$ görünümü [89].

### 3.3.6 Yoğunluk Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Saf Ti, $Al_2O_3$ takviyeli ve $Al_2O_3/CeO_2$ takviyeli numunelere ait sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yüzde yoğunluk değerleri Şekil 3.39'da verilmiştir. Üretilen numunelerin sinterleme öncesi yoğunlukları %74,26 ile %60,83 arasında değişmektedir. En yüksek sinterleme öncesi yoğunluk katkısız Ti numunesinde elde edilmiş olup $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ takviyeleri ile birlikte bu değer düşüş göstermiştir.

Kompozit numunelerin sinterleme öncesi yüzde yoğunlukları arasında kayda değer bir fark oluşmamıştır. Sinterleme işlemi sonucunda yüzde yoğunluklar %92,22 ile %100,07 arasında bulunmuştur. Sinterleme öncesi yoğunlukların aksine en düşük yüzde yoğunluk katkısız Ti numunuesinde bulunmuştur. Sadece ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyeli 5UE numunesi en yüksek yoğunluk değerine sahipken $CeO_2$ ilavesi ile birlikte yüzde yoğunluklarda düşüş meydana gelmiştir. Hibrit kompozitler içerisinde en yüksek yüzde yoğunluk %97,21 ile C1 numunesinde bulunmuş, artan $CeO_2$ ilavesi ile birlikte bu değerin altına düşmüştür. $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlerde ölçülen yoğunluğun teorik yoğunluktan fazla çıkmasının sebebi yapıda oluşan katı çözeltinin veya reaksiyon ürünlerinin kristal yapıyı etkilemesi olarak düşünülmektedir [79, 80, 126]. $CeO_2$ ilavesi ile birlikte Ti-$Al_2O_3$ reaksiyonlarının azalması ve yapıda yeni bir fazın ortaya çıkmasıyla birlikte yüzde yoğunluklarda düşüş yaşanmıştır. Seramik partikül takviyeli Ti matrisli kompozitlerde benzer yoğunluk sonuçlarına rastlanılmıştır. Han vd. [140] $ZrO_2$ takviyeli (ağ. %1, 2, 4, 6 ve 10) Ti matrisli kompozitleri MA yöntemi ile üretmiş ve üç farklı sıcaklıkta sinterlemiştir. Üretilen numunelerin yoğunlukları incelendiğinde optimum katkı miktarı sonrası yapıdaki $ZrO_2$'nin sinterlemeyi zorlaştırmasından dolayı, yüzde yoğunlukta düşüş meydana gelmiştir. Prakash vd. [141] $B_4C$ (ağ. %5 ve 10) takviyeli Ti6Al4V kompozitleri T/M yöntemi ile üretmiş ve özelliklerini incelemiştir. $B_4C$ ilavesi ile birlikte numunelerin yüzde yoğunluklarında azalma meydana gelmiş ve $B_4C$ ilavesinin artması ile birlikte yüzde yoğunluktaki düşüş artmıştır. Yazarlar bu düşüşü artan takviye miktarı ile birlikte meydana gelen aglomerasyona ve tek tek parçacıklarla bağlantılı gözeneklerin varlığı ile açıklamışlardır. Anandajothi vd. [142] $TiB_2$ (ağ. %2,5, 5 ve 7,5) ve TiC (ağ. %2,5, 5 ve 7,5) takviyeli Ti6Al4V-xTiC-y$TiB_2$ hibrit kompozitlerini T/M yöntemiyle üretmişlerdir. Yapmış oldukları çalışmada en yüksek yoğunluğu %98,42 ile Ti6Al4V-5TiC-5$TiB_2$ hibrit kompozit numunesinde elde etmiş, bu değerlerin üzerindeki katkı oranlarında ise yüzde yoğunlukta düşüş meydana gelmiştir. Bu durum takviye oranının artması sonucu meydana gelen aglomerasyon ile matrise sert partikül ilavesi ile birlikte matris-takviye arayüzeyinde oluşan boşluk çekirdeklenmesiyle açıklanmaktadır.




**Şekil 3.39** Üretilen numunelere ait sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yüzde yoğunluk sonuçları.

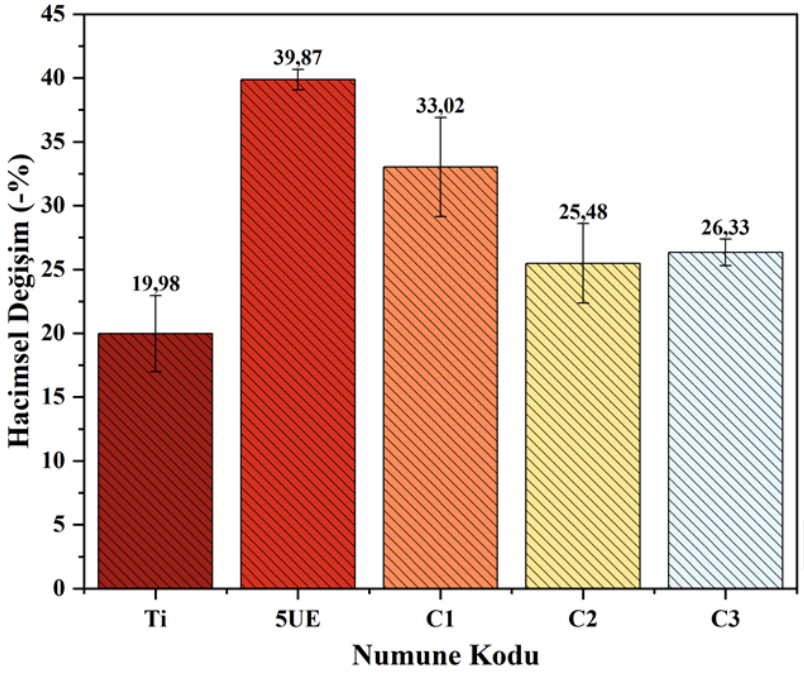
### 3.3.7 Sinterleme Sonrası Numunelerde Oluşan Hacimsel Değişimler

Saf Ti, $Al_2O_3$ takviyeli ve $Al_2O_3$-$CeO_2$ takviyeli numunelere ait sinterleme sonrası hacimsel değişim değerleri Şekil 3.40'ta verilmiştir Saf Ti numunesinin hacimsel değişimi -%19,98 olurken, 5UE numunesinin boyutsal değişimi -%39,87 olarak bulunmuştur. Ağ. %5 $Al_2O_3$ ile birlikte $CeO_2$ ilavesi sonucunda numunelerde meydana gelen boyutsal değişimler azalmıştır. Hibrit kompozitler içerisinde en düşük hacimsel değişim C2 numunesine -%25,48 ile bulunmuştur. C1 numunesi ise hibrit kompozitler içerisinde en yüksek hacimsel değişim değerlerine ve en yüksek yüzde yoğunluk değerlerine sahiptir. Benzer eğilim sinterleme sonrası yüzde yoğunluk değerlerinde de karşımıza çıkmaktadır. Sinterleme sonrası $CeO_2$ takviyeli hibrit kompozitlerin yüzde yoğunlukları düşmektedir. Bu durum numunede meydana gelen büzülmenin artmasının, sinterleme performansının arttığına dair bir işaret olduğunu göstermektedir. Dahbade vd. [127] ve Yalçın vd. [128] yapmış oldukları çalışmalar ile bu durumu desteklemektedir.

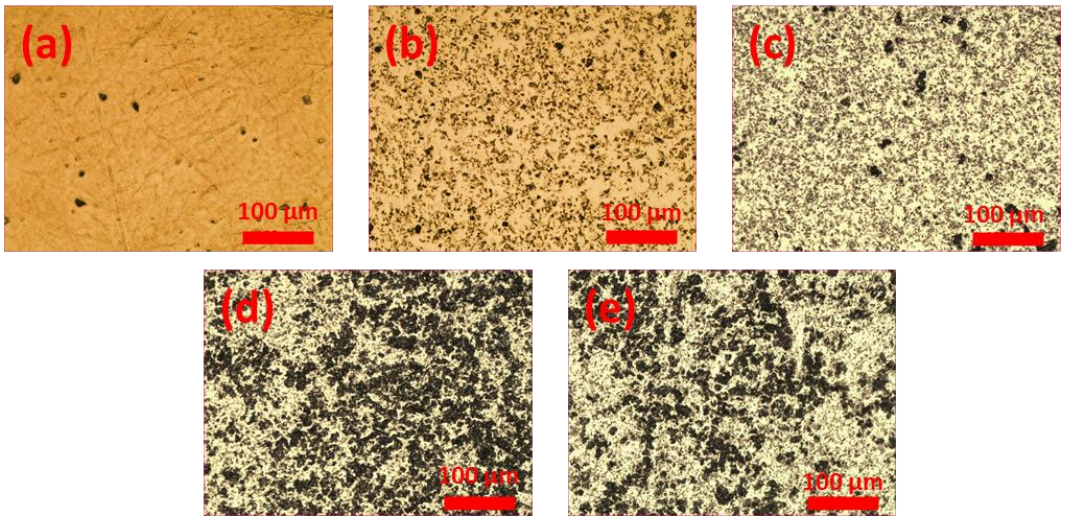
### 3.3.8 Sinterlenmiş Numunelere ait OM Görüntüleri

Ti ve üretilen kompozitlerin OM görüntüleri Şekil 3.41'de gösterilmiştir. Katkısız Ti numunesine ait OM görüntüsü Şekil 3.41(a)'da verilmiş olup, yapı içerisinde

gözenekler görülmekte, farklı herhangi bir yapı görünmemektedir. $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Ti matrisli kompozitlerde koyu bölgeler $Al_2O_3$, parlak bölgeler ise Ti bakımından zengin bölgeler olarak tespit edilmiştir. 5UE numunesinde $Al_2O_3$ partikülleri malzemenin tamamına homojen bir şekilde dağılmış olup, yapıda boşlukların azaldığı görülmüştür. $CeO_2$ ilavesi ile birlikte yapıda tekrar boşlukların oluştuğu ve artan $CeO_2$ miktarı ile birlikte oluşan boşlukların arttığı sonucuna varılmıştır. Elde edilen görüntüler, yoğunluk ölçüm sonuçları ile uyumludur.



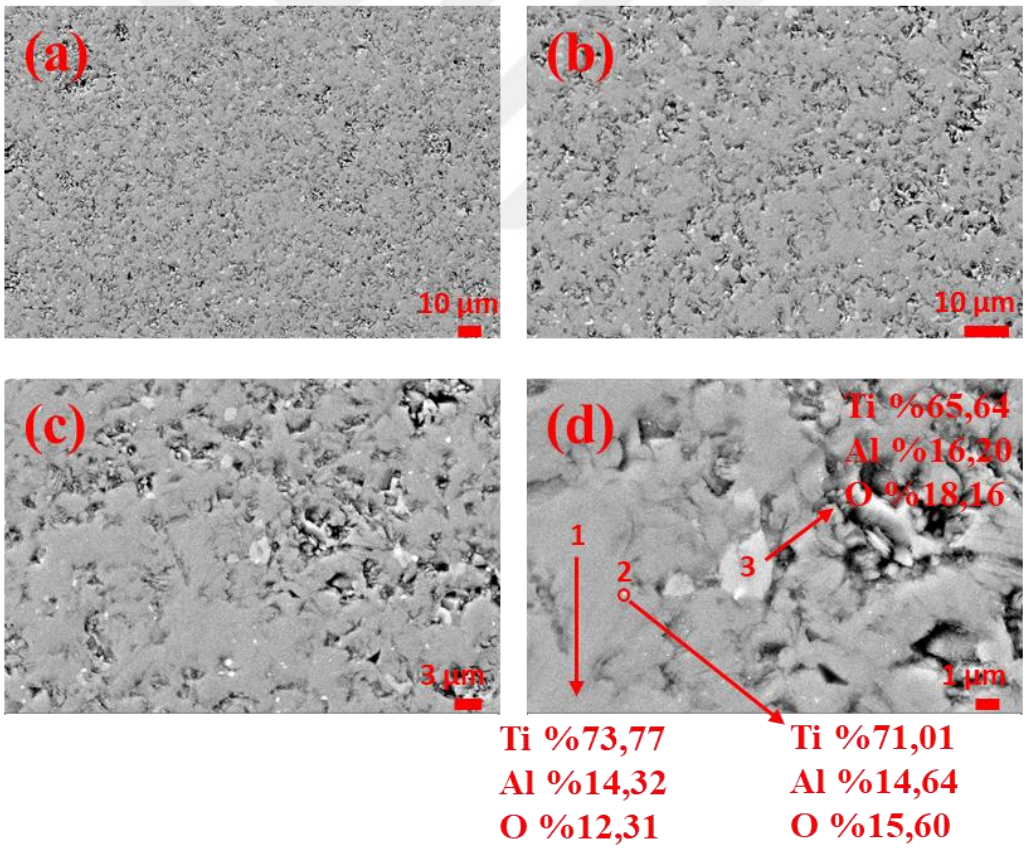

**Şekil 3.40** Üretilen numunelere ait sinterleme sonrası oluşan hacimsel değişim sonuçları.



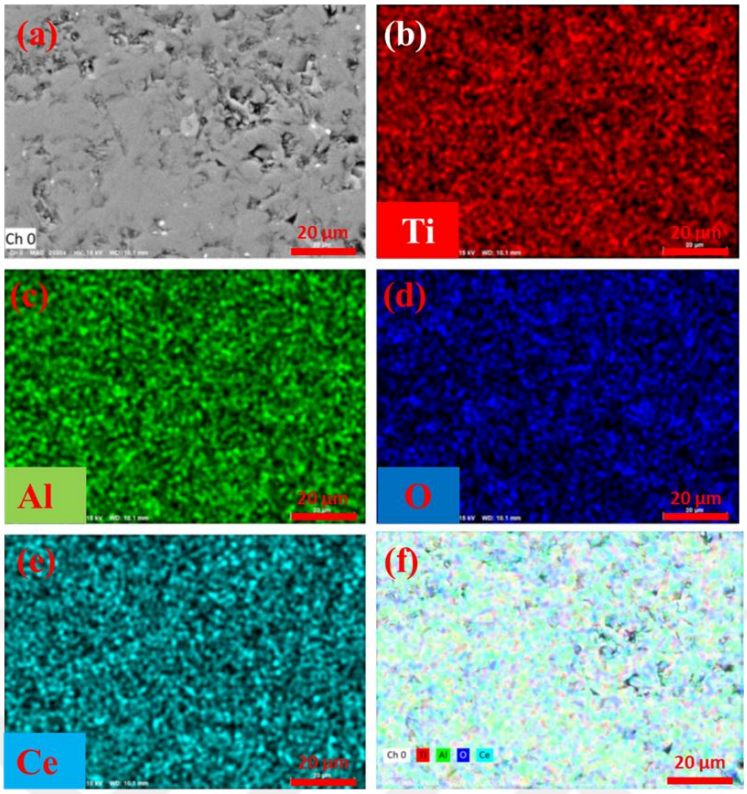

**Şekil 3.41** Üretilen numunelere ait OM görüntüleri (a) Ti, (b) 5UE, (c) C1, (d) C2 ve (e) C3.

### 3.3.9 Sinterlenmiş Numunelere ait SEM Görüntüleri ve Haritalama Sonuçları

Sinterleme sonrası C1 numunesine ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri ile farklı bölgelere yapılan EDS analizi sonuçları Şekil 3.42'de verilmiştir. C1 numunesine ait haritalama sonuçları ise Şekil 3.43'te gösterilmiştir. 5UE numunesine ait SEM görüntüsü ve haritalama sonuçları sırasıyla Şekil 3.21 ve Şekil 3.22'de verilmiştir. Her iki kompozit içinde elde edilen SEM görüntülerinde açık renkli bölgeler $Al_2O_3$, koyu olan bölgeler ise Ti'ce zengin bölgeler olarak tespit edilmiştir. 5UE ve C1 numunelerine yapılan EDS ve haritalama analizleri, açık renkli bölgelerin Al yönünden zengin olduğunu göstermektedir. C1 numunesinde 5UE numunesinden farklı olarak daha fazla boşluk bulunmaktadır. Bu durum elde edilen yoğunluk sonuçları ile uyumludur. Haritalama sonuçlarında $CeO_2$'nin yapıya homojen bir şekilde dağıldığı tespit edilmiştir.




**Şekil 3.42** C1 numunesinin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) 500x, (b) 1000x, (c) 2000x, (d) 5000x ve (d)'deki işaretli noktaların EDS sonuçları.

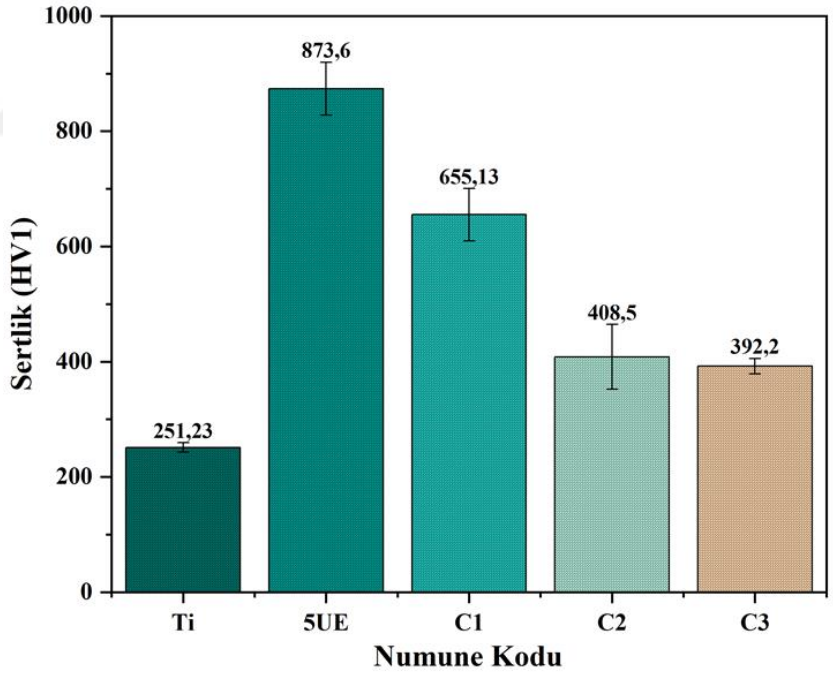



**Şekil 3.43** C1 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Ti, (c) Al, (d) O, (e) Ce ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi.

### 3.3.10 Sinterlenmiş Numunelerin Sertlik Testi Sonuçları

Saf Ti, $Al_2O_3$ ve $Al_2O_3/CeO_2$ takviyeli numunelere ait sertlik sonuçları Şekil 3.44'te sunulmuştur. Üretilen numunelerin sertlik sonuçları 251,23 HV1 ile 873,6 HV1 arasında değişmektedir. En düşük sertlik değeri saf Ti numunesinde elde edilmiş olup, ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte sertlik yaklaşık 3,5 katına çıkmıştır. $CeO_2$ ilavesi ile birlikte sertlik değerlerinde kayda değer bir azalma olmuştur. Ağ. %1 $CeO_2$ ilavesi ile birlikte sertlik 655,13 HV1'e düşmüş, artan $CeO_2$ ilavesi ile birlikte sertlik düşüşü devam etmiştir. Hibrit kompozitler içerisinde en düşük sertlik ağ. %3 $CeO_2$ takviyeli C3 numunesinde 392,2 HV1 olarak bulunmuştur. Bu değer bile saf Ti'nin sertlik değerine kıyasla %56 daha fazladır. $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte sertlikte artışa oksit dispersiyonunun ve yapıda oluşan TiAl ve $Ti_3Al$ fazlarının neden olduğu belirtilmiştir [84, 85]. Yapıya $Al_2O_3$ ile birlikte $CeO_2$ ilavesi ile numunelerde Ti-$Al_2O_3$ reaksiyonunun azalması beklenmektedir. Yapıda oluşan TiAl ve $Ti_3Al$ fazlarının azalması, artan takviye miktarı ile birlikte yapıda oluşan boşluklar malzemenin sertliğinde düşüşe sebep olmaktadır. Ayrıca, matris içerisine ilave edilen seramik partikül takviye oranının artması zamanla matris-takviye arayüzey

bağlantısının azalmasına ve aglomerasyona neden olmaktadır. Bununla birlikte $CeO_2$ ilavesi ile birlikte yapıda gözenekler oluşmuş ve artan $CeO_2$ ilavesi ile birlikte gözenek miktarı artmıştır. Yapıda bulunan gözenekler stresin yoğunlaşmasına ve tane sınırlarının zayıflamasına neden olarak sertliği düşürmektedir [143]. Literatürde seramik partiküllerle takviye edilmiş Ti matrisli hibrit kompozitler ile ilgili yapılan çalışmalarda da benzer sonuçlar elde edilmiştir. Anandajothi vd. [142] $TiB_2$ ve TiC takviyeli Ti6Al4V matrisli kompozitleri T/M yöntemi ile üretmiş ve mekanik özelliklerini analiz etmişlerdir. Yapmış oldukları analizler sonucunda, en yüksek sertlik değerine ağ. %5 $TiB_2$ ve ağ. %5 TiC takviyeli kompozitte ulaşmışlar ve bu değerin üstündeki takviye oranlarında sertlik değerlerinde düşüş tespit etmişlerdir. Bir diğer çalışmada Anbarasan vd. [143] Ti6Al4V matrise farklı oranlarda $TiB_2$ ve TiC ilave ederek elde edilen kompozitin mekanik ve tribolojik özelliklerini incelemişlerdir. Karakterizasyon sonuçlarına göre, ağ. %5 $TiB_2$ ve ağ. %5 TiC ilavesi ile en yüksek sertlik değerlerine ulaşmışlardır. Takviye oranının TiC ve $TiB_2$ için %7,5'a çıkmasıyla beraber sertlik değerinde düşüş görülmüştür.




**Şekil 3.44** Saf Ti ve üretilen kompozitlere ait sertlik sonuçları.

### 3.3.11 Sinterlenmiş Numunelerin Aşınma Testi Sonuçları

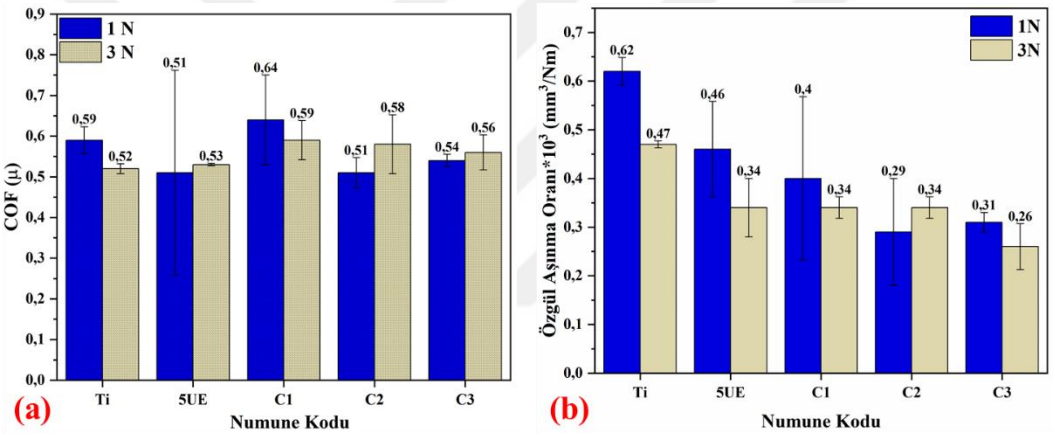
Saf Ti, $Al_2O_3$ ve $Al_2O_3/CeO_2$ takviyeli numunelere ait aşınma testi sonucunda elde edilen COF ve özgül aşınma oranı değerleri Şekil 3.45'te gösterilmektedir. Aşınma testi sonuçlarına göre, en düşük özgül aşınma oranı 1N yük için C2 kodlu

numunede, 3 N için ise C3 kodlu numunede elde edilmiştir. 1 N yük ile yapılmış testler için, en düşük COF C2 kodlu numunede elde edilirken, 3 N yük için en düşük COF katkısız Ti numunesinde bulunmuştur. $Al_2O_3$ takviyeli kompozite $CeO_2$ ilavesi aşınma direncini arttırmıştır. Sadece $Al_2O_3$ takviyeli numunenin özgül aşınma oranı ile en düşük özgül aşınma oranı sonucu veren numuneler kıyaslandığında, özgül aşınma oranlarında 3 N için yaklaşık olarak %24, 1 N için ise yaklaşık olarak %37'lik bir azalma söz konusudur. Katkısız Ti numunesi en düşük aşınma direncine sahip olup, optimum aşınma numunesinin özgül aşınma oranlarının neredeyse iki katı özgül aşınma oranı değerlerine sahiptir. Artan $CeO_2$ oranı ile birlikte genellikle özgül aşınma oranında düşüş meydana gelmiştir. COF için ise $CeO_2$ takviyesi, ağ. %1 ilave ile birlikte COF değerinde bir sıçramaya neden olmuştur. Artan $CeO_2$ oranları bir miktar düşüş sağlasa da genel olarak saf Ti ve $Al_2O_3$ takviyeli kompozit numunelerine göre $CeO_2$ takviyeli numuneler daha yüksek COF değerlerine sahiptir. Yapıda $CeO_2$'nin varlığı, aşınma testi sırasında kompozit ile karşıt eleman arasındaki etkileşimi azaltan sert bir pürüz görevi görmektedir [144]. Ayrıca Ti ve $O_2$'nin parçalanmaya yatkın $TiO_2$ döküntülerini oluşturmaya yatkınlığı, $Al_2O_3$ partiküllerinin ise daha yüksek oksidasyon direncine sahip olması, kompozitte bulunan $Al_2O_3$'ün yüzeyde oksitlenmeyi azaltarak aşınma oranını düşürmektedir [135-137]. Literatürdeki birçok çalışma hibrit kompozitlerin aşınma direncinin mono kompozitlere göre daha yüksek olduğunu, bunun nedeni olarak takviye elemanlarından daha yumuşak olanın katı yağlayıcı etkisi göstererek aşınma direncini arttırdığını belirtmişlerdir [145]. Çalışmada kayma sırasında $CeO_2$ partikülleri dışarı çekilerek ince bir tabaka oluşturur ve sürtünmeyi azaltırlar. Amra vd. [145] yapmış oldukları çalışmada $CeO_2$ ve SiC takviyeli Al kompozit ve hibrit kompozitleri sürtünme kaynağı yöntemi ile üretmiş ve benzer sonuçlar elde etmişlerdir.

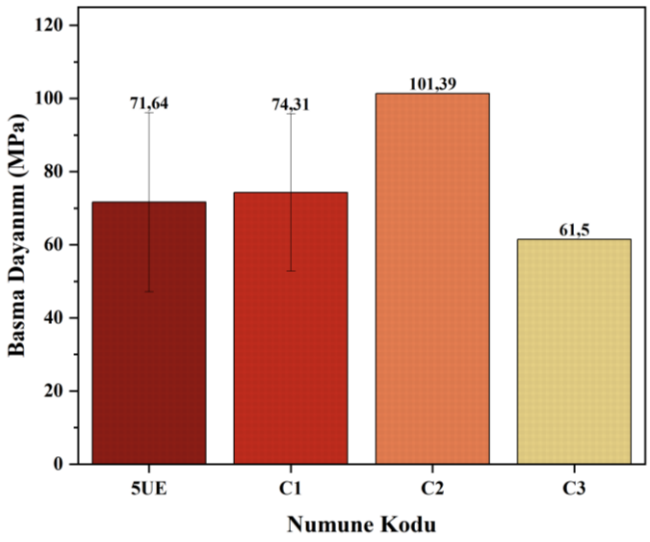
### 3.3.12 Sinterlenmiş Numunelerin Basma Testi Sonuçları

Çalışma kapsamında üretilen numunelere ait basma dayanımı sonuçları Şekil 3.46'da verilmiştir. En yüksek basma dayanımı sonuçları saf Ti numunesinde 1710,01 MPa olarak, en düşük basma dayanımı değeri ise 61,50 MPa olarak C3 numunesinde elde edilmiştir. Basma testi sırasında saf Ti numunesi sünek kırılma davranışı gösterirken, kompozit numuneler ise gevrek kırılma davranışı göstermiştir. Yapı içerisinde oluşan ve yüksek gevrekliğe sahip TiAl ve $Ti_3Al$

fazları $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlerinin mekanik dayanımını düşürmektedir. Ayrıca bu fazların oluşumu daha zayıf bir seramik/matris ara yüzüne neden olmaktadır [87, 126, 138]. 5UE numunesine ağ. %2 $CeO_2$ ilavesi ile birlikte basma dayanımında yaklaşık olarak %41'lik artış meydana gelmiş ve basma dayanımı 101,39 MPa'ya ulaşmıştır. $CeO_2$ oranının ağ. %3'e çıkması ile birlikte basma dayanımında dramatik bir düşüş meydana gelmiştir. En düşük basma dayanımına sahip numune olan C3 numunesi aynı zamanda en düşük %yoğunluğa, en düşük hacimsel değişime ve en düşük sertlik değerine sahiptir. $CeO_2$ ilavesi ile birlikte $Al_2O_3$ tanelerinde anormallikler ortaya çıkarak çubuk benzeri taneler ($CeAl_{11}O_{18}$) oluşturur. Daha uzun tane sınırına sahip, daha büyük en boy oranına sahip bu yapılar, çatlak uzunluğunu uzatarak daha fazla kırılma enerjisi tüketecektir [88, 146, 147].




**Şekil 3.45** Saf Ti ve üretilen kompozitlere ait ait (a) sürtünme katsayısı ve (b) özgül aşınma oranı sonuçları.



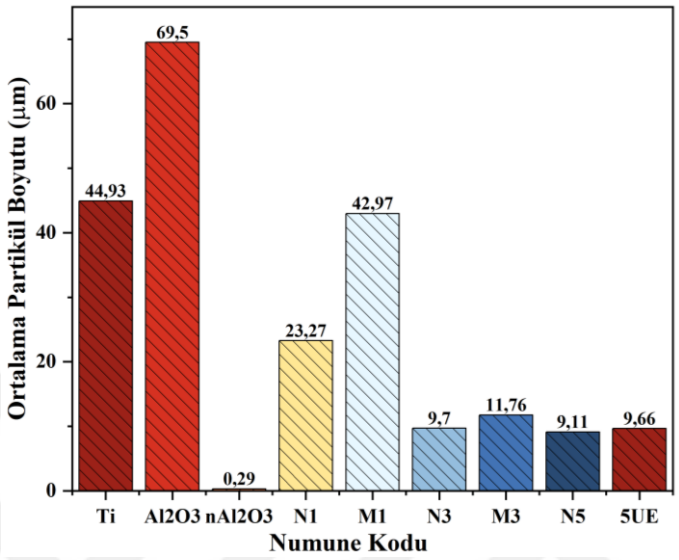

**Şekil 3.46** Saf Ti ve üretilen kompozitlere ait basma dayanımı sonuçları.

## 3.4 Farklı Partikül Boyutlarına Sahip $Al_2O_3$ ile Takviye Edilmiş Titanyum Matrisli Kompozitlerin Analiz Sonuçları

### 3.4.1 Ortalama Partikül Boyutu Analizi

Başlangıç tozları Ti, mikron $Al_2O_3$ ve mikron altı $Al_2O_3$ tozları ile MA sonrası elde edilen kompozit tozlarının ortalama partikül boyutu sonuçları Şekil 3.47'de gösterilmiştir. Çalışmanın ilk iki kısmında kullanılan $Al_2O_3$ tozu, bu kısımdan itibaren mikron $Al_2O_3$ olarak isimlendirilmiştir. Ölçüm sonuçlarına göre en düşük ortalama partikül boyutu ağ. %5 mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş N5 kompozit tozunda 9,11 µm olarak bulunmuştur. En yüksek ortalama partikül boyutu ise ağ. %1 mikron-$Al_2O_3$ tozu ile üretilmiş kompozit tozlarında 42,97 µm ile tespit edilmiştir. Çalışmada tüm takviye oranlarında mikron altı $Al_2O_3$ tozu ile takviye edilmiş tozların ortalama partikül boyutlarının mikron $Al_2O_3$ tozu ile takviye edilmiş numunelerden daha düşük çıktığı görülmüştür. Ortalama partikül boyutu sonuçları incelendiğinde, her iki $Al_2O_3$ takviyesi için takviye oranının artması partikül boyutlarında düşüşe neden olmuştur. Seramik partikül takviyeli MMK için benzer sonuçlar literatürde de mevcuttur. Çanakcı vd. [148] yapmış oldukları çalışmada farklı MA sürelerinde çeşitli oranlarda $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Al matrisli kompozitleri üretmiş ve artan $Al_2O_3$ miktarı ile birlikte MA sonrası ortalama partikül boyutunda düşüş olduğunu tespit etmiştir. Alizadeh vd. [149] hazırlamış oldukları çalışmada, Al alaşımı içerisine farklı oranlarda $B_4C$ ilavesi yapmış ve $B_4C$ ilavesinin artması ile birlikte ortalama partikül boyutunun azaldığını bulmuşlardır. Yumuşak tozların mekanik öğütülmesi ile kıyaslandığında, yapıda sert takviye partiküllerinin bulunması, takviye partikülleri etrafındaki matrisin lokal deformasyonunda bir artışa neden olmakta, bunun sonucunda metal matris deformasyon sertleşmesine maruz kalarak sertleşmektedir. Kompozit tozlarının kırılma tokluğu matris malzemesinin kırılma tokluğundan düşüktür. Bunun olası nedenleri olarak, değişen kayma özellikleri, sert partiküllerin varlığı ile çatlak ucunda kırılmaya yönelik artan gerilim ve artan akma noktası görülmektedir. Bu sebeple kompozit tozlarında, mekanik öğütme işlemi sırasında kırılma çok daha erken başlamaktadır. Sonuç olarak kararlı duruma ulaşmak için gereken süre azalmaktadır. Bu süreç boyunca, takviye partiküllerindeki artış, sert partiküller ve dislokasyonlar arasındaki etkileşimi arttırarak, mekanik öğütmenin başlangıcını hızlandırmakta ve tane inceltme sürecine katkıda bulunmaktadır. Ayrıca, takviye

miktarının artmasının yanı sıra partikül boyutunun küçülmesi de dislokasyonlar ve sert partiküller arasında daha sık etkileşim olmasını sağlamaktadır. Bu durum mekanik öğütme aşamalarının başlangıcını hızlandıran dislokasyon yoğunluğunun hızla artmasını sağlamaktadır [139, 149, 150].

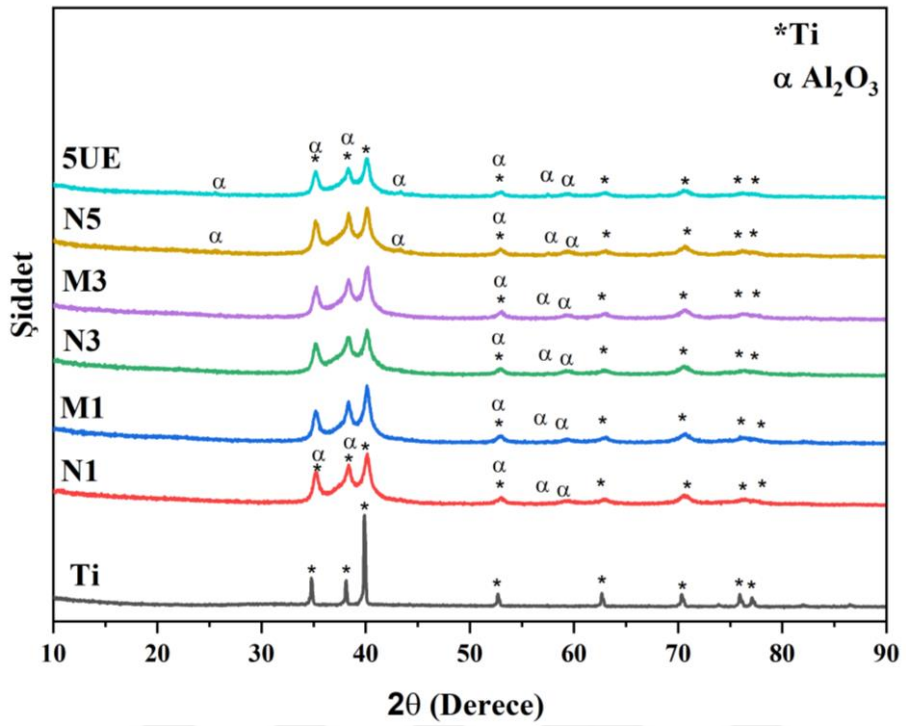



**Şekil 3.47** Başlangıç tozlarına ve MA sonrası mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş kompozit tozlarına ait ortalama partikül boyutu sonuçları.

### 3.4.2 Tozlara ait XRD Sonuçları

Saf Ti tozuna ve MA işlemi sonrası elde edilen kompozit tozlarına ait XRD sonuçları Şekil 3.48'de gösterilmiştir. Yapılan analiz sonuçlarına göre, tüm kompozit tozlarında Ti (Referans kodu:96-901-1601, hekzagonal, a=b=2,97 Å, c=4,72 Å) ve $Al_2O_3$ (Referans kodu: 96-900-8082, hekzagonal, a=b= 4,75 Å, c= 12,991 Å) fazları tespit edilmiştir. Ağ. %5 mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviye edilmiş kompozit tozlarında diğer tozlardan farklı olarak yaklaşık olarak 25° ve 43°'de iki adet $Al_2O_3$ fazı tespit edilmiştir. Bu iki faz diğer kompozit tozlarında tespit edilememiştir. Kompozit tozlarında Ti ve $Al_2O_3$ arasında herhangi bir reaksiyon meydana gelmemiş olup, herhangi bir intermetalik yapı fazı tespit edilmemiştir. Ayrıca XRD sonuçlarında herhangi bir karbür fazına, oksidasyon sonucu oluşabilecek oksit fazına ve öğütme kabının aşınmasından kaynaklanabilecek herhangi bir empüriteye rastlanmamıştır. Saf Ti ile kıyaslandığında, oluşan piklerde genişlemenin olduğu görülmüştür. Pik genişliğinin artması, ortalama kristalit boyutundaki küçülme, tane boyutundaki azalmaya ve öğütme işlemi sırasında toz deformasyonunun bir sonucu olan kafes

geriliminin artmasına bağlanmıştır [151]. Daha önce yapılan çalışmalarda benzer XRD sonuçları elde edilmiştir [101].




**Şekil 3.48** Saf Ti, mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozit tozlarına ait XRD sonuçları.

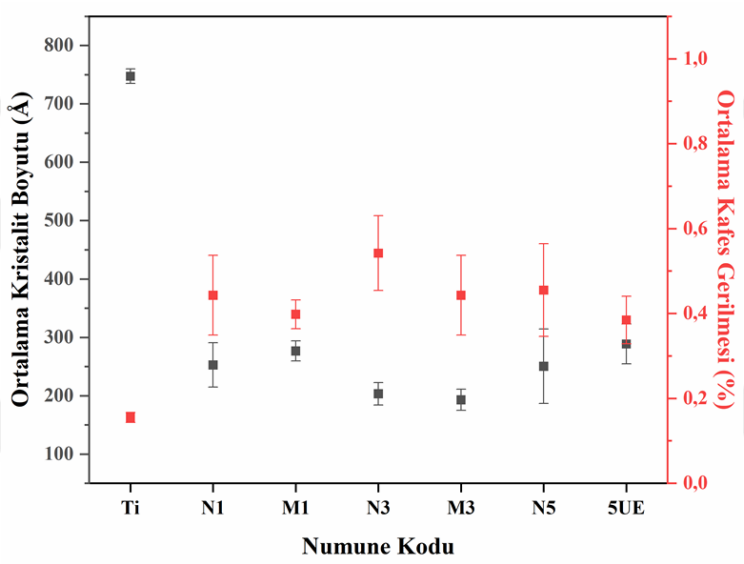
Saf Ti ve MA sonrası elde edilen tozların ortalama kafes gerilimi ve ortalama kristalit boyutunda meydana gelen değişimler Şekil 3.49'da verilmiştir. MA ile birlikte kompozit tozlarının ortalama kafes gerilimlerinde artış, ortalama kristalit boyutlarında ise düşüş tespit edilmiştir. Ortalama kafes gerilimlerindeki artış, MA sonrası kristal hatalarındaki artıştan kaynaklanmaktadır. MA süresince, ortalama kristalit boyutu ve partikül boyutundaki azalma, soğuk kaynaklanma, plastik deformasyon ve kırılma mekanizması sonucu ortaya çıkmaktadır [102, 103]. Yapılan analizlere göre, tozlar arasında en yüksek ortalama kristalit boyuta ve en düşük ortalama kafes gerilimine MA işlemine tabi tutulmayan saf Ti numunesinde ulaşılmıştır. MA ve $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte ortalama kristalit boyutunda düşüş yaşanmış ve ortalama kafes geriliminde ise artış meydana gelmiştir. Kompozit tozlar içerisinde en düşük ortalama kristalit boyut ve en yüksek ortalama kafes gerilmesi ağ. %3 mikron $Al_2O_3$ takviyeli M3 numunesinde sırasıyla 193 Å ve %0,568 olarak bulunmuştur. Mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli tozlar için ise en düşük ortalama kristalit boyutu ve en yüksek ortalama kafes gerilmesi ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli tozda sırasıyla 203 Å ve %0,542 olarak tespit edilmiştir. Her iki

takviye malzemesi için miktarın ağ. %5'e çıkması kristalit boyutunda artışa ve kafes gerilmesinde azalmaya sebep olmuştur. Kafes parametreleri incelendiğinde, genel olarak mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numunelerin daha düşük kristalit boyut ve daha yüksek kafes gerilmesi değerlerine sahip olduğu görülmüştür (ağ. %3 takviyeli olanlar hariç). Bunun sebebi olarak nano-$Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte partiküller arası serbest yol azalmış, dolayısıyla dislokasyon ve partiküller arasında daha fazla etkileşim meydana gelmiştir. Dolayısıyla tozdaki dislokasyon yoğunluğunun daha hızlı bir şekilde artması beklenecektir. Bu nedenle nano-kompozit tozlarındaki tane incelmesi hızlanacaktır [152]. Daha önce yapılan seramik partikül takviyeli MMK'da benzer sonuçlar elde edilmiştir. Hesabi vd. [150] mikro ve nano-$Al_2O_3$ takviyeli Al matrisli kompozitleri üretmiş ve nano takviyeli kompozit tozlarında daha küçük ortalama kristalit boyut elde etmişlerdir. Alalhessabi vd. [153] farklı boyutlarda $B_4C$ takviyeli Al matrisli kompozitleri farklı MA süreleri ile üretmiş ve tüm sürelerde nano takviyeli tozlarda daha küçük kristalit boyut değerlerine ulaşmışlardır. Khakbiz vd. [152] farklı nano-boyutlarda $B_4C$ takviyeli Al matrisli kompozitleri üretmiş ve takviye boyutunun incelmesi ile birlikte ortalama kristalit boyutunun da küçüldüğünü tespit etmişlerdir. Tez çalışmasının önceki kısımlarında olduğu gibi $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte ortalama kristalit boyutunda düşüş, ortalama kafes gerilmesinde artış meydana gelmiştir. Bunun sebebi ise daha önce bahsedildiği gibi MA sırasında sert seramik partikülde çatlakların başlamasıyla partiküllerin parçalanma süreci hızlanmakta, toz içerisinde bulunan sert seramik partikülleri, öğütme bileşenlerine benzer şekilde davranarak, ufalama etkisi ve plastik deformasyon ile partikül boyutunu etkilemektedir. Ayrıca öğütme süresince büyük seramik partiküllere yakın olan matris partikülleri, öğütme sırasında daha şiddetli deformasyona maruz kaldığı tespit edilmiştir [102]. Bu durumla benzer sonuçlara sahip çalışmalar daha önceki bölümlerde açıklanmıştır. Bu durum ilave miktarının ağ. %5'e çıkmasına kadar devam etmiştir.

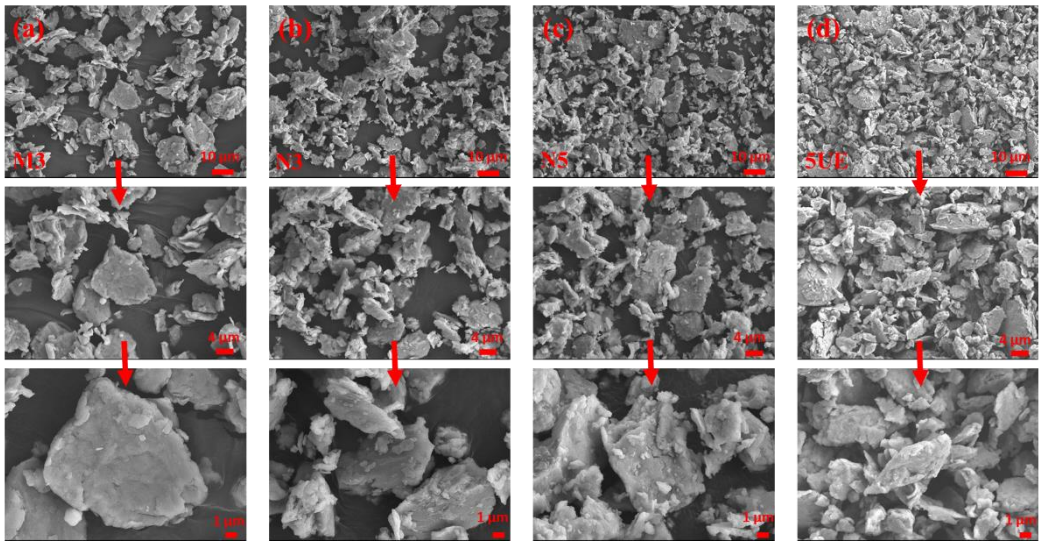
### 3.4.3 MA Sonrası Tozlara ait SEM Görüntüleme Sonuçları

MA sonrası elde edilen mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş kompozit tozlarına ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri Şekil 3.50'de gösterilmiştir. MA sonrası toz partiküllerinin son mikroyapılarının oluşumunda MA süresince tekrarlayan düzleşme, soğuk kaynaklanma ve kırılma mekanizmaları başroldedir [67]. Üretilen tozların pul benzeri toz morfolojisine sahip olduğu, MA sonrasında

ortalama partikül boyutlarının başlangıç Ti tozuna göre azaldığı tespit edilmiştir. MA sonrası sünek malzemelerin pul benzeri görünüme sahip olması sıklıkla karşılaşılan bir durumdur [111-114]. MA'nın ilk aşamalarında, kırılgan olan malzeme öğütülürek ufalamaya maruz kalırken, sünek malzeme pul benzeri bir şekle bürünmekte, MA'nın ilerleyen aşamalarında ise ufalanmaya maruz kalan gevrek malzeme pul şeklini almış olan sünek malzemenin arasına yerleşme eğilimindedir [115, 116]. Ortalama partikül boyutu birbirine yakın olsa bile 5000x büyütmede M3 tozunun diğer tozlara nazaran daha büyük partikül boyutuna sahip olduğu SEM görüntüleriyle de doğrulanmaktadır.

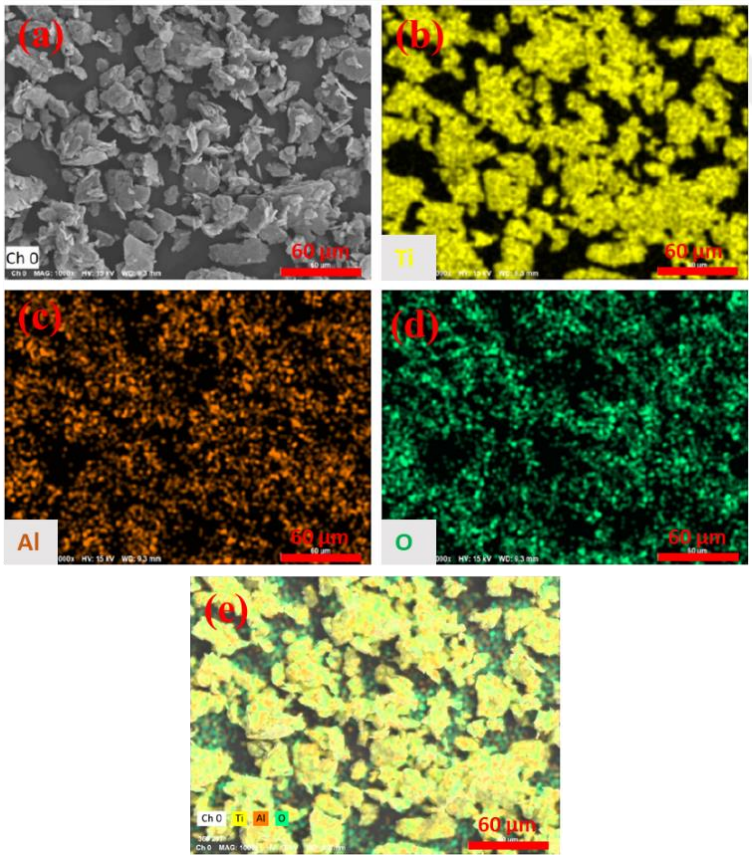



**Şekil 3.49** Saf Ti ve MA sonrası mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş tozlara ait ortalama kristalit boyutu ve ortalama kafes gerilim değerleri.

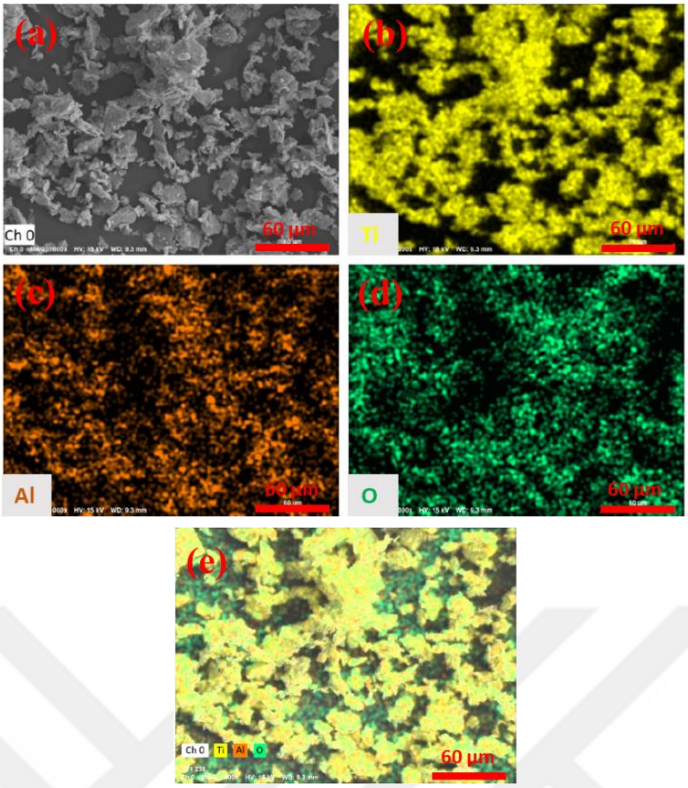



**Şekil 3.50** MA sonrası tozlara ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) M3, (b) N3, (c) N5 ve (d) 5UE.

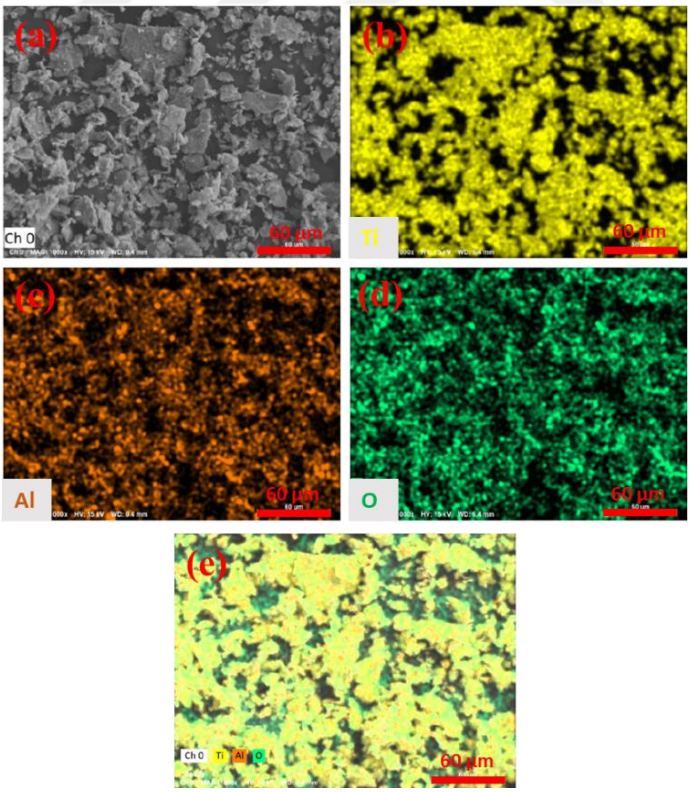
MA sonrası M3, N3 ve N5 tozlarına ait SEM haritalama görüntüleri Şekil 3.51-53'te gösterilmiştir. Haritalama sonuçlarından görülebileceği üzere, mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozit tozlarında daha fazla $Al_2O_3$ varlığı tespit edilmiş ve artan $Al_2O_3$ miktarı ile birlikte bu oran artmıştır. Şekil 3.54'te ise MA sonrası toz partiküllerine yapılan noktasal ve bölgesel EDS noktaları paylaşılmıştır. Tablo 3.3'te ise EDS sonuçları paylaşılmıştır. Analiz sonuçlarına göre, M3 kodlu numune Ti içeriği olarak en yüksek, Al içeriği olarak ise en düşük numune olarak karşımıza çıkmaktadır. Aynı miktarda $Al_2O_3$ içeren mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli N3 numunesinde ise Al oranı çok daha yüksek olarak tespit edilmiştir. MA sırasında daha küçük partiküller kırılmaya uğramadan deformasyona dayanabilirken, çok ince ve çok büyük partikülleri orta bir boyuta doğru getirme eğilimi göstererek, daha büyük partiküllere kaynaklanma eğilimindedirler [139]. Bu sebeple mikron $Al_2O_3$ takviyeli M3 numunesine nazaran N3 numunesinin toz partikülünde çok daha fazla Al tespit edilmiştir. Takviye miktarının artmasıyla birlikte N5 numunesinde daha fazla Al tespit edilmiştir.



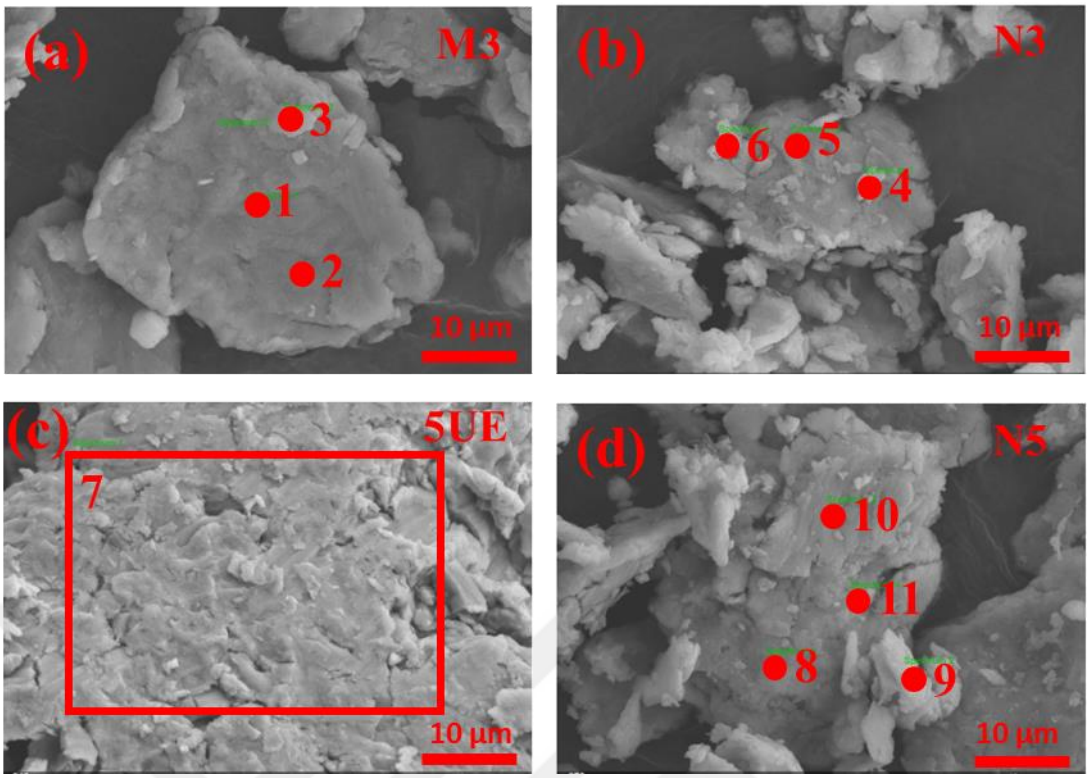

**Şekil 3.51** MA sonrası M3 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Ti, (c) Al, (d) O ve (e) tüm elementlerin üst üste gösterimi.




**Şekil 3.52** MA sonrası N3 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Ti, (c) Al, (d) O ve (e) tüm elementlerin üst üste gösterimi.




**Şekil 3.53** MA sonrası N5 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) Ti, (c) Al, (d) O ve (e) tüm elementlerin üst üste gösterimi.



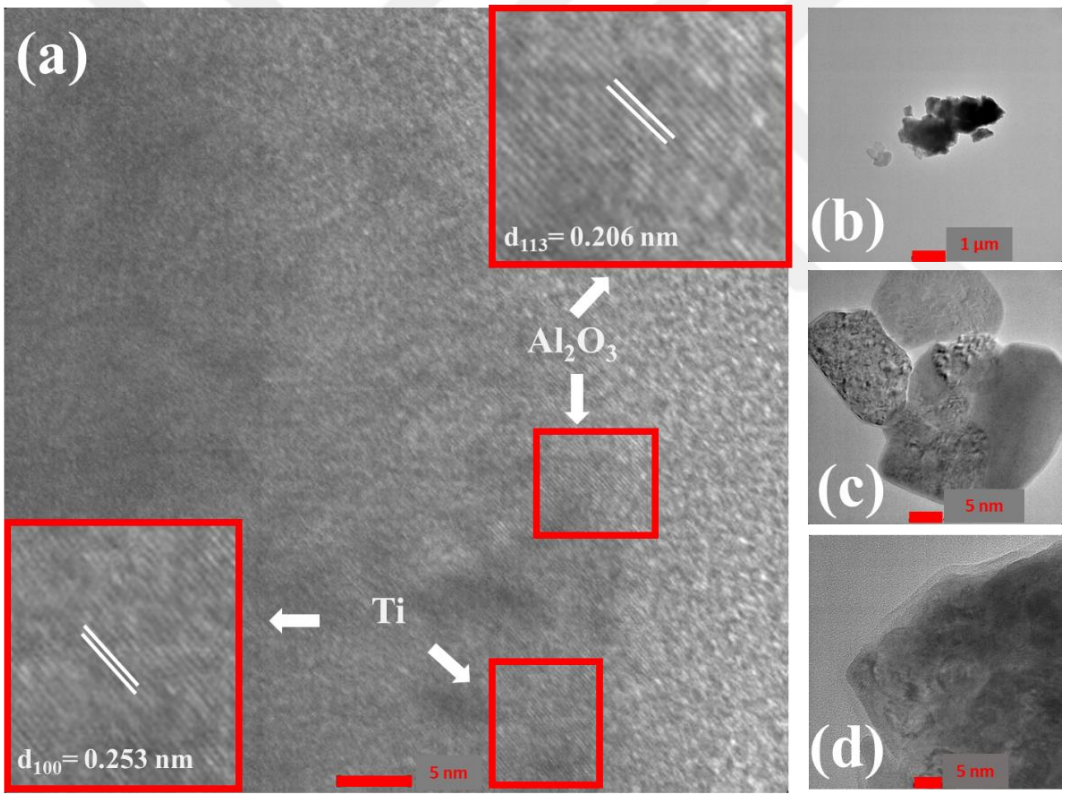

**Şekil 3.54** M3, N3, N5 ve 5UE kodlu numunelere ait SEM görüntüleri ve EDS alınan nokta ve bölgelerin gösterimi.

**Tablo 3.3** M3, N3, N5 ve 5UE numunelerinden alınan EDS analizlerinin sonuçları.

| Kod | Ti (Ağ. %) | Al (Ağ. %) | O (Ağ. %) |
|---|---|---|---|
| **1** | 92,48 | 0,50 | 7,02 |
| **2** | 93,59 | 0 | 6,41 |
| **3** | 87,46 | 0,41 | 12,14 |
| **4** | 74,03 | 4,89 | 21,08 |
| **5** | 76,70 | 7,16 | 16,14 |
| **6** | 64,32 | 7,77 | 27,91 |
| **7** | 60,43 | 15,27 | 22,61 |
| **8** | 77,35 | 8,56 | 14,09 |
| **9** | 66,36 | 10,58 | 23,06 |
| **10** | 70,18 | 17,75 | 12,07 |
| **11** | 68,71 | 9,27 | 22,02 |

### 3.4.4 Tozlara ait HR-TEM Analizi Sonuçları

Ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli N3 kompozit tozuna ait HR-TEM görüntüleri Şekil 3.55'te, N3 tozuna ait haritalama sonuçları Şekil 3.56'da gösterilmiştir. Haritalama sonuçlarına göre Al ve O'nun tüm bölgelerde yayıldığı fakat bazı bölgelerde yoğunlaştıkları tespit edilmiştir. Bu sebeple, MA sonrası $Al_2O_3$ tozlarının aglomerasyonundan söz edilebilmektedir. Şekil 3.14'te verilen 5UE numunesine ait TEM-haritalama sonuçları ile kıyaslandığında, N3 numunesinde bulunan Al ve O'nun çok daha homojen bir dağılım sergilediği görülmüştür. Şekil 3.55 (a)'da kırmızı kare ile işaretlenmiş alanlarda Ti fazı (100) düzlem ailesi için 0,253 nm'lik düzlemler arası uzaklık ve $Al_2O_3$ fazı (113) düzlem ailesi için 0,206 nm'lik düzlemler arası uzaklık gösterilmiştir. Elde edilen bu sonuçlar N3 tozuna yapılan XRD analizlerinde tespit edilen fazlar ile uyumludur.

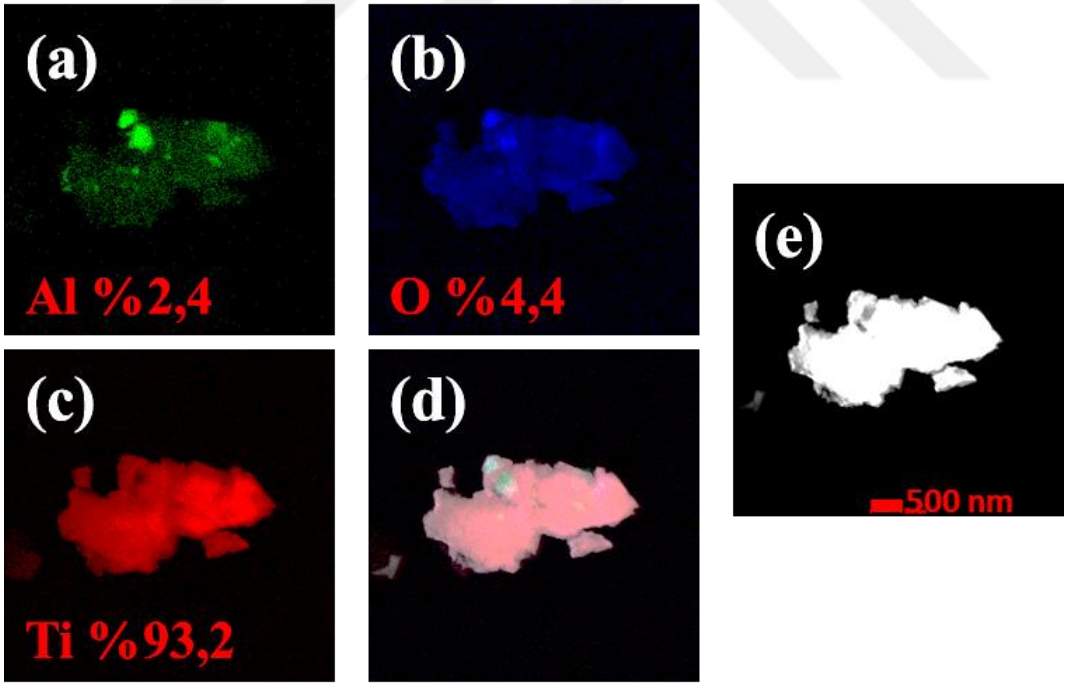



**Şekil 3.55** N3 kodlu numuneye ait çeşitli büyütmelerdeki HR-TEM görüntüleri.

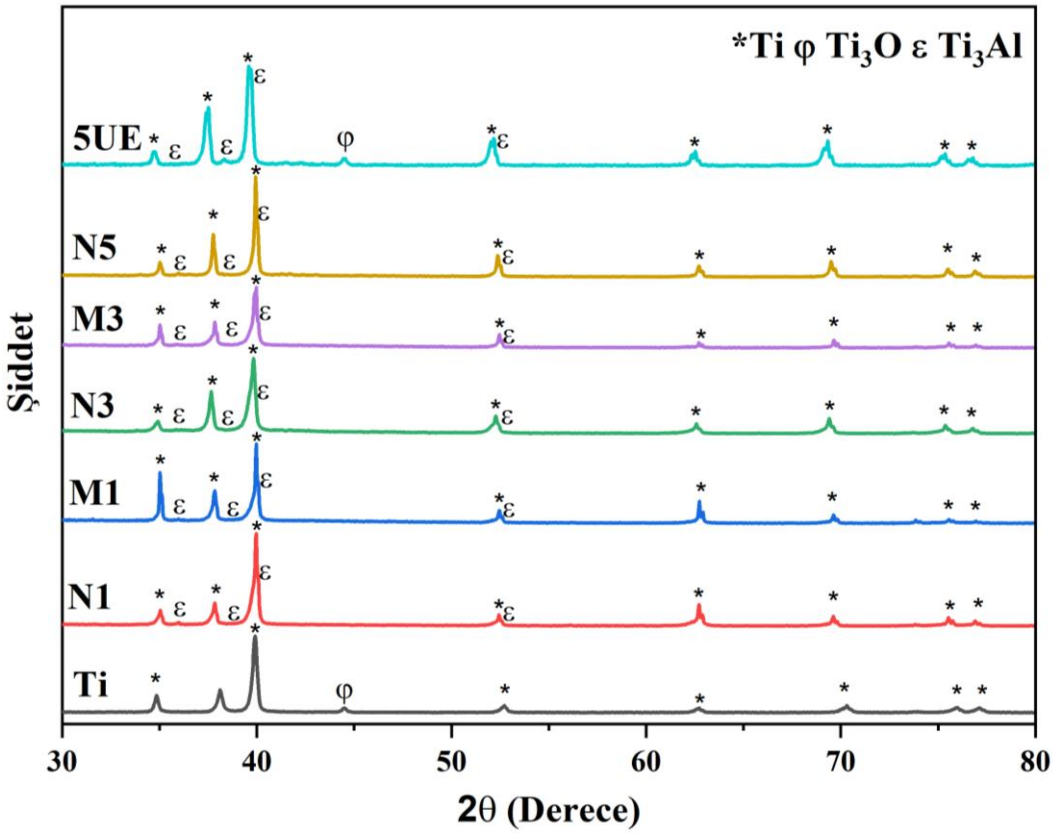
### 3.4.5 Sinterlenmiş Numunelere ait XRD Sonuçları

Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlerin sinterleme sonrasına ait XRD analiz sonuçları Şekil 3.57'de sunulmuştur. XRD analiz sonuçlarına göre takviyesiz Ti numunesinde Ti fazı (Referans kodu: 96-901-1601, hekzagonal kafes yapısı, a=b= 2,97 Å, c=4,72 Å) ve $Ti_3O$ fazı (Referans kodu: 96-152-9955,

hekzagonal, a=b=5,15 Å, c=9,56 Å) bulunmuştur. Mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozit numunelerinde ise Ti fazının yanı sıra $Ti_3Al$ fazı (Referans kodu: 96-153-2768, hekzagonal, a=b=5,7640 Å, c=4,6640 Å) yapıda tespit edilmiştir. Kompozit numunelerinde sadece 5UE kodlu ağ. %5 mikro-$Al_2O_3$ ile takviye edilmiş numunede saf Ti'de olduğu gibi $Ti_3O$ fazına rastlanmıştır. Diğer kompozit numunelerinde $Ti_3O$ fazı bulunmamıştır. Üretilen hiçbir numunede TiC fazına rastlanmamıştır. Ti-$Al_2O_3$ sistemlerinde TiAl ve $Ti_3Al$ oluşumu lokal oksijen aktivitesine ve sıcaklığa göre değiştiği, düşük oksijen basıncı ile birlikte oksijen ve Al, $Al_2O_3$ içinde çözündüğü ve Ti ile reaksiyona girerek Ti-Al intermetalik bileşiklerini oluşturduğundan bahsedilmiş, sayfa 75'te reaksiyonlar verilmiştir. Bu oluşum sırasında ilk önce Ti matris yakınında TiAl intermetaliği oluşmakta daha sonra bunu $Ti_3Al$ intermetaliğinin oluşumu takip etmektedir. $Ti_3Al$ fazı kompozitlerin mekanik özelliklerini büyük ölçüde etkilemektedir. Ayrıca $Al_2O_3$ içerisinde çözünen oksijende Ti matris ile etkileşime girerek TiO ve $AlTiO_2$ gibi oksitleri oluşturmaktadır [87, 117-123]. Elde ettiğimiz XRD analizi sonuçları ile benzer sonuçlar literatürde bulunmaktadır [80, 81, 101].




**Şekil 3.56** N3 tozuna ait haritalama sonuçları (a) Al, (b) O, (c)Ti, (d) tüm elementlerin üst üste gösterimi ve (e) haritalama yapılan bölgenin HR-TEM görüntüsü.

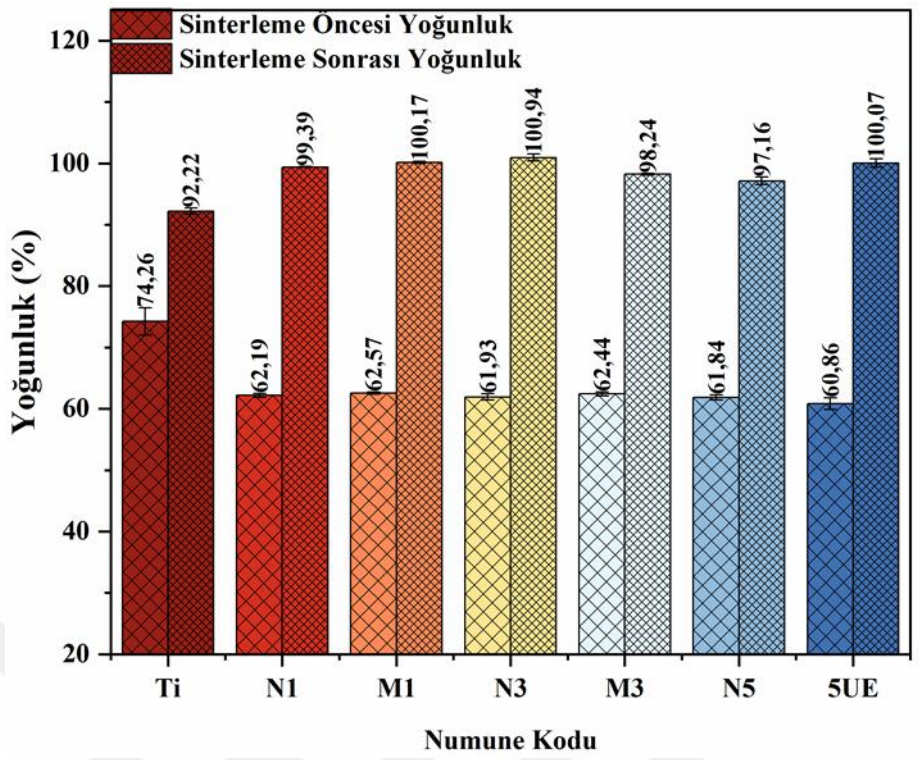



**Şekil 3.57** Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlerin sinterlenme sonrasına ait XRD analiz sonuçları.

### 3.4.6 Mikron ve Mikron Altı $Al_2O_3$ ile Takviye Edilmiş Titanyum Matrisli Kompozitlerin Yoğunluk Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlere ait sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yoğunluk sonuçları Şekil 3.58'de verilmiştir. Üretilmiş numunelerin sinterleme öncesi yüzde yoğunlukları %60,86 ile %74,26, sinterleme sonrası yoğunlukları ise %92,2 ile %100,94 arasında değişmektedir. En yüksek sinterleme öncesi yoğunluk ve en düşük sinterleme sonrası yoğunluk katkısız Ti numunesinde elde edilmiştir. Sinterleme öncesi yüzde yoğunluklar $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte düşmüştür. Her iki katkı türünde de artan ilave miktarı sinterleme öncesi %yoğunluğu düşürmüş fakat sinterleme sonrası yüzde yoğunlukları arttırmıştır. Sinterleme sonrası yüzde yoğunluklar incelendiğinde en yüksek yüzde yoğunluk N3 numunesinde bulunmuş, onu M1 ve M5 kodlu numuneler izlemiştir. Mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numunelerde $Al_2O_3$ ilavesi yüzde yoğunlukları arttırmış ve ağ. %3 $Al_2O_3$ takviyesinde en yüksek değer elde edilmiştir. Takviye oranının ağ. %5'e çıkmasıyla birlikte düşüş gerçekleşmiş olup, mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozit numuneler arasındaki en düşük yüzde yoğunluk değeri N5 numunesi için

%97,16 olarak bulunmuştur. Mikron-$Al_2O_3$ takviyeli numunelerde de $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte sinterleme sonrası yüzde yoğunluk değerlerinde artış meydana gelmiştir. Bu numunelerde en yüksek yüzde yoğunluk M1 numunesinde elde edilmiş, takviye oranının ağ. %3' çıkması bir miktar yüzde yoğunluk düşüşüne neden olsa da ağ. %5 $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte yüzde yoğunluk değerlerinde artış meydana gelmiştir. Çalışmada M1, N3 ve M5 numunelerinin yoğunluklarının teorik yoğunluklarından fazla çıktığı tespit edilmiştir. Bunun sebebi olarak Ti ve $Al_2O_3$ arasında oluşan katı çözeltinin veya reaksiyon ürünlerinin kristal yapıyı etkilemesi sonucunda olduğu düşünülmektedir. Literatürde, $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozit çalışmalarında da benzer şekilde teorik yoğunluktan daha yüksek yoğunluklar elde edilmiştir [79, 80, 126]. Üretilen kompozitlerin sinterleme sonrası yüzde yoğunlukları incelendiğinde, çoğunlukla mikro-$Al_2O_3$ ile takviye edilmiş numunelerin daha yüksek değerlere sahip olduğu görülmüştür. MMK'lerde belirli bir takviye oranında, takviyenin partikül boyutunun azaltılması, sünek olan matris malzemesinin plastik akışına karşı çok daha fazla sayıda engel ortaya çıkararak kısıtlamaya ve dolayısıyla daha az etkili yoğunlaşmaya sebep olabilmektedir. Uygulanan basınç, metalin plastik deformasyona uğraması için yeterli düzeyde olsa bile, plastik deformasyona uğramayan sert partiküller sünek tozun yoğunlaşmasını engellemektedir. Bununla birlikte sert partiküllerin aglomerasyonu da yoğunlaşmanın önündeki engellerden biridir. Nano partiküllerin mikro partiküllere nazaran aglomerasyona daha yatkın olması da bu durumu açıklayabilmektedir [154, 155]. Literatürde daha önce yapılan çalışmalarda da benzer yoğunluk eğilimleri tespit edilmiştir. Pakdel vd. [154] yapmış oldukları çalışmada farklı oranlarda WC takviyeli Al matrisli kompozitleri T/M yöntemi ile SPS kullanarak üretmiş ve yapmış oldukları yoğunluk analizlerine göre mikro-WC takviyeli numunelerde daha yüksek yüzde yoğunluk değerlerine ulaşmışlardır. Akbari vd. [156] farklı oranlarda mikro ve nano-$TiB_2$ katkılı Al matrisli kompozitleri döküm yöntemi ile üretmiş ve yoğunluk analizi gerçekleştirmişlerdir. Yapılan analizler sonucunda tüm farklı üretim koşullarında mikro-$TiB_2$ katkılı numunelerin daha yüksek yüzde yoğunluk değerlerine sahip olduğu bulunmuştur.

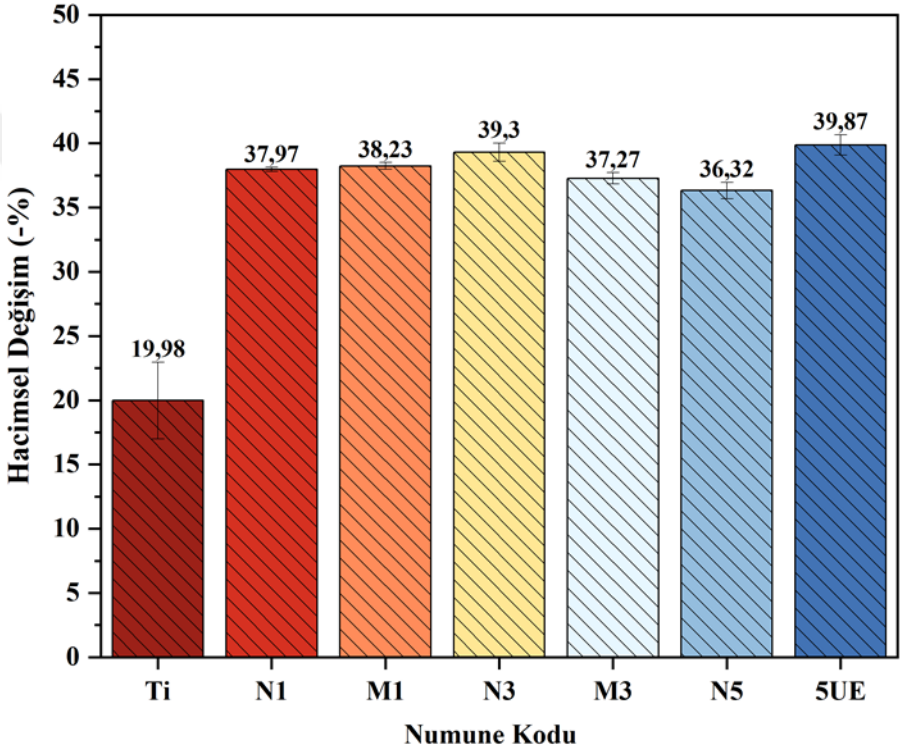



**Şekil 3.58** Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlerin sinterleme öncesi ve sonrası yoğunluk ölçüm sonuçları.

### 3.4.7 Sinterleme Sonrası Numunelerde Oluşan Hacimsel Değişimler

Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlerde sinterleme sonrası oluşan hacimsel değişimler Şekil 3.59'da verilmiştir. Takviyesiz Ti numunesine ait hacimsel değişim oranı -%19,98 olarak bulunmuş olup, en yüksek hacimsel değişim -%39,87 ile 5UE numunesinde tespit edilmiştir. Ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş N3 kompozit numunesi -%39,3 ile 5UE numunesinden sonra en fazla hacimsel değişim gösteren numune olarak bulunmuştur. Üretilen kompozitler arasında en düşük hacimsel değişim -%36,32 ile N5 numunesinde görülmüştür. Elde edilen yoğunluk sonuçları ile hacimsel değişim sonuçları arasında benzerlikler bulunmaktadır. Üretilen kompozitlerin sinterleme sonrası yüzde yoğunluklarında olduğu gibi çoğunlukla mikro-$Al_2O_3$ ile takviye edilmiş numunelerin daha yüksek hacimsel değişim değerlerine sahip olduğu, en düşük sinterleme sonrası yüzde yoğunluk değerine sahip olan N5 numunesinin en düşük hacimsel değişim değerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Aynı zamanda en yüksek yoğunluk değerlerine sahip olan N3, 5UE ve M1 numunelerinin en yüksek hacimsel değişim olan numuneler olarak bulunmuştur. Daha önce yapılmış çalışmalar, üretim sırasındaki sinterleme performansının artmasıyla numunede büzülmenin arttığını tespit etmişlerdir [127,

128]. Ti'de meydana gelen büzülme üç aşamada oluşmaktadır. İlk olarak 606-875 °C arasında α-Ti daha az büzülmeye uğramaktadır. İkinci aşamada ise 875-925 °C'ler arasında Ti'nin kristal yapısının hekzagonal sıkı paketten hacim merkezli kübik'e dönmesiyle oluşan β-Ti'nin büzülmesi α-Ti'ye göre biraz daha yüksektir. Son aşamada ise 925 °C'den yüksek sıcaklıklarda ise maksimum büzülme meydana gelmektedir. Bunun nedeni ise oksijenin Ti içerisinde çözünmesi ve sinterleme performasını arttırmasından kaynaklanmaktadır [127]. Bu bilgiler ışığında en iyi sinterleme performansına sahip olan numunelerin N3, 5UE ve M1 olduğu sonucuna varılmıştır.

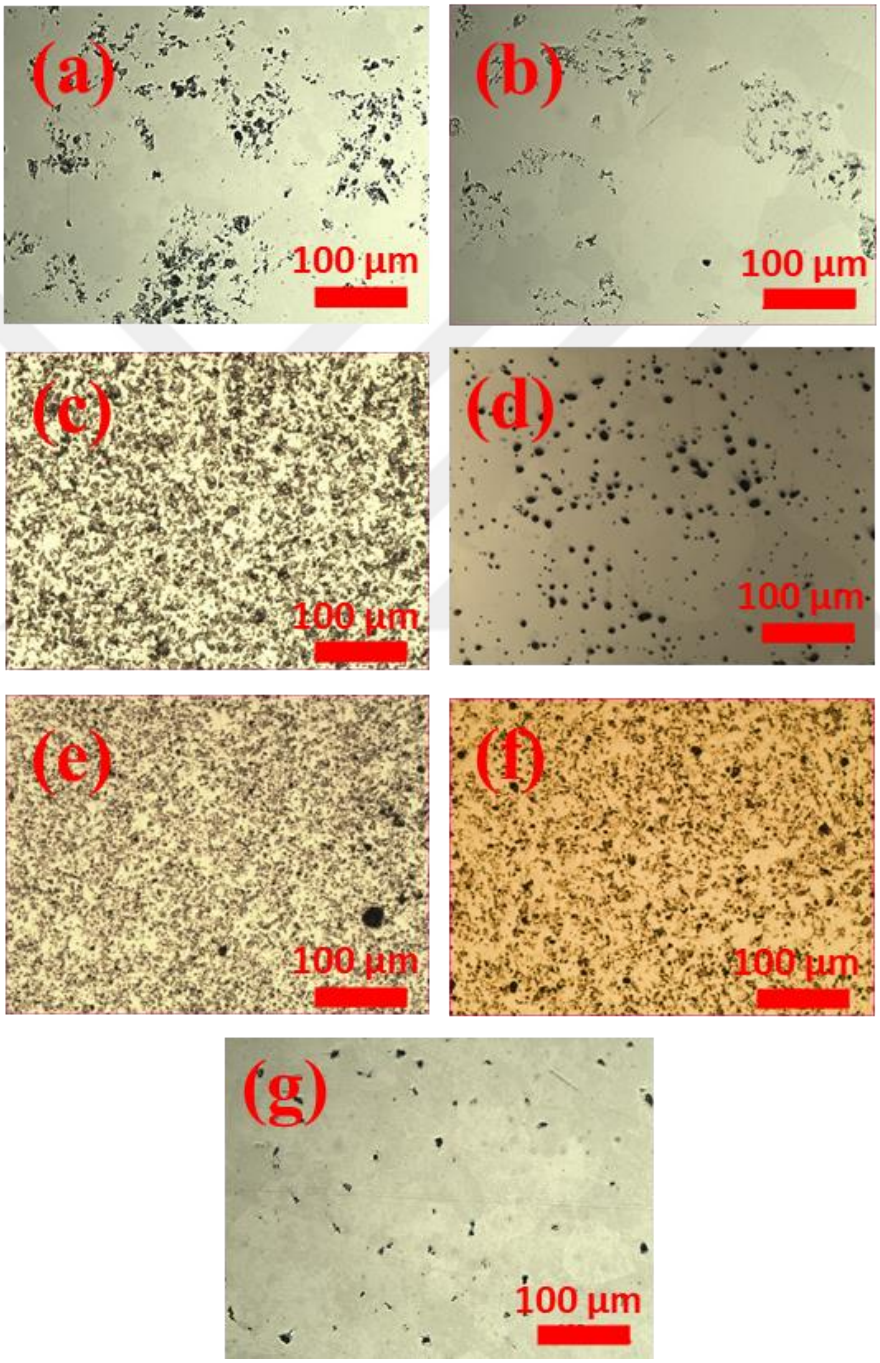



**Şekil 3.59** Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlerde sinterleme sonrası oluşan hacimsel değişim sonuçları.

### 3.4.8 Sinterlenmiş Numunelere ait OM Görüntüleri

Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlerin OM görüntüleri Şekil 3.60'ta gösterilmiştir. Katkısız Ti numunesine ait OM görüntüsü Şekil 3.60(g)'de verilmiş olup, yapı içerisinde sadece gözenekler bulunmakta, herhangi bir farklı yapı bulunmamaktadır. Üretilen kompozit numunelerinde ise koyu bölgeler $Al_2O_3$, parlak bölgeler ise Ti bakımından zengin bölgeler olarak karşımıza çıkmaktadır. Ağ. %1 $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş M1 ve N1 numuneleri ile, ağ. %3 mikro-$Al_2O_3$ takviyeli M3 numuneleri benzer mikroyapı özelliklerine sahiptir. Bu

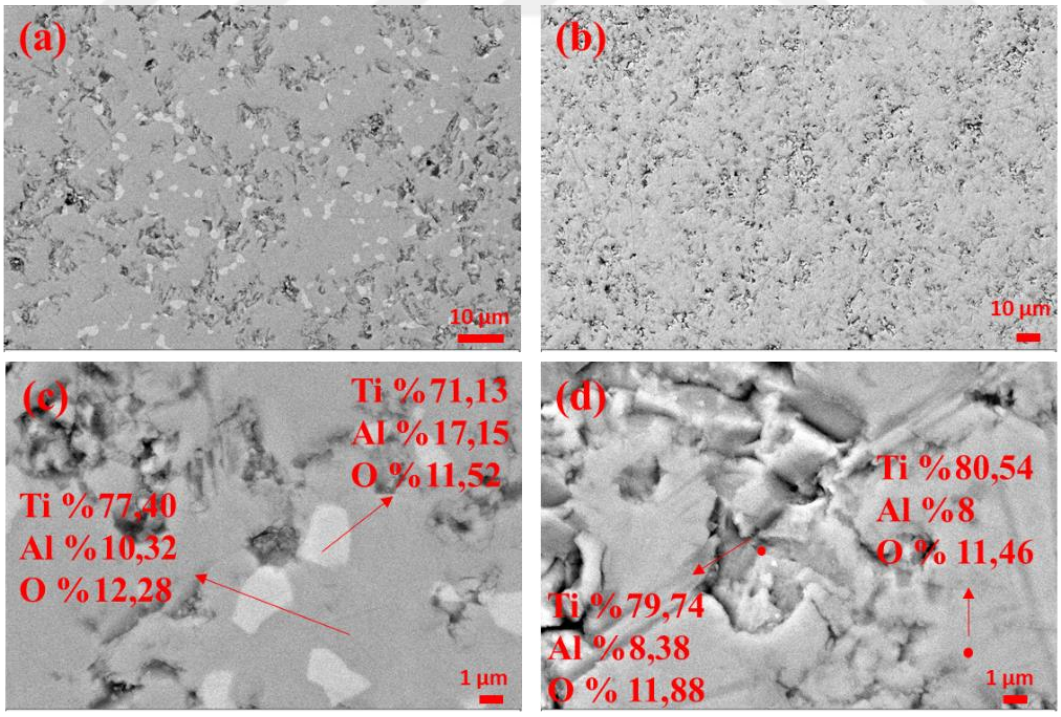
numunelerde belirli bölgelerde $Al_2O_3$ bakımından zengin yapılar oluşmuş olup, Ti'ce zengin bölgeler çoğunluktadır. Diğer numunelerde ise $Al_2O_3$'ce zengin bölgeler malzemenin tamamına dağılmış olup, benzer boyut ve şekil özelliklerine sahiptir. Bu numunelerde $Al_2O_3$ bölgelerinin çok daha küçük olduğu ve yapıya daha homojen bir şekilde dağıldığı görülmektedir. Literatürde yapılan çalışmalarda benzer görüntüler elde edilmiştir [81, 126, 129-132].



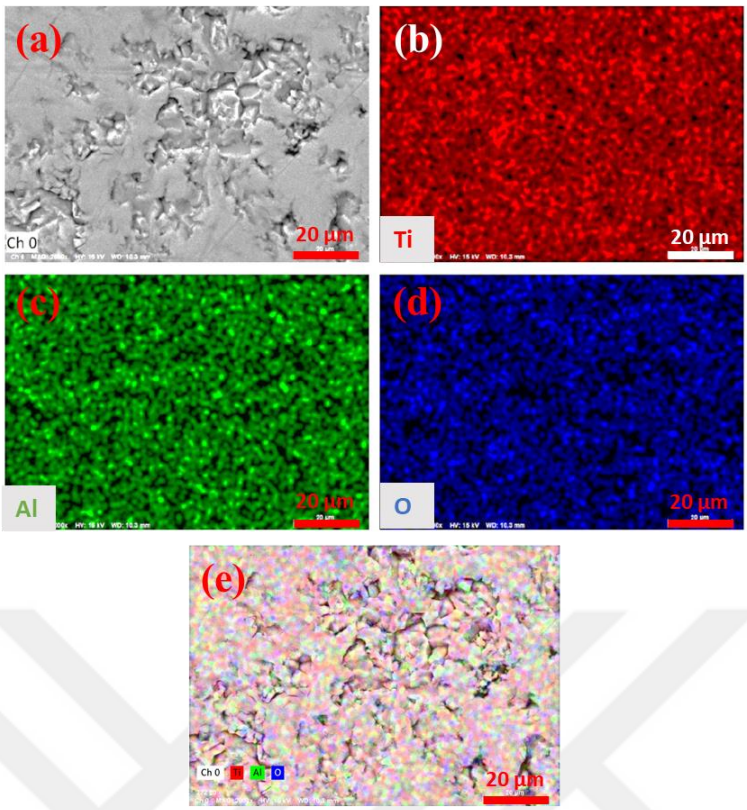

**Şekil 3.60** Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlere ait OM görüntüleri (a) N1, (b) M1, (c) N3, (d) M3, (e)N5, (f) 5UE ve (g) saf Ti.

### 3.4.9 Sinterlenmiş Numunelere ait SEM Görüntüleri

Sinterleme sonrası 5UE ve N3 numunelerine ait SEM görüntüleri ile çeşitli bölgelere yapılan EDS sonuçları Şekil 3.61'de ve N3 numunesine ait haritalama sonuçları Şekil 3.62'de verilmiştir. 5UE numunesine ait haritalama sonuçları daha önceki kısımlarda Şekil 3.22'de gösterilmiştir. 5UE numunesine ait SEM görüntülerinde açık renkli bölgeler $Al_2O_3$, koyu olan bölgeler ise Ti'ce zengin bölgeler olarak karşımıza çıkmaktadır. Numuneye yapılan EDS ve haritalama analizleri, açık renkli bölgelerin Al yönünden zengin olduğunu ortaya koymaktadır. N3 numunesinde ise 5UE numunesinden farklı olarak $Al_2O_3$ yönünden zengin bölgeler SEM görüntülerinde bulunmamaktadır. Tüm numune 5UE numunesinde Ti'ce zengin bölge olarak karşımıza çıkan koyu renkli olarak bulunmuştur. $Al_2O_3$'ün boyutunun mikron altı boyuta indirilmesi Al'ce zengin olan bölgeleri ortadan kaldırmış ve daha homojen bir yapı ortaya çıkarmıştır. N3 numunesine ait haritalama sonuçlarında da bu durum desteklenmiştir. Haritalama sonuçlarında 5UE numunesinde olduğu gibi Al'nin yoğunlaştığı bölgeler bulunmamış, homojen bir dağılım ortaya çıkmıştır. Numunelerimize ait görüntüler, daha önce yapılmış çalışmalar ile uyumludur [81, 126, 129-132].




**Şekil 3.61** Sinterleme sonrası farklı büyütmelerde SEM görüntüleri (a-c) 5UE, (b-d) N3 ve (c) ile (d)'deki işaretli noktaların EDS sonuçları.



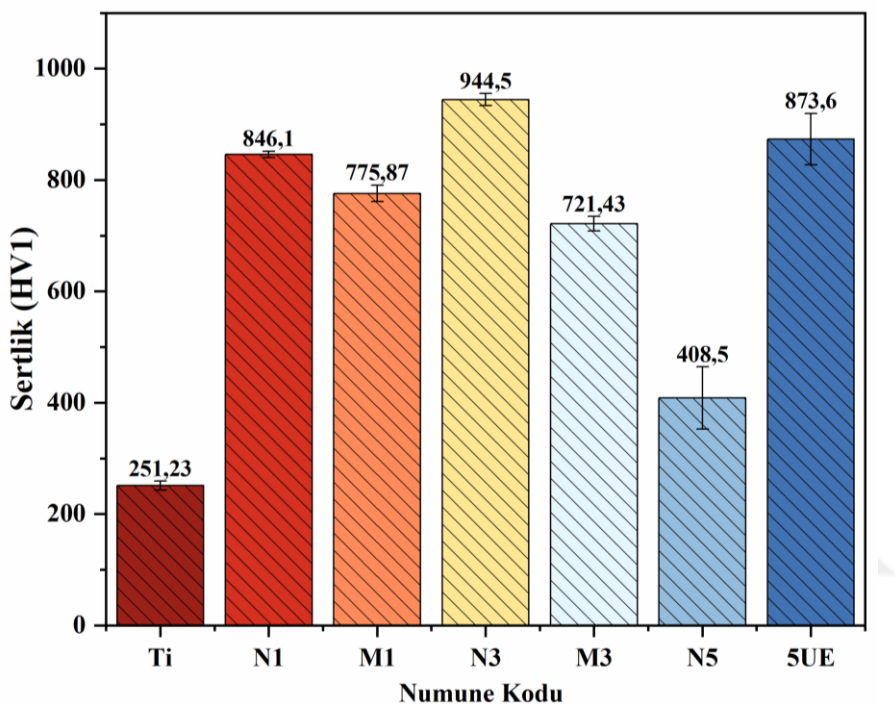

**Şekil 3.62** N3 numunesine ait haritalama sonuçları (a)haritalama yapılan bölge ve elemental haritalama sonuçları (b) Ti, (c) Al, (d) O ve (e) tüm elementlerin üst üste gösterimi.

### 3.4.10 Sinterlenmiş Numunelerin Sertlik Sonuçları

Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviye edilerek üretilmiş kompozitlere ait sertlik ölçüm sonuçları Şekil 3.63'te gösterilmiştir. Buna göre üretilen numunelerin sertlik değerleri 251,23 HV1 ile 944,5 HV1 arasında değişmektedir. En düşük sertlik değeri katkısız Ti numunesinde bulunmuş olup, N5 numunesi de kompozitler arasındaki 408,5 HV1 ile en düşük sertlik değerine sahiptir. Mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş numuneler incelendiğinde, ağ. %1 $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte sertlik değeri saf Ti'nin yaklaşık olarak 3,5 katına çıkmış, mikron altı $Al_2O_3$ oranının ağ. %3'e çıkması ile birlikte sertlik değerinde yaklaşık olarak %12'lik bir artış daha meydana gelerek 944,5 HV1'e çıkmıştır. Ağ. %5 mikron altı $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte ulaşılan en yüksek sertlik değerinden 408,5 HV1'e dramatik bir düşüş meydana gelmiştir. Takviye miktarının arttırılması, üretilen nano-takviyeli kompozitlerin mekanik ve aşınma özelliklerini iyileştirmektedir. Bununla birlikte bu temel kural, seramik nano-partiküllerin aglomerasyonunun ve zayıf dağılımının oluştuğu bir sınıra kadar geçerlidir. Bu sebeple metal matrisli nano-kompozit üzerine yapılan çalışmaların çoğu, az miktarda nano-takviyeye odaklanmaktadır

[157]. Çalışmada mikron altı $Al_2O_3$ takviye sınırının ağ. %3 olduğu, bunun üzerinde $Al_2O_3$ takviyesinin yoğunluk, sertlik ve aşınma dayanımını düşürdüğü tespit edilmiştir. Mikron $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş numunelerde ise en yüksek değere ağ. %5 takviyesi ile ulaşılmış, en düşük sertlik değerine ise ağ. %3 mikro-$Al_2O_3$ takviyesinde bulunmuştur. Kompozit numunelerinin sertlik değerlerindeki eğilimin, yüzde yoğunluk ve hacimsel değişim oranları ile uyumlu olduğu tespit edilmiştir. Üretilen numunelerimize ait sertlik sonuçları incelendiğinde, genel olarak mikron altı $Al_2O_3$ takviyesinin daha iyi sonuçlar verdiği görülmüştür. Bunun sebebi olarak, mikron altı $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte partiküller arasında daha iyi bir ara yüzey bağ mukavemeti oluştuğu düşünülmektedir. Buna ek olarak mikro ve nano boyutlu partiküller kıyaslandığında, daha küçük parçacıklar arası mesafe dolayısıyla daha yüksek Orowan güçlendirme etkisi oluşması beklenmektedir [158]. Ayrıca nano takviyeli kompozitlerin daha yüksek derecede dispersiyon güçlendirmesi göstermesi ve bunun sonucu olarak dislokasyon hareketlerine daha yüksek direnç göstererek sertliğin daha fazla artmasına neden olması beklenmektedir [159]. $Al_2O_3$ ve Ti arasındaki reaksiyonların partiküller arasındaki arayüzeyde meydana geldiği ve bunun sonucunda TiAl ve $Ti_3Al$ gibi intermetaliklerin oluştuğu daha önceki kısımlarda ifade edilmiştir. Mikron altı $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte matris içerisinde çok daha fazla Ti-$Al_2O_3$ ara yüzeyi oluşmuş olup, bunun sonucunda çok daha fazla intermetalik yapının oluştuğu düşünülmektedir. Sert ve gevrek bir yapıya sahip olan bu intermetaliklerin özellikle mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numunelerde mikron-$Al_2O_3$ takviyeli numunelere göre sertliği çok daha fazla arttırdığı değerlendirilmiştir. Literatürde seramik partikül takviyeli MMK'da benzer sertlik sonuçları elde edilmiştir. Sajjadi vd. [160] yapmış oldukları çalışmada Al matrisli kompozitleri farklı partikül boyutu ve oranlarında $Al_2O_3$ ile takviye etmiş ve sertlik değerlerini karşılaştırmışlardır. Buna göre, partikül boyutunun nano boyuta inmesi ve $Al_2O_3$ miktarının artması sertlik değerlerini arttırmıştır. Mahato vd. [158] hazırlamış oldukları çalışmada farklı oranlarda mikro ve nano-SiC takviyeli Cu matrisli kompozitleri T/M yöntemiyle üretmiş ve sertlik analizlerini gerçekleştirmiştir. Elde edilen sonuçlar ışığında nano-SiC takviyeli numunelerde çok daha yüksek sertlik değerleri ölçülmüştür. Sadooghi vd. [161] yayımlamış oldukları çalışmada farklı oranlarda mikro ve nano-MgO takviyeli Mg matrisli kompozit üretimini gerçekleştirmiş ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Sertlik sonuçları incelendiğinde, aynı oranda MgO takviyeli

kompozitler içerisinde nano-MgO takviyeli numunelerin daha yüksek sertlik değerlerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Pakdel vd. [154] yapmış oldukları çalışmada Al matris içerisine farklı oranlarda mikro ve nano-WC ilave etmiş ve sertlik sonuçlarını kıyaslamıştır. Bunun sonucunda nano-WC ilavesinin sertlik üzerinde daha olumlu sonuçlar verdiğini tespit etmiştir. Bununla birlikte optimum nano-WC miktarının üzerinde takviye eklenmesi ile birlikte kompozitin sertlik sonuçlarında düşüş görülmüştür.




**Şekil 3.63** Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numunelere ait sertlik sonuçları.

### 3.4.11 Sinterlenmiş Numunelerin Aşınma Testi Sonuçları

Üretilen saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlere ait COF değerleri ile özgül aşınma oranı değerleri Şekil 3.64'te paylaşılmıştır. Numunelere ait COF değerleri incelendiğinde mikron $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlerin genellikle daha yüksek COF değerlerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Yüzeyde aşınma gerçekleştikçe daha fazla sayıda $Al_2O_3$ partikülleri karşıt eleman ile daha fazla temas etmeye başlamaktadır. $Al_2O_3$ partiküllerinin temas eden yüzeylerden soyulması, sürtünme yüzeyinde üçüncü eleman olarak kayma yüzeylerini kesmesiyle sonuçlanmaktadır. Bu da COF'un artmasına sebep olmaktadır. Mikron-$Al_2O_3$ partikülleri yüzeyden çok daha kolay şekilde soyulduğu için COF değerlerinin nano-$Al_2O_3$ takviyeli numunelere nazaran daha yüksek olması

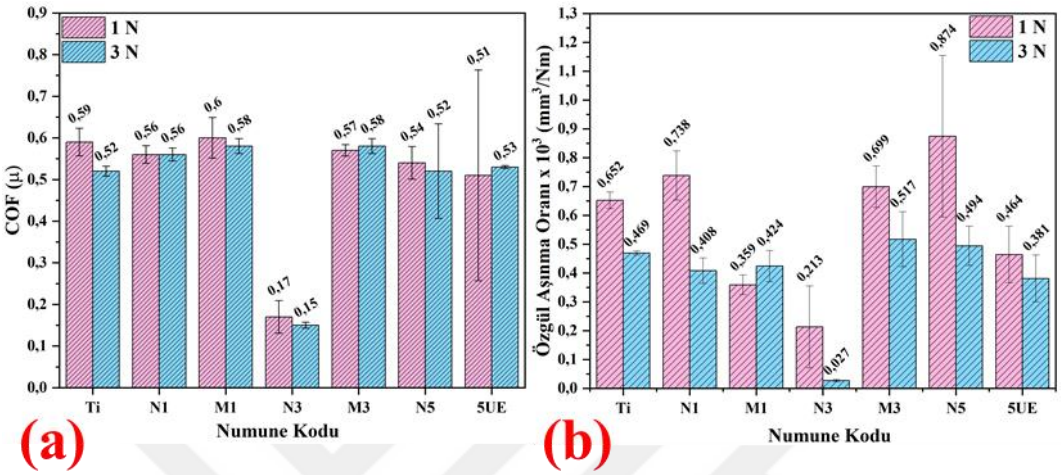
beklenmektedir [159]. Buna göre her iki yük değeri için en düşük COF değerleri ve en düşük özgül aşınma oranları N3 kodlu ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş kompozitlerde tespit edilmiştir. Daha önce bahsedildiği gibi, Archard's denklemine göre aşınma direnci sertlikle doğru orantılı olarak artmaktadır. Sertliğin artması kompozitlerin plastik deformasyona olan direncini artırmakta ve bunun sonucunda kompozitlerin aşınma performansına olumlu yönde etki etmektedir. Ayrıca Ti ve $O_2$ parçalanmaya yatkın $TiO_2$ döküntülerini oluşturma konusunda güçlü bir eğilime sahiptir. $Al_2O_3$ partiküllerinin ise Ti'ye göre oksidasyon direnci çok daha yüksektir. Bu sebeple kompozit yüzeyinde bulunan $Al_2O_3$ partikülleri, yüzeydeki oksitlenmeyi azaltırken aşınma oranında düşüşe sebep olmaktadır [135-137]. Daha önce yapılmış çalışmalarda elde ettiğimiz verilere benzer sonuçlar bulunmaktadır. Wang vd. [162] yapmış oldukları çalışmada Ti6Al4V matrisli kompozit içerisine mikro ve nano-TiC takviyesi yapmış, en düşük aşınma oranını nano-TiC takviyeli numunede elde ederken, kompozitler içerisinde en yüksek COF değerini mikron TiC takviyeli kompozitte bulmuşlardır. Cui vd. [159] yapmış oldukları çalışmada farklı partikül boyutlarında $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş CoCrNi matrisli kompozitleri üretmiş ve analiz sonuçlarına göre mikro-$Al_2O_3$ takviyeli numunelerde daha yüksek COF değerlerine ulaşmışken, en düşük aşınma oranını nano takviyeli numunede elde etmiştir. Bir diğer çalışmada, Kumar vd. [163] mikro ve nano-$Al_2O_3$ ile takviye edilmiş Al matrisli kompozitlerin farklı koşullarda aşınma özelliklerini incelemiş, nano-$Al_2O_3$ takviyeli numunelerin daha yüksek aşınma direnci gösterdiğini tespit etmişlerdir. Sadooghi vd. [161]'de hazırlamış oldukları çalışmada nano-MgO ile takviye edilmiş Mg matrisli kompozitte daha düşük aşınma oranları bulmuşlardır.

### 3.4.12 Sinterlenmiş Numunelerin Basma Testi Sonuçları

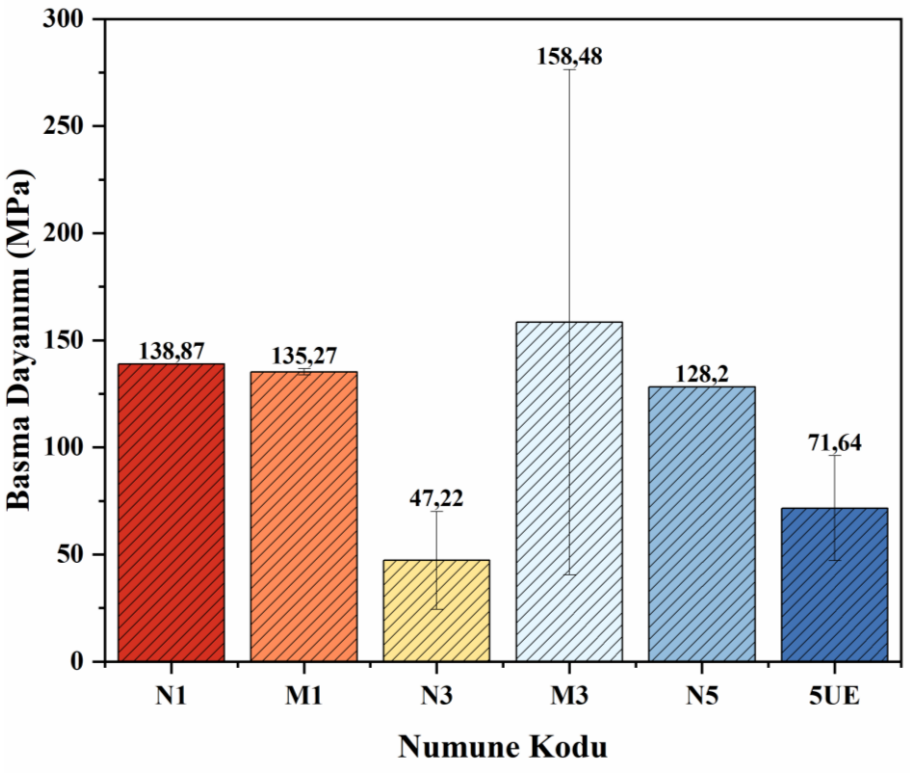
Çalışma kapsamında üretilen mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numunelere ait basma dayanımı sonuçları Şekil 3.65'te verilmiştir. Saf Ti numunesinin basma dayanımı daha önceki kısımlarda 1710,01 MPa olarak bulunmuştur. Üretilen kompozit numunelerin içerisinde en düşük basma dayanımı değeri ise 47,22 MPa ile N3 numunesinde, en yüksek basma dayanımı ise 158,48 MPa olarak M3 numunesinde tespit edilmiştir. Kompozitlerin basma dayanımı önemli miktarda tane incelmesine, makul şekilde dağıtılmış sert partiküllerin varlığına ve uygulanan yükün matristen katkı malzemesine aktarımına bağlıdır [164]. M3 numunesi,

üretilen kompozitler arasında nispeten daha düşük sertlik değeri ile göze çarpmaktadır. M3 numunesinin basma dayanımının yüksek olması, sert ve gevrek TiAl ve $Ti_3Al$'in yapı içerisinde daha az bulunmasından kaynaklandığı değerlendirilmiştir. Nano-$Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte partiküller arasında daha iyi bir ara yüzey bağ mukavemeti oluştuğu düşünülmektedir [158]. Basma testi sırasında saf Ti numunesi sünek kırılma davranışı gösterirken, kompozit numuneler ise gevrek kırılma davranışı göstermiş, bunun sebebi olarak yapıda $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte meydana gelen ve yüksek gevrekliğe sahip TiAl ve $Ti_3Al$ fazlarının mekanik dayanım üzerindeki olumsuz etkileri olarak düşünülmektedir. Ayrıca yapıdaki intermetalik fazların varlığı daha zayıf bir seramik/matris ara yüzüne neden olmaktadır [87, 126, 138]. Mikron ve mikron altı takviyeli kompozitler için farklı optimum $Al_2O_3$ oranları tespit edilmiştir. Mikron-$Al_2O_3$ takviyeli numunelerde en iyi basma dayanımı ağ. %3 takviye miktarı ile elde edilirken, mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numunelerde en yüksek basma dayanımı ağ. %1 takviye miktarında elde edilmiştir. Basma dayanımı sonuçları kıyaslandığında, mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numunelerin daha iyi sonuçlar verdiği söylenebilmektedir. Sadece ağ. %3 takviyeli kompozitler için mikron-$Al_2O_3$ takviyeli M3 numunesi daha yüksek basma dayanımı değerlerine sahiptir. Nano-$Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte partiküller arasında daha iyi bir ara yüzey bağ mukavemeti oluştuğu, buna ek olarak mikro ve nano boyutlu partiküller kıyaslandığında, daha küçük parçacıklar arası mesafe dolayısıyla daha yüksek Orowan güçlendirme etkisi oluşması beklenmektedir [158]. Ayrıca nano takviyeli kompozitlerin daha yüksek derecede dispersiyon güçlendirmesi göstermesi ve bunun sonucu olarak dislokasyon hareketlerine daha yüksek direnç göstermesi daha yüksek mekanik özelliklerin ortaya çıkmasına neden olmaktadır [159]. Literatürdeki $Al_2O_3$ takviyeli MMK'ların basma dayanımı çalışmalarında da benzer çalışmalar mevcuttur. Akbari vd. [164] döküm yöntemiyle üretmiş oldukları farklı partikül boyutlarında $Al_2O_3$ takviyeli Al matrisli kompozitlerin mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Çalışmada katkısız Al alaşımının basma dayanımı 149,12 MPa olarak bulunmuş, hac. %7 nano-$Al_2O_3$ takviyesi ile bu değer 298,63 MPa'ya ulaşmıştır. Mikron $Al_2O_3$ takviyeli kompozitler için ise en yüksek değer 273,97 MPa olarak hac. %7 takviyeli numunede tespit edilmiştir. Farklı bir çalışmada Sajjadi vd. [165] mikron ve nano-$Al_2O_3$ takviyeli Al matrisli kompoziti iki farklı döküm yöntemi ile üretmiş ve mekanik özellikler üzerine araştırmalar yapmışlardır. Çalışmada katkısız

numunenin basma dayanımı 234,26 MPa olarak tespit edilmiş olup, mikron $Al_2O_3$ takviyeli numuneler için en yüksek basma dayanımı ağ. %7 $Al_2O_3$ takviyeli numunede 450,12 MPa olarak bulunmuştur. Çalışmada en yüksek basma dayanımı değeri ise ağ. %4 nano-$Al_2O_3$ takviyeli numunede 630,50 MPa olarak tespit edilmiştir.




**Şekil 3.64** Saf Ti ile mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlere ait (a) COF ve (b) özgül aşınma oranı değerleri.

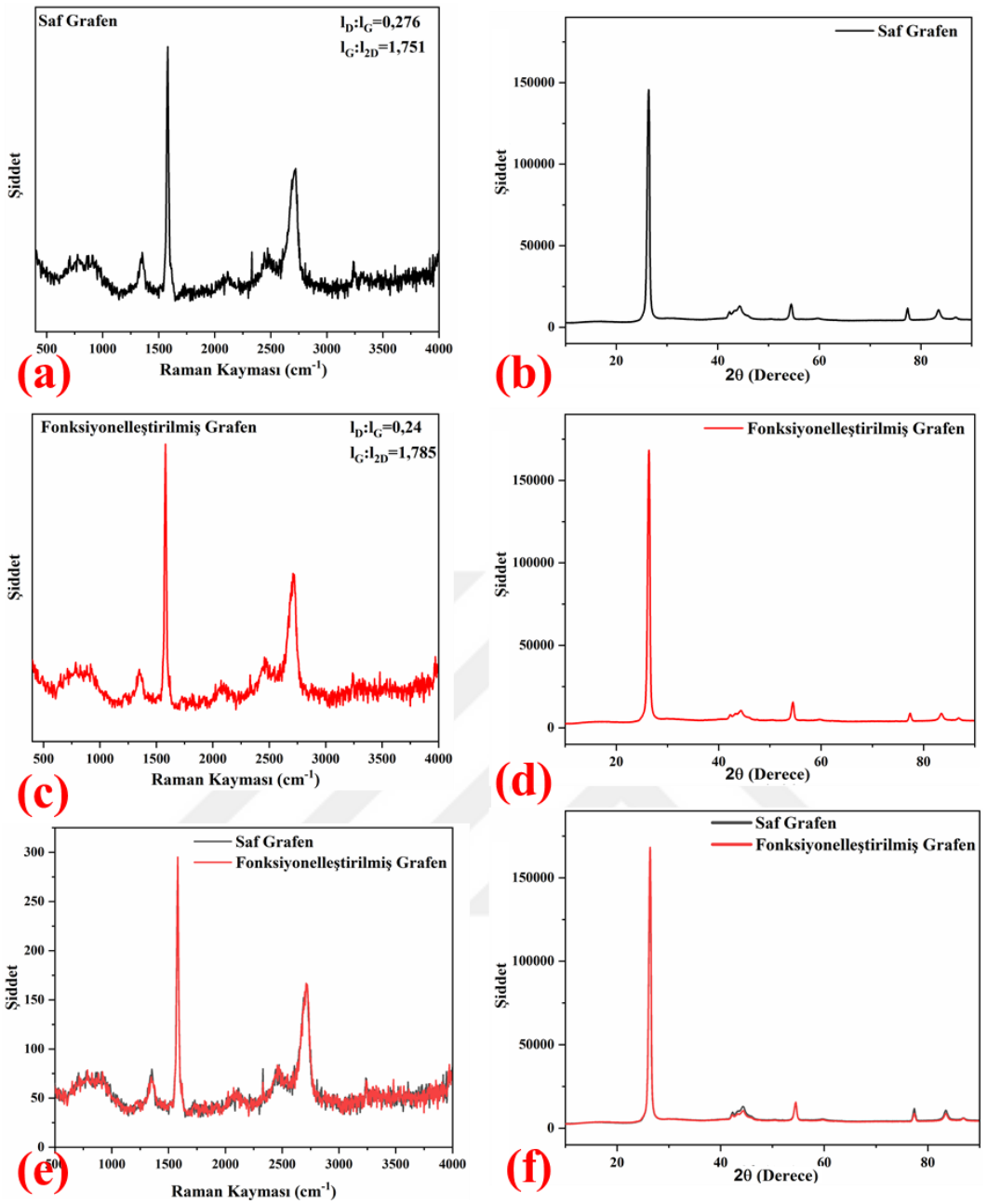



**Şekil 3.65** Saf Ti ile mikron ve mikron altı-$Al_2O_3$ takviyeli kompozitlere ait basma dayanımı değerleri.

## 3.5 Mikron Altı $Al_2O_3$ ve Fonksiyonelleştirilmiş Grafen Takviyeli Titanyum Matrisli Kompozitlerin Analiz Sonuçları

### 3.5.1 Grafen ve Fonksiyonelleştirilmiş Grafene ait Raman ve XRD Analizi Sonuçları

Çalışmada kullanılan saf grafen ve fonksiyonelleştirilmiş grafene ait raman analizi ve XRD analizi sonuçları Şekil 3.66'da verilmiştir. Raman analizi sonuçlarında, D bandı, karbon bazlı malzemelerin içerisinde bulunan safsızlıkların oluşturduğu kafes distorsiyonlarının sebep olduğu kusurları göstermektedir. G bandının konumu ve şekli, doplama etkisini, kusurları, grafen katman sayısını ve gerilimi göstermektedir. 2D bandı ise grafene özgü karakteristik bir bandtır ve şekli katman sayısı ile ilişkilidir. Raman analizi sonuçlarına göre iki farklı oran elde edilmektedir. $L_D/L_G$ oranı grafenin saflığı ile ilgili bilgi vermektedir. Bu oran 0 ile 1 arasında olmalıdır. Grafenin saflığının artması ile birlikte bu oran 0'a yakınsamaktadır. $L_G/L_{2D}$ oranı ise grafenin katman sayısını vermektedir ve daha önce yapılan çalışmalarda tek katmanlı grafen için bu oranın 0,25 olduğu tespit edilmiştir [32]. Saf grafene ve fonksiyonelleştirilmiş grafene yapılan raman analizi sonuçlarında elde edilen $L_D/L_G$ oranları sırasıyla 0,276 ile 0,24 olarak bulunmuştur. Fonksiyonelleştirme işlemi sonrasında grafenin saflığının bir miktar yükseldiği görülmüştür. Fonksiyonelleştirme işleminden sonra bu oranın artması beklense de, literatürdeki bazı araştırmalar $L_D/L_G$ oranının düştüğünü tespit etmişlerdir. Çok katmanlı yeniden istiflenme, eksfoliasyon ve deformasyonunda bu oran üzerinde etkileri olduğu bilinmektedir. Eksfoliasyon işlemi kusurlu bölgelerde artışa neden olabilir dolayısıyla daha yüksek $L_D/L_G$ oranının elde edilmesi beklenmektedir. Eksfoliasyonun aksine yeniden düzenlenme bu oranın azalmasına neden olmaktadır. Ayrıca $L_D/L_G$'deki azalmanın bir diğer sebebi $sp^2$ çift bağlarının grafen içerisinde restore edilmesi ile ortaya çıkan iyileştirme etkisi ile meydana gelebilmektedir [166]. Fonksiyonelleştirilmiş grafen ile grafenin katman sayıları incelendiğinde $L_G/L_{2D}$ oranlarının sırasıyla 1,751 ve 1,785 olduğu görülmüştür. Fonksiyonelleştirme işlemi sonrası katman sayısında büyük değişiklikler meydana gelmemiş olup her iki grafenin de yaklaşık 7-8 katmanlı bir yapıya sahip olduğu tespit edilmiştir. Hayyan vd. [166] farklı çözücüler yardımıyla grafene fonksiyonelleştirme işlemi uygulamış ve yapmış oldukları raman analizleri sonucunda çalışmamıza benzer sonuçlar elde etmişlerdir.

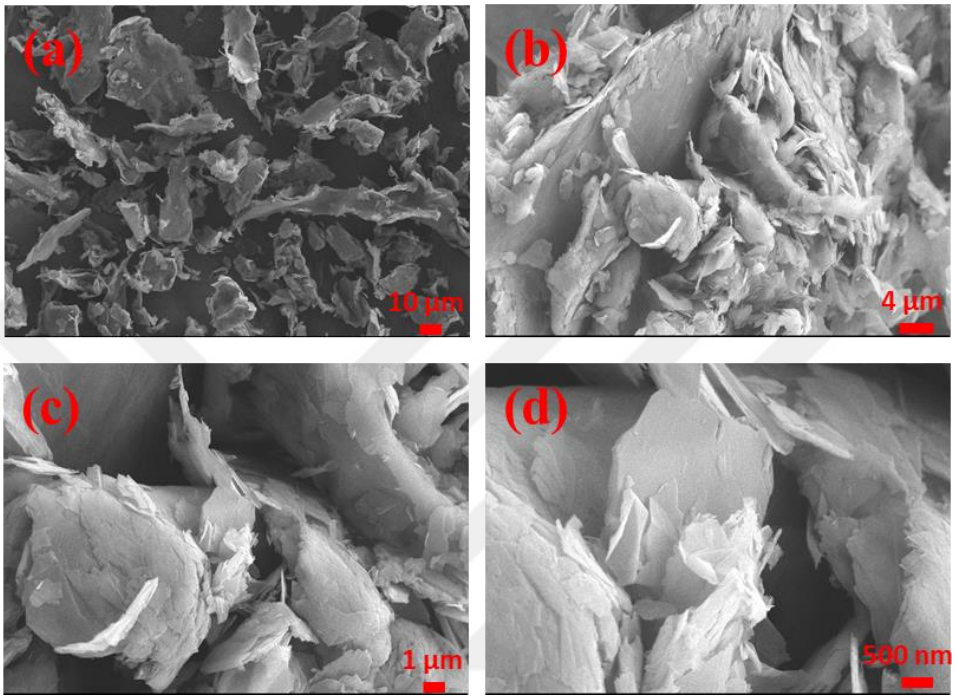



**Şekil 3.66** Çalışmada kullanılan grafenlere ait raman analizi sonuçları (a) saf grafen, (c) fonksiyonelleştirilmiş grafen ve (e) raman sonuçlarının kıyaslanması ile grafene ait XRD analizi sonuçları (b) saf grafen, (d) fonksiyonelleştirilmiş grafen ve (f) XRD sonuçlarının kıyaslanması.

Grafen ve fonksiyonelleştirilmiş grafene ait XRD sonuçları Şekil 3.66(b-d-f)'de sunulmuştur. Saf grafen ile fonksiyonelleştirilmiş grafenin benzer piklere sahip olduğu görülmüş olup, en şiddetli pik olan 2θ=26,3° pikinin fonksiyonelleştirme işlemi sonrası şiddetinin arttığı, bununda grafenin saflığının artması ile ilgili olduğu değerlendirilmiştir. Hayyan vd. [166] yapmış oldukları çalışmada da benzer XRD sonuçları elde etmiştir.

### 3.5.2 Başlangıç Tozlarına ait SEM Görüntüleme Sonuçları

Çalışmada kullanılan Ti tozuna ait SEM görüntüleri Şekil 3.1'de, mikron altı $Al_2O_3$ tozuna ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri Şekil 3.3'te, saf grafenin çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri Şekil 3.5'te verilmiştir. Fonksiyonelleştirilmiş grafenin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri Şekil 3.67'de verilmiştir.




**Şekil 3.67** Fonksiyonelleştirilmiş grafene ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) 500x, (b) 2000x, (c) 5000x ve (d) 15000x.

### 3.5.3 Ortalama Partikül Boyutu Analizi

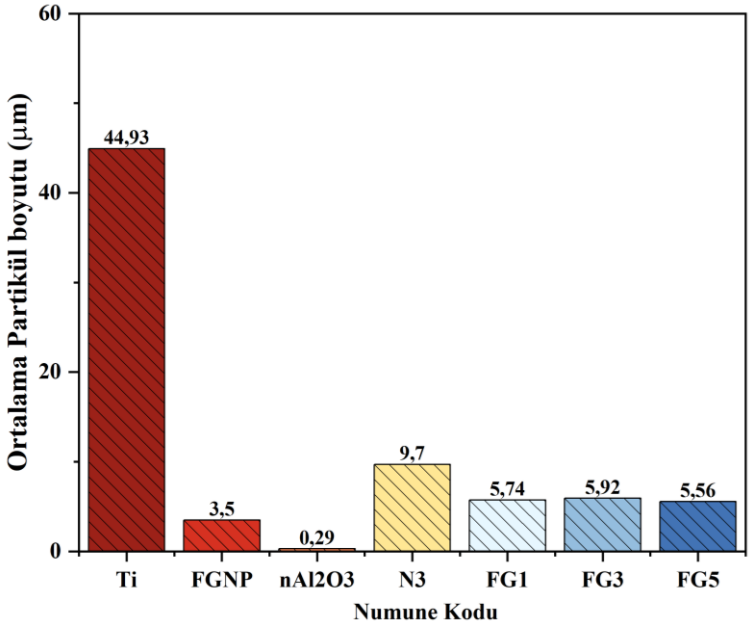
Başlangıç tozları ile fonksiyonelleştirişmiş grafen ve mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş hibrit kompozit tozlarının MA sonrası ortalama partikül boyutu ölçüm sonuçları Şekil 3.68'de gösterilmiştir. Kompozit tozları içerisinde en düşük ortalama partikül boyutu 5,56 µm ile FG5 numunesinde, en yüksek ortalama partikül boyutu ise N3 numunesinde 9,7 µm ile elde edilmiştir. FG5 numunesinde fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi ile birlikte N3'e göre ortalama toz partikül boyutunda yaklaşık olarak %43'lük bir düşüş meydana gelmiştir. Fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli hibrit kompozit tozlarının tamamının ortalama partikül boyutlarının birbirine çok yakın olduğu ve tümünün sadece mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numunenin partikül boyutundan daha küçük olduğu tespit edilmiştir. Fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi ile birlikte ortalama partikül boyutunun azalmasının sebebi, sert grafen partiküllerinin varlığı ile birlikte soğuk

kaynaklanmanın azalması ve MA işlemi sırasında kırılma sürecini hızlandırmasından kaynaklanmaktadır. Ayrıca grafen, iki Ti partikülünün arasına girebilir, bunun sonucunda da plastik deformasyon kabiliyeti azalır ve daha kırılgan hale gelirler [167]. Grafen ilavesi, toz içerisinde lokal gerilimler oluşturarak tüm öğütme sürecini hızlandırır ve düzleştirme, kaynaklanma, kırılma ve yeniden kaynaklanma adımlarının yoğunlaşmasını sağlar [168]. Ayrıca, grafen gibi sert partiküllerin artan miktarı ile birlikte partiküller arası mesafenin azaldığı, geniş bölgelerde lokal plastik deformasyonlar oluştuğu ve bunun da deformasyon sertleşmesine neden olarak hızlı bir kırılma-soğuk kaynak mekanizmasının oluşmasını sağladığı tespit edilmiştir [169]. Grafen ilavesi ile birlikte ortalama partikül boyutunun düştüğü benzer çalışmalar mevcuttur. Varol vd. [170] yapmış oldukları çalışmada farklı oranlarda çok katmanlı grafen ile takviye ettikleri Cu matrisli kompozitlerin ortalama partikül boyutunun artan grafen ilavesi ile düştüğünü gözlemlemişlerdir. Ramadan vd. [171] hazırlamış oldukları çalışmada grafen takviyeli Al matrisli kompozitleri üretmiş ve ortalama partikül boyutu analizi gerçekleştirmiştir. Buna göre, artan grafen miktarı ile birlikte toz partikül boyutunun 80 nm (grafen takviyesiz toz)'den yaklaşık olarak 30 nm (ağ. %0,8 grafen takviyeli toz karışımı)'ye düştüğünü bulmuşlardır. AbuShanab vd. [167] hazırlamış oldukları grafen takviyeli kompozitlerde, grafen miktarının artması ile birlikte ortalama partikül boyutunda gerçekleşen düşüşü gözlemlemişlerdir. Ağ. %0,25 grafen takviyesi sonucu yaklaşık olarak 85 nm olan ortalama partikül boyutunun grafen miktarının ağ. %2'ye çıkmasıyla birlikte yaklaşık olarak 40 nm'ye düştüğünü belirtmişlerdir.

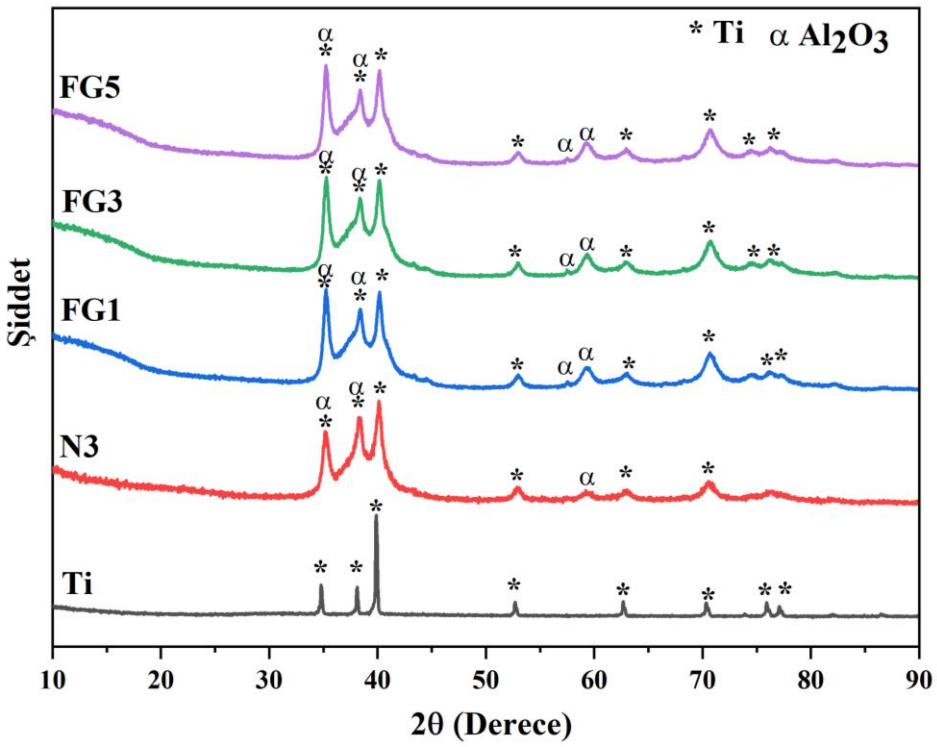
### 3.5.4 Tozlara ait XRD Sonuçları

Ti, N3 ve MA işlemi sonrası fonksiyonelleştirilmiş grafen ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli hibrit kompozit tozlarına ait XRD sonuçları Şekil 3.69'da gösterilmiştir. Tozlara yapılan XRD analizlerinin tümünde Ti (Referans kodu:96-901-1601, hekzagonal, a=b=2,97 Å, c=4,72 Å) ve Al2O3 (Referans kodu: 96-900-8082, hekzagonal, a=b= 4,75 Å, c= 12,991 Å) fazları tespit edilmiştir. Hibrit kompozit tozlarına az miktarda grafen eklendiği için, XRD tespit limitinden dolayı herhangi bir C pikine rastlanılmamıştır. Ti, $Al_2O_3$ ve grafen arasında herhangi bir reaksiyon meydana gelmemiş olup, herhangi bir intermetalik yapı tespit edilmemiştir. Ayrıca XRD sonuçlarında herhangi bir karbür fazına, oksidasyon sonucu oluşabilecek

oksit fazına ve öğütme kabının aşınmasından kaynaklanabilecek herhangi bir empüriteye rastlanmamıştır. $Al_2O_3$ takviyeli Ti kompozit tozları için benzer XRD sonuçları Dercz vd. [101] yapmış oldukları çalışmada tespit edilmiştir.



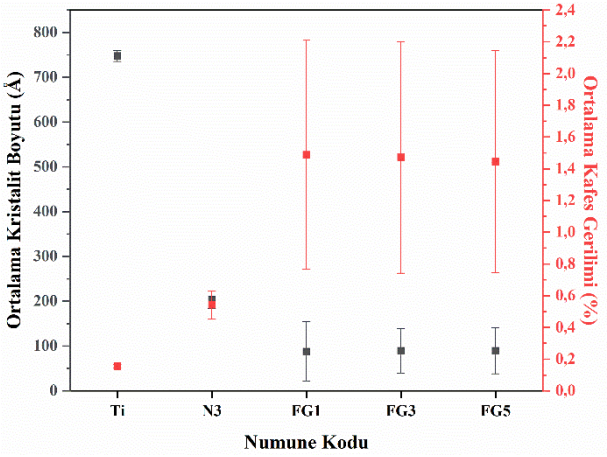

**Şekil 3.68** Başlangıç tozları ile mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen ile hazırlanan kompozit tozlarına ait MA sonrası ortalama partikül boyutu sonuçları.




**Şekil 3.69** MA sonrası mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli kompozit tozlarına ait XRD sonuçları.

Saf Ti, N3 ve mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen ile takviye edilmiş kompozit tozlarının MA işlemi sonucu ortalama kafes gerilimi ve ortalama kristalit boyutunda meydana gelen değişimler Şekil 3.70'de verilmiştir. MA ile birlikte kompozit tozlarının ortalama kafes gerilimlerinde artış meydana gelirken, ortalama kristalit boyutlarında düşüş meydana gelmiştir. Ortalama kafes gerilimlerindeki artışın sebebi MA sürecince meydana gelen soğuk kaynaklanma-kırılma mekanizmasından dolayı kristal hatalardaki artışlardır [102, 103]. MA işlemine tabi tutulmayan saf Ti numunesinde en yüksek ortalama kristalit boyutu ve en düşük ortalama kafes gerilimi elde edilmiştir. MA ve mikron altı $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte ortalama kristalit boyutunda düşüş ve ortalama kafes geriliminde ise artış görülmüştür. Fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi ile birlikte ortalama kristalit boyutunda düşüş meydana gelirken ortalama kafes geriliminde artış görülmüştür. Hibrit kompozitler içinde en düşük ortalama kristalit boyut 88 Å ile FG1 numunesinde elde edilmiştir. FG1 numuesinin ortalama kristalit boyutları N3 numunesi ile kıyaslandığında yaklaşık olarak %70'lik bir düşüş meydana gelmiştir. Bu sonuçlara paralel olarak %0,396 olan ortalama kafes gerilmesi FG1 numunesinde %1,488'e ulaşmıştır. Fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyesi ile üretilen hibrit kompozitlerin ortalama kristalit boyutları ve ortalama kafes gerilmeleri, ortalama partikül boyutunda olduğu gibi birbirlerine çok yakındır. Grafen ilavesi ile meydana gelen değişim, MA süresince tane inceltmesini iyileştiren ve difüzyon enerjisini aktive eden çok sert grafen tabakasının varlığı ile açıklanabilir [171]. Grafenin öğütme bilyası gibi hareket ettiği, bunun sonucunda da matrise daha fazla enerji transferi gerçekleşmesine neden olduğu düşünülmektedir [167]. Grafen ilavesi ile birlikte ortalama kristalit boyutu ve kafes gerilmelerinde değişime benzer sonuçlar daha önce yapılmış çalışmalarda da tespit edilmiştir. Ramadan vd. [171] grafen takviyeli Al matrisli kompozitlerde artan grafen ile birlikte ortalama kafes geriliminin arttığını ortalama kristalit boyutunun ise azaldığını gözlemlemişlerdir. Moustafa vd. [169] ise Cu matris içerisine grafen ilave ederek ürettikleri MMK çalışmasında ortalama kristalit boyutun hac. %8 grafen ilavesi ile birlitke 20 nm'den 13 nm'ye, ortalama kafes geriliminin ise %0,45'ten %0,70'e çıktığını tespit etmişlerdir. AbuShanab vd. [167] yapmış oldukları grafen takviyeli Al matrisli kompozit çalışmasında benzer sonuçlar elde etmiştir. Takviyesiz numunede yaklaşık olarak 30 nm olan kristalit boyutu, ağ. %2

grafen takviyesi sonrası 16 nm seviyelerine gerilemiştir. Ortalama kafes gerilimi değeri ise %0,36'dan %0,68'e yükselmiştir.



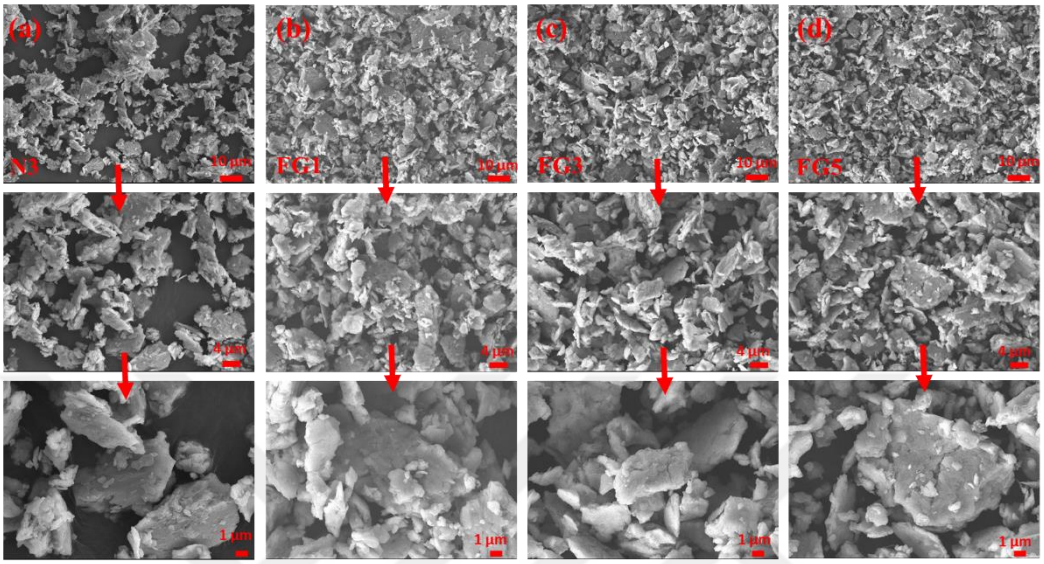

**Şekil 3.70** Saf Ti ile mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli kompozit tozlarına ait MA sonrası ortalama kristalit boyutu ve ortalama kafes gerilimi sonuçları.

### 3.5.5 MA Sonrası Tozlara ait SEM Görüntüleme Sonuçları

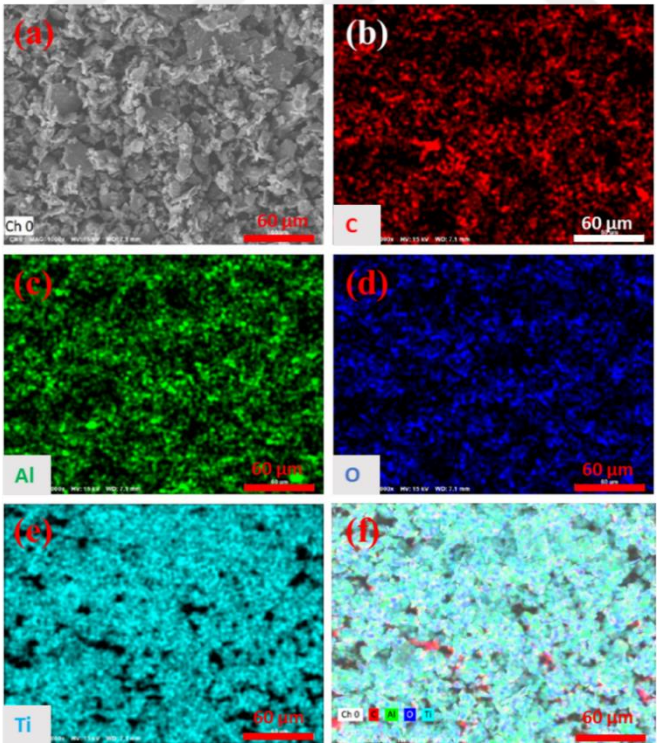
MA sonrası elde edilen N3, FG1, FG3 ve FG5 kompozit tozlarına ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri Şekil 3.71'de gösterilmiştir. MA sonrası toz partiküllerinin son mikroyapılarının oluşumunda MA süresince tekrarlayan düzleşme, soğuk kaynaklanma ve kırılma mekanizmaları başroldedir [67]. MA işlemi sonrası sünek malzemelerde pul benzeri yapılar ile sıklıkla karşılaşılmaktadır [111-114]. MA işleminin ilk kademelerinde, kırılgan olan malzeme öğütülürken, sünek malzeme deforme olarak pul benzeri bir şekle bürünmektedir. MA'nın ilerleyen kademelerinde öğütülen gevrek malzemeler pul şeklini almış sünek malzemelerin arasına yerleşir [115, 116]. Fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi ile birlikte öğütme sürecinin hızlandığı ve bunun sonucunda partikül boyutunda azalma meydana geldiği partikül boyutu kısmında tartışılmıştır. Ortalama partikül boyutu ölçümleriyle uyumlu olarak, hibrit kompozitlerin daha küçük ortalama partikül boyutuna sahip olduğu SEM görüntüleriyle de görülmektedir.

MA sonrası FG1, FG3 ve FG5 tozlarına ait SEM haritalama görüntüleri Şekil 3.72-75'te gösterilmiştir. Üretmiş olduğumuz diğer $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitlerde olduğu gibi Al ve O yoğun olarak bulunduğu bölgelerin benzer noktalar olduğu tespit edilmiştir. Genel olarak fonksiyonelleştirilmiş grafenin yapıya homojen bir şekilde dağıldığı görülse de bazı bölgelerde yoğunlaşmalar

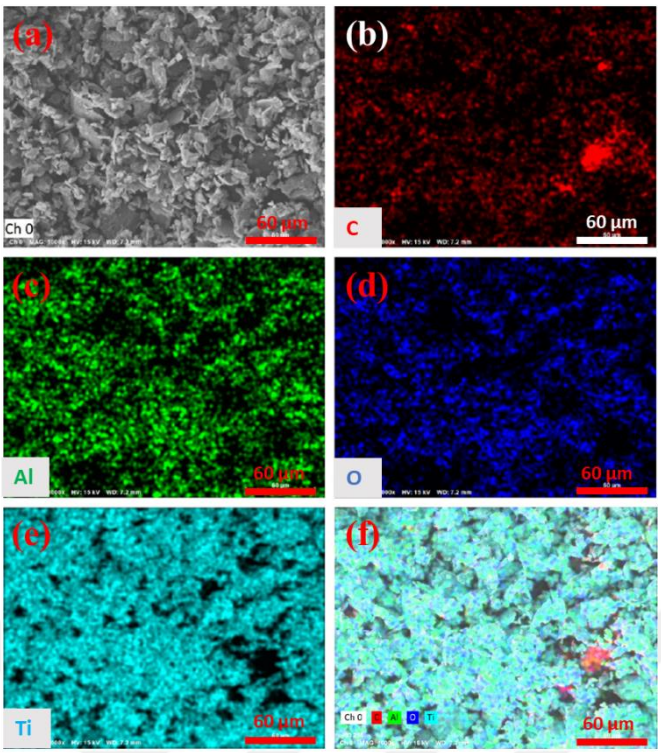
tespit edilmiştir. Şekil 3.74'te FG3 numunesinde MA sonrası grafen partikülünün bulunduğu bölgeye ait SEM görüntüleri ve haritalama sonuçları verilmiştir. Artan grafen miktarı ile birlikte haritalama sonuçlarında görülen C varlığında artış meydana gelmiştir



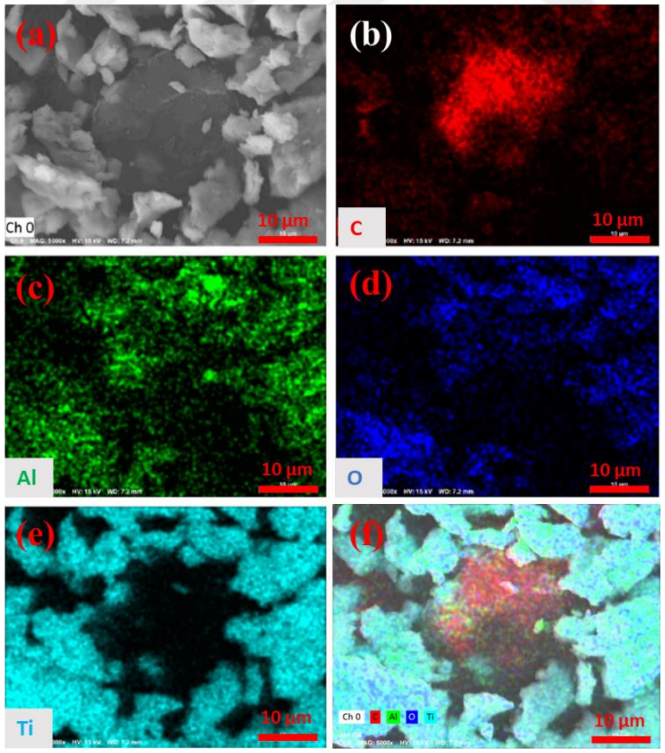

**Şekil 3.71** MA sonrası tozlara ait çeşitli büyütmelerdeki SEM görüntüleri (a) N3, (b) FG1, (c) FG3 ve (d) FG5.



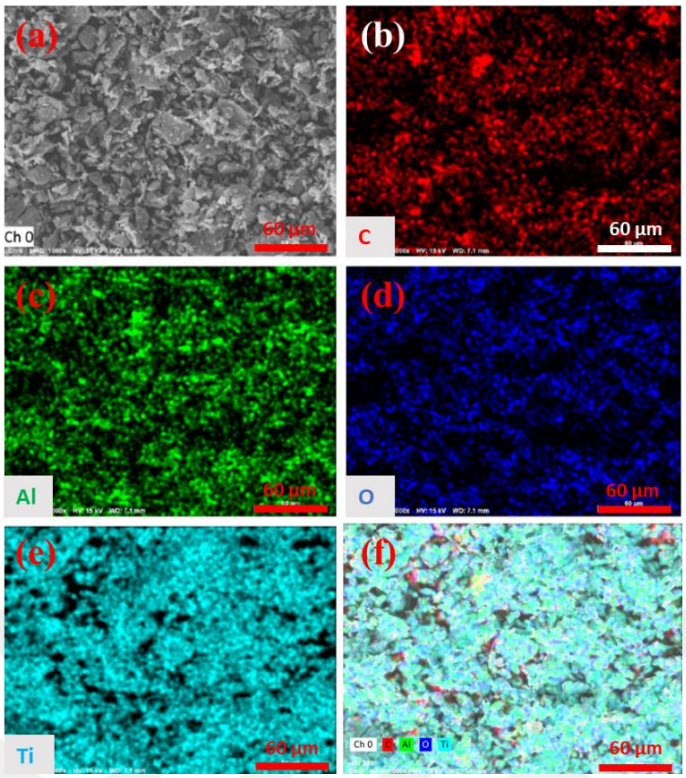

**Şekil 3.72** MA sonrası FG1 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) C, (c) Al, (d) O, (e) Ti ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi.




**Şekil 3.73** MA sonrası FG3 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) C, (c) Al, (d) O, (e) Ti ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi.

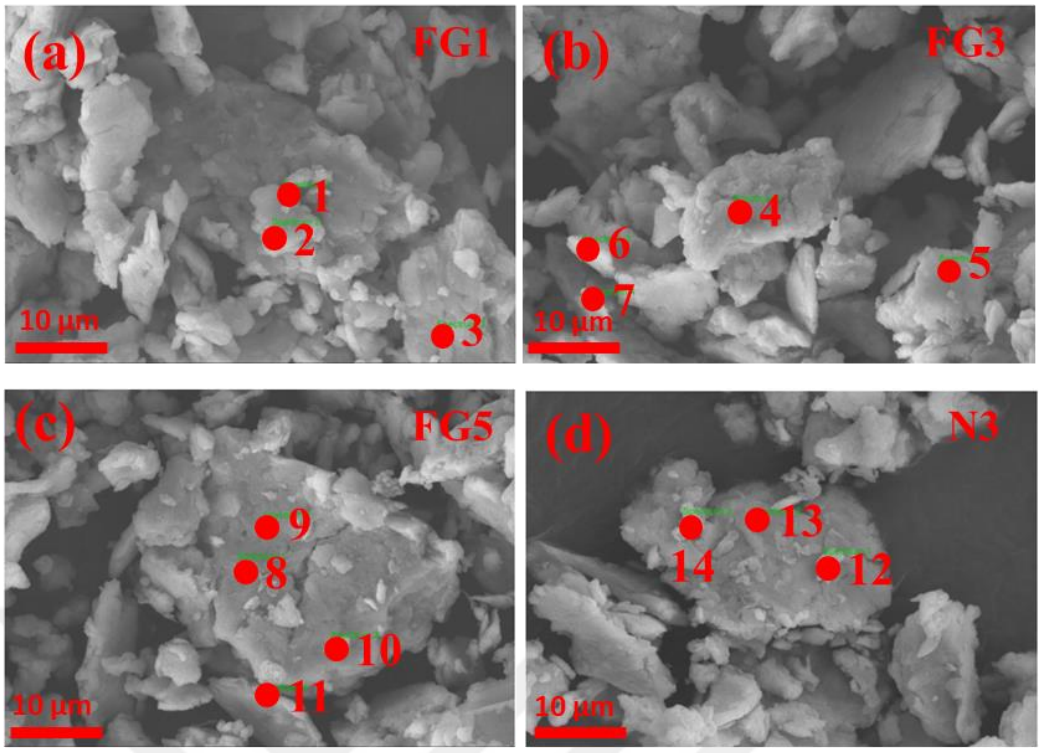



**Şekil 3.74** MA sonrası FG3 numunesinde fonksiyonelleştirilmiş grafenin bulunduğu bölgeye ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) C, (c) Al, (d) O, (e) Ti ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi.




**Şekil 3.75** MA sonrası FG5 numunesine ait haritalama sonuçları (a) haritalama yapılan bölge, (b) C, (c) Al, (d) O, (e) Ti ve (f) tüm elementlerin üst üste gösterimi.

FG1, FG3, FG5 ve N3'ün EDS analizi sonuçları Tablo 3.4'te, her bir numunenin hangi bölgelerinin analiz edildiği ise Şekil 3.76'da verilmiştir. Al ve C'un dağılımları farklılıklar göstermiştir. En yüksek C'nin bulunduğu noktalar 6 (FG3), 8 ve 11 (FG5) numaralı noktalar olurken, Al için ise 5, 11, 13 ve 14 numaralı noktalardır. 9 ve 10 numaralı noktalarda çok az miktarda Al tespit edilmiştir. Hibrit kompozitler içerisinde en az fonksiyonelleştirilmiş grafen miktarına sahip FG1 numunesi, EDS analizleri sonucunda en düşük ortalama C değerlerine sahip numunedir. MA sırasında daha küçük partiküller kırılmaya uğramadan deformasyona dayanabilir. Aynı zamanda çok ince ve çok büyük partikülleri orta bir boyuta doğru getirme eğilimi göstererek, daha büyük partiküllere kaynaklanma eğilimindedirler [139]. Mikron altı boyutta olan $Al_2O_3$ partiküllerinin bazı noktalarda Ti metaline kaynaklanarak toz partiküllerinin içerisine girdiği bu sebeple az miktarda tespit edildiği düşünülmektedir.



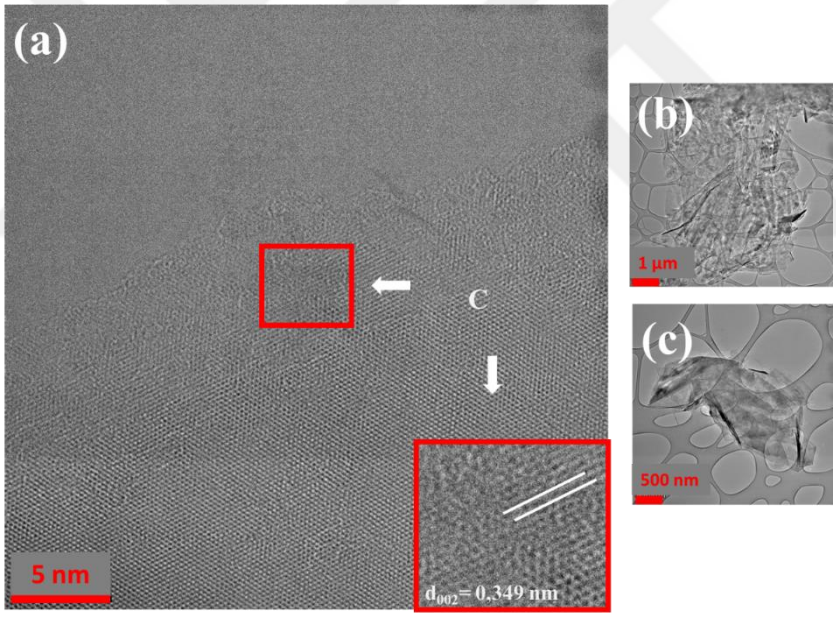

**Şekil 3.76** FG1, FG3, FG5 ve N3 kodlu numunelere ait SEM görüntüleri ve EDS alınan noktaların gösterimi (a) FG1, (b) FG3, (c) FG5 ve (d) N3.

**Tablo 3.4** FG1, FG3, FG5 ve N3 numunelerinden alınan EDS analizlerinin sonuçları.

| Kod | Ti (Ağ.) | Al (Ağ.) | O (Ağ.) | C (Ağ.) |
|---|---|---|---|---|
| **1** | 73,44 | 5,84 | 13,73 | 6,99 |
| **2** | 76,03 | 6,49 | 11,77 | 5,72 |
| **3** | 79,15 | 6 | 9,60 | 5,25 |
| **4** | 85,63 | 6,79 | 4,79 | 2,79 |
| **5** | 79,47 | 8,70 | 8,85 | 2,97 |
| **6** | 66,02 | 3,45 | 19,67 | 10,86 |
| **7** | 68,34 | 4,08 | 18 | 9,58 |
| **8** | 66,71 | 1,79 | 19,98 | 11,52 |
| **9** | 84,86 | 0,67 | 7,94 | 6,53 |
| **10** | 73,83 | 0,31 | 17,75 | 8,71 |
| **11** | 59,35 | 6,94 | 22,96 | 10,75 |
| **12** | 74,03 | 4,89 | 21,08 | - |
| **13** | 76,70 | 7,16 | 16,14 | - |
| **14** | 64,32 | 7,77 | 27,91 | - |

### 3.5.6 Fonksiyonelleştirilmiş Grafene ait HR-TEM Analizi Sonuçları

Fonksiyonelleştirilmiş grafene ait HR-TEM görüntüleri Şekil 3.77'de verilmiştir. Şekil 3.77 (a)'da kırmızı kare ile işaretlenmiş alanlarda C piki (002) düzlem ailesi için 0,349 nm'lik düzlemler arası uzaklık gösterilmiştir. Elde edilen bu sonuçlar fonksiyonelleştirilmiş grafene yapılan XRD analizlerinde tespit edilen sonuçlar ile uyumludur. Şekil 3.77 (b-c)'de fonksiyonelleştirilmiş grafene ait daha küçük büyütmelerdeki TEM görüntüleri verilmiştir. Saf grafen gibi fonksiyonelleştirilmiş grafen de transparan bir yapıya sahiptir. Saf grafen sahip olduğu geniş yüzey alanından dolayı, katmanların üst üste gelmesi için önemli bir eğilime sahiptir. Şekil 3.77 (b-c)'de görüldüğü gibi grafenin kenarlarında az da olsa meydana gelen kıvrılmanın sebebi bu eğilimdir [172]. Ayrıca TEM görüntülerinde transparanlığı yüksek bölgeler daha az katman sayısına sahip bölgelerdir [173]. Elde ettiğimiz TEM görüntüleri daha önce yapılan çalışmalar ile uyumludur [25, 172, 174, 175].

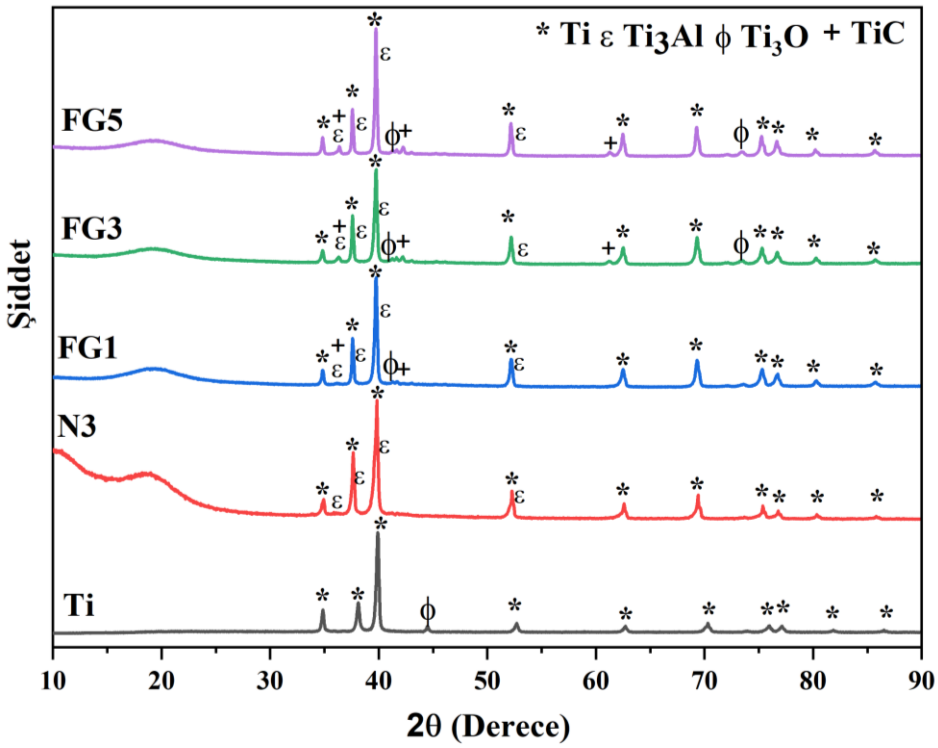



**Şekil 3.77** Fonksiyonelleştirilmiş grafene ait çeşitli büyütmelerdeki HR-TEM görüntüleri.

### 3.5.7 Sinterlenmiş Numunelere ait XRD Sonuçları

Saf Ti, mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozit ve mikron altı $Al_2O_3$ ile fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli hibrit kompozitlerin sinterleme sonrası XRD analiz sonuçları Şekil 3.78'de verilmiştir. Yapılan XRD analizlerine göre takviyesiz Ti numunesinde Ti fazı (Referans kodu: 96-901-1601, hekzagonal kafes yapısı, a=b= 2,97 Å, c=4,72 Å) ve $Ti_3O$ fazı (Referans kodu: 96-152-9955, hekzagonal,

a=b=5,15 Å, c=9,56 Å) elde edilmiştir. Sadece mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozit numunesinde ise Ti fazının yanı sıra $Ti_3Al$ fazı (Referans kodu: 96-153-2768, hekzagonal, a=b=5,7640 Å, c=4,6640 Å) yapıda tespit edilmiş, saf Ti'de bulunan $Ti_3O$ fazına rastlanmamıştır. Hibrit kompozit numunelerinde ise Ti, $Ti_3Al$ fazlarına ilave olarak TiC fazı (Referans kodu:96-591-0092, yüzey merkezli kübik, a=b=c=4,29 Å) tespit edilmiştir. Fonksiyonelleştirilmiş grafen miktarının artması ile birlikte TiC pikinin şiddeti artmıştır. Literatürde grafen takviyeli Ti matrisli kompozitler ile yapılan çalışmalarda TiC fazının oluştuğu rapor edilmiştir [176-179]. Ti-$Al_2O_3$ içeren sistemlerde TiAl ve $Ti_3Al$ oluşumu lokal oksijen aktivitesine ve sıcaklığa göre değişmektedir. Düşük oksijen basıncı ile birlikte oksijen ve Al, $Al_2O_3$ içinde çözünür ve Ti ile reaksiyona girerek Ti-Al intermetalik bileşiklerini oluşturmaktadır. Bu oluşum sırasında ilk önce Ti matris yakınında TiAl intermetaliği oluşmakta daha sonra bunu $Ti_3Al$ intermetaliğinin oluşumu takip etmektedir. $Ti_3Al$ fazının kompozitlerin mekanik özellikleri büyük ölçüde etkilemektedir. Ayrıca $Al_2O_3$ içerisinde çözünen oksijende Ti matris ile etkileşime girerek TiO ve $AlTiO_2$ gibi oksitleri oluşturmaktadır [87, 88, 117-123]. Elde ettiğimiz XRD analizi sonuçları ile benzer sonuçlar literatürde bulunmaktadır [80, 81, 101].




**Şekil 3.78** Saf Ti ile mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli numunelere ait sinterleme sonrası XRD sonuçları.

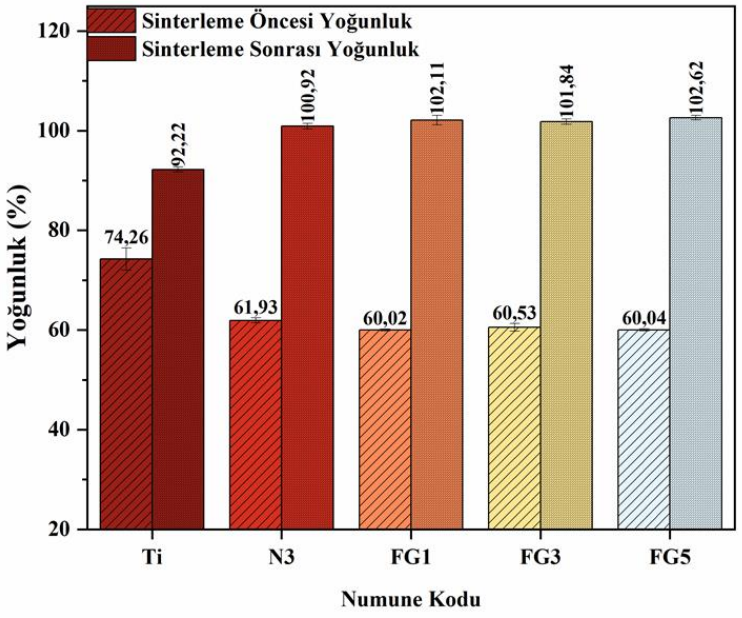
### 3.5.8 Sinterlenmiş Numunelere ait Yoğunluk Ölçüm Sonuçları

Saf Ti, mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozit ve mikron altı $Al_2O_3$ ile fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli hibrit kompozitlerin sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yüzde yoğunlukları Şekil 3.79'da paylaşılmıştır. Üretilen numunelerin sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yoğunlukları sırasıyla %60,04-74,26 ile %92,22-102,62 arasında değişmektedir. Üretilen kompozit ve hibrit kompozitlerin tamamının sinterleme öncesi yüzde yoğunluklarının saf Ti'ye kıyasla daha düşük olduğu görülmüştür. Mikron altı $Al_2O_3$ ile birlikte fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi yüzde yoğunluk değerlerini düşürmüş ve artan fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi değerleri bir miktar daha düşürmüştür. Bunun aksine, üretilen kompozitlerin sinterleme sonrası yoğunlukları saf Ti'ye kıyasla daha yüksektir. En yüksek yoğunluk FG5 numunesinde bulunmuştur. Fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi ile genellikle sinterleme sonrası yüzde yoğunluklar artmıştır. Grafenin sahip olduğu yüksek elektriksel ve ısıl iletkenliği sayesinde sinterleme sırasında daha düzgün bir ısı dağılımına neden olmaktadır. Tozların uniform bir şekilde ısıtılması daha iyi sinterleme ve yoğunlaştırmaya neden olmaktadır [55, 180-182]. Daha önce bahsedildiği gibi $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitlerin yoğunluklarının teorik yoğunluklarından yüksek çıkabildiği, bunun sebebinin ise Ti ve $Al_2O_3$ arasında oluşan katı çözeltinin veya reaksiyon ürünlerinin kristal yapıyı etkilemesi olduğu düşünülmektedir [79, 80, 126]. Tüm fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli hibrit kompozitlerin yoğunlukları, hesaplanan teorik yoğunluklarından yüksek çıkmıştır. Grafen takviyeli numunelerin yapısında Ti'den daha yüksek yoğunluğa sahip TiC fazının bulunduğu, XRD analizleri ve SEM görüntüleri ile tespit edilmiş olup, bu durumunda yoğunluğun teorik yoğunluktan yüksek çıkmasının nedenlerinden biri olduğu değerlendirilmiştir.

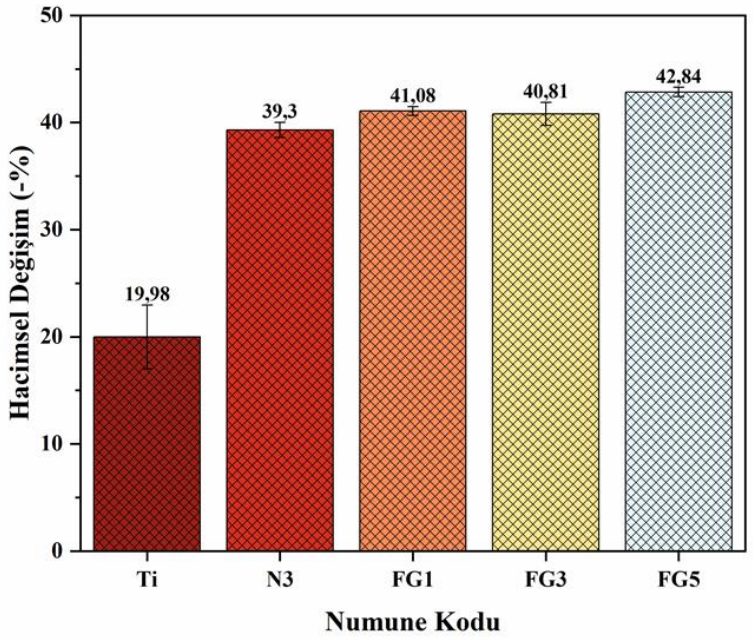
### 3.5.9 Sinterleme Sonrası Numunelerde Oluşan Hacimsel Değişimler

Saf Ti, mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozit ve mikron altı $Al_2O_3$ ile fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli hibrit kompozitlerde sinterleme sonrası oluşan hacimsel değişimler Şekil 3.80'de paylaşılmıştır. En düşük hacimsel değişim -%19,98 ile saf Ti numunesinde, en yüksek hacimsel değişim ise -%42,84 ile FG5 numunesinde elde edilmiştir. Genel olarak saf Ti'ye takviye elemanı ilavesinin hacimsel değişimi arttırdığı görülmüştür. Bununla birlikte

fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi ile hacimsel değişim oranları artmış, artan miktar ile birlikte hacimsel değişim oranları da yükselmiştir. Elde edilen hacimsel değişim sonuçları ile sinterleme sonrası yoğunluk sonuçları arasında uyum olduğu tespit edilmiştir. Daha önce yapılmış çalışmalarda sinterleme performansının artmasıyla üretilen numunelerde büzülmenin de arttığını ortaya koymuştur [127, 128]. Elde ettiğimiz sonuçlar bu yaklaşım ile uyumludur.



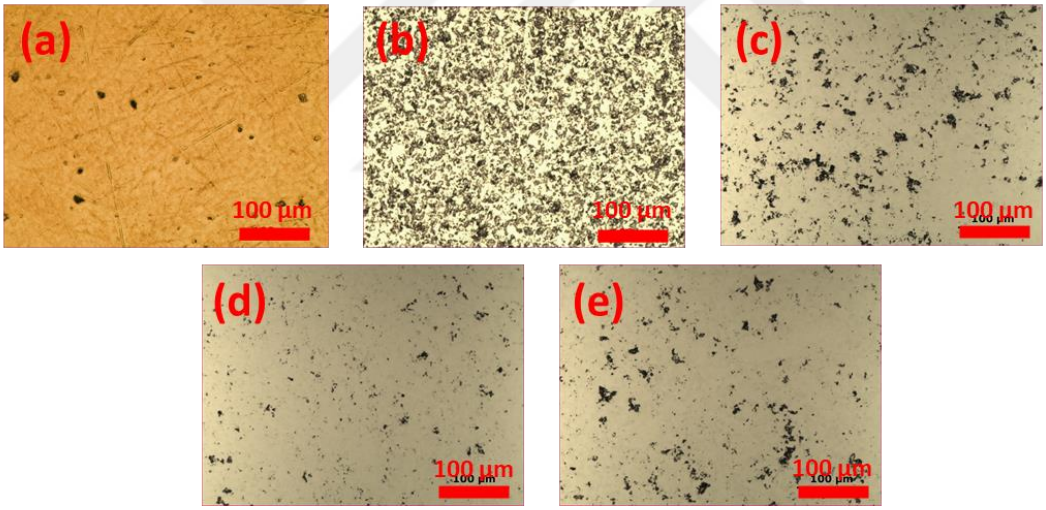

**Şekil 3.79** Saf Ti, mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli numunelere ait sinterleme öncesi ve sonrası yoğunluk sonuçları.




**Şekil 3.80** Saf Ti, mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli numunelerde sinterleme sonrası oluşan hacimsel değişim sonuçları.

### 3.5.10 Sinterlenmiş Numunelere ait OM Görüntüleri

Saf Ti, $Al_2O_3$ takviyeli kompozit ve $Al_2O_3$/fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli hibrit kompozitlerin OM görüntüleri Şekil 3.81'de verilmiştir. Katkısız Ti numunesine ait OM görüntüsü Şekil 3.81(a)'de gösterilmiş olup, yapı içerisinde gözeneklerin varlığı görülmektedir. Kompozit numunelerinin görüntülerinde boşluk tespit edilmemiştir. Üretilen $Al_2O_3$ ve $Al_2O_3$/fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli kompozit numunelerinde koyu bölgeler $Al_2O_3$, parlak bölgeler ise Ti bakımından zengin bölgeler olarak görülmektedir. N3 numunesinde $Al_2O_3$ partikülleri malzemenin tamamına homojen bir şekilde dağılmış olup, fonksiyonelleştirilmiş grafen ile üretilen hibrit kompozitlerden farklı bir görünüm sergilemiştir. Fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi ile birlikte koyu bölgelerin miktarı azalmış ve farklı boyut ve şekillerde yapıya dağılmıştır. $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitler için daha önce yapılan literatür çalışmalarında benzer görüntüler elde edilmiştir [81, 126, 129-132].

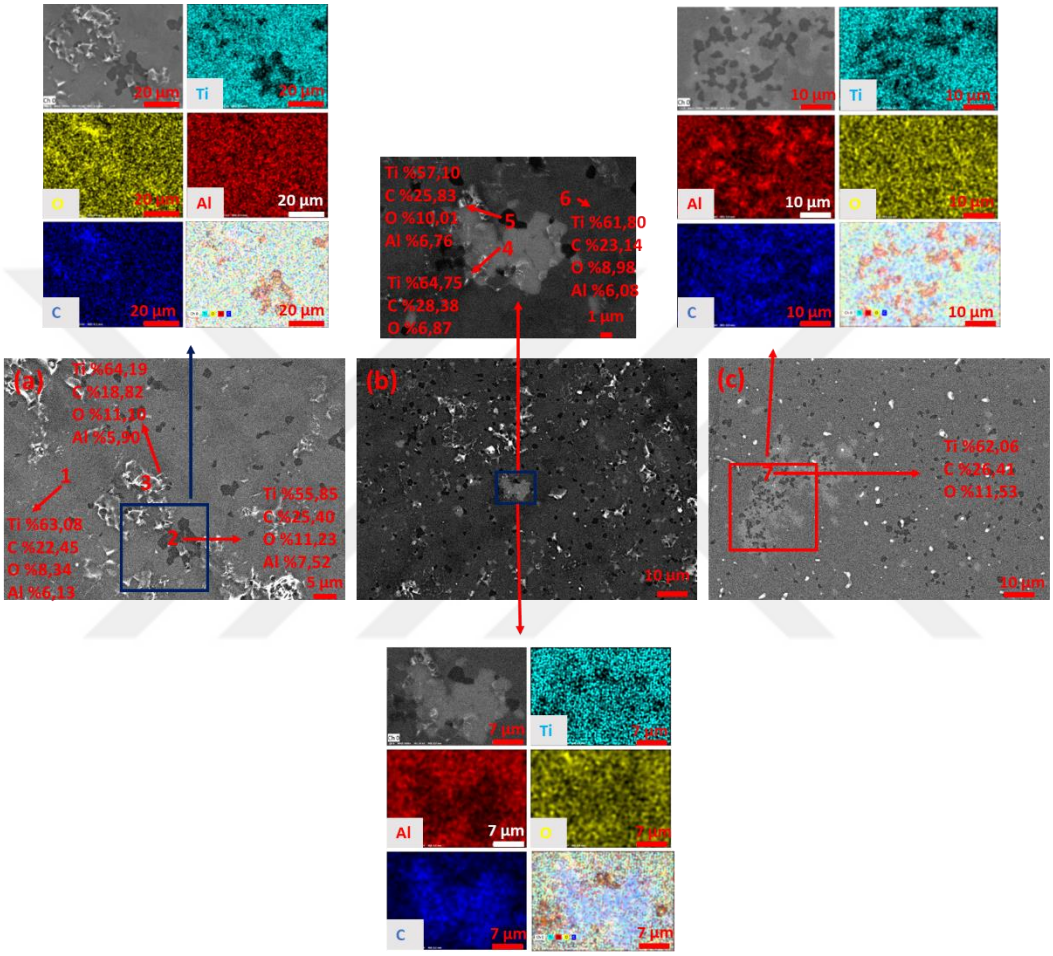



**Şekil 3.81** Üretilen numunelere ait OM görüntüleri (a) Ti, (b) N3, (c) FG1, (d) FG3 ve (e) FG5.

### 3.5.11 Sinterlenmiş Numunelere ait SEM Görüntüleme Sonuçları

Fonksiyenelleştirilmiş grafen ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli hibrit kompozitlere ait SEM görüntüleri, EDS ve haritalama sonuçları Şekil 3.82'de gösterilmiştir. Fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli FG3 ve FG5 numunelerinde $Al_2O_3$ takviyeli numunelerden farklı olarak TiC varlığı tespit edilmiştir. TiC fazının varlığı EDS analizi ve haritalama sonuçları ile kanıtlanmıştır. Numune içerisinde bulunan C'nin TiC fazında yoğunlaştığı haritalama sonuçlarından görülmektedir. FG1

numunesinde ise diğer numunelerin aksine görsel olarak TiC fazı tespit edilememiştir. Hibrit kompozit numunelerimizin tamamında siyah renkli Al'ce zengin bölgeler ve koyu gri renkteki Ti'ce zengin bölgeler bulunmuş, daha önce yapılan çalışmalarla benzer görüntüler elde edilmiştir [81, 126, 129-132]. Ayrıca, karbon-bazlı takviyeler ile üretilmiş Ti matrisli çalışmalarda, in-situ TiC oluşumu SEM görüntülerinde de tespit edilmiştir [135, 183, 184].

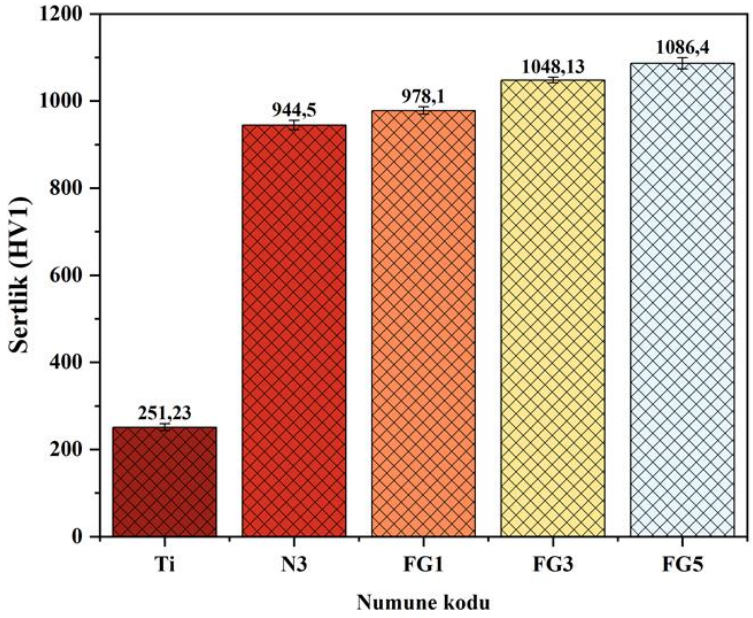



**Şekil 3.82** Fonksiyonelleştirilmiş grafen ve mikron altı $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş hibrit kompozitlere ait SEM görüntüleri, EDS ve haritalama sonuçları (a) FG1, (b) FG3 ve (c) FG5.

### 3.5.12 Sinterlenmiş Numunelere ait Sertlik Testi Sonuçları

Saf Ti, ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli N3 ve fonksiyonelleştirilmiş grafen ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli hibrit kompozitlere ait sertlik sonuçları Şekil 3.83'te verilmiştir. Üretilen numunelere ait sertlik değerleri 251,23 HV1 ile 1086,4 HV1 arasında değişmektedir. En düşük sertlik değeri saf Ti'de elde edilmiş olup, en yüksek sertlik değeri ağ. %0,5 fonksiyonelleştirilmiş grafen ve ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli FG5 numunesinde elde edilmiştir. Bu değer saf Ti'nin yaklaşık

olarak 4,3 katı, sadece ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numunenin sertliğinin ise %15 fazlasıdır. Sertlik sonuçlarına göre, fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyesinin sertlik üzerinde olumlu etkisi olduğu ve artan fonksiyonelleştirilmiş grafen miktarı ile birlikte sertlikte de artış meydana geldiği görülmüştür. $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafenin yapı içerisinde homojen bir şekilde dağılımı, malzemenin plastik deformasyona karşı önemli direnç göstermesine neden olmaktadır [185]. Sertlikteki artış, $Al_2O_3$ parçacıklarının Ti matris içerisine eklenmesiyle birlikte oksit dispersiyon güçlendirme mekanizmasını tetiklemesi, yapıda Ti-$Al_2O_3$ etkileşimi ile oluşan sert $Ti_3Al$ ve TiAl intermetalik fazlarının oluşumu, MA sonrası partikül boyutunun küçülmesi ile birlikte mikroyapının incelmesine bağlanmaktadır [84, 85, 133]. Mikro ve nano boyutlu partiküller kıyaslandığında, daha küçük parçacıklar arası mesafe dolayısıyla daha yüksek Orowan güçlendirme etkisi oluşturması ve nano-takviyeli kompozitlerin daha yüksek derecede dispersiyon güçlendirmesi göstermesi sonucu dislokasyon hareketlerine daha yüksek direnç göstererek sertliğin daha fazla artmasına neden olmaktadır [158, 159]. Sinterleme sırasında yapıda oluşan TiC dayanım artışı ile doğrudan etkilidir. TiC, yüksek sertlik ve dayanımı sayesinde yükün Ti matris üzerinden TiC'e aktarılmasıyla birlikte mukavemet artışına neden olmaktadır. Tane sınırlarında oluşan TiC partikülleri de matris içerisinde tane büyümesini baskılayarak kompozitlerin dayanımlarının artmasını sağlamaktadır [179]. Ayrıca, deformasyon işlemi sırasında yük, metal matristen TiC'e aktarılarak, tane sınırlarının ve dislokasyonların hareketlerini sınırlar ve bu sayede mekanik özelliklerin iyileşmesine katkıda bulunur [186]. $Al_2O_3$ ve grafen takviyeli metal matrisli hibrit kompozitlerde benzer sonuçlar elde edilmiştir. Kaykılarlı vd. [55] Al matrisli $Al_2O_3$ ve grafen takviyeli MMK'yı T/M yöntemi ile üretmişlerdir. Yapmış oldukları sertlik analizlerinde, ağ. %20 $Al_2O_3$ takviyesi ile sertlik 44,33 HV'den 57 HV'ye çıkmış, ağ. %20 $Al_2O_3$ ile ağ. %1 grafen ilavesi ile birlikte sertlik değeri 87 HV'ye ulaşmıştır. Sadoun vd. [185] üretmiş oldukları $Al_2O_3$-grafen takviyeli hibrit kompozitlerin sertlik sonuçlarını incelediğinde, üretilen tüm hibrit kompozitlerin sertliğinin sadece $Al_2O_3$ takviyeli numunenin sertliğinden yüksek olduğunu, ağ. %1,2 grafen takviyesi ile birlikte hibrit olmayan kompozitin sertliğine göre %25'lik bir artış meydana geldiğini tespit etmişlerdir. Bu çalışmada artan grafen miktarı ile birlikte hibrit kompozitlerin sertliğinde de artış meydana gelmiştir.



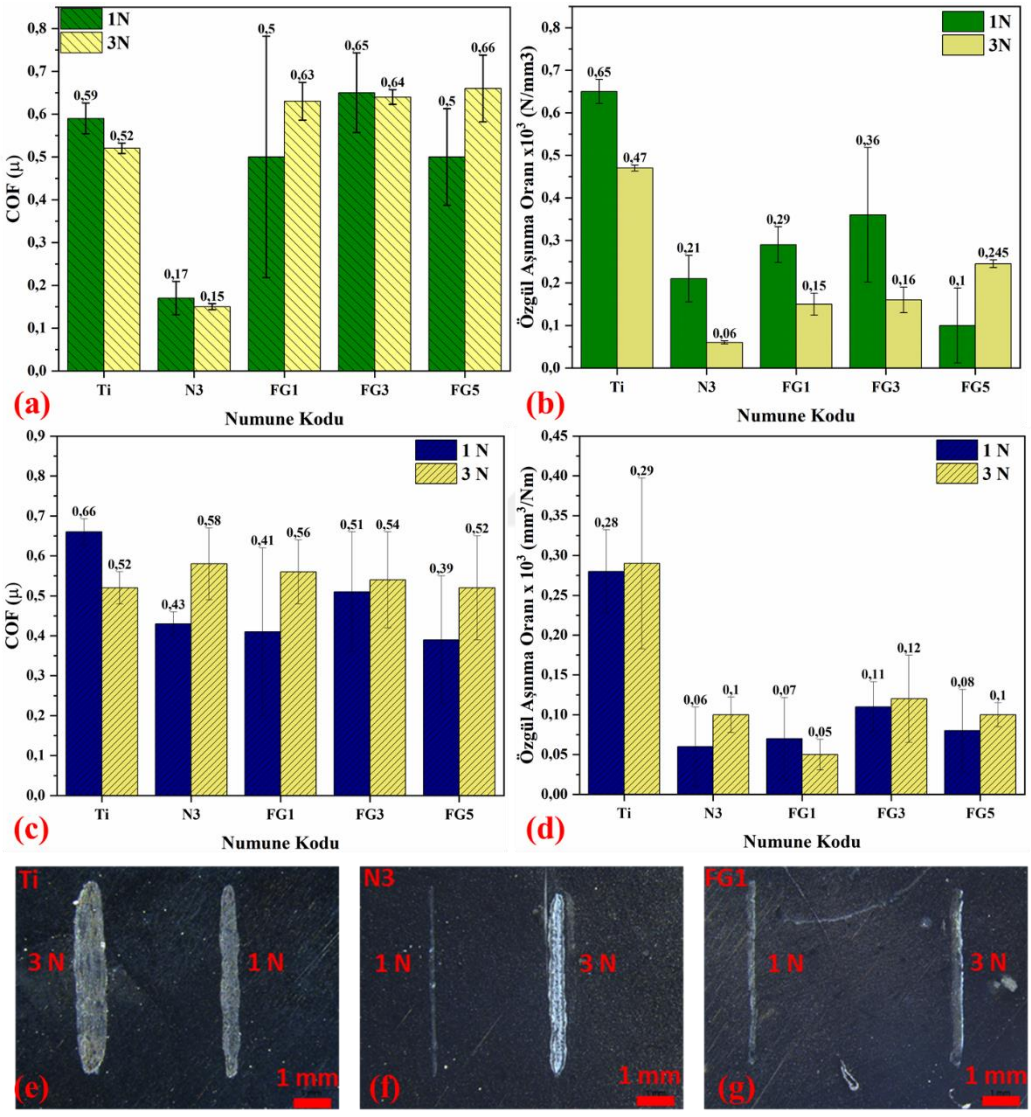

**Şekil 3.83** Saf Ti ile mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen ile takviye edilmiş kompozitlere ait sertlik testi sonuçları.

### 3.5.13 Sinterlenmiş Numunelere ait Aşınma Testi Sonuçları

Üretilen saf Ti, mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozit ile mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen ile takviye edilmiş hibrit kompozitlere ait COF değerleri ile özgül aşınma oranı değerleri Şekil 3.84'te paylaşılmıştır. Çalışmanın diğer kısımlarından farklı olarak üretilen bu numunelere çelik bilyaların yanı sıra WC bilya kullanılarak da aşınma testi gerçekleştirilmiştir. Çelik bilya ile yapılan test sonuçlarına göre her iki yük için en düşük COF değerleri N3 kodlu numunede elde edilmiştir. Bununla birlikte 1 N için en düşük özgül aşınma oranı FG5 kodlu numunede, 3 N için en düşük özgül aşınma oranı ise N3 kodlu numunede elde edilmiştir. 3 N yük için sonuçlar incelendiğinde fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyesinin aşınma direncini olumsuz yönde etkilediği tespit edilmiştir. 1 N yük ile yapılan testlerde ise sadece ağ. %0,5 fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli numunenin aşınma direncinde artış olmuştur. Çelik bilya kullanılarak yapılan testlerde fonksiyonelleşmiş grafen takviyesi ile birlikte COF değerlerinde artış meydana gelmiştir. Fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi ile birlikte üretilen hibrit kompozitlerin sertlik değerleri 1086,4 HV1 seviyelerine ulaşmıştır. Aşınma testinde karşıt eleman olarak kullanılan ASTME52100 çeliğinin sertlik değeri 67 HRC olarak ölçülmüştür. Test sırasında bilyanın aşınarak temas yüzeyini arttırdığı, bilyanın aşınması sonucu ortaya çıkan aşınma artıklarının aşınmayı arttırıcı yönde etki bıraktığı düşünülmektedir. Bu sebeple çok daha sert bir malzeme olan WC ile

ikinci bir aşınma testi gerçekleştirilmiştir. WC ile yapılan aşınma testi sonuçlarına göre, her iki yük için en düşük COF değerler FG5 numunesinde sırasıyla 0,389 ve 0,518 olarak bulunmuştur. Aşınma sonrası elde edilen özgül aşınma oranları incelendiğinde ise 1 N için N3, 3 N için ise FG1 numunesinde en düşük özgül aşınma oranları elde edilmiştir. Her ne kadar fonksiyonelleştirilmiş grafen COF değerlerini düşürmüş olsada, ağ. %0,1'in üzerinde fonksiyonelleşmiş grafen ilavesi N3'e göre aşınma direncini arttıramamıştır. Buna rağmen üretilen tüm kompozit ve hibrit kompozitlerin aşınma direnci saf Ti'ye göre artmıştır. Buna göre WC bilya kullanılarak yapılan aşınma testinde, katkısız Ti numunesinin özgül aşınma oranına göre, 1 N için en yüksek aşınma direncine sahip N3 numunesinde yaklaşık %79, 3 N için FG1 numunesinde %83 azalma meydana gelmiştir. Çelik bilya kullanılarak yapılan test sonucunda ise katkısız Ti numunesinin özgül aşınma oranına göre 1 ve 3 N için N3 numunesinde özgül aşınma oranlarında sırasıyla %88 ve %68 oranında düşüş tespit edilmiştir. Yüzeyde aşınma gerçekleştikçe artan miktarda $Al_2O_3$ partikülleri karşıt eleman ile daha fazla temas etmeye başlamaktadır. $Al_2O_3$ partiküllerinin temas eden yüzeylerden soyulması, sürtünme yüzeyinde üçüncü eleman olarak kayan yüzeylerini kesmesiyle sonuçlanmaktadır. Daha önce bahsedildiği gibi, Archard's denklemine göre aşınma direnci sertlikle doğru orantılı olarak artmaktadır. Sertliğin artması kompozitlerin plastik deformasyona olan direncini artırmakta ve bunun sonucunda kompozitlerin aşınma performansına olumlu yönde etki etmektedir. Ayrıca Ti ve $O_2$ parçalanmaya yatkın $TiO_2$ döküntülerini oluşturma konusunda güçlü bir eğilime sahiptir. $Al_2O_3$ partiküllerinin ise Ti'ye göre oksidasyon direnci çok daha yüksektir. Bu sebeple kompozit yüzeyinde bulunan $Al_2O_3$ partikülleri, yüzeydeki oksitlenmeyi azaltırken aşınma oranında düşüşe sebep olmaktadır [135-137]. Bunların yanı sıra yapıda bulunan fonksiyonelleştirilmiş grafen partikülleri, aşınma testi sırasında kırılarak, bilya ve numune arasındaki yüzey temas gerilmelerini azaltan ve sonuç olarak aşınma oranını düşüren yağlayıcı bir tabaka oluşturmaktadır [185]. Hibrit kompozitler içerisinde en yüksek aşınma dayanımı ağ. %0,1 fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli numunede elde edilmiş olup, daha yüksek fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi ile bir miktar düşüş yaşanmıştır. Daha yüksek grafen takviyesi ile birlikte yapıda aglomerasyonun oluşma ihtimali ve dolayısıyla yapı içerisinde homojen olmayan takviye dağılımı sonucunda aşınma direnci düşebilmektedir [187]. Mutuk vd. [187] farklı oranlarda grafen ile takviye edilmiş Ti matrisli kompozitleri T/M

yöntemi ile üretmiş ve farklı yükler altında aşınma dayanımlarını incelemiştir. Elde edilen sonuçlara göre, en düşük ağırlık kaybı tüm yükler için ağ. %0,15 grafen takviyeli numunede bulunmuş ve bu oranın üzerindeki grafen takviyesi ile aşınma direncinin azaldığı tespit edilmiştir. Sadoun vd. [185] Cu içerisine ağ. %10 $Al_2O_3$ ile birlikte ağ. %0,3 ile 1,2 arasında değişen oranlarda grafen takviyesi yaparak MMK'yı üretmiş ve aşınma özelliklerini incelemiştir. Buna göre üretilen ağ. %1,2 grafen takviyeli hibrit kompozitin aşınma kaybı 20 N yük için saf Cu'ye göre %80 ve sadece $Al_2O_3$ takviyeli numuneye göre %67 daha düşük olarak tespit edilmiştir.




**Şekil 3.84** Saf Ti ile mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen ile takviye edilmiş kompozitlere ait farklı bilya ile yapılmış aşınma test sonuçları, çelik bilya ile yapılmış aşınma testi sonrası elde edilen (a) COF ve (b) özgül aşınma oranı, WC bilya kullanılarak yapılmış aşınma testi sonrası elde edilen (c) COF ve (d) özgül aşınma oranları ile aşınma testi sonrası (e) Ti, (f) N3 ve (g) FG1 numunelerine ait aşınma izleri görünümü.

1 ve 3 N yük uygulanarak WC bilya ile yapılan aşınma testi sonucunda elde edilen iz görünümleri Şekil 3.84(e-f-g)'de verilmiştir. Beklenildiği gibi artan yük ile birlikte tüm numunelerde aşınma testi sonrası oluşan izin büyüklüğü artmıştır. Özgül aşınma oranlarıyla uyumlu olarak en küçük iz 1 N için N3 numunesinde, 3 N için ise FG1 numunesinde görülmüştür. Katkısız Ti numunesinin aşınma direncinin N3 ve FG1 numunesinden çok daha düşük olduğu oluşan izlerden de görülmüştür. Saf Ti ve FG1 numunelerinin WC bilya ile 3 N yük uygulanarak yapılan aşınma testi sonucunda oluşan aşınma izleri SEM yardımıyla incelenmiş ve çeşitli büyütmelerdeki iz görüntüleri Şekil 3.85'te paylaşılmıştır. SEM görüntüleri incelendiğinde katkısız Ti numunesinde delaminasyon, aşınma kalıntıları ve derin izlerin varlığı tespit edilmiştir. Yapıda oluşan derin izler ve çatlaklar test sırasında ciddi plastik deformasyona işaret etmektedir [102]. FG1 numunesinde aşınma sonrası oluşan iz incelendiğinde bazı bölgelerde delaminasyon başlangıçları ve sığ aşınma izleri tespit edilmiştir. İki numunenin aşınma izleri karşılaştırıldığında, FG1 hibrit kompozitinin çok daha az aşınmış olduğu, mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyesi ile birlikte aşınma direncinin arttığı görülmüştür. Elde edilen stereomikroskop ve SEM görüntüleri ulaşılan aşınma sonuçları ile uyumludur.

### 3.5.14 Sinterlenmiş Numunelere ait Basma Testi Sonuçları

Çalışma kapsamında üretilen saf Ti, mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli kompozit ile mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen ile takviye edilmiş hibrit kompozitlere ait basma dayanımı sonuçları Şekil 3.86'da verilmiştir. Katkısız Ti numunesinin basma dayanımı 1710,01 MPa olarak bulunmuştur. Üretilen kompozit numunelerin içerisinde en düşük basma dayanımı değeri ise 47,22 MPa olarak N3 numunesinde, en yüksek basma dayanımı 154,8 MPa olarak FG5 numunesinde tespit edilmiştir. $Al_2O_3$ takviyeli kompozitlerin mekanik özellikleri, yapı içerisinde oluşan ve yüksek gevrekliğe sahip TiAl ve $Ti_3Al$ fazlarının varlığı nedeniyle olumsuz etkilenmektedir. Ayrıca bu fazların oluşumu daha zayıf bir seramik/matris ara yüzüne neden olmaktadır [87, 126, 138]. En düşük basma dayanımına ulaşılan ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numune içerisine fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyesi basma dayanımında artışa neden olmuştur. Ağ. %0,5 fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi sonucu N3'ün basma dayanımının yaklaşık olarak 3 katı basma dayanımına ulaşılmıştır. Fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi

ile birlikte TiC fazı oluşmuş, özellikle FG3 ve FG5 numunelerinde SEM görüntüleri ile de bu fazın varlığı kanıtlanmıştır. TiC oluşumu dayanım artışı ile doğrudan etkilidir. TiC, yüksek sertlik ve dayanımı sayesinde deformasyon işlemi sırasında yük, metal matristen TiC'e aktarılarak, tane sınırlarının ve dislokasyonların hareketlerini sınırlar ve bu sayede mekanik özelliklerin iyileşmesine katkıda bulunur. Ayrıca tane sınırlarında oluşan TiC partikülleri de matris içerisinde tane büyümesini baskılayarak kompozitlerin dayanımlarının artmasını sağlamaktadır [179, 186]. Zhang vd. [177] yapmış oldukları çalışmada farklı oranlarda grafen takviyeli Ti matrisli kompozitleri T/M yöntemi ile üretmiş ve yapıda in-situ TiC oluşumunu sağlamıştır. Yapılan çalışmada üretilen numunelerin basma dayanımları incelenmiş, katkısız Ti'nin basma dayanımı 2,03 GPa olarak bulunurken, hac. %7 grafen takviyeli numunede basma dayanımı 2,64 GPa olarak tespit edilmiştir. Bir diğer çalışmada Wang vd. [188] Ti6Al4V matrisli grafen takviyeli kompozitleri SPS yöntemiyle üretmiş ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Buna göre saf Ti mununesinde 1132 MPa olan basma dayanımı ağ. %0,8 grafen ilavesi ile birlikte 1443 MPa'ya çıkmıştır.

## 3.6 Genel Bulgular

Tez çalışması kapsamında dört başlık altında üretimi yapılan farklı takviye türü ve oranlarında takviye edilmiş Ti matrisli kompozitlerin karakterizasyon çalışmaları paylaşılmıştır. Bu bölümde, tez çalışmasının her bölümü için optimum numunelerin mekanik, tribolojik özellikleri ile korozyon davranışları incelenmiştir.

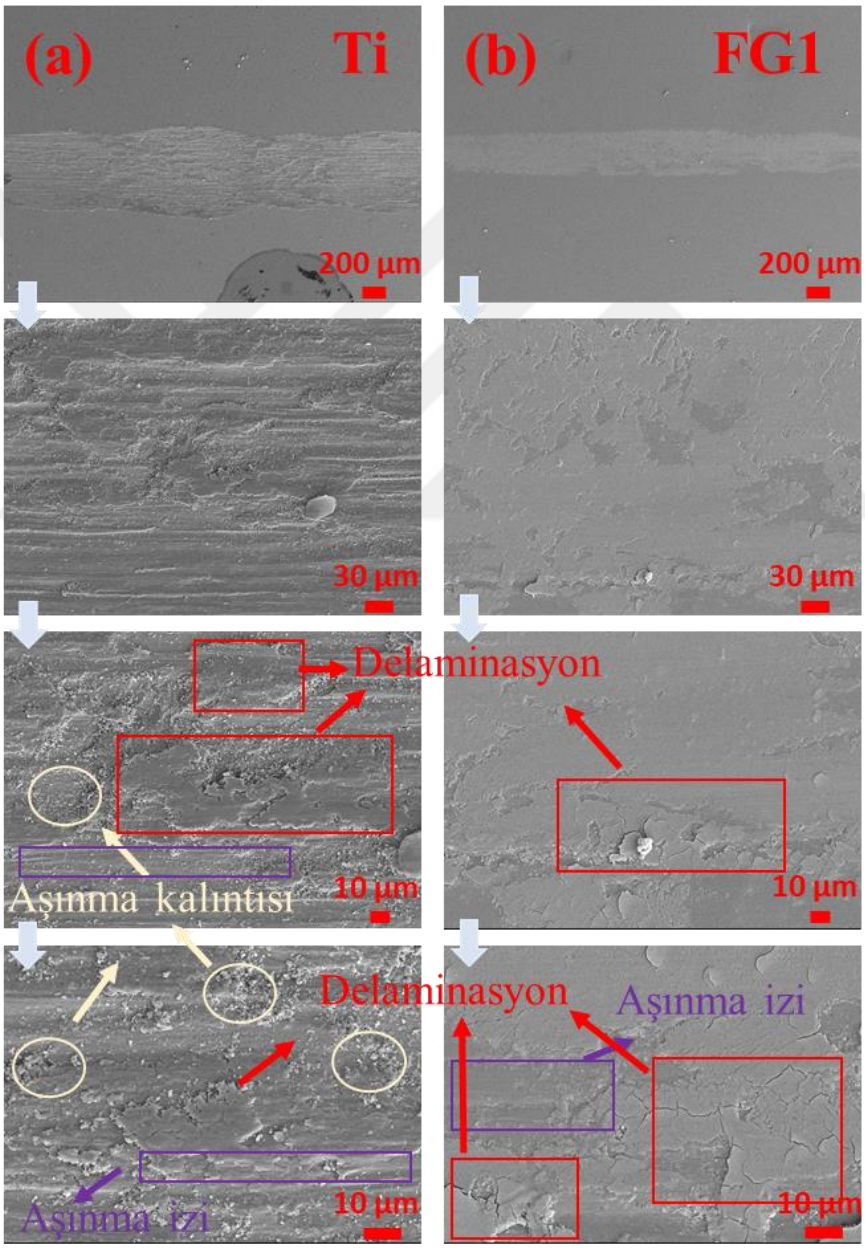
### 3.6.1 Ortalama Partikül Boyutu Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Çalışmada kullanılan başlangıç tozları ile MA sonrası elde edilen her bölümün en küçük partikül boyutuna sahip numunelerine ait sonuçları Şekil 3.87'de gösterilmektedir. MA sonrası ortalama toz partikül boyutlarında azalma meydana geldiği, en düşük toz partikül boyutuna ağ. %3 mikron altı $Al_2O_3$ ve ağ. %0,5 fonksiyonelleştirilmiş grafen ile takviye edilmiş FG5 numunesinde 5,56 µm ile elde edildiği tespit edilmiştir.

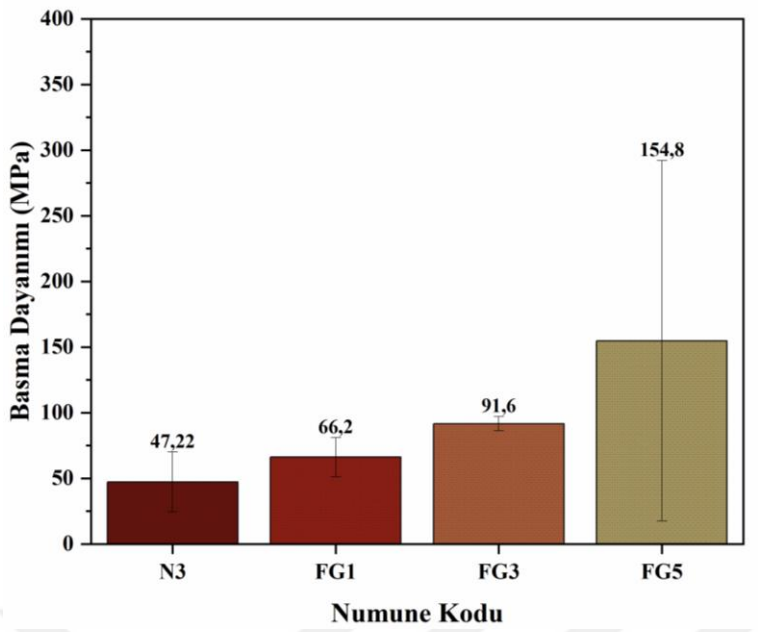
### 3.6.2 Yoğunluk Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Tez çalışması süresince üretilen saf Ti ve optimum numunelere ait sinterleme öncesi ve sonrası yoğunluk ölçüm sonuçları Şekil 3.88'de gösterilmiştir. Tüm

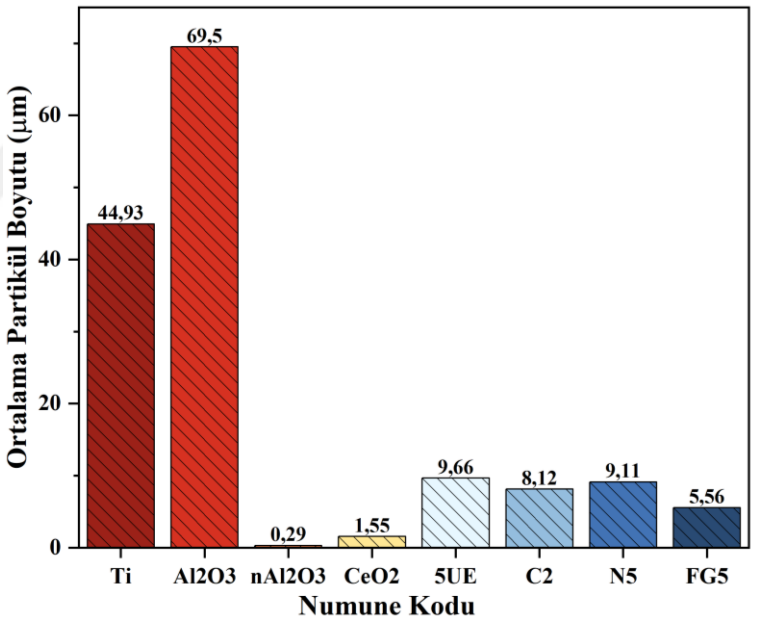
optimum numuneler saf Ti'den daha yüksek sinterleme sonrası yüzde yoğunluk sonuçlarına sahiptir. C1 numunesi hariç, üretilen optimum numunelerin ölçülen yoğunlukları, teorik yoğunluklarından yüksek olarak bulunmuştur. En yüksek yüzde yoğunluk FG5 numunesinde elde edilmiş olup, $CeO_2$ takviyeli hibrit kompozit optimum numuneler içerisinde en düşük yüzde yoğunluk değerine sahiptir. Sinterleme öncesi yüzde yoğunluk değerleri incelendiğinde, çalışmada en yüksek yüzde yoğunluk katkısız Ti numunesinde bulunurken, en düşük yüzde yoğunluk FG5 numunesinde elde edilmiştir.




**Şekil 3.85** 3 N yük uygulanarak WC bilya ile yapılmış aşınma testi sonucu elde edilen izlerin SEM görüntüleri (a) Saf Ti ve (b) FG1.




**Şekil 3.86** Mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen ile takviye edilmiş numunelere ait basma dayanımı sonuçları.

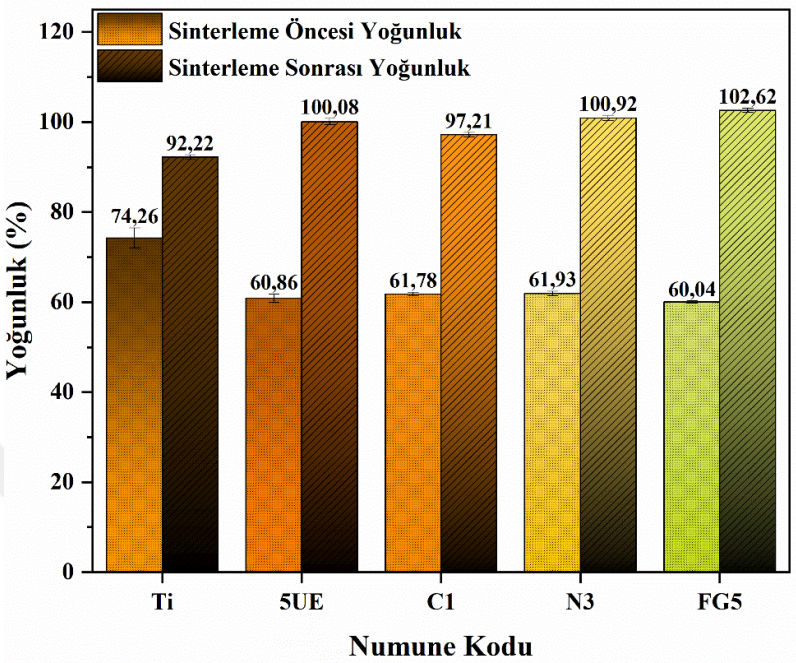



**Şekil 3.87** Çalışmada kullanılan başlangıç tozları ve MA sonrası elde edilen ortalama partikül boyutu sonuçları.

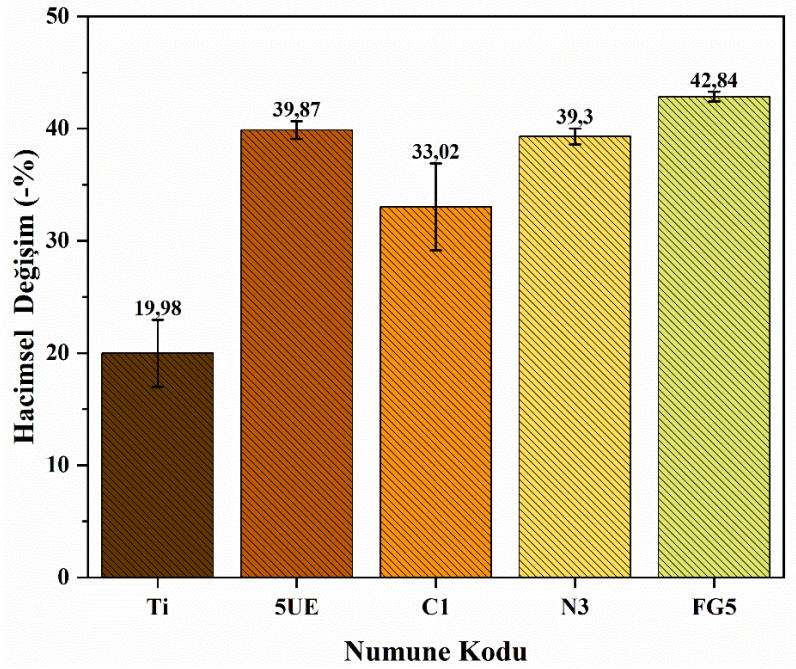
### 3.6.3 Hacimsel Değişim Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Optimum numuneler ile saf Ti'ye ait sinterleme sonrası numunede oluşan hacimsel değişim sonuçları Şekil 3.89'da verilmiştir. Analiz sonuçlarına göre takviyesiz Ti, sinterleme sonrası en düşük hacimsel değişim oranlarına sahiptir. Optimum numuneler içerisinde ise C1 numunesi -%33,02 hacimsel değişim ile katkısız Ti numunesini izlemektedir. En yüksek hacimsel değişim -%42,84 ile FG5

numunesinde bulunmuştur. Sinterleme sırasında meydana gelen büzülmenin, sinterleme performansıyla ilgili olduğu daha önceki kısımlarda ifade edilmiştir. En yüksek hacimsel değişim ve en yüksek yüzde yoğunluk değerlerinin FG5 numunesinde olması bu durumu desteklemektedir.



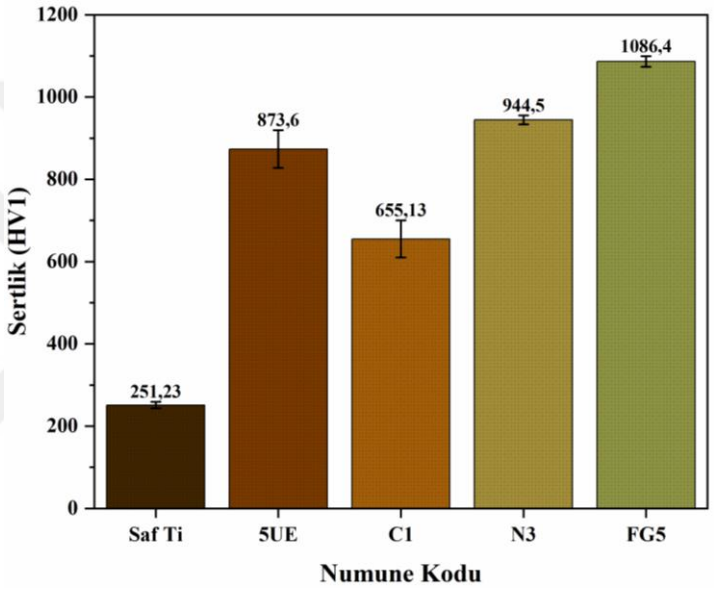

**Şekil 3.88** Saf Ti ve tez çalışması kapsamında üretilen optimum numunelere ait sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yüzde yoğunluk sonuçları.




**Şekil 3.89** Saf Ti ve tez çalışması kapsamında üretilen optimum numunelere ait hacimsel değişim sonuçları.

### 3.6.4 Sertlik Sonuçlarının Değerlendirilmesi

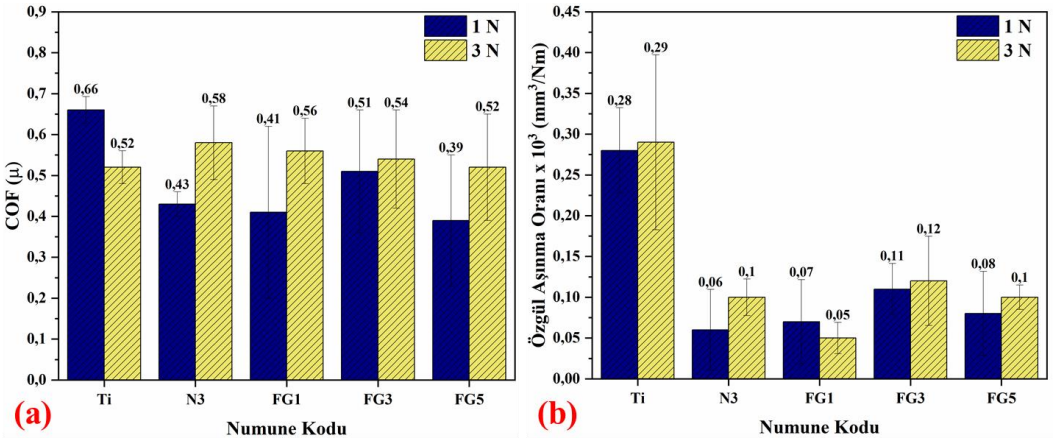
Çalışma kapsamında üretilen saf Ti ve optimum numunelere ait sertlik sonuçları Şekil 3.90'da gösterilmiştir. Tez çalışması sonucunda elde ettiğimiz en yüksek sertlik değeri 1086,4 HV1 olup, bu değer saf Ti'nin sertliğinin yaklaşık olarak 4,3 katıdır. Optimum numuneler arasında en düşük sertlik C1 numunesinde 655,13 HV1 olarak bulunmuş olup, $CeO_2$ takviyesinin yapıda meydana getirdiği değişimler sonucu sertlikte diğer numunelere nazaran bir düşüş meydana gelmiştir. Buna rağmen C1 numunesinin sahip olduğu sertlik değeri saf Ti numunesinin sertliğinin yaklaşık 2,6 katıdır.




**Şekil 3.90** Saf Ti ve tez çalışması kapsamında üretilen optimum numunelere ait sertlik ölçüm sonuçları.

### 3.6.5 Aşınma Sonuçlarının Değerlendirilmesi

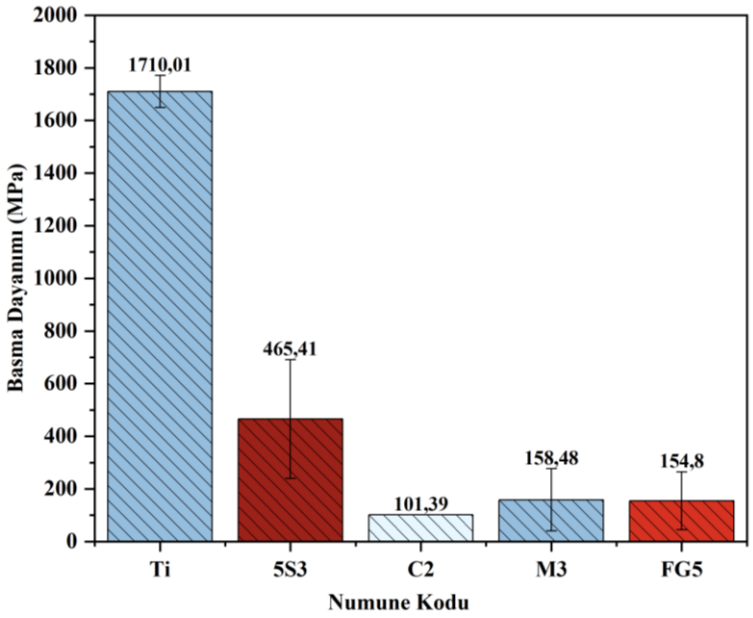
Tez çalışması kapsamında 1 N ve 3 N olmak üzere iki farklı yük, çelik ve WC bilya olmak üzere iki farklı karşıt eleman kullanılmıştır. Çelik bilya ile gerçekleştirilen aşınma testlerinden en düşük COF ve özgül aşınma oranları N3 numunesinde bulunmuştur. Mikron altı $Al_2O_3$ ile fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli numunelerde ise çelik bilya kullanımı, hibrit kompozitlerin sertliğinin yüksek olması nedeniyle bilyanın aşınması ile sonuçlanmış, artan temas yüzeyi ile aşınma dayanımı kötüleşmiştir. Bu sebeple değerlendirme yapılırken WC bilya kullanılarak yapılan testler göz önüne alınmıştır. En düşük COF değerleri 1 ve 3 N için FG5 numunesinde bulunmuştur. Özgül aşınma oranları incelendiğinde ise 1 N için N3, 3 N için ise FG1 numunesinde en düşük değerlere ulaşılmıştır.




**Şekil 3.91** Saf Ti, N3 ve mikron altı $Al_2O_3$ ile fonksiyonelleştirilmiş grafen katkılı hibrit kompozitlere WC bilya ile yapılan aşınma testi sonucu elde edilen (a)COF ve (b)özgül aşınma oranı değerleri.

### 3.6.6 Basma Sonuçlarının Değerlendirilmesi

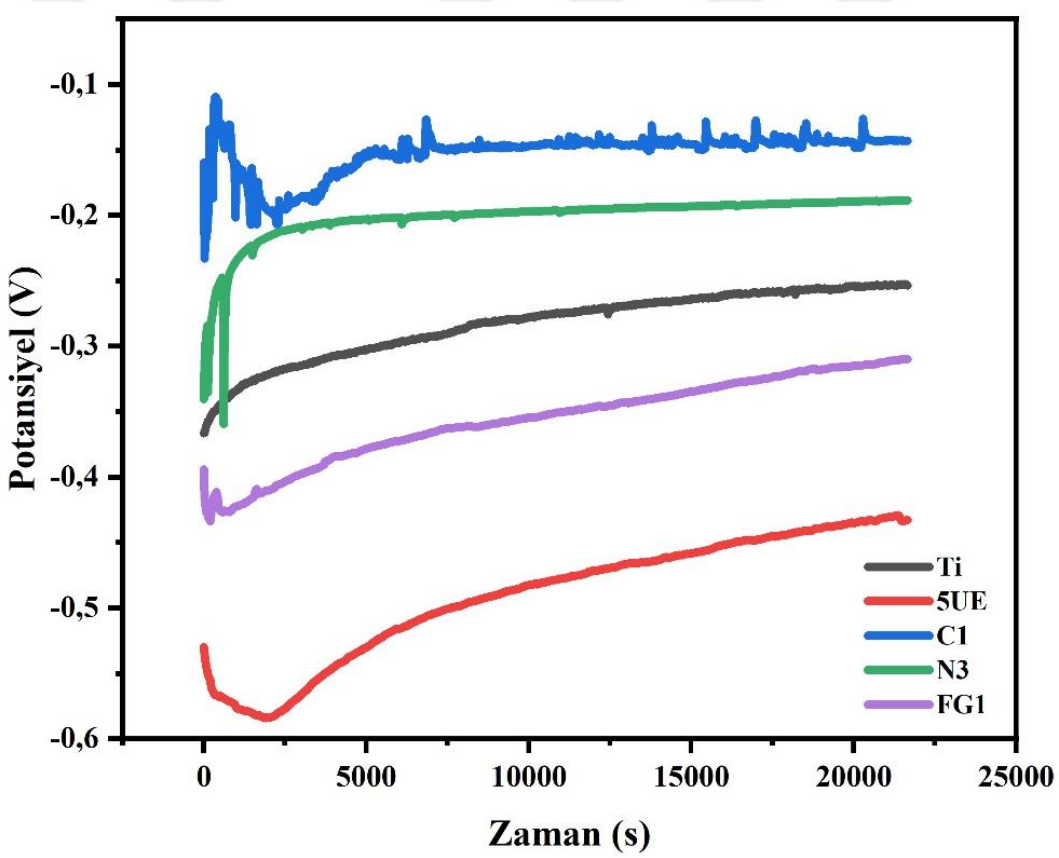
Çalışmanın her bir kısmında en yüksek basma dayanımı değerlerine sahip numuneler ile saf Ti numunesine ait basma dayanımı sonuçları Şekil 3.92'de paylaşılmıştır. $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte basma dayanımlarının katkısız Ti'ye göre düştüğü gözlenmiştir. Optimum numuneler içerisinde en yüksek basma dayanımı ağ. %5 mikron $Al_2O_3$ takviyeli PKA olarak ağ. %3 stearik asit kullanılan 5S3 numunesinde 465,41 MPa olarak elde edilmiş, en düşük basma dayanımı C2 numunesinde 101,39 MPa olarak bulunmuştur.




**Şekil 3.92** Saf Ti ve tez çalışması kapsamında üretilen optimum numunelere ait basma dayanımı sonuçları.

### 3.6.7 Korozyon Davranışlarının Değerlendirilmesi

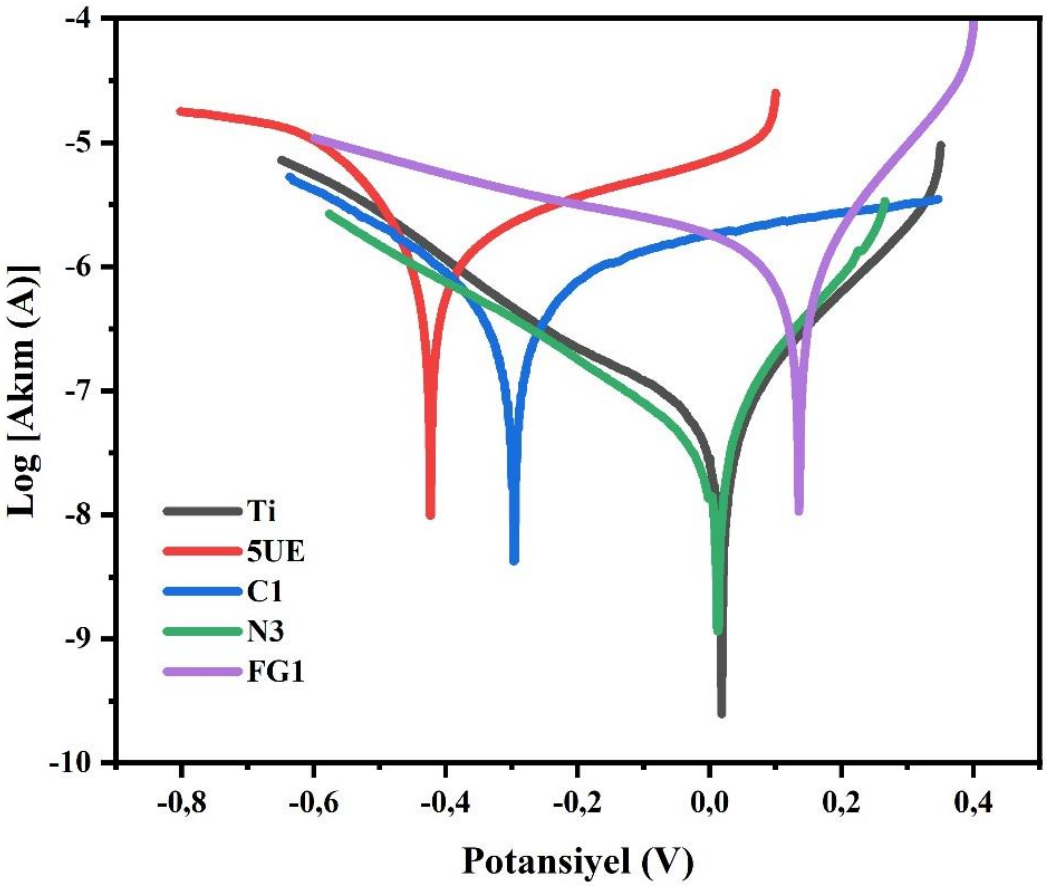
Tez çalışması kapsamında korozyon testleri saf Ti ile birlikte optimum numune olarak seçilen 5UE, N3, C1 ve FG1 numunelerine uygulanmıştır. Numunelere uygulanan OCP testleri ve elde edilen sonuçlar Şekil 3.93'te verilmiştir. Yapılan OCP testleri en az 6 saat boyunca gerçekleştirilmiştir. En düşük OCP değeri 5UE numunesinde -0,45 V (Ag/AgCl referans elektrotuna karşı) olarak bulunmuştur. En yüksek OCP değeri ise C1 numunesinde -0,15 V olarak tespit edilmiştir. Üretilen numunelerin OCP testi sırasında pozitif ve negatif voltaj yönlerine hareket ettiği tespit edilmiştir. Bunun sebebi, test sırasında Ti yüzeyinde oluşan $TiO_2$'nin test sırasında zarar görerek kırılması ve yüzeyde yeniden oluşması olarak değerlendirilmiştir [189, 190].




**Şekil 3.93** Saf Ti ve optimum numunelere ait OCP sonuçları.

Yapılan OCP testlerinin ardından numunelere Tafel testleri uygulanmış ve elde edilen eğriler Şekil 3.94'te sunulmuştur. Elde edilen sonuçlara göre, FG1 kodlu numunenin korozyon potansiyelinin pozitif değerlere yükseldiği tespit edilmiştir. Saf Ti numunesininde korozyon potansiyeli değerinin yüksek olduğu görülmüştür. Buna karşın 5UE ve C1 numunelerinin Tafel eğrileri diğer numunelere nazaran

daha negatif bölgede yer almış, bu sebeple korozyon dirençlerinin daha düşük olduğu değerlendirmesi yapılmıştır. Tafel eğrilerinden elde edilen sonuçlar Tablo 3.5'te verilmiştir. Yapılan hesaplamalar sonucunda FG1 numunesinin korozyon potansiyelinin Ti ve N3 numunelerinden yüksek olmasına rağmen korozyon akımının ilgili numunelerden daha yüksek olduğu ve bu sebeple korozyon direncinin düşük olduğu tespit edilmiştir. 5UE ve C1 numunelerinin Tafel eğrilerinden öngörüldüğü üzere en kötü korozyon dayanımına sahip olduğu, C1 numunesinin ise 9,582 mpy ile en yüksek korozyon hızına sahip olduğu görülmüştür. Testleri yapılan numuneler arasında en düşük korozyon hızı 1,248 x $10^{-2}$ mpy ile saf Ti'de bulunmuştur. Onu 1,637 x $10^{-2}$ mpy ile N3 numunesi izlemektedir. Bu sonuçlar göz önüne alındığında hibrit kompozitlerin korozyon dayanımının daha düşük olduğu, mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numunenin ise mikron-$Al_2O_3$ takviyeli numuneden daha yüksek korozyon dayanımı sergilediği tespit edilmiştir.




**Şekil 3.94** Saf Ti ve optimum numunelere ait tafel testi sonuçları.

**Tablo 3.5** Tafel testi sonucu numunelere ait korozyon akımı, korozyon potansiyeli, korozyon hızı ve hesaplamalarda kullanılan yüzey alanı değerleri.

| Numune Kodu | Korozyon Akımı (A) | Korozyon Potansiyeli (Ecorr, V) | Korozyon Hızı (mpy) | Yüzey Alanı (cm2) |
|---|---|---|---|---|
| **Ti** | 5,9 x 10-8 | 0,018 | 1,248 x 10-2 | 1,75 |
| **5UE** | 2,7 x 10-6 | -0,424 | 6,494 x 10-1 | 1,45 |
| **C1** | 4,4 x 10-5 | -0,313 | 9,844 | 1,57 |
| **N3** | 7,1 x 10-8 | 0,002 | 1,637 x 10-2 | 1,47 |
| **FG1** | 8,76 x 10-7 | 0,135 | 2,033 x 10-1 | 1,45 |

# 4
# SONUÇ

Bu tez çalışması kapsamında $Al_2O_3$, $CeO_2$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen gibi farklı takviye elemanları ile takviye edilmiş Ti matrisli kompozitlerin ve Ti matrisli hibrit kompozitlerin T/M yöntemi ile üretimi başarıyla gerçekleştirilmiştir. Üretilen numunelerde, $Al_2O_3$ (mikron ve mikron altı boyutta), $CeO_2$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen katkı oranlarının, üretim yöntemlerinin, PKA'ların; ortalama partikül boyutuna, hacimsel değişime, yoğunluğa, sertliğe, aşınma, basma ve korozyon dayanımı ile mikroyapı üzerine olan etkileri araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar; farklı PKA ve üretim yöntemiyle üretilen $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitler, $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ takviyeli Ti matrisli hibrit kompozitler, mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitler ve mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli Ti matrisli hibrit kompozitlerin değerlendirilmesi olmak üzere dört başlıkta incelenmiştir.

## 4.1 Farklı Proses Kontrol Ajanları ve Üretim Yöntemiyle Üretilen $Al_2O_3$ Takviyeli Titanyum Matrisli Kompozitlerin Değerlendirilmesi

$Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitler farklı PKA'lar (SA, PVA, etil alkol) ve farklı üretim yöntemleri kullanılarak başarılı şekilde üretilmiştir. Yapılan analizler sonucunda:

- MA işlemi sonrasında toz verimleri incelenmiş, en yüksek toz veriminin PKA olarak etil alkol kullanılan ağ. %5 $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş ultrasonik yardımlı karıştırma ile üretilen 5UE tozlarında %101,7 olarak bulunmuştur. Özellikle ağ. %1 SA ve PVA kullanılarak üretilen tozların veriminin %60'dan az olduğu görülmüştür.
- Partikül boyutu analizi sonucunda en düşük ortalama partikül boyutu 9,66 μm ile 5UE tozunda elde edilmiştir. PKA olarak etil alkol kullanımının katı PKA'lara oranla partikül boyutunu çok daha fazla düşürdüğü görülmüştür.

- MA sonrası yapılan XRD analizleri sonucunda sadece Ti ve $Al_2O_3$ fazlarına rastlanmış, yapıda herhangi bir intermetalik oluşumu, oksit, karbür ve safsızlığa rastlanmamıştır. Tozlara ait kafes parametreleri incelendiğinde en düşük ortalama kristalit boyut ve en yüksek ortalama kafes gerilimi sırasıyla 121 Å ve %0,90 olarak 10S1 numunesinde bulunmuştur.
- MA sonrası tozlara yapılan SEM analizleri sonucunda, 5E ve 5UE tozlarının pul benzeri daha küçük toz partiküllerinden oluştuğu, 5S3 ve 5P3 numunelerinin ise çok daha büyük partikül boyutlarına sahip toz partiküllerinden oluştuğu tespit edilmiştir. SEM ile yapılan haritalama sonucunda da etil alkolün daha homojen bir yapı sağladığı görülmüştür.
- MA sonrası 5UE tozuna yapılan HR-TEM analizleri daha önce yapılan XRD analizleri ile uyumlu olarak Ti ve $Al_2O_3$ fazlarına ait düzlemler arası mesafe gösterilmiştir.
- Sinterleme işlemi sonrası bulk malzemelere yapılan XRD analizleri sonucunda tüm numunelerde Ti, $Ti_3O$ ve $Ti_3Al$ fazları tespit edilmiştir. PKA olarak SA ve PVA kullanılan numunelerde bu fazların yanı sıra TiC fazları da tespit edilmiştir. PKA olarak etil alkol kullanılan numunelerde TiC fazına rastlanmamıştır.
- Sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yoğunluk değerleri incelendiğinde, sinterleme öncesi en yüksek yoğunluğun %74,26 ile katkısız Ti numunesinde bulunduğu, takviye elemanı ilavesi ile birlikte bu oranın azaldığı tespit edilmiştir. Sinterleme sonrası yoğunluklar için ise en düşük yoğunluk %92,22 ile katkısız Ti numunesinde görülmüş, en yüksek yoğunluk ise %100,55 ile 5E numunesinde elde edilmiştir.
- Üretilen numunelerde sinterleme sonucu elde edilen hacimsel değişim değerleri -%5,47 ile -%39,94 arasında değişmiştir. Katkısız Ti numunesinde bu oran -%19,98 olarak tespit edilmiştir. En yüksek hacimsel değişim 5E numunesinde tespit edilmiş olup, -%39,87 ile 5UE numunesi onu takip etmektedir.
- Sinterleme sonrası yapılan OM incelemelerinde, katkısız Ti numunesinde boşluklar göze çarpmış, farklı bir yapı elde edilmemiştir. Kompozit numunelerde ise koyu renkli $Al_2O_3$'ce zengin bölgeler ile, açık renkli Ti bakımından zengin bölgeler tespit edilmiştir. 5UE ve 5E numunelerinin

daha yoğun ve homojen bir mikroyapıya sahip oldukları OM görüntülerinden görülmüştür.

- Sinterleme sonrası yapılan SEM analizi sonucunda, tüm numunelerde açık renkli bölgelerde $Al_2O_3$'ce zengin bölgeler ve koyu renkli bölgelerde Ti'ce zengin bölgelerin varlığı tespit edilmiştir. 5S3 ve 5P3 numunelerinde ise TiC bölgeleri tespit edilmiştir. Elde edilen bu sonuçlar XRD analizleri ile uyumludur.
- Yapılan sertlik analizleri sonucunda, katkısız Ti numunesinin sertliği 251,23 HV1 bulunmuştur. Üretilen kompozitler arasında en yüksek sertlik değeri 873,6 HV1 ile 5UE numunesinde elde edilmiştir. Genel olarak ağ. %5 $Al_2O_3$ ilavesinin daha iyi sertlik sonucu verdiği görülmüş, ağ. %10 $Al_2O_3$ ilavesinin ise sertlik değerlerini düşürdüğü görülmüştür.
- Aşınma testi sonuçlarına göre, 1 N ve 3 N için en düşük özgül aşınma oranı 5UE numunesinde elde edilmiştir. En düşük COF değerleri ise 1 N yük için 5S3, 3 N yük için ise 5UE kodlu numunede bulunmuştur.
- Sinterlenmiş numunelere basma testi uygulanmış, en yüksek basma dayanımı 1710,01 MPa ile katkısız Ti numunesinde elde edilmiştir. $Al_2O_3$ takviyesi ile basma dayanımı değerlerinde düşüş meydana gelmiştir. Kompozitler içinde en yüksek basma dayanımı PKA olarak ağ. %3 SA ile üretilmiş 5S3 numunesinde 465,41 MPa ile bulunmuştur.
- Elde edilen sonuçlar incelenmiş ve PKA olarak etil alkolün kullanıldığı ultrasonik yardımlı yöntemin optimum üretim yöntemi olduğu değerlendirilmiştir. Çalışmanın diğer kısımlarında bu yöntem üretim yöntemi olarak kullanılmıştır.

## 4.2 $Al_2O_3$ ve $CeO_2$ Takviyeli Titanyum Matrisli Hibrit Kompozitlerin Değerlendirilmesi

$Al_2O_3$ ve $CeO_2$ takviyeli Ti matrisli kompozitler ultrasonik yardımlı T/M yöntemi kullanılarak başarılı şekilde üretilmiştir. Yapılan analizler sonucunda:

- Partikül boyutu analiz sonuçlarına göre en düşük ortalama partikül boyutu C2 kodlu numunede 8,12 µm olarak bulunmuştur. Genel olarak $CeO_2$ ilavesi ile birlikte ortalama toz partikül boyutunun düştüğü görülmüştür.

- MA işlemi sonrası tozlara yapılan XRD sonuçlarında sadece Ti ve $Al_2O_3$ fazları tespit edilmiştir. Yapıda $CeO_2$ piki tespit edilememiştir. Ayrıca yapıda herhangi bir intermetalik oluşumu, oksit, karbür ve safsızlığa rastlanmamıştır. Tozlara ait ortalama kristalit boyutu ve ortalama kafes gerilimleri incelendiğinde ağ. %1 ve 3 $CeO_2$ ilavesi ile birlikte ortalama kristalit boyutunda düşüş, ortalama kafes geriliminde ise artış meydana gelmiştir.
- MA sonrası tozlara gerçekleştirilen SEM görüntülemelerinde tüm tozların pul benzeri yapılardan oluştuğu görülmüştür. Ortalama partikül boyutu değerleri birbirine yakın olan numunelerin bu durumu SEM görüntüleri ile desteklenmektedir. Tozlara yapılan SEM analizleri sırasında C2 numunesinde $Al_2O_3$ partikülleri tespit edilmiş, sünek Ti'den farklı olarak pul benzeri yapıda olmadığı görülmüştür. EDS sonucunda yapıda $CeO_2$ tespit edilememiş, küçük partikül boyutuna sahip $CeO_2$ partiküllerinin büyük partiküllerin içerisine kaynaklandığı değerlendirmesi yapılmıştır. Haritalama ile birlikte yapıda $CeO_2$ varlığı tespit edilmiştir.
- MA sonrası C1 tozuna yapılan HR-TEM analizlerinde daha önce yapılan XRD analizleri ile uyumlu olarak, Ti ve $Al_2O_3$ fazlarına ait düzlemler arası mesafe gösterilmiştir.
- Sinterleme sonrası yapılan XRD analizlerinde, hibrit kompozitlerde Ti, $Ti_3Al$ ve $CeAl_{11}O_{18}$ fazları tespit edilmiştir. Artan $CeO_2$ takviyesi ile birlikte Ti piklerinin şiddetinin arttığı görülmüştür. $CeO_2$ ilavesi ile birlikte katkısız Ti ve 5UE numunesinde tespit edilen $Ti_3O$ fazı oluşmamıştır.
- Sinterleme sonrası yapılan yoğunluk analizleri sonucunda $CeO_2$ ilavesi ile birlikte sinterleme sonrası yüzde yoğunlukların azaldığı tespit edilmiş olup, en yüksek yüzde yoğunluk %100,07 ile 5UE numunesinde bulunmuştur. Hibrit kompozitler içerisinde ise en yüksek yüzde yoğunluk %97,21 ile C1 kodlu numunede elde edilmiştir. Sinterleme öncesi kompozit ve hibrit kompozitlerde elde edilen yüzde yoğunluklar saf Ti numunesinden düşüktür, $Al_2O_3$ ile birlikte $CeO_2$ ilavesi yüzde yoğunluklarda az miktarda artış meydana getirmiştir.
- Sinterleme sonrası numunede meydana gelen hacimsel değişimler incelendiğinde sadece %5 $Al_2O_3$ ile takviye edilmiş 5UE numunesinin en

yüksek hacimsel değişime -%39,87 ile sahip olduğu görülmüştür. $CeO_2$ ilavesi ile birlikte bu oran düşmüş, hibrit kompozitler içerisinde en yüksek hacimsel değişim -%33,02 ile C1 numunesinde elde edilmiştir.

- Sinterleme sonrası yapılan OM incelemelerinde $CeO_2$ ilavesi ile birlikte boşluklu yapının oluştuğu tespit edilmiştir. Bu durum elde edilen yüzde yoğunluk sonuçları ile uyumludur.
- Sinterleme sonrası C1 numunesine yapılan SEM analizleri sonucunda, 5UE numunesinde olduğu gibi açık renkli $Al_2O_3$'ce zengin ve koyu renkli Ti'ce zengin bölgeler bulunmuştur. C1 numunesinde 5UE numunesinden farklı olarak çok daha fazla sayıda boşluk görülmüştür. MA sonrası toz numunelerinde olduğu gibi sinterleme sonrası yapılan nokta EDS analizlerinde de $CeO_2$ tespit edilememiş fakat haritalama sonuçlarında $CeO_2$'nin numuneye homojen bir şekilde dağıldığı tespit edilmiştir.
- Bulk numunelere yapılan sertlik testi sonuçlarına göre, 5UE numunesi 873,6 HV1 ile en yüksek sertlik değerine sahip olmuş, $Al_2O_3$ ile birlikte $CeO_2$ ilavesi sertlikte düşüşe neden olmuştur. Hibrit kompozitlerde en yüksek sertlik değeri C1 numunesinde 655,13 HV1, en düşük sertlik değeri ise 392,2 HV1 ile C3 numunesinde elde edilmiştir. Buna rağmen C3 numunesinin sertliği saf Ti ile kıyaslandığında %56 daha yüksektir.
- Aşınma testi sonuçlarına göre, en düşük özgül aşınma oranı 1 N için C2 kodlu numunede, 3 N için ise C3 kodlu numunede elde edilmiştir. En düşük COF değerleri 1 N ve 3 N için sırasıyla C2 ve katkısız Ti numunesinde elde edilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre $Al_2O_3$ ile birlikte $CeO_2$ ilavesi malzemenin aşınma direncini arttırmıştır.
- Üretilen numunelerin basma dayanımı sonuçları incelendiğinde, en yüksek basma dayanımı katkısız Ti numunesinde tespit edilmiştir. $Al_2O_3$ ilavesinin basma dayanımını kötü etkileyerek basma dayanımını 71,64 MPa düşürdüğü görülmüştür. Ağ. %2 $CeO_2$ ilavesi ile birlikte basma dayanımı 101,39 MPa'ya çıkmış olsa bile $CeO_2$ oranının ağ. %3'e çıkmasıyla $CeO_2$ takviyeli hibrit kompozitler arasındaki en düşük basma dayanımı 61,5 MPa ile C3 numunesinde bulunmuştur.

## 4.3 Farklı Partikül Boyutlarına Sahip $Al_2O_3$ ile Takviye Edilmiş Titanyum Matrisli Kompozitlerin Değerlendirilmesi

Mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli Ti matrisli kompozitler ultrasonik yardımlı T/M yöntemi kullanılarak başarılı şekilde üretilmiştir. Yapılan analizler sonucunda:

- Partikül boyutu analizleri sonucunda en düşük ortalama partikül boyutu N5 numunesinde 9,11 μm olarak tespit edilmiştir.
- MA sonrası tozlara yapılan XRD analizleri sonucunda sadece Ti ve $Al_2O_3$ fazları tespit edilmiştir. Analizler sonucunda yapıda herhangi bir intermetalik oluşumu, oksit, karbür ve safsızlığa rastlanmamıştır. Tozlara ait ortalama kristalit boyutu ve kafes gerilimleri incelendiğinde, MA ve mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ ilavesi ile birlikte ortalama kristalit boyutunda düşüş, ortalama kafes geriliminde ise artış meydana gelmiştir. Mikron altı $Al_2O_3$ ile hazırlanmış kompozit tozlarının MA sonrası daha küçük ortalama partikül boyutuna sahip olduğu görülmüştür. Mikron altı $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte genellikle daha düşük ortalama kristalit boyut ve daha yüksek ortalama kafes gerilimleri elde edilmiştir.
- MA sonrası tozlara yapılan SEM görüntülemelerinde, analizleri yapılan tozların pul benzeri morfolojiye sahip olduğu tespit edilmiştir.
- MA sonrası N3 tozuna yapılan HR-TEM analizleri daha önce yapılan XRD analizleri ile uyumlu olarak, Ti ve $Al_2O_3$ fazlarına ait düzlemler arası mesafe gösterilmiştir.
- Sinterleme sonrası yapılan XRD analizlerinde tüm kompozitlerde Ti ve $Ti_3Al$ fazları tespit edilmiştir. Katkısız Ti ve 5UE numunesinde ise diğer numunelerden farklı olarak $Ti_3O$ fazına da rastlanılmıştır.
- Sinterleme öncesi ve sonrası yoğunluk sonuçları incelendiğinde, sinterleme sonrası en yüksek yoğunluk %100,94 ile N3 numunesinde, sinterleme öncesi en yüksek yüzde yoğunluk ise %74,26 ile katkısız Ti numunesinde elde edilmiştir. Mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ ilavesi sinterleme öncesi yüzde yoğunlukları düşürmüştür. Sinterleme sonrası yoğunluklarda N3 numunesini, %100,17 ile N1 ve %100,07 ile 5UE numunesi takip etmektedir. Üretilen tüm kompozitlerin sinterleme sonrası yoğunlukları katkısız Ti numunesinden yüksektir.

- Sinterleme sonrası meydana gelen değişimler incelendiğinde, en yüksek hacimsel değişimin -%39,87 ile 5UE numunesinde, en düşük hacimsel değişimin ise -%19,98 ile katkısız Ti numunesinde ulaşılmıştır. Mikron altı $Al_2O_3$ katkılı numunelerde en yüksek hacimsel değişim -%39,3 ile N3 numunesinde tespit edilmiştir.
- Bulk numunelere yapılan OM incelemelerinde, N3, N5 ve 5UE numunelerinde oluşan yapıların uniform şekilde yapıya dağıldığı, diğer numunelerde ise oluşan yapıların belli bölgelerde yoğunlaştığı görülmüştür.
- 5UE ve N3 numunelerine yapılan SEM analizleri sonucunda, 5UE numunesinde Ti'ce zengin koyu bölgeler ve $Al_2O_3$'ce zengin açık bölgeler bulunurken, N3 numunesinde farklı bölgeler bulunmamış, homojen bir yapı tespit edilmiştir.
- Üretilen numunelere yapılan sertlik test sonuçlarına göre, mikron $Al_2O_3$ takviyeli numunelerde en yüksek sertlik 5UE numunesinde 873,6 HV1 olarak bulunmuştur. N3 ise sahip olduğu 944,5 HV1 sertlik ile mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numuneler arasındaki en sert kompozittir. Ağ. %5 mikron altı $Al_2O_3$ takviyesi ile birlikte sertlik 408,5 HV1'e düşmüş olsa da bu değer saf Ti numunesinin sertliğinden %62 daha yüksektir.
- Mikron ve mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli numunelere yapılan aşınma testi sonuçlarında 1 ve 3 N yük için en düşük özgül aşınma oranları ve en düşük COF değerleri N3 kodlu numunede elde edilmiştir.
- Numunelere yapılan basma testi sonuçlarına göre, en yüksek basma dayanımı 1710,01 MPa ile katkısız Ti numunesinde elde edilmiş, en düşük basma dayanımı ise N3 numunesinde 47,22 MPa olarak bulunmuştur. Çalışmanın bu bölümünde üretilen kompozitler arasında en yüksek basma dayanımı M3 kodlu numunede 158,48 MPa olarak tespit edilmiştir.

## 4.4 Mikron Altı $Al_2O_3$ ve Fonksiyonelleştirilmiş Grafen Takviyeli Hibrit Kompozitlerin Değerlendirilmesi

Mikron altı $Al_2O_3$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli Ti matrisli hibrit kompozitler ultrasonik yardımlı T/M yöntemi kullanılarak başarılı şekilde üretilmiştir. Yapılan analizler sonucunda:

- Grafenin başarılı bir şekilde fonksiyonelleştirildiği, fonksiyonelleştirme işlemi sonrasında saflıkta ve katman sayısında artış meydana geldiği tespit edilmiştir.
- Partikül boyutu analizi sonucunda hibrit kompozitlerin çok daha düşük ortalama partikül boyutuna sahip olduğu, en düşük ortalama partikül boyutunun 5,56 μm ile FG5 numunesinde olduğu bulunmuştur.
- MA sonrası tozlara yapılan XRD analizleri sonucunda yapıda sadece Ti ve $Al_2O_3$ fazları tespit edilmiştir. Analizler sonucunda yapıda herhangi bir intermetalik oluşumu, oksit, karbür ve safsızlığa rastlanmamıştır. Fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi ile birlikte ortalama kristalit boyutu düşmüş, ortalama kafes gerilimi değerleri artmıştır.
- MA sonrası yapılan SEM analizlerinde, tüm tozların pul benzeri toz morfolojisine sahip olduğu görülmüştür. Genel olarak fonksiyonelleştirilmiş grafenin yapıya homojen bir şekilde dağıldığı tespit edilse de bazı bölgelerde yoğunlaşmalar mevcuttur. Haritalama analizleri sonucunda FG3 numunesinde fonksiyonelleştirilmiş grafenin aglomere olduğu bir bölge tespit edilmiştir.
- Fonksiyonelleştirilmiş grafene yapılan HR-TEM analizi sonucunda, fonksiyonelleştirme işlemi sonrası transparan bir yapıya sahip, grafene özgü buruşuk bir yapı görüntüsü elde edilmiştir. Ayrıca XRD analizleri ile uyumlu düzlemler arası mesafe gösterimi yapılmıştır.
- Sinterleme işlemi sonrasında üretilen kompozit ve hibrit kompozitlerde Ti ve $Ti_3Al$ fazları tespit edilmiştir. Hibrit kompozitlerde ise bu fazlara ilave olarak $Ti_3O$ ve TiC pikleri bulunmuştur. Artan fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyesi ile birlikte TiC piklerinin şiddeti artmıştır.
- Sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yüzde yoğunluk sonuçları incelendiğinde, fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesinin sinterleme öncesi %yoğunluğu düşürdüğü, sinterleme sonrası %yoğunluğu ise arttırdığı tespit edilmiştir. En yüksek sinterleme öncesi yüzde yoğunluk %74,26 ile katkısız Ti numunesinde, en yüksek sinterleme sonrası yüzde yoğunluk ise %102,62 ile FG5 numunesinde elde edilmiştir.
- Sinterleme işlemi sonucu elde edilen hacimsel değişim sonuçları karşılaştırıldığında fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyesinin hacimsel

değişim oranlarını arttırdığı görülmüştür. Buna göre üretilen numuneler arasında en yüksek hacimsel değişim -%42,84 ile FG5 numunesinde elde edilmiştir. Sadece mikron altı $Al_2O_3$ takviyeli N3 numunesinde ise -%39,3 oranında hacimsel değişim bulunmuştur.

- Sinterleme sonrası bulk numunelere yapılan OM incelemelerinde, yoğun ve gözeneksiz bir yapı ile karşılaşılmıştır. Bununla birlikte N3'e nazaran $Al_2O_3$ yoğun bölgelerin fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi ile birlikte azaldığı görülmektedir.
- Sinterlenmiş numunelere yapılan SEM analizleri sonucunda, FG3 ve FG5 fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyeli hibrit kompozit numunelerinde TiC yapısına rastlanmış olup, FG1 numunelerinde TiC fazı görsel olarak bulunamamıştır. Hibrit kompozitlere yapılan XRD analizlerinde de en düşük şiddette TiC piki FG1 numunesinde elde edilmiş olup, SEM görüntüleri ile XRD sonuçları arasında uyum bulunmaktadır.
- Üretilen numunelere yapılan sertlik analizlerinde hibrit kompozitlerin çok daha yüksek sertlik değerlerine sahip olduğu ve artan fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyesi ile birlikte sertliğinde arttığı görülmüştür. N3 numunesinin sertlik değeri 944,5 HV1 iken FG5 numunesinin sertliği 1086,4 HV1 olarak bulunmuştur.
- Üretilen numunelere iki farklı bilya kullanılarak aşınma testi uygulanmıştır. WC bilya kullanımı ile birlikte 3 N için en düşük özgül aşınma oranı FG1 numunesinde, 1 N için ise N3 numunesinde elde edilmiştir. En düşük COF değerleri her iki yük içinde FG5 numunesinde elde edilmiştir. Çelik bilya kullanılarak yapılan aşınma testi sonuçlarında ise 1 N için en düşük özgül aşınma oranı FG5'te bulunurken, 3 N için N3 numunesinde bulunmuştur. En düşük COF değerleri ise her iki yük içinde N3 numunesinde bulunmuştur.
- Üretilen numunelere ait basma dayanımı sonuçları incelendiğinde ise, fonksiyonelleştirilmiş grafen takviyesi ile birlikte N3 numunesinde 47,22 MPa olan basma dayanımı FG5 numunesinde 154,8 MPa'ya ulaşmıştır. Fonksiyonelleştirilmiş grafen ilavesi basma dayanımı üzerinde artış meydana getirmiştir.

- Ti, 5UE, C1, N3 ve FG1 numunelerine OCP ve Tafel testleri yapılarak korozyon davranışları incelenmiştir. Elde edilen verilere göre en düşük OCP -0,45 V ile 5UE, en yüksek OCP değeri ise -0,15 ile C1 numunesinde bulunmuştur. Tafel testi sonucunda yapılan hesaplamalar ile en düşük korozyon dayanımı 1,248 x $10^{-2}$ mpy ile katkısız Ti numunesinde bulunmuştur. N3 numunesi ise 1,637 x $10^{-2}$ mpy ile kompozit ve hibrit kompozit numuneler arasındaki en düşük korozyon hızına sahiptir.

## 4.5 Gelecek Çalışmalar

Çalışma kapsamında, $Al_2O_3$, $CeO_2$ ve fonksiyonelleştirilmiş grafen gibi farklı takviye elemanları ile takviye edilmiş Ti matrisli kompozitlerin ve Ti matrisli hibrit kompozitlerin T/M yöntemi ile üretimi ve karakterizasyonu başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir. Elde ettiğimiz sonuçlar göz önüne alınarak başlangıç tozu olarak saf Ti yerine $TiH_2$ kullanılarak üretilecek kompozitlerin özellikleri üzerine etkileri incelenebilir. MA işlem parametreleri (süre, hız, bilya:toz oranı vb.) değiştirilerek optimizasyon işlemi gerçekleştirilebilir. Sinterleme sıcaklığı ve bekleme süresi üzerine çalışmalar yapılabilir. Fonksiyonelleştirilmiş grafen ile birlikte farklı karbon bazlı takviyeler kullanılarak yeni hibrit kompozit tasarımı gerçekleştirilebilir.

# KAYNAKÇA


[1] V. Parikh, V. Patel, D. Pandya, and J. Andersson, "Current status on manufacturing routes to produce metal matrix composites: State-of-the-art," *Heliyon*, 2023.

[2] D. K. Sharma, D. Mahant, and G. Upadhyay, "Manufacturing of metal matrix composites: A state of review," *Materials Today: Proceedings*, vol. 26, pp. 506-519, 2020.

[3] A. Kalemtaş, "Metal matrisli kompozitlere genel bir bakış," *Putech & Composites,* vol. 22, pp. 18-30, 2014.

[4] G. Lubin, *Handbook of composites*. Springer Science & Business Media, 2013.

[5] A. T. Lawal, "Graphene-based nano composites and their applications. A review," *Biosensors and Bioelectronics,* vol. 141, p. 111384, 2019.

[6] D. K. Ammisetti and S. H. Kruthiventi, "Recent trends on titanium metal matrix composites: A review," *Materials Today: Proceedings,* vol. 46, pp. 9730-9735, 2021.

[7] S. Yudar, "Uçak Motorlarında Süperalaşımlar Yerine Kullanılabilecek Olan Kompozit Malzemelerin İncelenmesi," *Gazi Mühendislik Bilimleri Dergisi,* vol. 9, no. 3, pp. 585-595, 2023.

[8] M. C. Şenel, "Grafen-seramik tanecik takviyeli alüminyum matrisli hibrit kompozitlerin toz metalurjisi metoduyla üretimi, mekanik ve mikroyapı özelliklerinin incelenmesi," 2018.

[9] S. R. M. Paladugu *et al.*, "A comprehensive review of self-healing polymer, metal, and ceramic matrix composites and their modeling aspects for aerospace applications," *Materials,* vol. 15, no. 23, p. 8521, 2022.

[10] H. Porwal, S. Grasso, and M. Reece, "Review of graphene–ceramic matrix composites," *Advances in Applied Ceramics,* vol. 112, no. 8, pp. 443-454, 2013.

[11] L. Li, *Durability of ceramic-matrix composites*. Woodhead Publishing, 2020.

[12] R. Warren, *Ceramic-matrix composites*. Springer Science & Business Media, 1991.

[13] X. Wang, X. Gao, Z. Zhang, L. Cheng, H. Ma, and W. Yang, "Advances in modifications and high-temperature applications of silicon carbide ceramic matrix composites in aerospace: A focused review," *Journal of the European Ceramic Society,* vol. 41, no. 9, pp. 4671-4688, 2021.

[14] A. Nieto, A. Bisht, D. Lahiri, C. Zhang, and A. Agarwal, "Graphene reinforced metal and ceramic matrix composites: a review," *International Materials Reviews,* vol. 62, no. 5, pp. 241-302, 2017.

[15] K. F. Chan, M. H. M. Zaid, M. S. Mamat, S. Liza, M. Tanemura, and Y. Yaakob, "Recent developments in carbon nanotubes-reinforced ceramic

matrix composites: A review on dispersion and densification techniques," *Crystals,* vol. 11, no. 5, p. 457, 2021.

[16] A. Z. A. Azhar *et al.*, "The effects of CeO2 addition on the physical and microstructural properties of ZTA-TiO2 ceramics composite," *Journal of Alloys and Compounds,* vol. 773, pp. 27-33, 2019.

[17] P. Lada, A. Miazga, J. Wozniak, K. Konopka, and A. Olszyna, "The Formation of ZrO 2–Ti Composites by Spark Plasma Sintering," *Powder Metallurgy and Metal Ceramics,* vol. 55, pp. 644-649, 2017.

[18] J. Zygmuntowicz, P. Falkowski, A. Miazga, and K. Konopka, "Fabrication and characterization of ZrO 2/Ni composites," *Journal of the Australian Ceramic Society,* vol. 54, pp. 655-662, 2018.

[19] A. Memarzadeh, B. Safaei, A. Tabak, S. Sahmani, and C. Kizilors, "Advancements in Additive Manufacturing of Polymer Matrix Composites: A Systematic Review of Techniques and Properties," *Materials Today Communications,* p. 106449, 2023.

[20] S. K. Sahu, V. Boggarapu, and P. R. Sreekanth, "Improvements in the mechanical and thermal characteristics of polymer matrix composites reinforced with various nanofillers: A brief review," *Materials Today: Proceedings,* 2023.

[21] C. Kaykılarlı, H. A. Yeprem, and D. Uzunsoy, "Mechanical and tribological characterization of graphene nanoplatelets/Al2O3 reinforced epoxy hybrid composites," *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures,* vol. 31, no. 5, pp. 435-447, 2023.

[22] R.-M. Wang, S.-R. Zheng, and Y. G. Zheng, *Polymer matrix composites and technology*. Elsevier, 2011.

[23] S. Kangishwar, N. Radhika, A. A. Sheik, A. Chavali, and S. Hariharan, "A comprehensive review on polymer matrix composites: material selection, fabrication, and application," *Polymer Bulletin,* vol. 80, no. 1, pp. 47-87, 2023.

[24] D. Miracle, "Metal matrix composites–from science to technological significance," *Composites science and technology,* vol. 65, no. 15-16, pp. 2526-2540, 2005.

[25] C. Kaykılarlı, B. Küçükelyas, N. Akçamlı, D. Uzunsoy, and N. Cansever, "Processing and Characterization of Al-4Cu Matrix Composites Reinforced with Few Layered Graphene," *Transactions of the Indian Institute of Metals,* vol. 75, no. 9, pp. 2379-2388, 2022.

[26] Y. Song, T. Cheng, C. Wang, O. Stasiuk, D. Savvakin, and O. Ivasishin, "Microstructural Characteristics of Ti-Based Composites with Various Ceramic Reinforcements Manufactured via Hydrogen-Assisted Blended Elemental Powder Metallurgy," *Advanced Engineering Materials,* vol. 25, no. 5, p. 2101689, 2023.

[27] Z. Zhao *et al.*, "An overview of graphene and its derivatives reinforced metal matrix composites: Preparation, properties and applications," *Carbon,* vol. 170, pp. 302-326, 2020.

[28] C. H. Gireesh, K. D. Prasad, K. Ramji, and P. Vinay, "Mechanical characterization of aluminium metal matrix composite reinforced with aloe vera powder," *Materials Today: Proceedings,* vol. 5, no. 2, pp. 3289-3297, 2018.

[29] M. A. Xavior and J. A. Kumar, "Machinability of hybrid metal matrix composite-A review," *Procedia Engineering,* vol. 174, pp. 1110-1118, 2017.

[30] V. Rana, H. Kumar, and A. Kumar, "Fabrication of hybrid metal matrix composites (HMMCs)–A review of comprehensive research studies," *Materials Today: Proceedings,* vol. 56, pp. 3102-3107, 2022.

[31] N. Anand, "Development and influence of tribomechanical properties on magnesium based hybrid metal matrix composites-a review," *Materials Research Express,* vol. 7, no. 3, p. 036520, 2020.

[32] C. Kaykılarlı, D. Uzunsoy, E. D. Ş. Parmak, M. F. Fellah, and Ö. Ç. Çakır, "Boron and nitrogen doping in graphene: an experimental and density functional theory (DFT) study," *Nano Express,* vol. 1, no. 1, p. 010027, 2020.

[33] V. B. Mohan, K.-t. Lau, D. Hui, and D. Bhattacharyya, "Graphene-based materials and their composites: A review on production, applications and product limitations," *Composites Part B: Engineering,* vol. 142, pp. 200-220, 2018.

[34] A. Adetayo and D. Runsewe, "Synthesis and fabrication of graphene and graphene oxide: A review," *Open journal of composite materials,* vol. 9, no. 02, p. 207, 2019.

[35] O. U. Colak, B. Birkan, O. Bakbak, A. Acar, and D. Uzunsoy, "Functionalized graphene–epoxy nanocomposites: experimental investigation of viscoelastic and viscoplastic behaviors," *Mechanics of Time-Dependent Materials,* vol. 27, no. 1, pp. 185-205, 2023.

[36] C. M. Shebeeb, M. B. Afif, L. Jacob, D. Choi, and H. Butt, "Vat photopolymerisation 3D printing of graphene-based materials," *Virtual and Physical Prototyping,* vol. 18, no. 1, p. e2276250, 2023.

[37] A. Kesavulu and A. Mohanty, "Compressive performance and thermal stability of alumina—graphene nanoplatelets reinforced epoxy nanocomposites," *Materials Research Express,* vol. 6, no. 12, p. 125329, 2019.

[38] Y. Ouyang, L. Bai, H. Tian, X. Li, and F. Yuan, "Recent progress of thermal conductive ploymer composites: Al2O3 fillers, properties and applications," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing,* vol. 152, p. 106685, 2022.

[39] Y. Ji and J. Yeomans, "Processing and mechanical properties of Al2O3–5 vol.% Cr nanocomposites," *Journal of the European Ceramic Society,* vol. 22, no. 12, pp. 1927-1936, 2002.

[40] J. Jia *et al.*, "Preparation of Ti-22Al-25Nb solid solution powders using mechanical alloying and solid solution mechanism analysis," *Advanced Powder Technology,* vol. 31, no. 5, pp. 1963-1974, 2020.

[41] Z. Wang, M. Li, Q. Shen, and L. M. Zhang, "Fabrication of Ti/Al2O3 composites by spark plasma sintering," *Key Engineering Materials,* vol. 249, pp. 137-140, 2003.

[42] N. Tamanna, I. Rumana Kabir, and S. Naher, "A numerical investigation of similar and dissimilar clad materials on H13 steel substrate in the Laser Cladding process," *Advances in Materials and Processing Technologies,* vol. 5, no. 4, pp. 598-606, 2019.

[43] A. S. Tijani and A. S. bin Sudirman, "Thermos-physical properties and heat transfer characteristics of water/anti-freezing and Al2O3/CuO based nanofluid as a coolant for car radiator," *International Journal of Heat and Mass Transfer,* vol. 118, pp. 48-57, 2018.

[44] B. Ramogayana, D. Santos-Carballal, K. P. Maenetja, N. H. De Leeuw, and P. E. Ngoepe, "Density functional theory study of ethylene carbonate adsorption on the (0001) surface of aluminum oxide α-Al2O3," *ACS omega,* vol. 6, no. 44, pp. 29577-29587, 2021.

[45] N. Zhou *et al.*, "Effect of TiO2 addition on the microstructure and electrical properties of Al2O3 ceramics," *Ceramics International,* vol. 50, no. 2, pp. 2836-2844, 2024.

[46] A. Kesavulu and A. Mohanty, "Tribological characterization of graphene nanoplatelets/alumina particles filled epoxy hybrid nanocomposites," *Journal of Applied Polymer Science,* vol. 137, no. 46, p. 49518, 2020.

[47] J. Calvache-Muñoz, F. A. Prado, and J. E. Rodríguez-Páez, "Cerium oxide nanoparticles: Synthesis, characterization and tentative mechanism of particle formation," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects,* vol. 529, pp. 146-159, 2017.

[48] D. R. Mullins, "The surface chemistry of cerium oxide," *Surface Science Reports,* vol. 70, no. 1, pp. 42-85, 2015.

[49] S. N. Matussin, M. H. Harunsani, and M. M. Khan, "CeO2 and CeO2-based nanomaterials for photocatalytic, antioxidant and antimicrobial activities," *Journal of Rare Earths,* vol. 41, no. 2, pp. 167-181, 2023.

[50] G. Lütjering and J. C. Williams, *Titanium matrix composites*. Springer, 2007.

[51] P. S. Nnamchi and C. S. Obayi, "Self-Healing in Titanium Alloys: A Materials Science Perspective," *Advanced Functional Materials,* 2020.

[52] S. C. Tjong and Y.-W. Mai, "Processing-structure-property aspects of particulate-and whisker-reinforced titanium matrix composites," *Composites science and technology,* vol. 68, no. 3-4, pp. 583-601, 2008.

[53] C. Escaich, Z. Shi, L. Baron, and M. Balazinski, "Machining of titanium metal matrix composites: progress overview," *Materials,* vol. 13, no. 21, p. 5011, 2020.

[54] Z. Yuan, H. Liu, Z. Ma, X. Ma, K. Wang, and X. Zhang, "Microstructure and properties of high entropy alloy reinforced titanium matrix composites," *Materials Characterization,* vol. 187, p. 111856, 2022.

[55] C. Kaykılarlı, Z. Altınışık, E. C. Kılıç, D. Uzunsoy, and H. A. Yeprem, "Aluminium Oxide (Al2O3)-Few Layer Graphene (FLG) Reinforced Aluminium Hybrid Composites," *Composites Theory and Practice*, vol. 22, no. 2, pp. 72--78, 2022.

[56] M. D. Hayat, H. Singh, Z. He, and P. Cao, "Titanium metal matrix composites: An overview," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 121, pp. 418-438, 2019.

[57] Z. Z. Fang, *Sintering of advanced materials*. Elsevier, 2010.

[58] S. O. Jeje, M. B. Shongwe, A. L. Rominiyi, and P. A. Olubambi, "Spark plasma sintering of titanium matrix composite—a review," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 117, no. 9, pp. 2529-2544, 2021.

[59] H. Attar, S. Ehtemam-Haghighi, D. Kent, and M. S. Dargusch, "Recent developments and opportunities in additive manufacturing of titanium-based matrix composites: A review," *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 133, pp. 85-102, 2018.

[60] J. Sun *et al.*, "A review on additive manufacturing of ceramic matrix composites," *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 138, pp. 1-16, 2023.

[61] G. Borand, "Grafen takviyeli alüminyum ve bakir esasli yenilikçi malzemelerin toz metalurjisi ile üretiminin geliştirilmesi," Doktora Tezi, Bursa Teknik Üniversitesi, Bursa, 2023.

[62] R. Shetty, A. Hegde, U. K. Shetty SV, R. Nayak, N. Naik, and M. Nayak, "Processing and Mechanical Characterisation of Titanium Metal Matrix Composites: A Literature Review," *Journal of Composites Science*, vol. 6, no. 12, p. 388, 2022.

[63] P. Angelo, R. Subramanian, and B. Ravisankar, *Powder metallurgy: science, technology and applications*. PHI Learning Pvt. Ltd., 2022.

[64] R. M. German, S. Saritaş, M. Türker, and N. Durlu, *Toz metalurjisi ve parçacıklı malzeme işlemleri: işlemleri, malzemeler, ürünler, özellikler ve uygulamalar*. Türk Toz Metalurjisi Derneği, 2007.

[65] N. Kumar, A. Bharti, and K. K. Saxena, "A re-analysis of effect of various process parameters on the mechanical properties of Mg based MMCs fabricated by powder metallurgy technique," *Materials Today: Proceedings*, vol. 26, pp. 1953-1959, 2020.

[66] C. Selcuk, S. Bond, and P. Woollin, "Joining processes for powder metallurgy parts: a review," *Powder Metallurgy*, vol. 53, no. 1, pp. 7-11, 2010.

[67] C. Suryanarayana, "Mechanical alloying and milling," *Progress in materials science*, vol. 46, no. 1-2, pp. 1-184, 2001.

[68] N. Anas, M. Ramakrishna, R. Dash, T. N. Rao, and R. Vijay, "Influence of process control agents on microstructure and mechanical properties of Al alloy produced by mechanical alloying," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 751, pp. 171-182, 2019.

[69] G. Adamek, "Influence of type of alcohol as the process control agent on Ti-20Ta-20Nb alloy preparation by mechanical alloying," *Acta Physica Polonica A*, vol. 126, no. 4, pp. 875-878, 2014.

[70] M. Zadra, "Mechanical alloying of titanium," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 583, pp. 105-113, 2013.

[71] K. S. Munir, D. T. Oldfield, and C. Wen, "Role of process control agent in the synthesis of multi-walled carbon nanotubes reinforced titanium metal matrix powder mixtures," *Advanced Engineering Materials*, vol. 18, no. 2, pp. 294-303, 2016.

[72] S. Chabri, S. Chatterjee, S. Pattanayak, H. Chakraborty, N. Bhowmik, and A. Sinha, "Development and characterization of Al2O3 dispersed Al/Mg/Cu/Ti matrix composite," *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 29, no. 11, pp. 1085-1090, 2013.

[73] R. M. German, *Sintering theory and practice*. 1996.

[74] R. Gupta, V. A. Kumar, and G. Khanra, "Reactive and liquid-phase sintering techniques," in *Intermetallic Matrix Composites*: Elsevier, 2018, pp. 303-318.

[75] R. M. German, P. Suri, and S. J. Park, "Liquid phase sintering," *Journal of materials science*, vol. 44, pp. 1-39, 2009.

[76] A. Nouri, P. Hodgson, and C. E. Wen, "Effect of process control agent on the porous structure and mechanical properties of a biomedical Ti–Sn–Nb alloy produced by powder metallurgy," *Acta biomaterialia*, vol. 6, no. 4, pp. 1630-1639, 2010.

[77] C. Machio, H. Chikwanda, and S. Chikosha, "Effect of process control agent (PCA) on the characteristics of mechanically alloyed Ti-Mg powders," *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, vol. 111, no. 3, pp. 149-153, 2011.

[78] I. Matuła, M. Zubko, and G. Dercz, "Role of Sn as a process control agent on mechanical alloying behavior of nanocrystalline titanium based powders," *Materials*, vol. 13, no. 9, p. 2110, 2020.

[79] T. Fujii, K. Tohgo, M. Iwao, and Y. Shimamura, "Fabrication of alumina-titanium composites by spark plasma sintering and their mechanical properties," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 744, pp. 759-768, 2018.

[80] M. Bahraminasab, M. Bozorg, S. Ghaffari, and F. Kavakebian, "Electrochemical corrosion of Ti-Al2O3 biocomposites in Ringer's solution," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 777, pp. 34-43, 2019.

[81] A. F. Oliveira and F. Toptan, "Wear Behavior of Ti-Al 2 O 3 Biocomposites in 9 g/L NaCl Solution," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 28, pp. 6000-6010, 2019.

[82] K. Yang, Y. Ma, H. Ma, F. Zhang, and R. Li, "Investigation of Tribological and Mechanical Performances of Ti-based Self-Lubricating Composites Containing SnAgCu and Al2O3," *Advanced Engineering Materials*, vol. 23, no. 5, p. 2001279, 2021.

[83] A. El-Tantawy, H. Yehia, O. El-Kady, and I. Ghayad, "Preparation and Characterization of Ti-12Mo/X Al2O3 Nano-Composites for Aerospace Applications," *The Bulletin Tabbin Institute for Metallurgical Studies (TIMS)*, vol. 109, no. 1, pp. 1-11, 2021.

[84] M. Mohammadtaheri, M. Bozorg, A. Yazdani, and M. Salehi, "Fabrication of Ti–Al2O3–HA composites by spark plasma sintering and its properties for medical applications," *Journal of Materials Research*, vol. 37, no. 16, pp. 2571-2580, 2022.

[85] E. Nsiah-Baafi, A. Andrews, S. Diouf, and P. A. Olubambi, "Wear and corrosion properties of spark plasma sintered Ti6Al4V–Al2O3 composites," *Open Ceramics*, vol. 10, p. 100260, 2022.

[86] Y. Li, G. Chen, G. Pang, X. Fu, and W. Zhou, "Effect of nano-Al2O3 addition on microstructure and mechanical properties of Ti2AlNb-based composites prepared by powder metallurgy," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 968, p. 172268, 2023.

[87] L. Sousa, R. D. Antunes, J. C. Fernandes, A. C. Alves, and F. Toptan, "Influence of Al2O3 reinforcements and Ti-Al intermetallics on corrosion and tribocorrosion behavior of titanium," *Surface and Coatings Technology*, vol. 470, p. 129835, 2023.

[88] C. Wu, Z. Wang, Q. Li, G. Shi, M. Liu, and Y. Li, "Mechanical properties and microstructure evolution of Ti/Al2O3 cermet composite with CeO2 addition," *Journal of alloys and compounds*, vol. 617, pp. 729-733, 2014.

[89] M. Liu, Z. Wang, X. Luan, J. Wu, and Q. Li, "Effects of CeO2 and Y2O3 on the interfacial diffusion of Ti/Al2O3 composites," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 656, pp. 929-935, 2016.

[90] G.-p. Shi, Z. Wang, C. Wu, and C.-g. Wang, "Effects of sintering temperature on mechanical properties of Ti/Al2O3 composites," *Emerging Materials Research*, vol. 5, no. 1, pp. 141-146, 2016.

[91] M. M. Hanoon, A. A. Al-Attar, and A. M. Resen, "The effect of addition of CeO2 nanoparticles on the microstructure and mechanical properties of Ti-Al-Mg compact samples," *Engineering and Technology Journal*, vol. 36, no. 11, pp. 1189-1195, 2018.

[92] S. Shi, S. Cho, T. Goto, and T. Sekino, "Role of CeAl11O18 in reinforcing Al2O3/Ti composites by adding CeO2," *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 18, no. 1, pp. 170-181, 2021.

[93] Z. Li, Y. Zhang, B. Yin, and D. Song, "Effect of CeO2 Addition on Microstructure, Hardness, and Tensile Properties of Selected Laser-Melted TC4 Alloys," *Journal of Materials Engineering and Performance*, pp. 1-10, 2023.

[94] H. Xue *et al.*, "In-situ synthesis of reduced graphene oxide/aluminium oxide nanopowders for reinforcing Ti-6Al-4V composites," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 905, p. 164198, 2022.

[95] S. Liu, B. Amin-Ahmadi, R. Liu, Q. Zheng, and X. Zhang, "Automated phase segmentation and quantification of high-resolution TEM image for alloy design," *Materials Characterization*, vol. 199, p. 112779, 2023.

[96] S. JIANG, L. Xiangfeng, Z. Dunwen, W. Hongyu, L. Zhenping, and X. Ruihua, "A comparative study on nano La2O3 suspension treated by ultrasonic and ball milling," *Journal of Rare Earths,* vol. 30, no. 11, pp. 1116-1122, 2012.

[97] B. Bittmann, F. Haupert, and A. K. Schlarb, "Ultrasonic dispersion of inorganic nanoparticles in epoxy resin," *Ultrasonics sonochemistry,* vol. 16, no. 5, pp. 622-628, 2009.

[98] Y. Yang, J. Lan, and X. Li, "Study on bulk aluminum matrix nano-composite fabricated by ultrasonic dispersion of nano-sized SiC particles in molten aluminum alloy," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 380, no. 1-2, pp. 378-383, 2004.

[99] H.-W. Wang *et al.,* "Amorphous phase formation in intermetallic Mg2Ni alloy synthesized by ethanol wet milling," *Journal of alloys and compounds,* vol. 479, no. 1-2, pp. 330-333, 2009.

[100] M. Rabiee, H. Mirzadeh, and A. Ataie, "Unraveling the effects of process control agents on mechanical alloying of nanostructured Cu-Fe alloy," *Journal of Ultrafine Grained and Nanostructured Materials,* vol. 49, no. 1, pp. 17-21, 2016.

[101] G. Dercz, I. Matuła, W. Gurdziel, and N. Kuczera, "Microstructure evolution of Ti/ZrO2 and Ti/Al2O3 composites prepared by powder metallurgy method," *Archives of Metallurgy and Materials,* vol. 64, 2019.

[102] N. Akçamlı and B. Şenyurt, "B4C particulate-reinforced Al-8.5 wt% Si-3.5 wt% Cu matrix composites: powder metallurgical fabrication, age hardening, and characterization," *Ceramics International,* vol. 47, no. 5, pp. 6813-6826, 2021.

[103] E. M. Sharifi, F. Karimzadeh, and M. Enayati, "Mechanochemically synthesized Al2O3–TiC nanocomposite," *Journal of alloys and compounds,* vol. 491, no. 1-2, pp. 411-415, 2010.

[104] A. Wagih, "Synthesis of nanocrystalline Al 2 O 3 reinforced Al nanocomposites by high-energy mechanical alloying: microstructural evolution and mechanical properties," *Transactions of the Indian Institute of Metals,* vol. 69, pp. 851-857, 2016.

[105] S. Kamrani, A. Simchi, R. Riedel, and S. Seyed Reihani, "Effect of reinforcement volume fraction on mechanical alloying of Al–SiC nanocomposite powders," *Powder Metallurgy,* vol. 50, no. 3, pp. 276-282, 2007.

[106] A. Fathy, A. Wagih, and A. Abu-Oqail, "Effect of ZrO2 content on properties of Cu-ZrO2 nanocomposites synthesized by optimized high energy ball milling," *Ceramics International,* vol. 45, no. 2, pp. 2319-2329, 2019.

[107] S. Sattari, M. Jahani, and A. Atrian, "Effect of volume fraction of reinforcement and milling time on physical and mechanical properties of Al7075–SiC composites fabricated by powder metallurgy method," *Powder Metallurgy and Metal Ceramics,* vol. 56, no. 5-6, pp. 283-292, 2017.

[108] T. Varol and A. Canakci, "Synthesis and characterization of nanocrystalline Al 2024–B4C composite powders by mechanical alloying," *Philosophical Magazine Letters*, vol. 93, no. 6, pp. 339-345, 2013.

[109] S. Sheibani, A. Ataie, and S. Heshmati-Manesh, "Role of process control agent on synthesis and consolidation behavior of nano-crystalline copper produced by mechano-chemical route," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 465, no. 1-2, pp. 78-82, 2008.

[110] L. Shaw, J. Villegas, H. Luo, M. Zawrah, and D. Miracle, "Effects of process-control agents on mechanical alloying of nanostructured aluminum alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 34, pp. 159-170, 2003.

[111] A. Pragatheeswaran, R. Ravi, and S. R. Bakshi, "Microstructural and morphological changes during ball milling of Copper-Silver-Graphite flake mixtures," *Advanced Powder Technology*, vol. 30, no. 11, pp. 2759-2767, 2019.

[112] L. Wang, H. Choi, J.-M. Myoung, and W. Lee, "Mechanical alloying of multi-walled carbon nanotubes and aluminium powders for the preparation of carbon/metal composites," *Carbon*, vol. 47, no. 15, pp. 3427-3433, 2009.

[113] O. Güler, T. Varol, Ü. Alver, and A. Çanakçı, "The effect of flake-like morphology on the coating properties of silver coated copper particles fabricated by electroless plating," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 782, pp. 679-688, 2019.

[114] T. Varol, O. Güler, S. B. Akçay, and H. Çolak, "The evolution of microstructure and properties of Cu-Cr alloys synthesized via flake powder metallurgy assisted by mechanical alloying and hot pressing," *Materials Today Communications*, vol. 33, p. 104452, 2022.

[115] E. S. Bagherzadeh, M. Dopita, T. Mütze, and U. Peuker, "Morphological and structural studies on Al reinforced by Al2O3 via mechanical alloying," *Advanced Powder Technology*, vol. 26, no. 2, pp. 487-493, 2015.

[116] J. Fogagnolo, F. Velasco, M. Robert, and J. Torralba, "Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 342, no. 1-2, pp. 131-143, 2003.

[117] G. P. Kelkar and A. H. Carim, "Phase Equilibria in the Ti-AI-O System at 945° C and Analysis of Ti/Al2O3 Reactions," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 78, no. 3, pp. 572-576, 1995.

[118] L. A. Rocha, E. Ariza, A. M. Costa, F. J. Oliveira, and R. F. Silva, "Electrochemical behavior of Ti/Al2O3 interfaces produced by diffusion bonding," *Materials Research*, vol. 6, pp. 439-444, 2003.

[119] C. Wu, Z. Wang, Q. Li, and G. Shi, "Mechanical properties and crack propagation behaviors of laminated Ti/Al2O3 composite," *Journal of Asian Ceramic Societies*, vol. 2, no. 4, pp. 322-325, 2014.

[120] A. Kliauga and M. Ferrante, "Interface compounds formed during the diffusion bonding of Al2O3 to Ti," *Journal of materials science*, vol. 35, pp. 4243-4249, 2000.

[121] L. Karkina and L. Yakovenkova, "Dislocation core structure and deformation behavior of Ti3Al," *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 20, no. 6, p. 065003, 2012.

[122] M. Liu, Z. Wang, J. Wu, and Q. Li, "Ti/Al2O3 interfacial diffusion: kinetic equation for growth of reaction layer and formation mechanism," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 652, pp. 260-265, 2015.

[123] C. Wu, Z. Wang, Q. Li, G. Shi, Y. Ma, and L. Liu, "Fabrication of laminated Ti/Al2O3 composite by vacuum hot-pressing sintering," *Journal of the Ceramic Society of Japan*, vol. 122, no. 1423, pp. 222-225, 2014.

[124] G. Shi *et al.*, "Effects of Nb doping on the mechanical properties and interfacial reactions of Ti/Al2O3 composites," *Ceramics International*, vol. 44, no. 12, pp. 14913-14919, 2018.

[125] M. Köppers, C. Herzig, M. Friesel, and Y. Mishin, "Intrinsic self-diffusion and substitutional Al diffusion in α-Ti," *Acta Materialia*, vol. 45, no. 10, pp. 4181-4191, 1997.

[126] M. Bahraminasab, S. Ghaffari, and H. Eslami-Shahed, "Al2O3-Ti functionally graded material prepared by spark plasma sintering for orthopaedic applications," *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, vol. 72, pp. 82-89, 2017.

[127] V. V. Dabhade, T. R. Mohan, and P. Ramakrishnan, "Sintering behavior of titanium–titanium nitride nanocomposite powders," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 453, no. 1-2, pp. 215-221, 2008.

[128] B. YALÇIN and R. VAROL, "Sinterlenmiş titanyum alaşımlarının aşınma performansı ve bazı mekanik özelliklerinin belirlenmesi," *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi,* vol. 24, no. 1, pp. 63-72, 2009.

[129] H. Zhou, Y. Zhang, X. Hua, and Z. Yang, "High-temperature anti-wear behavior of alumina-reinforced Ti–Zr–Mo alloy composites," *Wear*, vol. 319, no. 1-2, pp. 184-190, 2014.

[130] D. Zhang, Z. Cai, and M. Newby, "Low Cost Ti (Al/O)/Al2O3 And TixAly/Al2O3 Composites," *Materials Technology*, vol. 18, no. 2, pp. 94-98, 2003.

[131] S. Meir, S. Kalabukhov, N. Frage, and S. Hayun, "Mechanical properties of Al2O3\Ti composites fabricated by spark plasma sintering," *Ceramics International*, vol. 41, no. 3, pp. 4637-4643, 2015.

[132] Z. Cai and D. Zhang, "Sintering behaviour and microstructures of Ti (Al, O)/Al2O3, Ti3Al (O)/Al2O3 and TiAl (O)/Al2O3 in situ composites," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 419, no. 1-2, pp. 310-317, 2006.

[133] A. Nouri and C. Wen, "Surfactants in mechanical alloying/milling: a catch-22 situation," *Critical reviews in solid state and materials sciences*, vol. 39, no. 2, pp. 81-108, 2014.

[134] J. Hu, H. Song, S. Sandfeld, X. Liu, and Y. Wei, "Breakdown of Archard law due to transition of wear mechanism from plasticity to fracture," *Tribology International*, vol. 173, p. 107660, 2022.

[135] Y. Pan *et al.*, "Microstructure and tribological properties of titanium matrix composites reinforced with in situ synthesized TiC particles," *Materials Characterization*, vol. 170, p. 110633, 2020.

[136] Y. Pan *et al.*, "Effect of Sn addition on the high-temperature oxidation behavior of high Nb-containing TiAl alloys," *Corrosion Science*, vol. 166, p. 108449, 2020.

[137] L. Huang, L. Geng, Y. Fu, B. Kaveendran, and H. Peng, "Oxidation behavior of in situ TiCp/Ti6Al4V composite with self-assembled network microstructure fabricated by reaction hot pressing," *Corrosion science*, vol. 69, pp. 175-180, 2013.

[138] T. Yener, A. Erdoğan, M. S. Gök, and S. Zeytin, "Nb and B effect on mechanical properties of Ti–Al based intermetallic materials," *Vacuum*, vol. 169, p. 108867, 2019.

[139] K. H. Chung, J. He, D. H. Shin, and J. M. Schoenung, "Mechanisms of microstructure evolution during cryomilling in the presence of hard particles," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 356, no. 1-2, pp. 23-31, 2003.

[140] H. Chao, Y.-c. LI, X.-g. Liang, L.-p. CHEN, Z. Na, and X.-k. ZHU, "Effect of composition and sintering temperature on mechanical properties of ZrO2 particulate-reinforced titanium-matrix composite," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 22, no. 8, pp. 1855-1859, 2012.

[141] K. S. Prakash, P. Gopal, D. Anburose, and V. Kavimani, "Mechanical, corrosion and wear characteristics of powder metallurgy processed Ti-6Al-4V/B4C metal matrix composites," *Ain Shams Engineering Journal*, vol. 9, no. 4, pp. 1489-1496, 2018.

[142] M. Anandajothi, S. Ramanathan, V. Ananthi, and P. Narayanasamy, "Fabrication and characterization of Ti6Al4V/TiB 2–TiC composites by powder metallurgy method," *Rare Metals*, vol. 36, pp. 806-811, 2017.

[143] P. Anbarasan and M. Rajamuthamilselvan, "Optimization of Tribological Behaviour of Ti6Al4V/TiB2/TiC Hybrid MMCs Using Response Surface Methodology," *JOM*, pp. 1-11, 2024.

[144] F. A. Najar, S. Rathee, M. Srivastava, and A. Yadav, "Tribological and Corrosion Behaviour of Al-Mg-CeO2 Metal Matrix Surface Composites," *Tribology International*, p. 109508, 2024.

[145] M. Amra, K. Ranjbar, and S. Hosseini, "Microstructure and wear performance of Al5083/CeO2/SiC mono and hybrid surface composites fabricated by friction stir processing," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 28, no. 5, pp. 866-878, 2018.

[146] C. Musa, R. Orrù, D. Sciti, L. Silvestroni, and G. Cao, "Synthesis, consolidation and characterization of monolithic and SiC whiskers reinforced HfB2 ceramics," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 33, no. 3, pp. 603-614, 2013.

[147] W. Chang-an, H. Yong, and Z. Hongxiang, "The effect of whisker orientation in SiC whisker-reinforced Si3N4 ceramic matrix composites,"

*Journal of the European ceramic society*, vol. 19, no. 10, pp. 1903-1909, 1999.

[148] A. Canakci, T. Varol, and S. Ertok, "The effect of mechanical alloying on Al2O3 distribution and properties of Al2O3 particle reinforced Al-MMCs," *Science and Engineering of Composite Materials*, vol. 19, no. 3, pp. 227-235, 2012.

[149] A. Alizadeh and E. Taheri-Nassaj, "Mechanical properties and wear behavior of Al–2 wt.% Cu alloy composites reinforced by B4C nanoparticles and fabricated by mechanical milling and hot extrusion," *Materials characterization*, vol. 67, pp. 119-128, 2012.

[150] Z. R. Hesabi, A. Simchi, and S. S. Reihani, "Structural evolution during mechanical milling of nanometric and micrometric Al2O3 reinforced Al matrix composites," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 428, no. 1-2, pp. 159-168, 2006.

[151] M. Akbarpour, H. M. Mirabad, and S. Alipour, "Microstructural and mechanical characteristics of hybrid SiC/Cu composites with nano-and micro-sized SiC particles," *Ceramics International*, vol. 45, no. 3, pp. 3276-3283, 2019.

[152] M. Khakbiz and F. Akhlaghi, "Synthesis and structural characterization of Al–B4C nano-composite powders by mechanical alloying," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 479, no. 1-2, pp. 334-341, 2009.

[153] S. Alalhessabi, S. Manafi, and E. Borhani, "The Structural and Mechanical Properties of Al-2.5% wt. B4C Met-al Matrix Nano-composite Fabricated by the Mechanical Alloying," *Mechanics of Advanced Composite Structures*, vol. 2, no. 1, pp. 39-44, 2015.

[154] A. Pakdel, A. Witecka, G. Rydzek, and D. N. A. Shri, "A comprehensive microstructural analysis of Al–WC micro-and nano-composites prepared by spark plasma sintering," *Materials & Design*, vol. 119, pp. 225-234, 2017.

[155] S. A. Sajjadi, M. T. Parizi, H. Ezatpour, and A. Sedghi, "Fabrication of A356 composite reinforced with micro and nano Al2O3 particles by a developed compocasting method and study of its properties," *Journal of alloys and compounds*, vol. 511, no. 1, pp. 226-231, 2012.

[156] M. K. Akbari, H. Baharvandi, and K. Shirvanimoghaddam, "Tensile and fracture behavior of nano/micro TiB2 particle reinforced casting A356 aluminum alloy composites," *Materials & Design (1980-2015)*, vol. 66, pp. 150-161, 2015.

[157] W. Barakat, A. Wagih, O. A. Elkady, A. Abu-Oqail, A. Fathy, and A. El-Nikhaily, "Effect of Al2O3 nanoparticles content and compaction temperature on properties of Al–Al2O3 coated Cu nanocomposites," *Composites Part B: Engineering*, vol. 175, p. 107140, 2019.

[158] A. Mahato and S. Mondal, "Fabrication and microstructure of micro and nano silicon carbide reinforced copper metal matrix composites/nanocomposites," *Silicon*, vol. 13, no. 4, pp. 1097-1105, 2021.

[159] G. Cui *et al.*, "CoCrNi matrix high-temperature wear resistant composites with micro-and nano-Al2O3 reinforcement," *Composites Communications,* vol. 22, p. 100461, 2020.

[160] S. A. Sajjadi, H. R. Ezatpour, and H. Beygi, "Microstructure and mechanical properties of Al–Al2O3 micro and nano composites fabricated by stir casting," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 528, no. 29-30, pp. 8765-8771, 2011.

[161] A. Sadooghi, K. Rahmani, and S. Hashemi, "Effects of nano and micro size of MgO on mechanical properties, wear, and corrosion of magnesium matrix composite," *Strength of Materials,* vol. 53, no. 6, pp. 983-997, 2021.

[162] T. Wang, X. Liu, S. Chen, J. Lei, and X. Song, "Study on microstructure and tribological properties of nano/micron TiC/TC4 composites fabricated by laser melting deposition," *Journal of Manufacturing Processes,* vol. 82, pp. 296-305, 2022.

[163] S. Kumar, A. Kumar, A. Poddar, and P. Asthana, "Investigation on wear behavior of aluminium matrix micro and nanocomposites," *Materials Today: Proceedings,* vol. 56, pp. 2839-2845, 2022.

[164] M. K. Akbari, H. Baharvandi, and O. Mirzaee, "Investigation of particle size and reinforcement content on mechanical properties and fracture behavior of A356-Al2O3 composite fabricated by vortex method," *Journal of Composite Materials,* vol. 48, no. 27, pp. 3315-3330, 2014.

[165] S. A. Sajjadi, H. Ezatpour, and M. T. Parizi, "Comparison of microstructure and mechanical properties of A356 aluminum alloy/Al2O3 composites fabricated by stir and compo-casting processes," *Materials & Design,* vol. 34, pp. 106-111, 2012.

[166] M. Hayyan, A. Abo-Hamad, M. A. AlSaadi, and M. A. Hashim, "Functionalization of graphene using deep eutectic solvents," *Nanoscale research letters,* vol. 10, pp. 1-26, 2015.

[167] W. S. AbuShanab, E. B. Moustafa, E. Ghandourah, and M. A. Taha, "Effect of graphene nanoparticles on the physical and mechanical properties of the Al2024-graphene nanocomposites fabricated by powder metallurgy," *Results in Physics,* vol. 19, p. 103343, 2020.

[168] J. Zhang, Q. Liu, S. Yang, Z. Chen, Q. Liu, and Z. Jiang, "Microstructural evolution of hybrid aluminum matrix composites reinforced with SiC nanoparticles and graphene/graphite prepared by powder metallurgy," *Progress in Natural Science: Materials International,* vol. 30, no. 2, pp. 192-199, 2020.

[169] E. B. Moustafa and M. A. Taha, "Preparation of high strength graphene reinforced Cu-based nanocomposites via mechanical alloying method: Microstructural, mechanical and electrical properties," *Applied Physics A,* vol. 126, no. 3, p. 220, 2020.

[170] T. Varol and A. Canakci, "Microstructure, electrical conductivity and hardness of multilayer graphene/copper nanocomposites synthesized by flake powder metallurgy," *Metals and materials international,* vol. 21, pp. 704-712, 2015.

[171] S. Ramadan, M. A. Taha, W. El-Meligy, H. A. Saudi, and M. F. Zawrah, "Influence of graphene content on sinterability and physico-mechanical characteristics of Al/graphene composites prepared via powder metallurgy," *Biointerface Res. Appl. Chem,* vol. 13, p. 192, 2023.

[172] M. T. Alshamkhani, P. Lahijani, K. T. Lee, and A. R. Mohamed, "Electrochemical exfoliation of graphene using dual graphite electrodes by switching voltage and green molten salt electrolyte," *Ceramics International,* vol. 48, no. 15, pp. 22493-22505, 2022.

[173] L. Stobinski *et al.*, "Graphene oxide and reduced graphene oxide studied by the XRD, TEM and electron spectroscopy methods," *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena,* vol. 195, pp. 145-154, 2014.

[174] G. Borand, N. Akçamlı, and D. Uzunsoy, "Structural characterization of graphene nanostructures produced via arc discharge method," *Ceramics International,* vol. 47, no. 6, pp. 8044-8052, 2021.

[175] U. Çotul, E. Parmak, C. Kaykilarli, O. Saray, Ö. Colak, and D. Uzunsoy, "Development of high purity, few-layer graphene synthesis by electric arc discharge technique," *Acta Physica Polonica A,* vol. 134, no. 1, 2018.

[176] M. Gürbüz and T. Mutuk, "Effect of process parameters on hardness and microstructure of graphene reinforced titanium composites," *Journal of Composite Materials,* vol. 52, no. 4, pp. 543-551, 2018.

[177] X. Zhang, F. Song, Z. Wei, W. Yang, and Z. Dai, "Microstructural and mechanical characterization of in-situ TiC/Ti titanium matrix composites fabricated by graphene/Ti sintering reaction," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 705, pp. 153-159, 2017.

[178] J. Hou, F. Chi, G. Cui, W. Chen, and W. Zhang, "Strengthening effects of in-situ synthetic nano-TiC particles on Ti64 based nanocomposites through adding graphene nanoplatelets," *Vacuum,* vol. 177, p. 109431, 2020.

[179] Y. Wang *et al.*, "In-situ synthesized TiC/Ti-6Al-4V composites by elemental powder mixing and spark plasma sintering: Microstructural evolution and mechanical properties," *Journal of Alloys and Compounds,* vol. 947, p. 169557, 2023.

[180] J. Sun *et al.*, "Preparation and properties of multilayer graphene reinforced binderless TiC nanocomposite cemented carbide through two-step sintering," *Materials & Design,* vol. 188, p. 108495, 2020.

[181] A. Nieto, D. Lahiri, and A. Agarwal, "Graphene NanoPlatelets reinforced tantalum carbide consolidated by spark plasma sintering," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 582, pp. 338-346, 2013.

[182] X. Wang, J. Zhao, E. Cui, X. Tian, and Z. Sun, "Effect of Interfacial Structure on Mechanical Properties of Graphene Reinforced Al2O3–WC Matrix Ceramic Composite," *Nanomaterials,* vol. 11, no. 6, p. 1374, 2021.

[183] K. S. Munir, Y. Zheng, D. Zhang, J. Lin, Y. Li, and C. Wen, "Microstructure and mechanical properties of carbon nanotubes reinforced titanium matrix composites fabricated via spark plasma sintering," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 688, pp. 505-523, 2017.

[184] K. Vasanthakumar, S. Ghosh, N. Koundinya, S. Ramaprabhu, and S. R. Bakshi, "Synthesis and mechanical properties of TiCx and Ti (C, N) reinforced Titanium matrix in situ composites by reactive spark plasma sintering," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 759, pp. 30-39, 2019.

[185] A. Sadoun and A. Fathy, "Experimental study on tribological properties of Cu–Al2O3 nanocomposite hybridized by graphene nanoplatelets," *Ceramics International*, vol. 45, no. 18, pp. 24784-24792, 2019.

[186] Z. Zhao *et al.*, "Interfacial structures and strengthening mechanisms of in situ synthesized TiC reinforced Ti6Al4V composites by selective laser melting," *Ceramics International*, vol. 47, no. 24, pp. 34127-34136, 2021.

[187] M. Gürbüz, T. Mutuk, and P. Uyan, "Mechanical, wear and thermal behaviors of graphene reinforced titanium composites," *Metals and Materials International*, vol. 27, pp. 744-752, 2021.

[188] W. Wang, H. Zhou, Q. Wang, B. Wei, S. Xin, and Y. Gao, "Microstructural evolution and mechanical properties of graphene-reinforced Ti-6Al-4V composites synthesized via spark plasma sintering," *Metals*, vol. 10, no. 6, p. 737, 2020.

[189] N. Casillas, S. Charlebois, W. H. Smyrl, and H. S. White, "Pitting corrosion of titanium," *Journal of the Electrochemical Society*, vol. 141, no. 3, p. 636, 1994.

[190] R. Karpagavalli, A. Zhou, P. Chellamuthu, and K. Nguyen, "Corrosion behavior and biocompatibility of nanostructured TiO2 film on Ti6Al4V," *Journal of Biomedical Materials Research Part A: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials*, vol. 83, no. 4, pp. 1087-1095, 2007.

# TEZDEN ÜRETİLMİŞ YAYINLAR

**Konferans Bildirileri**

**1**. C. Kaykılarlı, D. Uzunsoy, and H. A. Yeprem, "Mechanical Properties of Titanium Matrix Composites Reinforced with nano and micro-sized $Al_2O_3$ Particles," in Proceedings of the 7th International Marmara Scientific Research and Innovation Congress, 2024, pp. 573.

**Makaleler**

**1**. C. Kaykılarlı, D. Uzunsoy, and H. A. Yeprem, "Role of process control agent in the production of $Al_2O_3$-reinforced titanium matrix composites," *Ceramics International*, vol. 50, no. 9, pp. 16452-16462, 2024.