T.C.

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ALÜMİNYUM OKSİT VE GRAFEN TAKVİYELİ HİBRİT KOMPOZİTLERİN TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Zehra ALTINIŞIK

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Programı

Danışman

Prof. Dr. H. Aygül YEPREM

Eş Danışman

Prof. Dr. Deniz UZUNSOY

Eylül, 2019

T.C.

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ALÜMİNYUM OKSİT VE GRAFEN TAKVİYELİ HİBRİT KOMPOZİTLERİN TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Zehra ALTINIŞIK tarafından hazırlanan tez çalışması 16.09.2019 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Malzeme Programı **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. H. Aygül YEPREM	Prof. Dr. Deniz UZUNSOY
Yıldız Teknik Üniversitesi	Bursa Teknik Üniversitesi
Danışman	Eş Danışman

Jüri Üyeleri

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

Doç. Dr. Ergün KELEŞOĞLU, Üye
Yıldız Teknik Üniversitesi _____

Dr. Öğretim Üyesi Nazlı AKÇAMLI, Üye
Bursa Teknik Üniversitesi _____

Danışmanım Prof. Dr. H. Aygül YEPREM sorumluluğunda tarafımca hazırlanan Alüminyum Oksit ve Grafen Takviyeli Hibrit Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemi ile 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.

Zehra ALTINIŞIK

İmza

Bu çalışma, Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Proje Koordinatörlüğü' nün FYL-2019-3510 numaralı projesi ile desteklenmiştir.

Aileme..

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca bana her konuda destek olan, karşılaştığım tüm sorunlarımda bana zaman ayıran, engin bilgi ve tecrübeleri ile bana yol gösteren değerli danışman hocam Prof. Dr. H. Aygül YEPREM'e, tez çalışmalarım boyunca bana ek laboratuvar imkanı sunan, uzmanlık alanı ve deneyimleri ile beni yönlendiren değerli eş danışman hocam Prof. Dr. Deniz UZUNSOY'a teşekkürü borç bilirim.

Laboratuvar çalışmalarım boyunca benden yardımlarını esirgemeyen her konuda danıştığım Bursa Teknik Üniversitesi Dr. Öğretim Üyesi Nazlı AKÇAMLI'ya, Araş. Gör. Cantekin KAYKILARLI'ya, Araş. Gör. Berk ŞENYURT'a, Araş. Gör. Burak KÜÇÜKELYAS'a, Malzeme Bilimi Yük. Müh. Gökçe BORAND'a teşekkür ederim.

Analiz çalışmalarım boyunca yardım sağlayan Prof. Dr. Sezgin BAKIRDERE'ye ve Yıldız Teknik Üniversitesi Merkez Laboratuvarı çalışanlarına teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak tüm eğitim hayatım boyunca ve beni bugünlere getiren hayatımın her anında beni maddi ve manevi destekleyen, yanımda olan, sabır ve anlayış gösteren çok kıymetli aileme olan sevgi, saygı ve şükranlarımı sunarım.

Zehra ALTINIŞIK

İÇİNDEKİLER

SİMGE LİSTESİ **VIII**

KISALTMA LİSTESİ **IX**

ŞEKİL LİSTESİ **X**

TABLO LİSTESİ **XIIII**

ÖZET **XIV**

ABSTRACT **XVI**

1 Giriş **1**

1.1 Literatür Özeti ... 1

1.2 Tezin Amacı ... 2

1.3 Hipotez ... 2

2 Toz Metalurjisi **4**

2.1 Toz Metalurjisi Üretim Tekniği ... 4

2.2 Toz Üretimi ... 5

2.2.1 Elektrolizle Üretim Teknikleri ... 6

2.2.2 Kimyasal Üretim Teknikleri ... 6

2.2.3 Atomizasyon Teknikleri ... 7

2.2.4 Mekanik Üretim Yöntemleri ... 7

2.3 Mekanik Alaşımlama ... 8

2.3.1 Mekanik Alaşımlamada Kullanılan Hammaddeler ... 10

2.3.2 Mekanik Alaşımlama İşlem ve Ekipman Parametreleri ... 11

2.3.3 Kullanılan Değirmen Türleri ... 11

2.4 Presleme ... 13

2.5 Sinterleme İşlemi ... 15

2.5.1 Katı Hal Sinterlemesi ... 17

2.5.2 Sıvı Hal Sinterlemesi ... 18

3 Kompozit Malzemeler **20**
3.1 Kompozit Malzemeler 20
3.2 Takviye Fazına Göre Kompozit Malzemeler 21
3.3 Matris Malzemesine Göre Kompozit Malzemeler 22
3.3.1 Metal Matrisli Kompozit Malzemeler 23
3.3.2 Al Matrisli Kompozit Malzemeler 25
3.3.3 Al Matrisli Hibrit Kompozit Malzemeler 26

4 Deneysel Çalışmalar **34**
4.1 Kullanılan Hammaddeler 34
4.2 Karışım Tozların Hazırlanması 34
4.3 Mekanik Alaşımlama Prosesi 35
4.4 Presleme İşlemi 36
4.5 Sinterleme İşlemi 37
4.6 Yoğunluk Ölçümleri 39
4.7 Mikroyapı İncelemeleri 40
4.8 SEM-EDS İncelemeleri 41
4.9 XRD Analizleri 42
4.10 Vickers Sertlik Ölçümleri 42

5 Deney Sonuçları ve Değerlendirme **43**
5.1 Yoğunluk Ölçümü Sonuçları 43
5.2 SEM-EDS İncelemeleri 46
5.3 XRD İncelemeleri 56
5.3.1 Mekanik Alaşımlanmış Toz Numunelerin XRD Sonuçları 56
5.3.2 Sinterlenmiş Numunelerin XRD Sonuçları 58
5.4 Vickers Sertlik Ölçüm Sonuçları 62
5.5 Optik İncelemeleri 64

6 Sonuç ve Öneriler **67**

Kaynakça **69**

Tezden Üretilmiş Yayınlar **74**

SİMGE LİSTESİ

dk	Dakika
°	Derece
gr	Gram
V	Hacim
K	Kelvin
MPa	Megapascal
m	Metre
μm	Mikrometre
mm	Milimetre
nm	Nanometre
sn	Saniye
°C	Santigrat derece
cm	Santimetre
TPa	Terapascal
ρ	Yoğunluk

KISALTMA LİSTESİ

EDS	Enerji Dağılımı Spektroskopisi
GNP	Grafen Nano Plaka
GNF	Graphite Nano Fiber
MA	Mekanik Alaşımlama
MMK	Metal Matrisli Kompozit Malzemeler
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
T/M	Toz Metalurjisi
XRD	X-Işını Difraksiyonu

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2.1 Toz metalurjisi işlem basamakları 5
Şekil 2.2 Toz metalurjisi kullanım alanları 5
Şekil 2.3 Elektroliz ile toz üretimi.....6
Şekil 2.4 Mekanik alaşımlamanın şematik gösterimi.....8
Şekil 2.5 Mekanik alaşımlama sırasında bilya toz etkileşimi 9
Şekil 2.6 Mekanik alaşımla safhaları.....10
Şekil 2.7 Spex tipi öğütücü 12
Şekil 2.8 Gezegen tipi öğütücü 13
Şekil 2.9 Atritör tipi değirmen 13
Şekil 2.10 Çeşitli metallerin sıkıştırma basıncı-yoğunluk ilişkisi 14
Şekil 2.11 Kalıp içerisinde preslemenin şematik görüntüsü 15
Şekil 2.12 Sinterleme işlemindeki katı hal difüzyon olayları 16
Şekil 2.13 Sinterleme esnasında meydana gelen geometrik değişimler 16
Şekil 2.14 Sinterleme esnasında parçacıkların birleşmesi 17
Şekil 2.15 Sıvı faz sinterleme aşamaları 18
Şekil 2.16 Sıvı faz sinterlemesinde çözelti tekrar çökelme aşaması.....19
Şekil 3.1 Kompozit malzemelerin şematik gösterimi 21
Şekil 3.2 Takviye fazının geometrisine göre kompozit malzemeler 21
Şekil 3.3 Matris malzemesine göre kompozit malzemelerin sınıflandırılması...22
Şekil 3.4 Metal matrisli kompozit malzemelerdeki takviye eleman türleri yüzdeleri 24
Şekil 3.5 Endüstride kullanılan metal matris malzeme oranları 26
Şekil 3.6 Uygulama alanlarına göre MMK'lerin üretim yöntemi oranları 32
Şekil 4.1 Toz hazırlama işlemi süreçlerinde kullanılan kapalı ortam kutusu (Glove Box) 35
Şekil 4.2 Fritsch Pulverisette 6 tipi öğütücü değirmen 36
Şekil 4.3 MSE marka tek yönlü manuel hidrolik pres.....37
Şekil 4.4 Preslenen numunelerin görüntüleri a)%100Al6061, b)%4Al_2O_3-%0,1GNP, c)Al6061-%8Al_2O_3-%0,25GNP, d)Al6061-%12 Al_2O_3-%0,5GNP, e)Al6061-%20 Al_2O_3-%1GNP 37
Şekil 4.5 Protherm PTF 15/50/610 marka tüp fırın.....38

Şekil 4.6 Sinterleme işlemi sıcaklık-süre grafiği 38

Şekil 4.7 Arşimet yoğunluk ölçüm kiti 39

Şekil 4.8 Nicon ECLIPSE MA100 marka optik mikroskop.....41

Şekil 4.9 Zeiss EVO® LS 10 marka taramalı elektron mikroskobu.....41

Şekil 4.10 PANalytical X'Pert PRO marka XRD analiz cihazı.....42

Şekil 4.11 QNESS / Q10 M MMT-X marka mikro sertlik ölçüm cihazı.....42

Şekil 5.1 Üretilen numunelerin sinterleme öncesi ve sonrası yüzde (%) yoğunluk değişimleri.....45

Şekil 5.2 Takviye oranına göre yüzde(%) yoğunluk değişimleri.....46

Şekil 5.3 Numunelerin SEM görüntüleri a) Saf Al6061 alaşımı, b-c) %4 Al_2O_3-%0,1GNP, d-e) %8 Al_2O_3-%0,25GNP, f-g) %12 Al_2O_3-%0,5GNP h-ı) %20 Al_2O_3 %1GNP.....46

Şekil 5.4 Numunelerin EDS analizi sonuçları a) Saf Al6061 alaşımı, b-c) %4 Al_2O_3-%0,1GNP, d-e) %8 Al_2O_3-%0,25GNP, f-g) %12 Al_2O_3-%0,5GNP h-ı) %20 Al_2O_3-%1GNP 50

Şekil 5.5 Saf Al6061 numunesinin SEM haritalama sonucu a) Haritalama yapılan bölge, b) Tüm elementlerin birlikte haritalanması c) O elementi , d) Al elementi 51

Şekil 5.6 4Al_2O_3-0,1GNP takviye oranına sahip numunenin SEM haritalama sonucu a) Haritalama yapılan bölge, b) Tüm elementlerin birlikte haritalanması, c) C elementi , d) O elementi , e) Al elementi 51

Şekil 5.7 8Al_2O_3-0,25GNP takviye oranına sahip numunenin SEM haritalama sonucu a) Haritalama yapılan bölge, b) Tüm elementlerin birlikte haritalanması, c) C elementi, d) O elementi, e) Al elementi 52

Şekil 5.8 12Al_2O_3-0,5GNP takviye oranına sahip numunenin SEM haritalama sonucu a) Haritalama yapılan bölge, b) Tüm elementlerin birlikte haritalanması, c) C elementi, d) O elementi, e) Al elementi 52

Şekil 5.9 20Al_2O_3-1GNP takviye oranına sahip numunenin SEM haritalama sonucu a) Haritalama yapılan bölge, b) Tüm elementlerin birlikte haritalanması, c) C elementi, d) O elementi, e) Al elementi 53

Şekil 5.10 12Al_2O_3-0,5GNP takviye oranına sahip numuneden alınan nokta analizi sonuçları a) 1. nokta b) 2. nokta c) 3. nokta analizi sonucu ..54

Şekil 5.11 4Al_2O_3-0,1 GNP takviye oranına sahip numuneden alınan nokta analizi sonuçları a) 1. nokta b) 2. nokta c) 3. nokta d) 4. nokta analizi sonucu 55

Şekil 5.12 Saf Al6061 tozuna ait XRD sonucu 56

Şekil 5.13 $4Al_2O_3$-0,1GNP takviye oranına sahip kompozit tozun XRD sonucu 57

Şekil 5.14 $8Al_2O_3$-0,25GNP takviye oranına sahip kompozit tozun XRD sonucu 57

Şekil 5.15 $12Al_2O_3$-0,5GNP takviye oranına sahip kompozit tozun XRD sonucu 58

Şekil 5.16 $20Al_2O_3$-1GNP takviye oranına sahip kompozit tozun XRD sonucu .58

Şekil 5.17 Sinterlenmiş saf Al6061 numunesinin XRD analiz sonucu 59

Şekil 5.18 Sinterlenmiş $4Al_2O_3$-0,1GNP takviye oranına sahip numunenin XRD analiz sonucu.....59

Şekil 5.19 Sinterlenmiş $8Al_2O_3$-0,25GNP takviye oranına sahip numunenin XRD analiz sonucu.....60

Şekil 5.20 Sinterlenmiş 12 Al_2O_3-0,5GNP takviye oranına sahip numunenin XRD analiz sonucu.....60

Şekil 5.21 Sinterlenmiş 20 Al_2O_3-1GNP takviye oranına sahip numunenin XRD analiz sonucu.....61

Şekil 5.22 Numunelere ait mikro sertlik grafiği 63

Şekil 5.23 Takviye oranı-sertlik ilişkisi grafiği 64

Şekil 5.24 Numunelerin optik mikroskop görüntüleri a) Saf Al6061 alaşımı, b-c) %4 Al_2O_3-%0,1GNP, d-e) %8 Al_2O_3-%0,25GNP, f-g) %12 Al_2O_3-%0,5GNP h-ı) %20 Al_2O_3-%1GNP 65

TABLO LİSTESİ

Tablo 3.1 Al matrisli hibrit kompozit malzemeler hakkındaki literatür çalışmaları.....27

Tablo 3.2 Alüminanın bazı fiziksel ve kimyasal özelikleri 29

Tablo 3.3 Grafenin bazı mekanik, kimyasal ve fiziksel özellikleri 31

Tablo 4.1 Üretilen kompozit toz numuneler ve üretim parametreleri.....34

Tablo 5.1 Numunelerin sinterleme öncesi boyutsal yoğunluk ölçüm sonuçları43

Tablo 5.2 Sinterleme sonrası numunelerin arşimet yoğunluk ölçüm sonuçları.44

Tablo 5.3 Numunelere ait vickers sertlik ölçüm sonuçları 62

ÖZET

Alüminyum Oksit ve Grafen Takviyeli Hibrit Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretimi ve Karakterizasyonu

Zehra ALTINIŞIK

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Prof. Dr. H. Aygül YEPREM

Eş-Danışman: Prof. Dr. Deniz UZUNSOY

Bu çalışmada, katkısız Al6061 alaşımı ve ağırlıkça %4Al_2O_3-0,1GNP, %8Al_2O_3-0,25GNP, %12Al_2O_3-0,5GNP, %20Al_2O_3-1GNP takviye oranları ile katkılandırılmış Al matrisli hibrit kompozit malzemeler her bir bileşenden 2 adet olmak üzere mekanik alaşımlama yöntemi (MA) ile üretilmiştir. Üretilen kompozit numunelerin optimum bileşim oranı saptanmaya ve bileşenlerin tekrarlanabilirlik özellikleri sağlanmaya çalışılmıştır. Üretilen kompozit toz numunelerin mekanik alaşımlama sonrası faz tayini için XRD analizleri gerçekleştirilmiştir. Tek eksenli manuel hidrolik pres ile kompozit toz numuneler 400 MPa yük uygulayarak preslenmiştir. Preslenmiş numunelerin boyutsal yoğunluk ölçüm değerleri hesaplanmıştır. Presleme sonrası pelet numuneler tüp fırın içerisinde, argon atmosferi altında, 620°C sıcaklıkta 2 saat süre ile sinterlenmiştir. Sinterlenen

numunelerin yoğunluk ölçüm değerleri Arşimet yoğunluk ölçüm prensibine göre hesaplanmıştır. Sinterleme öncesi ve sonrası numunelerin yoğunluk ölçümleri karşılaştırılmıştır. Sinterlenen numunelerin optik ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikro yapı incelemeleri, sertlik ölçümleri, XRD analizleri gerçekleştirilmiştir. Numunelerin farklı bileşen oranlarının numunelerin sertlik ve yoğunluk özellikleri üzerine etkisi belirlenmiştir. Kompozit malzemeye ilave edilen Al_2O_3 takviye fazının artışına paralel olarak GNP takviyesinin artışı malzemenin sertliğini arttırdığı sonucuna ulaşılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Grafen, toz metalurjisi, hibrit kompozit, mekanik alaşımlama.

ABSTRACT

Production and Characterization of Aluminum Oxide and Graphene Reinforced Hybrid Composites by Powder Metallurgy Method

Zehra ALTINIŞIK

Department of Metalurgy and Material Science Engineering

MSc. Thesis

Advisor: Prof. Dr. H. Aygül YEPREM

Co-advisor: Prof. Dr. Deniz UZUNSOY

In this study, pure Al6061 alloy and reinforced with $4Al_2O_3$-0,1GNP, $8Al_2O_3$-0,25GNP, $12Al_2O_3$-0,5GNP, $20Al_2O_3$-1GNP wt% reinforcement ratio Al matrix hybrid composite materials are produced by mechanical alloying method, 2 of each component. It has been tried to determine the optimum composition ratio of the produced composite samples and to provide the repeatability properties of the components. XRD analysis was performed for the phase determination of the composite powder samples after mechanical alloying. Composite powder samples were pressed with single-axis manual hydraulic press by applying 400 MPa load. Dimensional density measurement values of the pressed samples were calculated. After pressing, the pellet samples were sintered in tube oven under argon atmosphere at 620 ° C for 2 hours. The density measurement values of the sintered samples were calculated according to the Archimedes density measurement

principle. The density measurements of the samples were compared before and after sintering. Microstructure investigations with optical and scanning electron microscopy (SEM), hardness measurements and XRD analyzes of sintered samples were performed. The effect of different component ratios on the hardness and density properties of the samples was determined. It was concluded that the increase of GNP reinforcement increases the hardness of the material in parallel with the increase of Al_2O_3 reinforcement phase added to the composite material.

Keywords: Graphene, powder metallurgy, hybrid composite, mechanical alloying.

1
Giriş

1.1 Literatür Özeti

Teknolojinin gelişmesi ile birlikte mühendislik uygulamalarındaki değişimler hız kazanmıştır. Bugüne kadar süre gelen üretim yöntemleri ve malzemeler yerlerini yeni üretim yöntemlerine ve malzemelere bırakmaya başlamıştır. Kompozit malzemeler ve bu malzemelerin çeşitli üretim teknikleri bunlardan biridir.

Kompozit malzemeler iki ya da daha fazla malzemenin en iyi özelliklerini makro ölçekte bir araya getirerek ana malzemeye göre daha üstün özellikler elde etmek amacıyla üretilen malzemelerdir. Matris malzemesine takviye elemanı ya da elemanlarının optimum oranlarda ve optimum birleşimi ile geleneksel malzemelerden daha hafif, daha yüksek mekanik, kimyasal ve termal özelliklere sahip kompozit malzemeler üretmek mümkündür [1].

Metal matrisli kompozit malzemeler metal ve seramik malzemelerin özelliklerini yani süneklik ve dayanıklılık özelliklerini bir araya getirirler. Böylelikle yüksek mukavemet ve yüksek hizmet sıcaklığına sahip malzeme üretimlerine uygun hale gelirler. Havacılık, otomobil endüstrisi ve yapısal malzemelerin geliştirilmesinde olağanüstü potansiyel sergilerler [2].

Alüminyum matrisli kompozit malzemeler, metal matrisli kompozit malzeme grubu içerisinde mükemmel özelliklere sahip hafif potansiyel mühendislik malzemeleridir. Geliştirilmiş aşınma özellikleri, geliştirilmiş sertlikleri, düşük yoğunlukları ve arttırılmış mukavemetleri ile güncel malzemelere iyi bir alternatif sunmaktadır [3].

Hibrit kompozit malzemeler ise iki yada daha fazla takviye formunun bir araya gelmesiyle oluşan mühendislik malzemeleridir. Hibrit takviye alüminyum matrisli kompozit malzemelere, tek takviye elemanına sahip olan alüminyum matrisli

kompozit malzemelere kıyasla daha üstün mekanik özellikler sağlar. Literatürde takviye elemanı olarak SiC, Al_2O_3, grafit vb. kullanılmıştır [4], [5].

Al_2O_3 (alümina) parçacıklar ile güçlendirilmiş alüminyum matrisli kompozit malzemeler takviye edilmemiş alüminyum alaşımlarından daha iyi mekanik özellikler sağlarlar. Al_2O_3 parçacıklar alüminyum matris malzemesinin mukavemet özelliklerini, darbe yoğunluğunu, sertliğini, eğilme dayanımını, sıkıştırma mukavemetini arttırmaktadır. Yine bu seramik parçacıkların ilavesi ile birlikte sürtünme aşınmaları azalmaktadır. Bu sebeple özellikle tribolojik uygulamalar için Al_2O_3 takviyeli alüminyum matrisli metal matrisli kompozit malzemeler yaygın şekilde kullanılmaktadır [5].

2004 yılında sentezlenen bir malzeme olan grafen 2010 yılından itibaren kompozit malzemeler içerisinde takviye elemanı olarak kullanılmaya başlanmıştır. Grafen yaklaşık 1 atom kalınlığında sp^2 hibritleşmesine ve üstün mekanik özelliklere sahip olan karbonun allotropik yapısıdır. Üstün mekanik özelliklerinden dolayı grafen kompozit malzemeler içerisinde güçlendirici bileşen olarak yer almaktadır [6].

1.2 Tezin Amacı

Bu tezin amacı Al_2O_3 ve grafen takviyeli hibrit kompozit malzemeleri üretmek ve karakteristik özelliklerini incelemektir. Hem grafenin hemde Al_2O_3'nın alüminyum matrisli kompozit malzemeler üzerinde mekanik ve fiziksel özellikleri arttırıcı etkisi olduğu çalışmalarda ortaya konulmuştur. Bu sebeple bu çalışma kapsamında Al_2O_3 ve grafen takviye elemanı olarak kullanılarak alüminyum matrisli kompozit malzemelerde takviye oranı ile mikroyapı arasındaki ilişkileri ele almak ve takviye oranlarındaki tekrarlanabilirliği incelemektir.

1.3 Hipotez

Hem Al_2O_3 hem de grafenin alüminyum metal matrisli kompozit malzemeler üzerine olumlu etkilerinin olduğu literatürde ortaya konmuştur [3], [4], [6]. Alüminyum matris içerisine hibrit takviye olarak Al_2O_3 fiber ve Al_2O_3 partikülleri, grafit ve SiC, Al_2O_3 fiber ve SiC partikülleri, karbon fiber ve Al_2O_3 partikülleri

şeklinde çeşitli kombinasyonlar ile katkılandırılmış hibrit kompozit çalışmaları yürütülmüştür [4], [7]. Ancak alüminyum matrisli hibrit kompozit malzemeler üzerine olan çalışmaların sayısı üretim parametrelerinin çeşitliliklerinden dolayı tek takviyeli alüminyum kompozit malzemelere oranla azdır. Bu sebepten ötürü yapılacak olan çalışmanın özgün nitelikte olacağı ve literatüre katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

2
Toz Metalurjisi

2.1 Toz Metalurjisi Üretim Tekniği

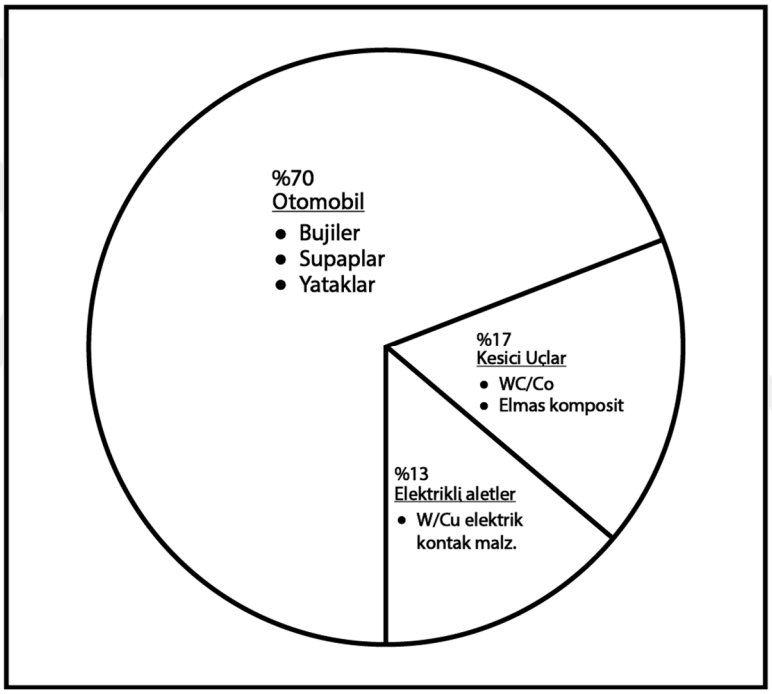
Toz metalurjisi (T/M) tozların işlemden geçirilerek yararlı mühendislik parçalarına dönüştürülmesini sağlayan bir üretim yöntemidir. Yöntem 0,01-1 μm den büyük 0,1-3 mm den daha küçük olan parçacıklarla ilgilenir. Toz metalurjisi işlemleri toz metalleri, seramikleri, parçacık takviyeli kompozitleri, plastik kalıplama ve hatta metal dövme gibi birçok tekniği kapsamaktadır. Birçok mühendislik malzemesinde arzu edilen özelliklere ulaşmak için kullanılan tozlar, tozların boyutları, fazların miktarları, seçilen uygun karışım yöntemi gibi parametreler aracılığı ile toz metalurjik parçalar üretilir. Bunlara en güzel örnek olarak parçacık takviyeli kompozit malzemeler verilebilir [8].

Yöntemin diğer üretim yöntemlerine göre bazı avantajları vardır. İlk avantajı karmaşık geometrili parçaların ekonomik ve seri olarak üretimlerine olanak tanımasıdır. Otomotiv endüstrisindeki yataklar, subaplar, katalitik konvertörler, bujiler, zincir dişlileri vb. parçalar T/M yöntemi ile seri ve ekonomik olarak üretilebilmektedir. Yine T/M yönteminde mikroyapı kontrolü ile birlikte istenilen özelliklere sahip ürünler elde edilebilmektedir. Hassas boyut toleranslarına sahip üretim sonrasında ilave talaşlı işlem gerektirmemesi de yöntemi cazip kılan sebeplerdendir [8], [9].

Toz metalurjisi ile üretim birkaç kademeden oluşmaktadır. Temel üretim işlem basamakları ve ara işlemler ile nihai toz metalurjik parça elde edilir. Şekil 2.1'de toz metalurjisi ile üretim yönteminde işlem basamakları verilmiştir.



Şekil 2.1 Toz metalurjisi işlem basamakları [8]



Şekil 2.2 Toz metalurjisi kullanım alanları [9]

2.2 Toz Üretimi

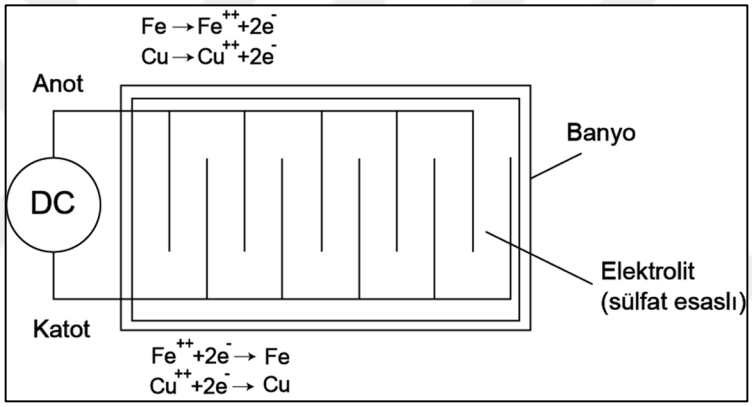
T/M ile üretilmiş olan bir parça için toz üretim yöntemi dolayısı ile üretilmiş olan tozların karakteristikleri önem arz etmektedir.Bir malzemeyi toz haline getirmek için seçilecek olan yöntem üretilecek parçanın istenilen özelliklerine, tepkimelere ve maliyet gibi faktörlerin seçimine bağlıdır. Toz üretim yöntemleri şunlardır:

- Elektrolizle Üretim Teknikleri
- Kimyasal Üretim Teknikleri

- Atomizasyon Teknikleri
- Mekanik Üretim Yöntemleri [8].

2.2.1 Elektrolizle Üretim Teknikleri

Elektroliz ile üretim tekniği aşağıda verilen Şekil 2.3'ten anlaşılabileceği gibi bir elektroliz hücresinin içerisinde anot ve katot tepkimeleri aracılığıyla gerçekleştirilir. Elektroliz içerisinden katot üzerine taşınım sayesinde birikinti saf olmaktadır. Katot üzerindeki bu gözenekli birikinti sıyırılıp yıkanır ardından kurutulup öğütülerek toz hale getilir. Bu yöntem ile üretilen tozlar genellikle yüksek saflıkta, dentritik ve süngerimsi yapıya sahiptir. Bu yapı ardından tavlama giderme işlemleri ile giderilir ve yüksek saflıkta dolayısı ile sıkıştırılabilirlikleri yüksek olan toz üretimi sağlanır [8], [10].



Şekil 2.3 Elektroliz ile toz üretimi [8]

2.2.2 Kimyasal Üretim Teknikleri

Kimyasal üretim ile toz üretim tekniğinde tepkime değişkenlerinin kontrolü ile çoğu toz malzeme parçacık boyutu ve şekli ayarlanarak üretilebilmektedir. Tozlar katı, sıvı yada buhar fazı reaksiyonları ile oluşturulur. Kimyasal üretim tekniği beşe ayrılmaktadır.

- Isıl bozunma
- Sıvıdan çökeltme
- Gazdan çökeltme
- Katının gazla bozunması
- Katı-katı tepkimeli sentez [8], [11].

2.2.3 Atomizasyon Teknikleri

Atomizasyon yöntemi ergitilmiş metalin gaz ya da sıvı çarpmasına maruz bırakılarak küçük parçacıklara dönüştürülür. Küçük damlacıklar birbirlerine çarpmadan hızlıca soğutulur ve toz haline getirilir. Yöntem ön alaşımlandırılmış metallarin kullanımı başta olmak üzere metaller ve metallerarası bileşiklerin toz haline getirilmesi için uygundur. Ergitilmiş sıvı metalin toz haline getiriliş şekline ve püskürtülen maddeye göre birkaç şekilde uygulanır.

- Gaz atomizasyonu
- Su atomizasyonu
- Savurmalı atomizasyon
- Döner disk atomizasyonu

Atomizasyon yönteminde üretilen tozun ergitilerek dönüştürülmesinden dolayı her bir toz taneciğinde kimyasal bileşim eşittir. Tüm metaller ergimeden dolayı tamamen alaşımlanmaktadır. Bu sebeple özelikle alaşım malzemelerinin toz hale getirilmesinde avantajlı bir yöntemdir [9], [12].

2.2.4 Mekanik Üretim Yöntemleri

Mekanik üretim yöntemleri uygulanan mekanik kuvvete göre 4'e ayrılır.

- Talaşlı imalat
- Aşındırarak öğütme
- Darbe yöntemi
- Mekanik alaşımlama

Talaşlı imalat ile üretimde kesme işlemi ile malzemenin parçalanmasıyla gerçekleştirilir. Geçmiş zamanlarda pek çok metal tozu tornalama ile elde ediliyordu. Aşındırarak öğütme yöntemi aşındırıcıların birbirleri üzerinde sürtünme hareketi sayesinde parçacıkların boyutunun küçültülmesi esasına dayanır. Darbe yöntemi ise çok hızlı anlık uygulamalarla yani çekiçle vurma gibi işlemlerle malzemenin boyutlarının küçültülmesidir [8], [9].

2.3 Mekanik Alaşımlama

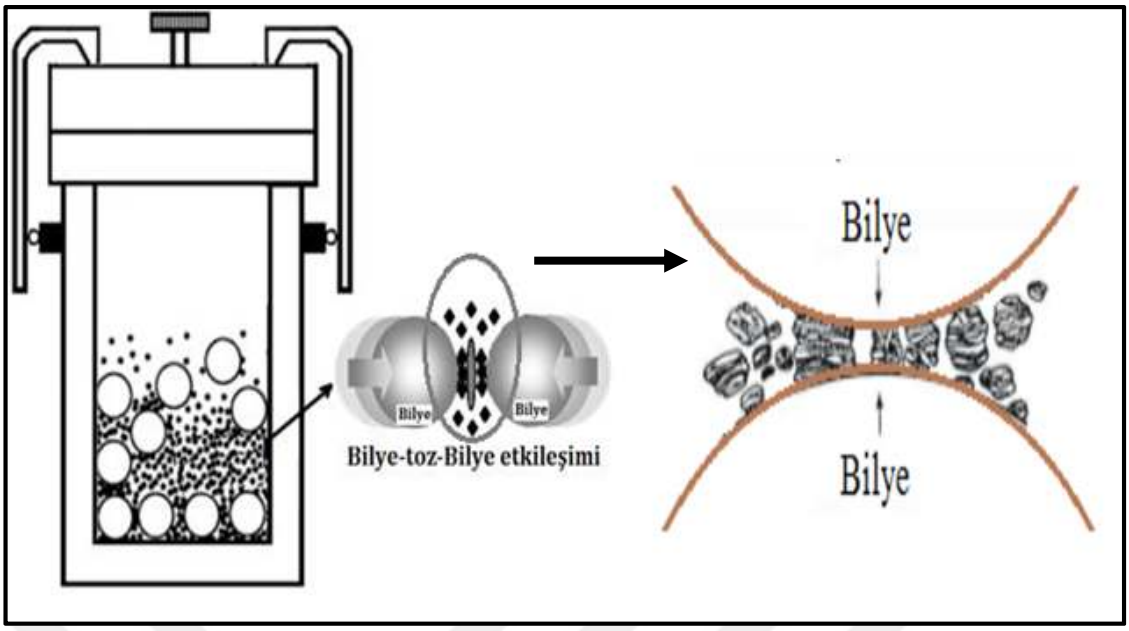
Mekanik alaşımlama işlemi karıştırmalı bir değirmene konulan bilya ve element tozlarının karışımı ile başlar. Mikroskobik ölçekte ardı ardına tekrarlanan çarpışma, soğuk kaynak ve kırılma olayları ile istenilen yeni alaşımlı tozlar üretilmiş olur. Başlangıçtaki karışım halinde olan parçacıklar işlem sonunda fazların dağılımı ile kaplanmış parçacıklar haline gelirler. İşlemin şematik gösterimi Şekil 2.4'te gösterilmiştir [8].

Yüksek sertliğe sahip olan oksit dağılımı ile güçlendirilmiş olan kompozit malzemeler yüksek sıcaklıktaki sürünme dayanımlarının yüksek olması sebebi ile uzun yıllardır kullanılmaktadırlar. Dağılımı gerçekleştirilecek olan oksit malzemelerin sertliklerinin yüksek olmasından dolayı matris malzeme içerisinde homojen dağılımlarının gerçekleştirilmesi zordur. Mekanik alaşımla tekniği ise bu dağılımı gerçekleştirmek amacı ile bu kompozitlerin üretilmesinde başarılı bir tekniktir [13].



Şekil 2.4 Mekanik alaşımlamanın şematik gösterimi [14]

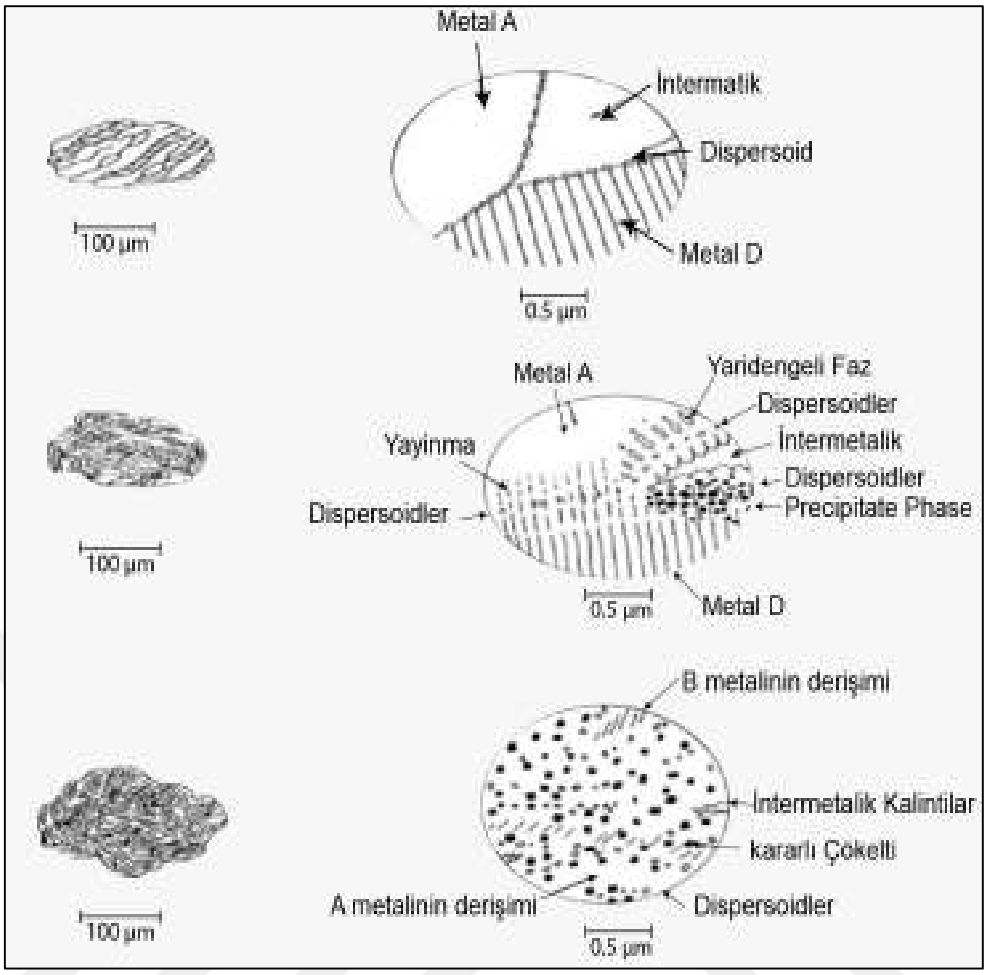
Şekil 2.4'te gösterilen değirmen içerisinde döndürme şaftına bağlı olan döner çark içi bilya dolu tankı çevirmeye başlar. Bilya aralarında kalan iki yada daha fazla hammaddeden oluşan karıştırma tozları ise Şekil 2.5'te gösterildiği gibi soğuk kaynak ve kırılma adımlarını takip ederek birbirleri içerisine homojen olarak alaşımlanmış olurlar.



Şekil 2.5 Mekanik alaşımlama sırasında bilya toz etkileşimi [15]

Mekanik alaşımlama son ürün elde edilene kadar 3 aşamada gerçekleştirilir. Bu aşamalar Şekil 2.6'da verilmiştir. Başlangıç aşamasında; yumuşak metal toz partiküllerinin her biri yassılaştırılır. Takviye elemanları tane sınırlarında katmanlı ve aralıklı olarak dizilirler. Böylelikle ilk safhada katmanlaşmış kompozit oluşur. Ara aşamada; öğütmenin devam etmesiyle soğuk kaynaklanma ve kırılma işlemleri devam eder. Parçacıklar sarmal lameller içerirler. Deformasyon miktarının artışıyla birlikte sıcaklık artar ve difüzyon kolaylaşır. Difüzyon dolayısıyla yarı dengeli faz oluşur. Bu safhanın sonlarında oksit dağılımı daha üniformdur. Bitiş safhasında; lameller daha ince ve karmaşık haldedirler. Parçacıkların sertliği doygunluk seviyesine ulaşmıştır. Her bir parçacık başlangıç toz karışımının kompozisyonuna ulaşır ve katmanlı boşluklar takviye elemanına yaklaşır. Eş eksenli olan bu duruma kararlı hal safhası da denilir [16], [17].

İşlemin sonucunda nano ölçekli ve amorf yapıdaki tozlar elde edilir. Elde edilen tozların kirlilik sorununa maruz kalmaması için bazı işlem koşulları yararlı olabilir. Heptan yada alkol gibi organik bir akışkanın ortam olarak seçilmesi, stearik asit yada basit polimerler gibi katkıların ilavesi ortam dengelenmesinde başarılı olmaktadır [14].



Şekil 2.6 Mekanik alaşımla safhaları [17]

2.3.1 Mekanik Alaşımlamada Kullanılan Hammaddeler

Bahsedildiği üzere mekanik alaşımlama prosesi iki yada daha fazla alaşım elementinin alaşımlandırılması üzerinedir. Bu alaşım elementleri 1 ila 100 μm arasındaki ticari saflıktaki başlangıç toz elementleridir. Parçacıkların toz boyutları bilya boyutundan küçük olduğu sürece çok önem arz etmez. Birkaç dakika içerisinde öğütmenin etkisi ile tozlar başlangıç boyutu fark etmeksizin mikron boyutuna indirgenir. Ön alaşımlandırılmış tozlar, refrakter bileşikler, saf metaller başlangıç tozları olarak kullanılır. Karbür, nitrür, oksit dağılımı ile dayanımı arttırılmış kompozit malzemeler üretilirler. Yaygın olarak ise oksitler kullanırlar. Mekanik alaşımlamanın ilk uygulama yıllarında başlangıç tozlarının en azından %15'inin tutucu olarak görev yapması için sünek olması gerekmekteydi. Son yıllarda ise tamamen kırılgan olan malzemelerin dahi mekanik olarak

alaşımlanması başarıyla sağlanabilmektedir. Alaşımlama için sünek malzeme kullanımı zorunluluğu ortadan kalkmıştır. Kullanılan hammadde kombinasyonlarına göre sünek-sünek, sünek-kırılgan ve kırılgan-kırılgan malzeme kombinasyonlarının mekanik alaşımlandırılması artık yapılabilmektedir [16].

2.3.2 Mekanik Alaşımlama İşlem ve Ekipman Parametreleri

- Kullanılan tozun hammaddesi ve boyutları
- Öğütücünün tipi
- Öğütücü kap
- Öğütücü hızı
- Öğütme zamanı
- Öğütücü kollar
- Öğütücü bilyalar
- Toz/bilya oranı
- Kabın doluluk oranı
- Değirmenin atmosferi
- Değirmenin sıcaklığı [16], [17].

2.3.3 Kullanılan Değirmen Türleri

Mekanik alaşımlamada kullanılan değirmenler çeşitli farklı özelliklere sahiptirler. Sahip oldukları toz öğütme kapasitesi, düzenek sistemleri, enerji kapasiteleri açısından farklı dizaynları vardır. Mekanik alaşımlamada kullanılacak olan değirmenin tipi doğrudan üretilecek olan tozun şekli boyutu gibi özellikleri etkileyeceğinden dolayı önemlidir. Başlıca kullanılan değirmen türleri 3'e ayrılır.

- Spex tipi öğütücüler
- Gezegen tipi öğütücüler
- Atritörler [16],[17].

Şekil 2.7'de gösterilen spex tipi öğütücüler 0.2-10 gram arasındaki kırılgan ve kuru numuneleri öğütebilen çift kelepçeli öğütücülerdir. Öğütücünün içerisinde bulunan her bir öğütme şişesi (vial) bir numune ve öğücütücü bilyalar içerir. Vialler, ileri-geri hareketlerle, vialin her bir ucunun 8 çizdiği kısa yanal hareketleri

birleştiren karmaşık bir hareketler dizisiyle sallanır. Bu birleşim hareketinin genliği 5 cm civarında olup 1200 devir/dakika hıza sahiptir. Bilyaların vuruş hızı 5 m/sn olduğundan bilyaların vuruş kuvveti yüksektir. Bundan dolayı bu değirmen tipleri yüksek enerjili olarak bilinirler. Spex tipi değirmenler bir tane öğütme haznesine sahip olabildikleri gibi öğütülen toz miktarını arttırmak amacıyla iki öğütme haznesiyle öğütme imkanınada sahiptir. Öğütme hazneleri alüminyum oksit, paslanmaz çelik, sertleştirilmiş çelik, zirkonyum dioksit, tungsten karbür, metaktrilik, hamatit, silis nitridi ve plastik gibi çeşitli malzemelerden yapılmaktadır [16], [18].



Şekil 2.7 Spex tipi öğütücü [19]

Şekil 2.8'de gösterilen gezegen tipi öğütücüler diğer bir popüler öğütücü türüdür. Yöntemin gezegen tipli olarak bilinmesi öğütme şeklinin gezegen hareketi şeklinde olmasındandır. Öğütme kapları bu kaplara ters yönde bir merkez kaç kuvveti oluşturacak ters yönde hareket eden bir tablanın üzerine yerleştirilmiştir. Tabla 1 birim dönüş yaptığında kavanoz 2 birim ters yönde hareket eder. Bu durum sürtünme hareketi yapıp öğütme bilyalarının öğütme duvarlarından kayarak serbest kalmasını ve öğütülen malzemeyle çarpışarak mekanik alaşımlamayı sağlar [16], [20].



Şekil 2.8 Gezegen tipi öğütücü [21]

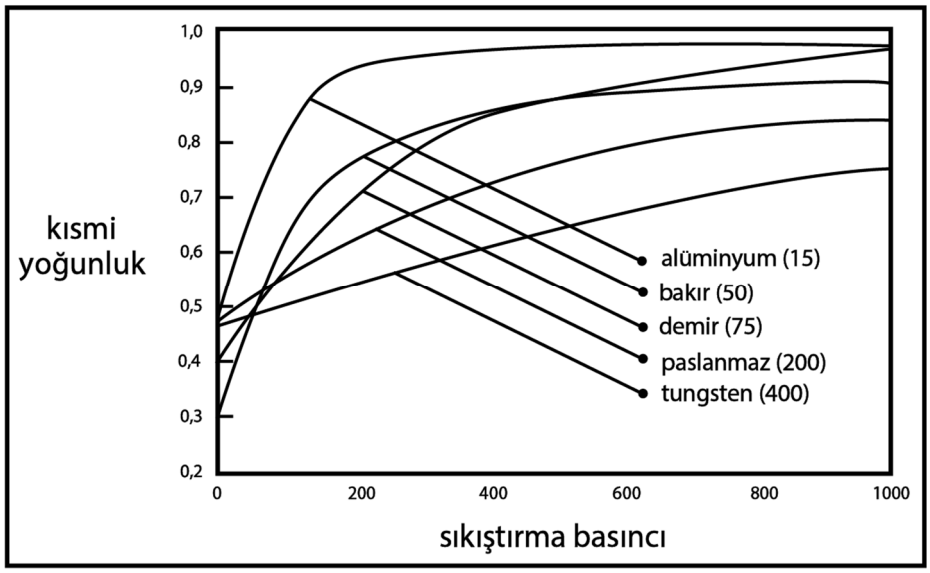
Şekil 2.9'da gösterilen atritör tipi değirmenler yarısı çelik bilyalar ile doldurulmuş olan dikey bir tamburdan oluşur. Bu tambura bağlanan ve karıştırıcı kolları olan milin dönüş hareketleri ile mekanik alaşımlama süreci başlar. Tambur içerisine konulan tozlar mil vasıtasıyla yüksek dönme hızlarına ulaşan tamburun yerçekimine karşı olan merkez kaç kuvvetinin etkisi ile küçük boyutlara indirgenir [16].



Şekil 2.9 Atritör tipi değirmen [22]

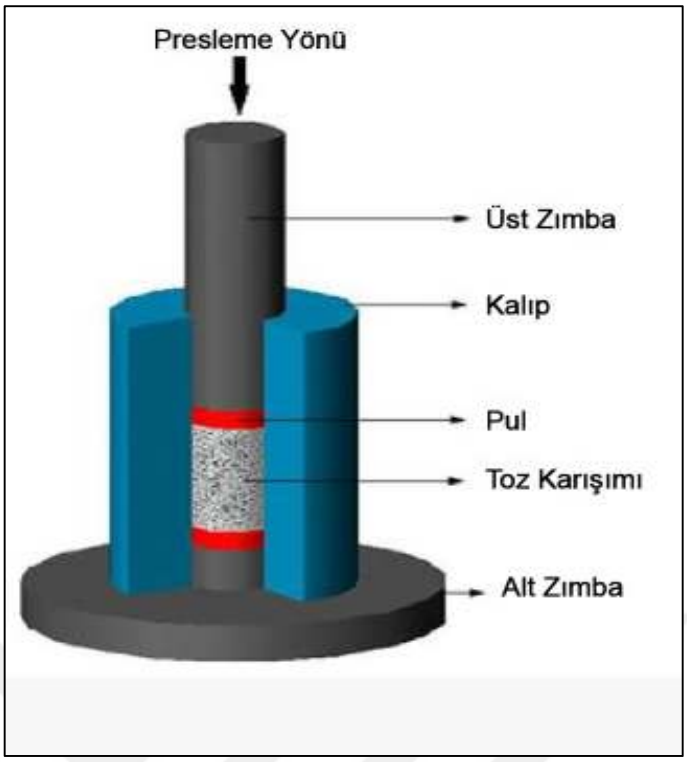
2.4 Presleme

Toz parçacıkların kalıp içerisinde basınç uygulanarak sıkıştırılıp yoğunlaştırılması işlemine presleme denir. Presleme aşamasında toz parçacıklar basınç etkisi ile birbiri üzerinde kaydırılır ve artan basınç etkisi ile sıkışıp plastik şekil değiştirirek yoğunlaştırılırlar. Şekil 2.10'da gösterildiği gibi düşük basınç altında toz yoğunlaşma işlemi önce hızlıdır ancak sıkıştırma devam ettikçe toz taneleri birbirlerine yaklaşır, gözenekler kapandıkça toz parçacıkları yoğunlaşmaya karşı direnç gösterirler [8].



Şekil 2.10 Çeşitli metallerin sıkıştırma basıncı-yoğunluk ilişkisi [8]

Presleme doğrudan parçanın yoğunluğunu dolayısı ile mekanik özelliklerini etkileyeceğinden dolayı toz metalurjisi ile parça üretiminin en önemli aşamasıdır. Şekil 2.11'de kalıp içerisinde preslemenin şematik görüntüsü verilmiştir. Preslemede alt zımba doldurma konumunda iken kalıp boşluğuna tozlar dolar. Üst zımba kalıba girer ve tozları sıkıştırır. Burada toz tanecikleri arasında tam bir bağ kuvveti oluşmamıştır. Preslemenin ardından elde edilen yoğunluk ham yoğunluk yani malzemenin kendi ağırlığını taşıyabileceği kadar kazandığı yoğunluktur. Tam bir yoğunluğa sinterleme işleminden sonra ulaşılabilir. Ham yoğunluğa ulaşan parça kalıp üzerine itilir. Preslemeden önce kalıp içerisine toz dolumunun homojenliği basılacak parçanın yoğunluk gradyanını etkiler. Bu sebeple preslemeden önce toz dolumu yapıldıktan sonra alt kalıp aşağı yönde çekilerek tozun kalıp merkezinde olması sağlanır. Elde edilen edilen ürün sinterleme öncesi ham yoğunluğa ulaşmış olan kompakt haldeki ara üründür [8], [23].[24]



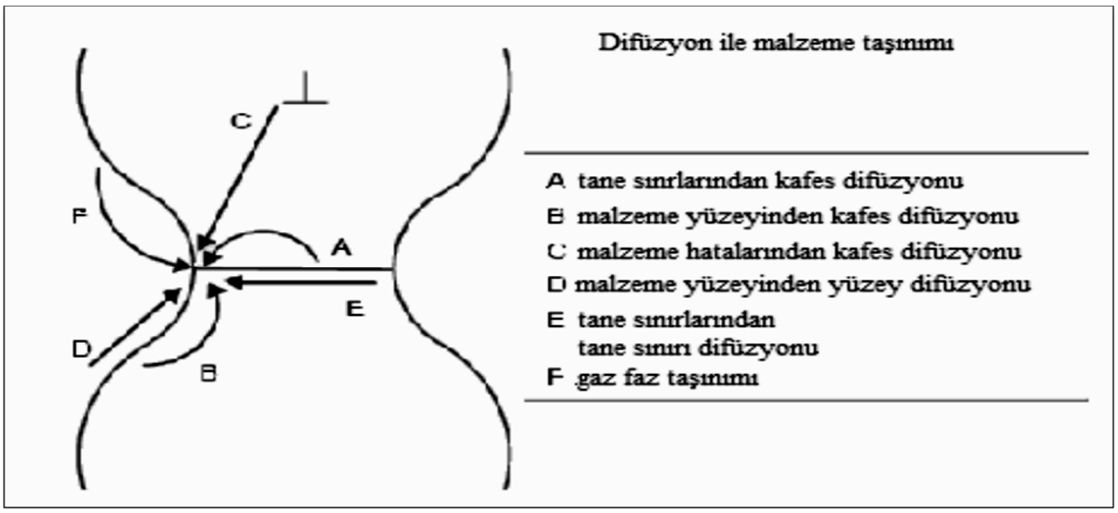
Şekil 2.11 Kalıp içerisinde preslemenin şematik görüntüsü [24]

2.5 Sinterleme İşlemi

Sinterleme işlemi presleme işleminden sonra uygulanılan bir ısıl işlemdir. Yaklaşık olarak preslenen parçanın ergime sıcaklığının yarısından fazla sıcaklıklarda uygulanır. Sinterleme işleminin amacı ham yoğunluktaki preslenen parçaya mukavemet kazandırmak ve parçayı istenilen kalite, şekil ve boyuta sahip bir ürüne dönüştürmektir. Sinterleme işlemi uygulanırken aynı zamanda oksit giderme, bağlayıcı giderme gibi ikincil işlemleride sağlamış olur. Sinterleme işleminde etkili olan çeşitli parametreler vardır.Bunlar; sıcaklık, ham yoğunluk, parçacık boyutu, malzeme bileşimi, zaman ve sinterleme atmosferidir.

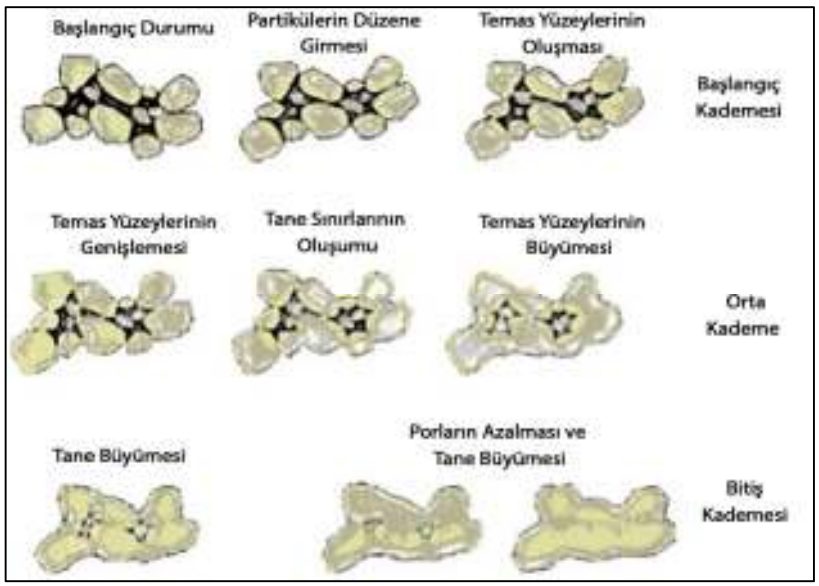
Sinterleme işlemi Şekil 2.12'de gösterildiği gibi yüksek sıcaklıklarda birbiri ile temas halindeki parçacıklar arasında katı hal difüzyon olayları ile bağ oluşumunu sağlarak küçük parçacıkların yüzey enerjisinin azaltılmasına dayanır. Sinterleme işlemininde esas amaç daima parçacıkların yüzey alanlarını azaltmakdır. Toz üretimi esnasında partiküllerin artan yüzey alanlarının azalması toz partikül

boyutuna bağlıdır. Küçük boyutlu partiküller daha fazla yüzey alanına sahip olduklarından dolayı daha hızlı sinterlenirler [23].



Şekil 2.12 Sinterleme işlemindeki katı hal difüzyon olayları [23]

Şekil 2.12'deki sinterleme mekanizmaları tane sınırlarındaki, kafeslerdeki ya da yüzeyler arasındaki difüzyon olaylarıdır. Bu difüzyonlar sinterlemedeki itici güçlerdir. Atomlar ısındıkça hareket ederler ve parçacıklar arasında geometrik değişimler meydana gelir. Bu geometrik değişimler Şekil 2.13'te gösterilmektedir [8], [25].



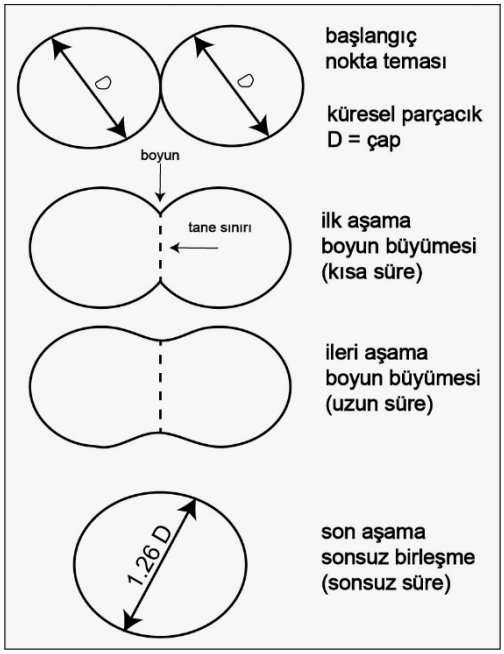
Şekil 2.13 Sinterleme esnasında meydana gelen geometrik değişimler [25]

Sinterleme prosesi partiküllerin sinterleme esnasındaki faz durumlarına göre temel olarak 2'ye ayrılır.

- Katı hal sinterlemesi
- Sıvı hal sinterlemesi

2.5.1 Katı Hal Sinterlemesi

Katı hal sinterleme mekanizması parçacıkların katı haldeyken yoğunlaştırılması esasına dayanır. Presleme işleminin ardından oluşan parçanın içerisinde parçacıklar birbirleriyle Şekil 2.14'deki gibi temas içerisindedir. Burada gösterildiği gibi katı halde ve birbirleriyle temas halinde olan iki parçacık için sinterleme uygulanırken parçacıklarda meydana gelen değişiklikler vardır. Başlangıçtaki temas noktası sinterleme işlemi devam ettikçe büyür, birleşir ve tane sınırı haline gelir. Bu tane sınırı büyüdükçe katı buhar arayüzeyinin yerini alır. Tane sınırı büyüdükçe boyun büyümesini başlatır. İşlem devam ettikçe bu boyun büyümesi giderek düzleşir ve iki parçacığın tamamen birleşmesini sağlar. İki parçacık birleştiğinde başlangıçtaki parçacıklarının çapının 1.26 katına sahip bir yarıçaplı tek bir parçacık haline dönüşür [26].

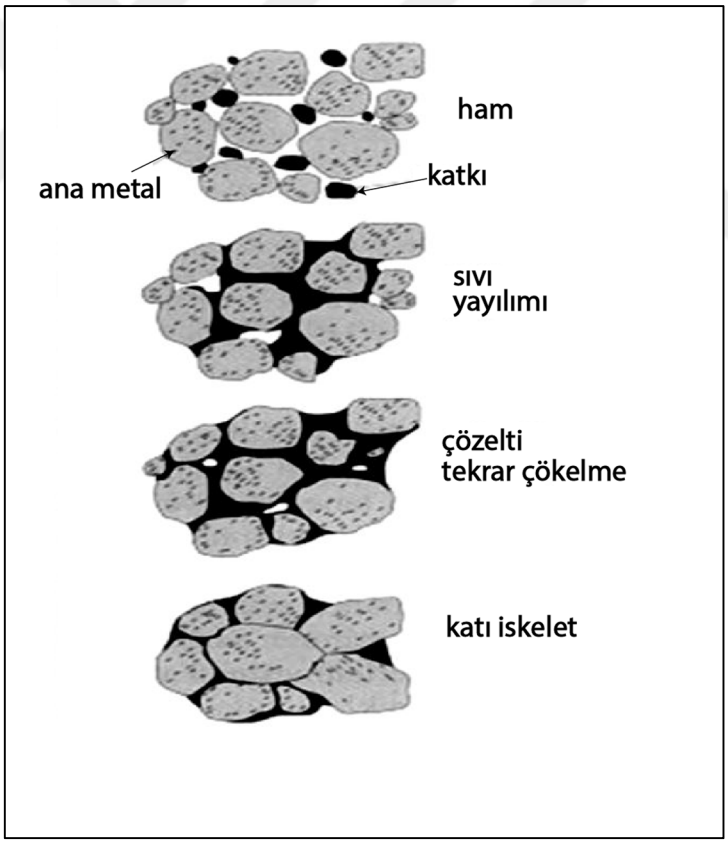


Şekil 2.14 Sinterleme esnasında parçacıkların birleşmesi [26]

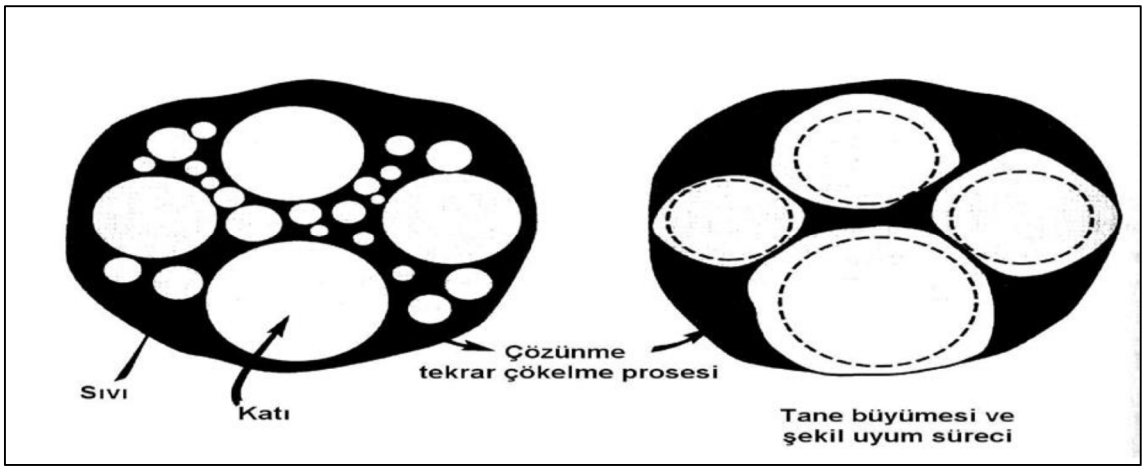
Sinterleme esnasında parçacıkların bu şekilde birleşmesi Şekil 2.14'te görülebileceği gibi sinterlemenin ilk ve ara aşamasıdır. Bu aşamalarda gözenekler düzensiz ve dışa açık haldedirler. Ara aşamada gözenekler küçülür ve taneler büyür. Son aşamada ise gözenekler kapalı ve küresel haldedir. Sinterleme işlemi bu aşamadan sonra devam ettikçe tane büyümesi artar [8], [26].

2.5.2 Sıvı Hal Sinterlemesi

Sinterleme işlemindeki temel amaç olan yoğunlaşmayı sağlamak sıvı hal oluşumu ile birlikte daha kolaydır. Sıvı faz tane sınırları aralarındaki gözenekleri doldurur. Bu sinterleme çeşidi ergime sıcaklıkları farklı olan toz partiküllerden oluşan parçalar için uygun bir yöntemdir. Şekil 2.15'de sıvı faz sinterleme aşamaları verilmiştir. Ergime sıcaklığı düşük olan fazın sıvı faz haline geçerek katı partikülleri ıslatması sıvı faz sinterleme işleminin dayanak noktasıdır.



Şekil 2.15 Sıvı faz sinterleme aşamaları [14]



Şekil 2.16 Sıvı faz sinterlemesinde çözelti tekrar çökelme aşaması [14]

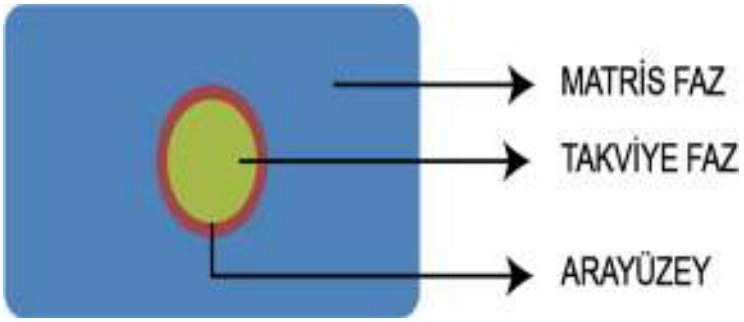
Başlangıçta katı hal sinterlemesinde olduğu gibi partiküller birbirlerine temas noktaları ile bağlanırlar. İşlemin devam etmesi ile birlikte sıvı faz katı partikülleri ıslatarak yeniden düzenlenmeyi sağlar. Böylelikle malzemede hızlı bir yoğunluk artışı olur. İlerleyen süreç ise sıvı fazların katı partiküllerin yayınımını desteklemesiyle devam eder. Şekil 2.16'de gösterildiği gibi çözelti tekrar çökelme olarak bilinen bu aşamada daha küçük boyuta sahip olan katı partiküller sıvı fazın içerisinde çözünür. Bu çözünen partiküller sıvı fazın içerisinden yayınım gerçekleştirerek daha büyük boyutlu partiküller üzerine çökelirler. Bu çökelme sonucunda ise daha büyük boyutlu az sayıda tane meydana gelir [8], [14].

3
Kompozit Malzemeler

3.1 Kompozit Malzemeler

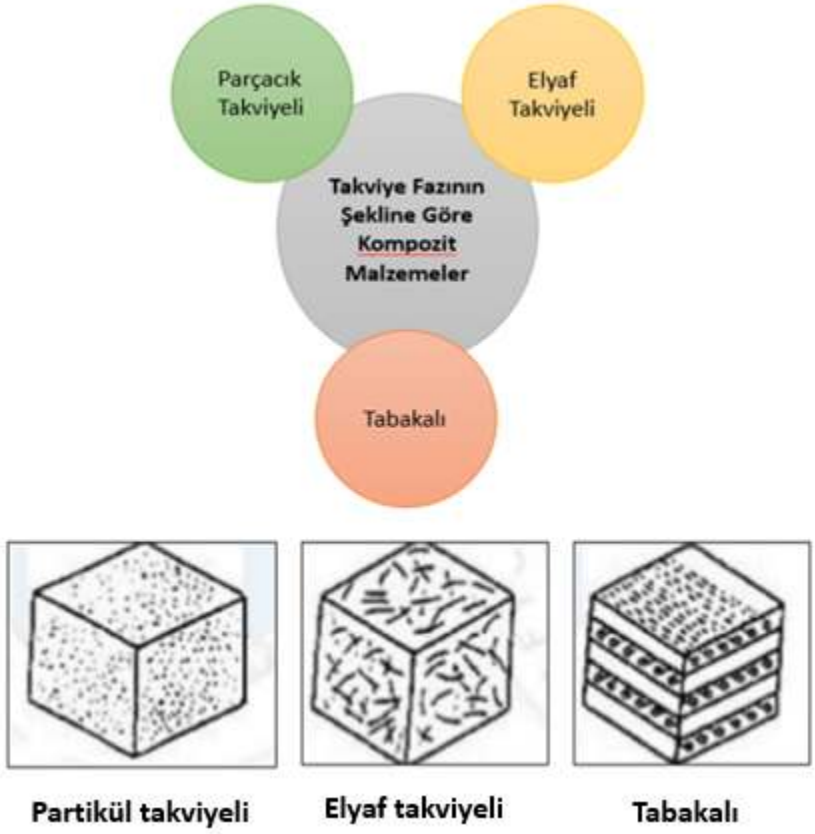
Tek başına metal alaşımı, polimer ve seramik malzemelerle sağlanamayacak özellikleri elde edebilmek için kompozit malzemeler günümüzün üstün mekanik özelliklere sahip malzemeleridir. İki ya da daha fazla malzemenin kombinasyonu olarak ifade edilebilir. Her malzemenin en iyi özelliklerini bir araya getirerek bileşenlerin özelliklerinden daha iyi özelliklere sahip yepyeni malzemelerdir. Yine doğal olarak meydana gelen malzemelerin aksine yapay olarak üretilmiş, makro ölçekte birleşim sağlayan çok fazlı malzemelerdir. Metaller, seramikler, polimerlerin en uygun kombinasyonları bu malzemelerin bir araya getirilmesinde bir çok farklı yöntem ile denenmiştir. Ancak bu kombinasyonların malzemenin pek çok özelliklerini iyileştirirken aynı zamanda bazı özelliklerinde de dezavantajlar sağlayabileceği göz önünde bulundurulmalıdır [27],[28].

Kompozit malzemeler, mukavemeti arttıracak ve malzeme üzerine gelen yükü taşıyacak olan bir ya da birden fazla takviye fazı ile bu takviye fazlarını saran matris adı verilen ana malzemeden oluşurlar (Şekil 3.1). Burada matris ve takviye fazı arasında bir arayüzey bağı oluşur. Matris malzemesi bir yük altında takviye fazını bir arada tutar ve gelen yükü bu ara yüzey bağı aracılığıyla takviye fazına homojen olarak dağıtır. Takviye fazının gelen yükü taşıyabilmesi kompozit malzemenin mekanik özellikleri açısından oldukça önemlidir. Bu sebeple ara yüzey bağının iyi oluşması kompozit malzemeler açısından önem arz etmektedir [29].



Şekil 3.1 Kompozit malzemelerin şematik gösterimi [29]

3.2 Takviye Fazına Göre Kompozit Malzemeler



Şekil 3.2 Takviye fazının geometrisine göre kompozit malzemeler [28]

Şekil 3.2'de görüldüğü gibi kompozit malzeme içerisine ilave edilen takviye elemanının geometrisi kompozit malzemelerin özelliklerini etkilemektedir. Bundan dolayı kompozit malzemeler takviye türüne göre 3 kategoride sınıflandırılırlar.

Partikül takviyeli kompozit malzemeler takviye fazının matris yapı içerisinde hemen hemen homojen bir yapı sergilemesinden dolayı elde edilen mekanik özellikler eş yönlüdür. Yine takviye fazının tane sınırı kaymasını engellemesiyle dağılım sertleşmesi etkisinden dolayı mekanik özelliklerde artış sağlanmaktadır. Partikül takviye olarak istenen özelliğe göre seramikler yada metaller kullanılır.

Elyaf takviyeli kompozit malzemeler ise elyaf takviyenin yönüne göre mukavemet verirler. Takviye yönüne paralel yönde mukavemet oldukça yüksek iken dik yönde mukavemet düşüktür. Ayrıca elyafların uzunluk/çap oranının artışı ile matris malzemeden elyafa iletilen yük doğru orantılıdır.

Tabakalı kompozit malzemeler en eski kullanım tipinde olan kompozitlerdir. Bu kompozitlerde farklı yönlendirilmiş elyaf takviyelere sahip tabakaların üst üste dizilmesi ile oldukça yüksek mukavemet değerleri elde edilir. Düşük maliyet özellikleri, yüksek dayanım ile hafif olmaları, mükemmel ısıl genleşme özellikleri gibi üstün özelliklere sahiptirler [28].

3.3 Matris Malzemesine Göre Kompozit Malzemeler



Şekil 3.3 Matris malzemesine göre kompozit malzemelerin sınıflandırılması [30]

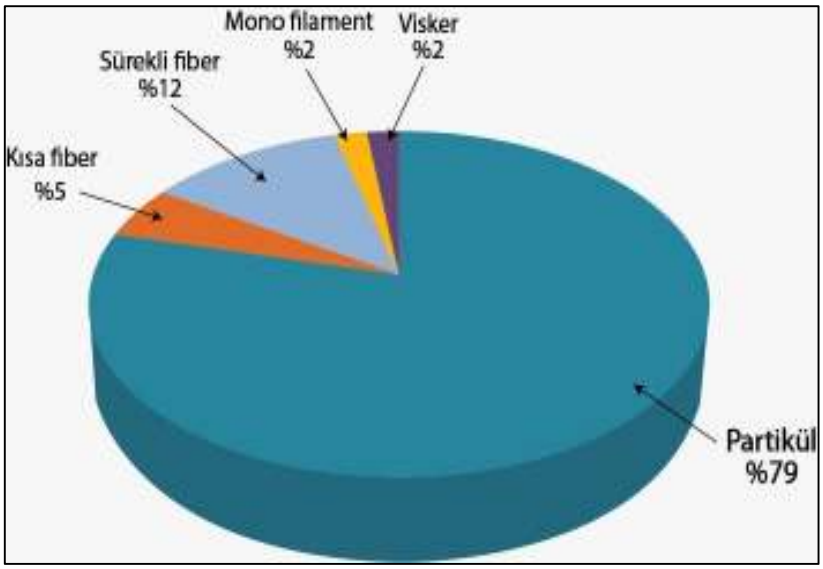
Polimer matrisli kompozit malzemeler; petrokimya esaslı, şekil verilebilen, korozyona karşı dirençli, uzun süreli kullanıma uygun ve birim kütle başına yük kapasitesi fazla olan kompozitlerdir. En yaygın kullanım alanına sahip kompozitlerdir.

Seramik matrisli kompozit malzemeler; yüksek sıcaklığa oldukça dayanıklı ve hafif malzeme olmaları ile ön plana çıkarlar. Bundan dolayı genellikle yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılırlar. Bununla beraber elektriksel ve termal olarak yalıtkanlıkları yüksektir [29].

3.3.1 Metal Matrisli Kompozit Malzemeler

İsminden de anlaşılacağı üzere matris malzemesi sünek metallerden oluşan kompozit malzemelerdir. Süperalaşımlar, alüminyum, bakır, çinko, magnezyum, titanyum ve benzeri metaller matris malzemesi olarak kullanılırlar. Bu kompozit malzemeler yüksek mekanik ve elastisite özellikleri, düşük yoğunlukları, aşınma dayanıklılıkları, korozyon dirençleri gibi sahip oldukları üstün özellikleri sebebiyle mühendislik uygulamalarında dikkat çekmeyi başarmışlardır [27], [28].

Metal matrisli kompozit malzemeler için en sık kullanılan takviye elemanları genellikle seramik bazlıdır. Silisyum karbür (SiC), silisyum nitrür (Si_3N_4), titanyum nitrür (TiN), bor karbür (B_4C), titanyum diborür (TiB_2), alüminyum nitrür (AlN), bor (B), grafit, alüminyum oksit (Al_2O_3), wolfram (W) ve molibden (Mo) bunların başlıcalarıdır.



Şekil 3.4 Metal matrisli kompozit malzemelerdeki takviye eleman türleri yüzdeleri [31]

Şekil 3.4'de görüldüğü gibi bu ilave takviye türleri kullanım alanlarına göre istenilen özellikleri elde etmek için farklı formlarda takviye edilirler.

Son yıllarda hafif metal matrisli kompozit malzemelere olan çalışmalarda önemli oranda başarılı sonuçlar elde edilmiş ve buna bağlı pek çok uygulama alanında MMK'ler yer almıştır. MMK'ler fiber pekiştiricili otomobil pistonları, alüminyum krank kasaları, güçlendirilmiş silindir yüzeyleri ve partikül pekiştiricilerle güçlendirilmiş fren disklerinde kullanılmaktadır.

Metal matrisli kompozit malzemelerin metaller ve diğer geleneksel malzemelerle kıyaslandığında bazı üstünlüklere sahiptirler. Bunlar;

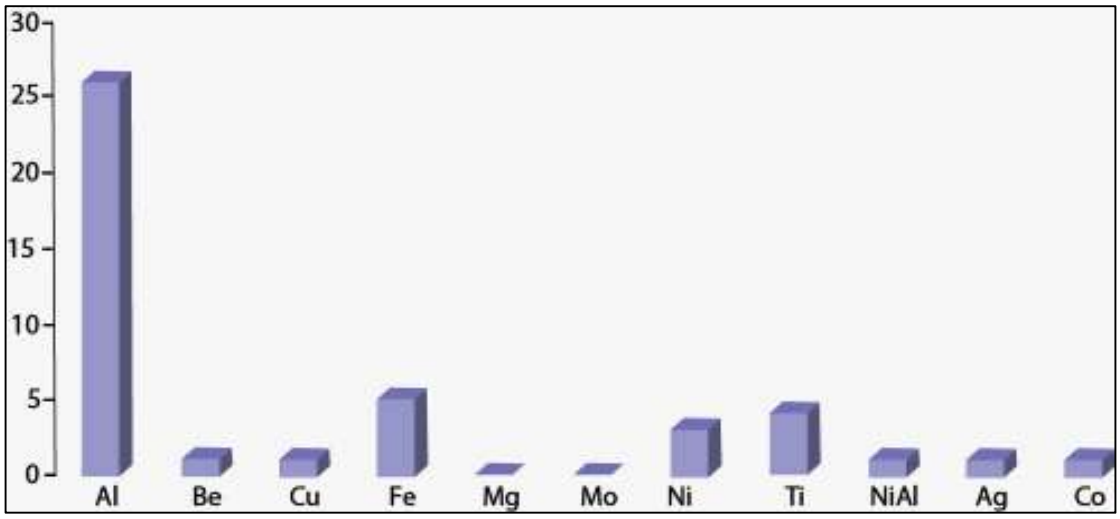
- Düşük yoğunlukları olması,
- Tekrar üretilebilir içyapı ve özelliklere sahip olmaları,
- Mukavemet ve elastisite modüllerinin yüksek olması,
- Darbe dayanım ve tokluk özelliklerinin yüksek olması,
- Yüzey sertliklerinin yüksekliği ve yüzey çatlaklarına hassas olmamaları,
- Termal şok dirençlerinin yüksek olması,
- Elektriksel ve ısıl iletkenliklerinin yüksek olması [31]

Metal matrisli kompozit malzemelerde matris malzemesinden beklenen özellikler vardır. Bu özellikler kompozit malzemenin özelliklerine etki edeceğinden dolayı matris malzemesinin seçimi önem arz etmektedir. Matris malzemesi kompozit malzemenin basma, kayma, akma dayanımı, sürünme özellikleri, korozyon direnci, dielektrik ve termo-mekanik özelliklerini belirler. Bu sebeple başta hafif olmasının istenmesinin yanı sıra matris malzemesi düşük yoğunluklu ve yüksek mukavemet özelliklerine sahip olmalıdır [23],[29],[31].

Başta hafif olmasından, çevresel etkilere karşı dirençli, kullanışlı mekanik özelliklere sahip olmasından dolayı metal matrisli kompozit malzemelerde matris malzemesi olarak bilhassa alüminyum matris üzerine yoğunlaşılmıştır [32].

3.3.2 Al Matrisli Kompozit Malzemeler

Alüminyum MMK malzemeler mükemmel özelliklere sahip yeni nesil kompozit malzemelerdir. Alüminyum ve alaşımları, aşınma davranışını ve mekaniksel dayanımı geliştirmek için seramiklerle takviye edilirler. Alüminyum ve alaşımlarının, seramik partiküllerinin iyi mekanik ve fiziksel özellikleri ile birleştirilmesi ile elde edilen alüminyum matrisli kompozitlerin kullanımı, gösterdikleri üstün özelliklerinden dolayı hızla artmaktadır. Partikül takviyeli Al matrisli kompozitler olağanüstü özgül sertlikleri, fiziksel ve mekanik özellikleri, yüksek spesifik modülleri, düşük termal genleşmeleri ve üstün aşınma özellikleri sebebi ile havacılık, elektronik ve otomobil gibi çeşitli endüstriyel alanlarda kullanılmaktadırlar [3],[24].



Şekil 3.5 Endüstride kullanılan metal matris malzeme oranları [31]

Endüstride Al matris tüm MMK malzemeler içerisinde Şekil 3.5'ten anlaşılabileceği gibi en çok tercih edilen matris malzemesidir. Bunun öncelikli sebebi olarak Al'un doğada çok fazla bulunması gösterilebilir. Yine Al'un oldukça hafif ve yüksek spesifik mukavemet özelliklerine sahip olması bu metali matris malzemesi olarak cazip kılar. Çözelti sertleşebilirlikleri ve yaşlandırılabilir özellikleri olmasıda yine mukavemet arttırmaya yönelik çalışmaların bu matris malzemesi için uygulanabileceğinin göstergesidir. Isıl ve elektriksel özelliklerinin yüksek olması malzemeyi matris seçiminde öncül hale getiren bir başka özelliğidir. Tüm bu özellikleri göz önüne alındığında Al matris; metal matrisli kompozit malzemeler içerisinde oldukça cazip bir hale gelmektedir [23],[31].

3.3.3 Al Matrisli Hibrit Kompozit Malzemeler

Hibrit metal matrisli kompozit malzemeler iki yada daha fazla takviye elemanı kullanılarak oluşturulan kompozit malzemelerdir. Bu kompozit malzemelerde tüm takviye elemanlarının en iyi özelliklerinden tek bir yapıda yararlanmak esas amaçtır. Son dönemlerde yapılan çalışmalarda iki ya da daha fazla takviye elemanı ile güçlendirilmiş Al matrisli kompozit malzemelerin özellikleri tek takviye elemanı ile güçlendirilmiş kompozit malzemelerin özelliklerinden daha üstün olduğu ortaya konulmuştur [33]. Birden fazla takviyelendirme ile Al matrisli hibrit kompozit malzemeler; yüksek mukavemet/ağırlık oranı, yorulma dayanımı,

aşınma dayanımı, yüksek spesifik modül gibi mekanik özelliklerinden dolayı mühendislik malzemelerinin ilgi odağı olmuştur [34].

Al matrisli hibrit kompozit malzemeler geleneksel malzemelerden üretim yelpazesi, üretim şekli, iç yapı, kullanım alanları gibi farklı açılardan ayrılırlar. Hibrit kompozitlerde bir metal matris fazı içerisinde birden fazla takviye malzemesinin kontrollü dağılımı mümkündür. Uygulama alanlarına göre Al_2O_3, TiC, Ti_2B, B_4C, TiN, Si_3N_4, grafit gibi takviye elemanları ilave edilerek optimum hafiflik, ısıl genleşme özellikleri, iletkenlik özellikleri, yoğunluk, dayanım özelliklerini sağlayabilecek şekilde Al matrisli hibrit kompozit malzemeler çeşitli üretim yöntemleri ile üretilirler. Farklı kombinasyon ve üretim yöntemleri halen denenmeye devam etmektedir. Geniş yelpazede üretim imkanları sunduğundan dolayı hibrit kompozit malzemeler üzerine olan çalışmalar yoğun şekilde devam etmektedir [35].

Pek çok hibrit kompozit malzeme kombinasyonları içerisinde kullanılmış olan alüminanın bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri Tablo 3.1'de verilmiştir.

Tablo 3.1 Al matrisli hibrit kompozit malzemeler hakkındaki literatür çalışmaları

2007	16th International Conference on Composite Materials	A356	%20Al_2O_3 ve %20GNF	Sertlik ve elastik modül değerlerinde artış meydana gelmiştir [36].
2017	Materials Today: Proceedings	Al6061	%3TiCp ve %10 Gr	Yüzey pürüzlülük kalitesinde artış meydana gelmiştir [7].
2014	International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology	Al6063	%6Al_2O_3 ve %1 Grafit	Aşınma direnci %17 artmıştır. Sertlik değeri %6 artmıştır [37].

Tablo 3.1 Al matrisli hibrit kompozit malzemeler hakkındaki literatür çalışmaları (devamı)

2016	Hindawi Publishing Corporation	Al6061	%12 Al_2O_3 ve %4 MoS_2	Çekme dayanımı %30 artmıştır. Aşınma oranı %50 azalmıştır [35].
2011	Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering	Al	%10 SiC-%6 Gr ve %3 Sb_2S_3	Tribolojik özelliklerde yüksek artış elde edilmiştir [38].
2015	Journal of Materials Research and Technology	Al356	%8RHA ve %8 SiC	Brinell sertlik değeri %60 artmıştır [39].
2014	Procedia Engineering	Al6061	%10SiC ve %5TiB_2	Çekme dayanımı %80 artmıştır. Sertlik %75 artmıştır [40].
2018	Materials Today: Proceedings	Al6082	%7,5 Fly Ash ve %7,5 SiC	Brinell sertlik değeri %50 artmıştır [41]
2018	Materials Today: Proceedings	Al	%9 SiO_2 ve %3C	Çekme dayanımı %50 artmıştır Sertlik %25 artmıştır [42]

Tablo 3.1 Al matrisli hibrit kompozit malzemeler hakkındaki literatür çalışmaları (devamı)

2013	Transactions of Nonferrous Metals Society of China	Al356	%3Mica ve %10 SiC	Sertlik değeri %15 artmıştır [43].
2014	Journal of Materials Research and Technology	A356	%8RHA ve %8 SiC	Aşınma direnci ve sertlik değerleri artmıştır [44].
2014	Procedia Engineering	Al6061	%9SiC ve %9Gr	Tribolojik özelliklerde yüksek artış elde edilmiştir [45]
2016	Journal of Polytechnic	Al2024	%10B_4C ve %15Al_2O_3	Sertlik , süneklik ve çapraz kırılma davranışları artmıştır [34]

Tablo 3.2 Alüminanın bazı fiziksel ve kimyasal özelikleri [46]

Termal iletkenlik katsayısı	28W/mK
Yoğunluk	3,98 gr/cm^3
Erime sıcaklığı	2050°C
Elastik modülü	~360 GPa
Genleşme katsayısı	7-8.8*10^{-6} m/K
Mikrosertlik	25 GPa

Alümina yüksek sıcaklık dayanımı, aşınma dayanımının yüksek olması ve yoğunluğunun düşük olması gibi özellikleri sayesinde kullanım alanlarına göre özellikle Al matrisli kompozit malzemeler içerisinde takviye elemanı olarak pek çok kez kullanılmıştır. Yüksek ergime sıcaklığı ile birlikte yüksek modüle sahip Al matrise takviyelendirildiklerinde iyi bir kompozit malzeme birleşimi oluştururlar. Yüksek sertlikleri sayesinde de sünek olan Al matrisin sertlik ve aşınma dayanıklılıklarında artış meydana getirirler [46].

Yapılan daha önceki çalışmalarda %5 ile %30 takviye oranlarında Al_2O_3 ile takviyelendirilmiş Al6061 alaşımının yorulma dayanımının toz metalurjisi yöntemi ile üretildiği durumda takviyelendirilmemiş alaşıma göre daha yüksek olduğu ortaya konulmuştur. Yine yapılan bir başka çalışmada vortex metodu ile üretilen Al_2O_3 parikülleri ile takviyelendirilmiş Al2024 alaşımının üretim esnasındaki uygulanan basınç ve 700°C'deki döküm ısısı ile en iyi ıslanabilirlik ve birleşmenin dolayısı ile optimum mekanik özellikler sağlandığını kaydetmişlerdir. Elektromanyatik karıştırma yöntemi kullanılarak elde edilen Al_2O_3 partikülleri ile takviyelendirilmiş A359 alaşımında ise çekme dayanımı ve sertlik değerlerinde artış meydana gelmiştir [47].

Bahsedilen tüm bu olumlu özelliklerinin yanı sıra Al_2O_3 gibi Al ve alaşımları içerisine takviye edilen seramik partiküller kompozit malzemenin işlenebilirlik özelliğinin azalmasına sebep olurlar. Bu gibi problemler kompozit malzeme içerisine ikincil bir takviye elemanının ilave edilmesi ile giderilebilirler. İlave edilen seramik partikül takviyeler herhangi bir başka takviye türüne göre daha yüksek mukavemete sahiptirler ve hibrit kompozit malzemeler içerisinde ana takviye elemanı olarak kullanılırlar. İkincil olarak ilave edilen takviye elemanı ise hibrit kompozitlerden daha düşük yoğunluğa sahip oldukları için ağırlık olarak maliyeti düşürürler. Böylelikle hibrit takviyelerin (birincil ve ikincil) özellikleri kompozit malzemenin özelliklerinin optimizasyonunu sağlamak için bir araya getirilebilir [48].

Grafen; yaklaşık bir atom kalınlığında olan tek tabakalı yapıya sahip karbonun bir allotropudur. Bu tek tabaka ve iki boyutlu yapıya sahip olan grafen 6 adet karbon

atomunun sp^2 hibritleşmesi yaparak oluşturduğu altıgen hücrelerin birleşerek tabaka oluşturmasıyla elde edilir. İdeal grafen yapısı tek tabakaya sahip olanlardır. Ancak birkaç tabakalı olan grafenler de aynı derecede öneme sahiptir. Grafenin tek tabakalı olması doğadaki tek iki boyuta sahip malzeme özelliğini vermesinin yanı sıra aynı zamanda grafene olağanüstü özellikler kazandırır. Bu özellikler Tablo 3.3'te verilmiştir.

Tablo 3.3 Grafenin bazı mekanik, kimyasal ve fiziksel özellikleri [49]

Teorik alanı	2630m^2/gr
Elastisite modülü	1 TPa
Çekme mukavemeti	130 Gpa
Termal iletkenliği	4840-5300 (W/m.K)
Yoğunluğu	2.25 g/cm3
Elektron hareketliliği	2.5x10^5 cm^2 /(V.s)

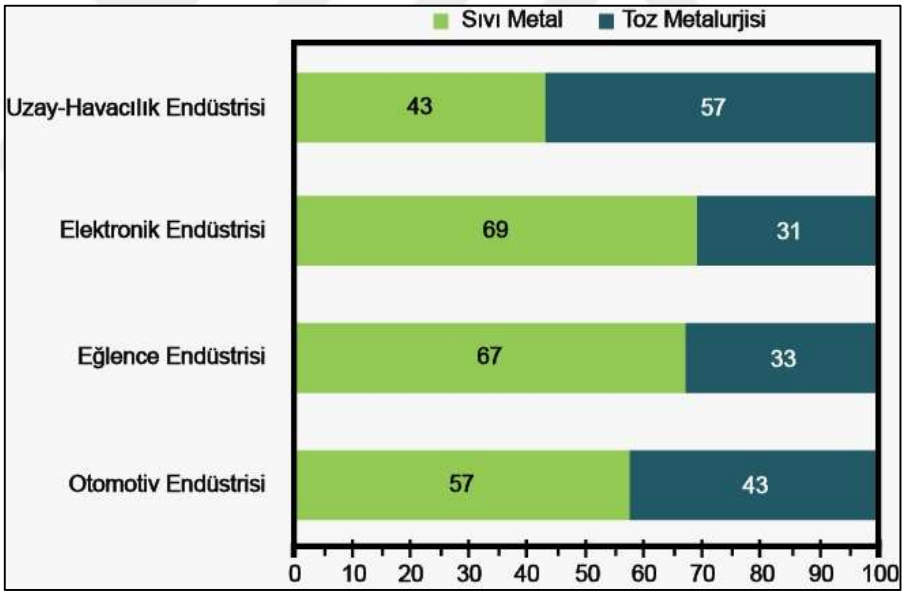
Tablo 3.3'ten de anlaşılacağı üzere sahip olduğu üstün özelliklerle silisyumdan 100 kat daha fazla elektriksel iletkenlik sağladığı, ısı iletkenliği yüksek olan elmastan daha yüksek ısı iletkenliğine sahip olduğu, yüksek elastisite modülü sayesinde çelikten 100 kat daha mukavemetli olduğu bilinmektedir. Bunların yanı sıra grafen oldukça esnek bir malzemedir. Böylelikle birçok malzemenin yüzeyine kolayca kaplanabilmektedir. Yüksek yüzey alanı sayesinde matris malzemesi ile iyi bir ara yüzey teması sağlanır. Kırışık ve katlanmış bir yapıya sahip olması takviye edildiği matris malzemesinin süneklik özellikleri üzerine de olumlu etki yapmaktadır. Farklı matris malzemeleri içerisinde tek boyutlu yapıya sahip karbonun başka bir allotropik yapısı olan karbon nanotüpler ile kıyaslandığında grafenin yapı içerisinde homojen dağılımının çok daha kolay olduğu görülmüştür. Grafen tabakalarından oluşan birkaç tabakalı yapıya ise grafen nano plaka (GNP) denilmektedir. Günümüzde düşük maliyetli toplu miktarda GNP üretmek

mümkün hale gelmiştir. Bu sebeple metal matrisli kompozit yapılar içerisinde grafen takviyelendirmesi üzerine ilgi artmaktadır [1], [6], [49].

Literatürde grafen takviyesinin Al matris içerisine ilave edilmesi çalışmalarda elde edilen sonuçlar olumludur. Yapılan bir çalışmada grafenin alüminyum matrise karıştırma döküm yöntemi ile % 0.33 takviyelendirilerek sertlik değerinde optimum artış sağlanmıştır. Yine aynı oranda takviyelendirme ile çekme mukavemetinde %60 artış sağlanmıştır [50].

Yapılan bir başka çalışmada grafenin % 0.30 oranında takviyelendirilmesi çekme dayanımında %126 artış sağladığı ve sürtünme katsayısını azalttığı tespit edilmiştir [49].

Kullanım alanına göre geniş bir tasarım imkanı sunan hibrit kompozit malzemeler farklı yöntemlerle üretilebilirler. En yaygın kullanılan üretim yöntemleri sıvı faz üretim yöntemleri ve toz metalurjisidir.



Şekil 3.6 Uygulama alanlarına göre MMK'lerin üretim yöntemi oranları [32]

Toz metalurjisi ile üretim teknikleri bu kompozit malzemelerin üretiminde oldukça önemli bir hale gelmiştir. Çünkü bu üretim yöntemi ile takviye edici partiküllerin daha fazla hacime sahip olan kompozit malzemeler üretilebilmektedir. Ön işleme gerek duymaksızın üretim sonrası ilave talaşlı işlem gerektirmeyen nihai şekilli kompozitlerin seri ve ekonomik olarak üretilebilmesi

bu yöntemi avantajlı hale getirir. Ek olarak sıvı metal üretim yöntemleri ile karşılaşılan parçacık kümelenmesi, ıslanabilirlik ve istenmeyen fazların oluşması gibi problemlerin mekanik alaşımlama yöntemi ile önüne geçilmektedir. Seramik takviyelendirilecek olan kompozit malzemelerin üretimlerinde yüksek ergime derecesine sahip olan bu partiküllerin ergimeye gerek duyulmaksızın mekanik olarak takviyelendirilmesi yine üretim kolaylığı açısından avantaj sağlamaktadır. Haricen sertlik derecesi yüksek olan seramik partiküllerin homojen dispersiyonları yine önceki yapılan çalışmalarda en optimum olarak mekanik alaşımlama yöntemi ile elde edilmiştir [15],[17],[51].

4
Deneysel Çalışmalar

4.1 Kullanılan Hammaddeler

Bu çalışma kapsamında matris malzemesi olarak Nanografi firmasından temin edilen %99,5 saflıkta ve 43 μm tane boyutuna sahip Al6061 alaşımı kullanılmıştır. Yine aynı firmadan temin edilen birincil takviye elemanı olarak 90-125 μm boyutuna sahip %99,5 saflıkta Al_2O_3 tozu ve ikincil takviye elemanı olarak ise 5 nm boyutundaki %99,9 saflıkta GNP kullanılmıştır.

4.2 Karışım Tozların Hazırlanması

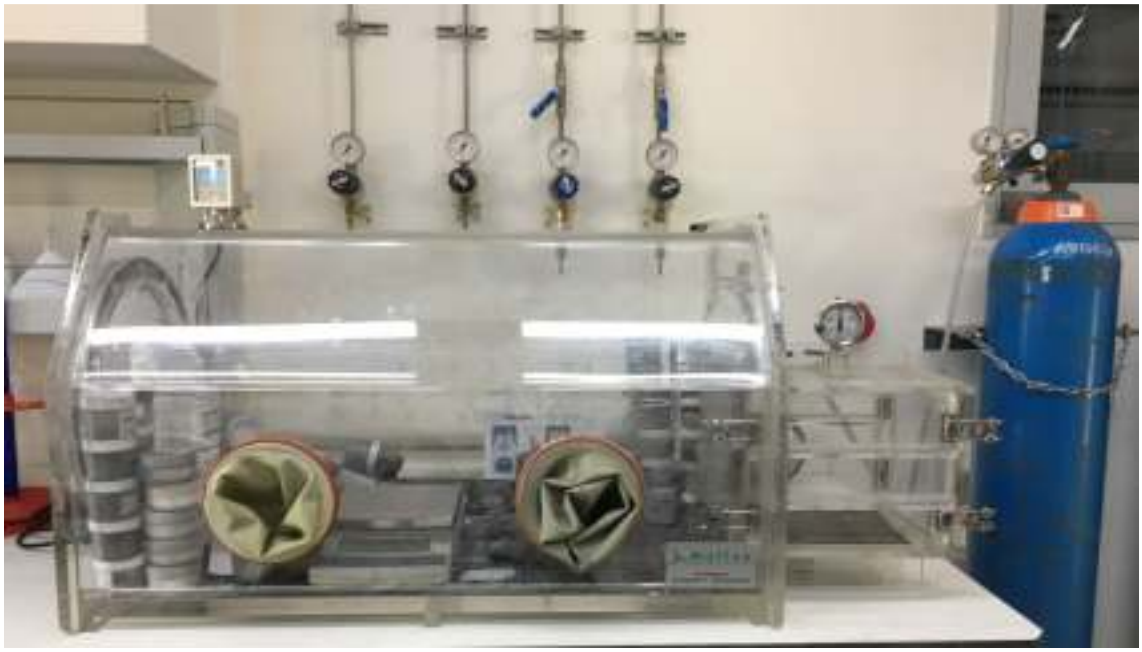
Tablo 4.1'de verilen takviye oranlarındaki karışım tozlar hazırlanmıştır. Aynı kimyasal bileşime sahip numuneler tekrarlanabilirliği gözlemlemek amacıyla sırasıyla 1, 2-3, 4-5, 6-7 ve 8-9 şeklinde saf ve numune çiftleri olarak hazırlanmıştır. Mekanik alaşımlama işlemi öncesi hazırlanan karışım tozlar toplamda 25 gr olacak şekilde MatTek marka vakuma alınabilen kapalı ortam kutusu içerisinde tartım işlemleri gerçekleştirilmiştir (Şekil 4.1). Karışım tozlara öğütme esnasında oluşabilecek topaklanmaları, tozların kap ve bilyalara sıyrılmasını önlemek amacıyla ağırlıkça %1 oranında çinko stearat ilave edilmiştir.

Tablo 4.1 Üretilen kompozit toz numuneler ve üretim parametreleri

Numune	Takviye Oranları	Toz/Bilya Oranı	M.A. Süresi	Değirmen Dönme Hızı	Yağlayıcı (%ağ.)
1	Saf Al6061	8/1	3 saat	300 rpm	%1
2-3	%4 Al_2O_3-%0,1GNP	8/1	3 saat	300 rpm	%1

Tablo 4.1 Üretilen kompozit toz numuneler ve üretim parametreleri (devamı)

4-5	%8 Al_2O_3-%0,25GNP	8/1	3 saat	300 rpm	%1
6-7	%12 Al_2O_3-%0,5GNP	8/1	3 saat	300 rpm	%1
8-9	%20 Al_2O_3-%1GNP	8/1	3 saat	300 rpm	%1



Şekil 4.1 Toz hazırlama işlemi süreçlerinde kullanılan kapalı ortam kutusu (Glove Box)

4.3 Mekanik Alaşımlama Prosesi

Hazırlanan toz karışımları Fritsch Pulverisette 6 tipi (Şekil 4.2) değirmende mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulmuştur. Öncelikle toz karışımlar öğütücü kap içerisine kapalı ortam içerisinde konulmuş ve sızdırmazlık contası kullanılarak koruyucu argon atmosferi altında kapatılmıştır. Ardından öğütücü kap değirmene yerleştirildikten sonra öğütme esnasında tozların oksitlenmesini önlemek ve kalıntı oksijeni gidermek amacıyla kap içerisine argon gazı verilmiştir. Alaşımlama işlemi için paslanmaz çelik kap ve bilya/toz oranı 8/1 olacak şekilde sertleştirilmiş çelik bilyalar kullanılmıştır. Öğütme işlemi belirlenen numune çiftleri için

tekrarlanabilirliği gözlemlemek amacıyla tüm takviye oranlarında 300 rpm dönme hızı ile 3 saat boyunca gerçekleştirilmiştir.



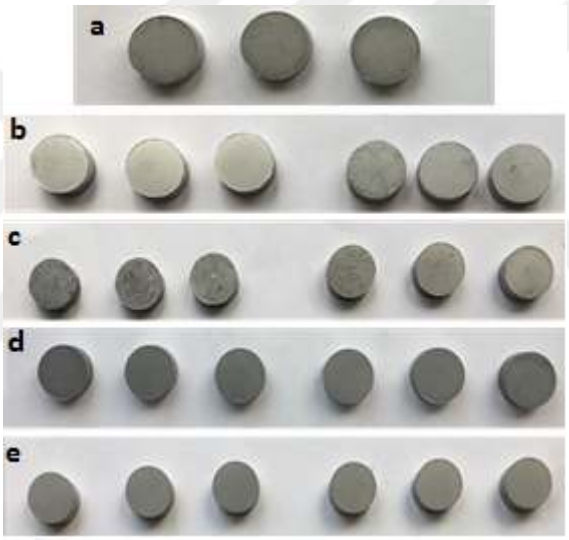
Şekil 4.2 Fritsch Pulverisette 6 tipi öğütücü değirmen

4.4 Presleme İşlemi

Mekanik alaşımlama yöntemi ile hazırlanan karışım tozlar kapalı ortam kutusu içerisinde açılarak presleme işlemine hazır hale getirmek için her biri 2,5 gr olacak şekilde toz tartımı yapılmıştır. Farklı oranlara sahip tartılan bu karışım tozların herbirinden 3'er tane olmak üzere toplamda 27 adet numune preslenmiştir. Presleme işlemi 10 ton yük kapasiteli MSE marka tek yönlü manuel hidrolik pres (Şekil 4.3) ile 400 MPa yük altında gerçekleştirilmiştir. Presleme sonucu elde edilen numuneler Şekil 4.4'te görülebileceği gibi 16mm çapında pelet şeklindedir.



Şekil 4.3 MSE marka tek yönlü manuel hidrolik pres



Şekil 4.4 Preslenen numunelerin görüntüleri a)%100Al6061, b)%4Al_2O_3-%0,1GNP, c)Al6061-%8Al_2O_3-%0,25GNP, d)Al6061-%12 Al_2O_3-%0,5GNP, e)Al6061-%20 Al_2O_3-%1GNP

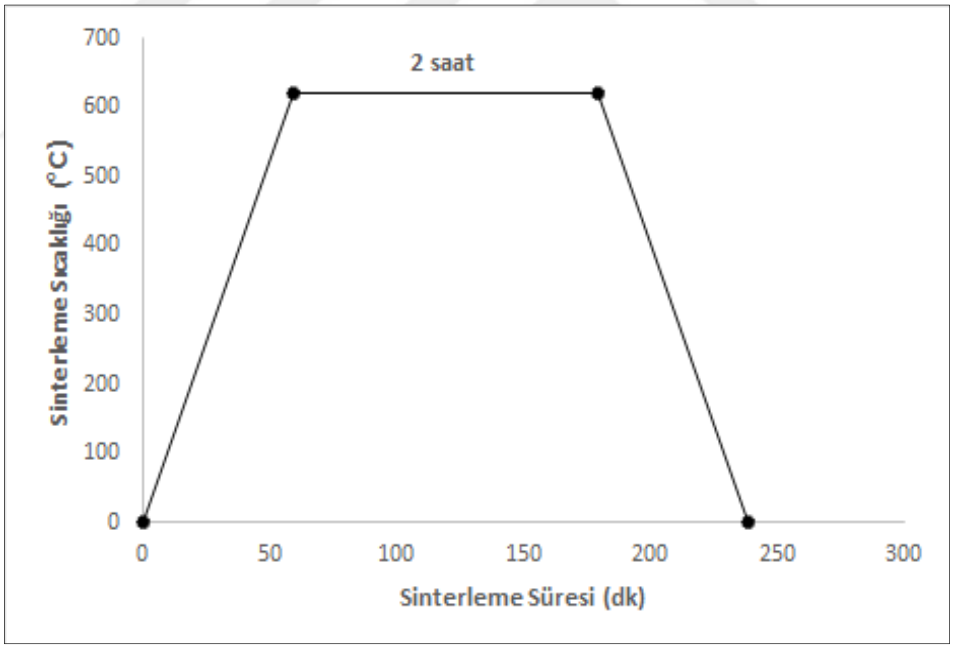
4.5 Sinterleme İşlemi

Pres uygulanmış pelet haldeki numuneler Protherm PTF 15/50/610 marka tüp fırın (Şekil 4.5) içerisinde sinterlenmiştir. Sinterleme işlemi 10°C/dk ısıtma hızı ile yapılmış olup fırın oda sıcaklığından 620°C'ye çıkarılıp 2 saat boyunca bekletilmiştir. Bekleme işleminin ardından 10°C/dk soğutma hızı fırın ile kontrollü olarak oda sıcaklığına soğulmuştur. Sinterleme numunelerin oksitlenmelerini önlemek amacıyla koruyucu Ar atmosferi altında yapılmış olup

işlem süresince fırın sürekli olarak 1lt/dk besleme hızına sahip Ar gazı ile beslenmiştir.



Şekil 4.5 Protherm PTF 15/50/610 marka tüp fırın



Şekil 4.6 Sinterleme işlemi sıcaklık-süre grafiği

4.6 Yoğunluk Ölçümleri

Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilmiş tozlardan hazırlanan 9 adet numunenin hem sinterleme öncesi hem de sinterleme sonrası göreli yoğunluk değerleri ölçülmüştür. Ölçüm sonuçları her bir numuneden 3 adet ölçüm yapılarak ortalama değer olarak verilmiştir. Sinterleme öncesi boyutsal yoğunluk numunelerden alınan boy-çap değerleri ile hesaplanmıştır. Sinterleme işlemi sonrası numuneler Precisa 205 A SCS marka hassas terazi ile Arşimet yoğunluk kiti kullanılarak ölçülmüştür (Şekil 4.7). Böylelikle sinterleme öncesi ve sonrası yoğunluk ölçümleri yapıdaki yoğunlaşma değişimleri tespit etmek için yapılmıştır.



Şekil 4.7 Arşimet yoğunluk ölçüm kiti

Numunelerin sinterleme öncesi ve sonrası göreceli yoğunluklarının hesaplanabilmesi için öncelikli olarak aşağıda verilen karışım kuralı formülü kullanılarak teorik yoğunlukları hesaplanmıştır.

$$\rho_{teorik} = \rho_{matris} \text{ x } V_{matris} + \rho_{takviye1} \text{ x } V_{takviye1} + \rho_{takviye2} \text{ x } V_{takviye2} \qquad (5.1)$$

- $\rho_{matriks}$: Matris malzemesinin yoğunluğu
- $V_{matriks}$: Matris malzemesinin hacim yüzdesi
- $\rho_{takviye1}$: Birincil takviye elemanının yoğunluğu
- $V_{takviye1}$: Birincil takviye elemanının hacim yüzdesi
- $\rho_{takviye2}$: İkincil takviye elemanının yoğunluğu
- $V_{takviye2}$: İkincil takviye elemanının hacim yüzdesi
- ρ_{teorik} : Matris malzemesinin teorik yoğunluğu

Sinterleme sonrası yoğunluk değerleri için öncelikle numunelerin havadaki ağırlığı ölçülmüştür. Ardından yoğunluğu bilinen sıvı içerisinde 1,5 dk boyunca beklenerek askıdaki ağırlığı ölçülmüştür. Aşağıdaki formül ile yoğunlukları hesaplanmıştır.

$$\rho_{numune} = [(M_{hava}/(M_{hava}-M_{sıvı}) \text{ x } (\rho_{ortam} - \rho_{hava})] + \rho_{hava} \quad (5.2)$$

- ρ_{numune}=Ölçüm yapılan numunenin yoğunluğu
- M_{hava}=Numunenin havadaki ağırlığı
- $M_{sıvı}$=Numunenin ölçüm yapılan sıvı içerisindeki ağırlığı
- $\rho_{sıvı}$=Ölçüm yapılan sıvının yoğunluğu
- ρ_{hava}=Havanın yoğunluğu

4.7 Mikroyapı İncelemeleri

Sinterleme sonrası üretilen numuneler mikroyapı incelemelerine hazır hale getirilmek için numune hazırlama işlemlerine tabi tutulmuşlardır. Numuneler sırası ile 320, 400, 600, 800, 1000, 1200, 2500 numaralı zımparalama kağıtları ile zımparalandıktan sonra 6 μm elmas solüsyon ile parlatılmıştır. Ardından mikroyapı incelemeleri Nicon ECLIPSE MA100 marka optik mikroskop ile yapılmıştır (Şekil 4.8). Böylelikle numunelerin farklı bileşenlerdeki mikroyapısal görüntüleri arasındaki farklılıklar ortaya konulmuştur.



Şekil 4.8 Nicon ECLIPSE MA100 marka optik mikroskop

4.8 SEM-EDS İncelemeleri

Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilmiş tozlardan elde edilen kompozit pelet numuneler numune hazırlama işlemlerinin ardından SEM incelemelerine hazır hale getirilmişlerdir. Numunelerin görüntüleri Zeiss EVO® LS 10 marka taramalı elektron mikroskobu ile alınmıştır (Şekil 4.9). Numunelerin gerekli yerlerinden EDS analizleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.9 Zeiss EVO® LS 10 marka taramalı elektron mikroskobu

4.9 XRD Analizleri

MA sonrası üretilen kompozit toz numunelerin alaşımlama sonrası numunelerdeki mevcut fazların belirlenmesi ve sinterleme sonrası pelet haldeki numunelerin sinterleme sonrası faz incelemeleri amacı ile XRD analizleri gerçekleştirilmiştir. Analiz PANalytical X'Pert PRO marka (Şekil 4.10) XRD cihazı ile 40 kV ve 40 mA koşulları altında CuKα radyasyonu kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 4.10 PANalytical X'Pert PRO marka XRD analiz cihazı

4.10Vickers Sertlik Ölçümleri

Numunelerin sinterleme sonrası sertlik ölçümleri QNESS / Q10 M MMT-X marka mikro sertlik cihazında 5 kg yük altında gerçekleştirilmiş olup elde edilen sonuçlar Vickers sertlik değeri HV cinsinden tespit edilmiştir. Sonuçların güvenilirliği açısından her bir numuneden 10'ar adet ölçüm yapılmış ve sonuçlar ortalama değer olarak verilmiştir.



Şekil 4.11 QNESS / Q10 M MMT-X marka mikro sertlik ölçüm cihazı

5
Deney Sonuçları ve Değerlendirme

5.1 Yoğunluk Ölçümü Sonuçları

Numunelerin sinterleme öncesi dijital kumpas yardımı ile hesaplanan boyutsal yoğunlukluk değerleri Tablo 5.1'de verilmiştir.

Tablo 5.1 Numunelerin sinterleme öncesi boyutsal yoğunluk ölçümü sonuçları

Boyutsal Ölçüm Sonuçları				
Numune Çiftleri	**Bileşim Oranı (%ağ.)**	**Ölçülen Yoğunluk**	**Teorik Yoğunluk**	**Yüzde Yoğunluk(%)**
1	Saf Al6061	2,436	2,70	90,22
2	$4Al_2O_3$-0,1GNP	2,395	2,752	87,02
3		2,355	2,752	85,57
4	8 Al_2O_3-0,25GNP	2,473	2,799	88,35
5		2,425	2,799	86,63
5	$12Al_2O_3$-0,5GNP	2,484	2,860	86,85
7		2,448	2,860	85,59
8	$20Al_2O_3$-1GNP	2,398	2,947	81,37
9		2,446	2,947	82,99

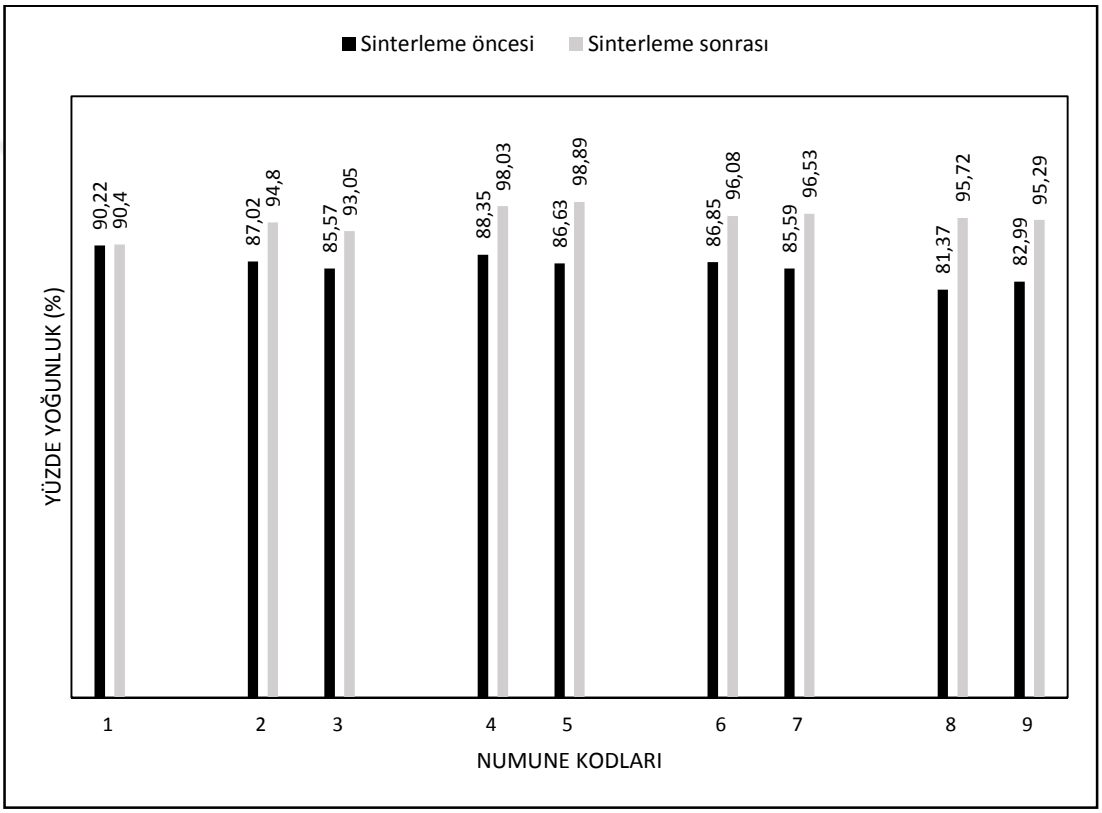
Arşimet ölçüm kiti ile hesaplanan numunelerin sinterleme sonrası yoğunluk ölçüm sonuçları ise Tablo 5.2'de verilmiştir.

Tablo 5.2 Sinterleme sonrası numunelerin arşimet yoğunluk ölçüm sonuçları

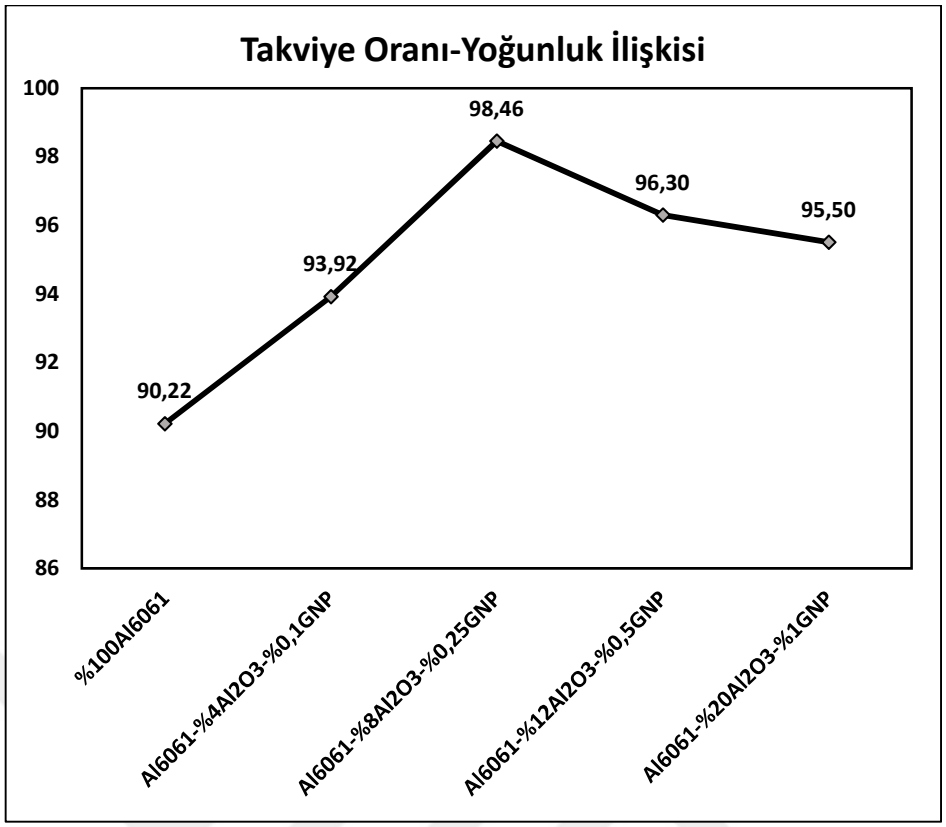
Arşimet Ölçüm Sonuçları				
Numune Çiftleri	**Bileşim Oranı (%ağ.)**	**Ölçülen Yoğunluk**	**Teorik Yoğunluk**	**Yüzde Yoğunluk(%)**
1	Saf Al6061	2,495	2,70	90,40
2	$4Al_2O_3$-0,1GNP	2,609	2,752	94,80
3		2,561	2,752	93,05
4	$8Al_2O_3$-0,25GNP	2,744	2,799	98,03
5		2,768	2,799	98,89
6	$12Al_2O_3$-0,5GNP	2,748	2,860	96,08
7		2,802	2,860	96,53
8	$20Al_2O_3$-1GNP	2,821	2,947	95,72
9		2,807	2,947	95,29

Tablo 5.1 ve Tablo 5.2 kıyaslandığında genel olarak tüm numunelerde sinterleme sonrası belirli oranlarda yoğunluk yüzdelerinde artış sağlanmıştır. Şekil 5.1'den görülebileceği gibi değerler bileşen oranlarına göre değişiklik göstermekle birlikte numune çiftlerinde kendi içinde tekrarlanabilirlik sağlanmıştır. Sinterleme sonrası yoğunluk değerleri %90-98 arasındadır. Şekil 5.2'de takviye oranlarına bağlı

olarak artan Al_2O_3 ve GNP miktarı ile birlikte $8Al_2O_3$-0,25GNP takviye oranına sahip numunelere kadar yoğunluk değerlerinde artış sağlanmıştır ve en yüksek yoğunluk değerine ortalama %98,46 olmak üzere bu numunelerde ulaşılmıştır. $12Al_2O_3$-0,5GNP takviye oranına sahip numunelerden sonra GNP ve Al_2O_3 artışı yoğunluk değerlerinde azalmaya sebep olmuştur. Buna sebep olarak sert ve kırılgan Al_2O_3 partiküllerinin oranının artması ile birlikte artan soğuk deformasyonun etkisi presleme esnasındaki sıkıştırılabilirliği azaltarak yoğunluk üzerine olumsuz etki yaratmış olduğu gösterilebilir.



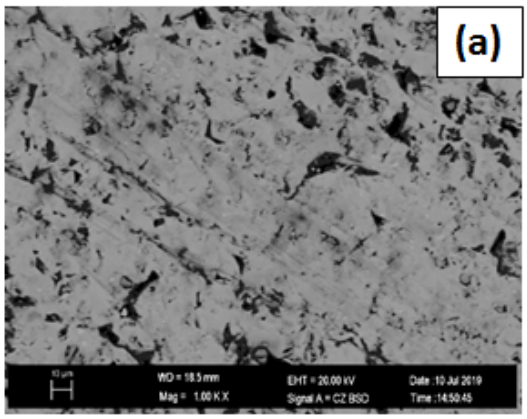
Şekil 5.1 Üretilen numunelerin sinterleme öncesi ve sonrası yüzde (%) yoğunluk değişimleri



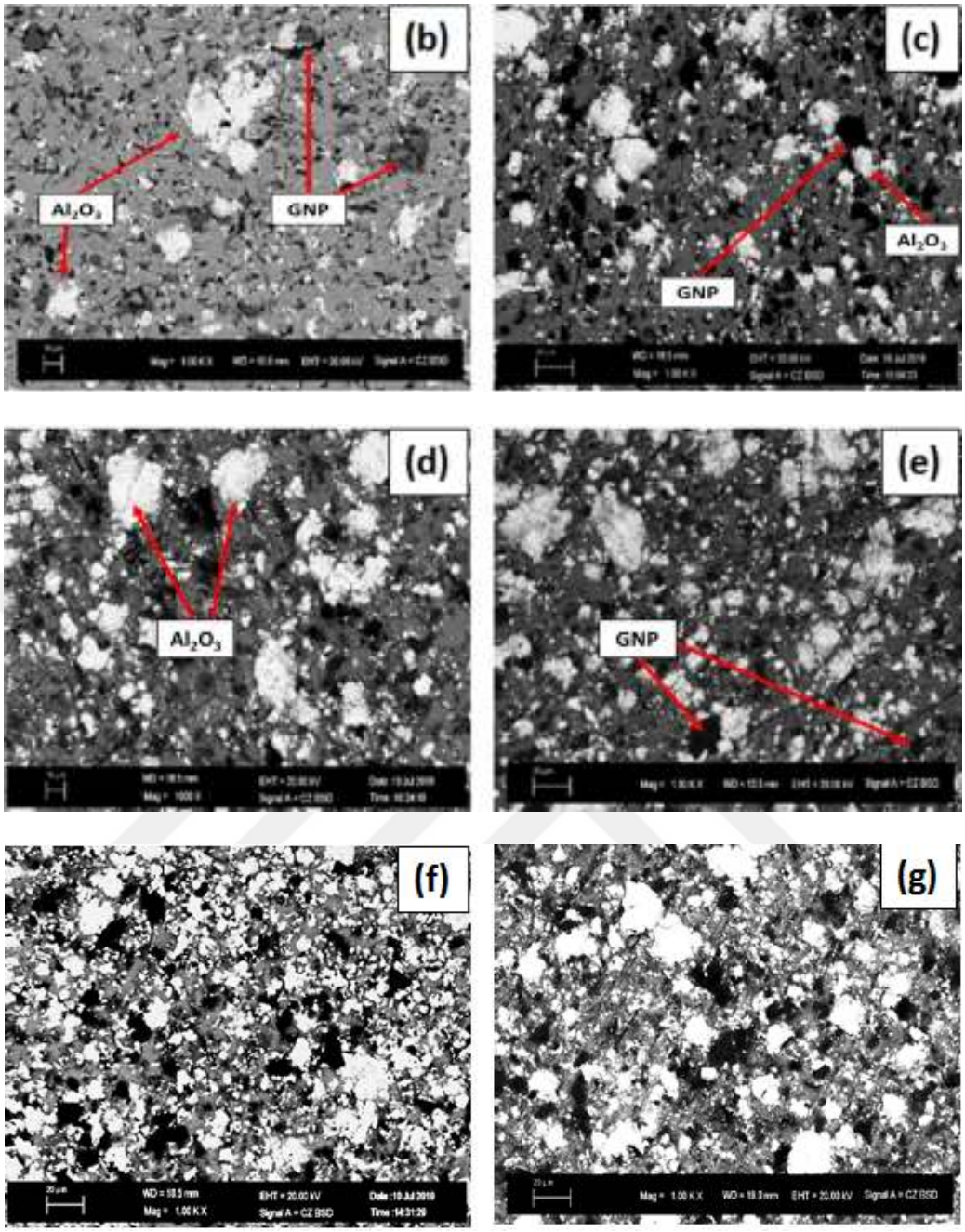
Şekil 5.2 Takviye oranına göre yüzde(%) yoğunluk değişimleri

5.2 SEM-EDS İncelemeleri

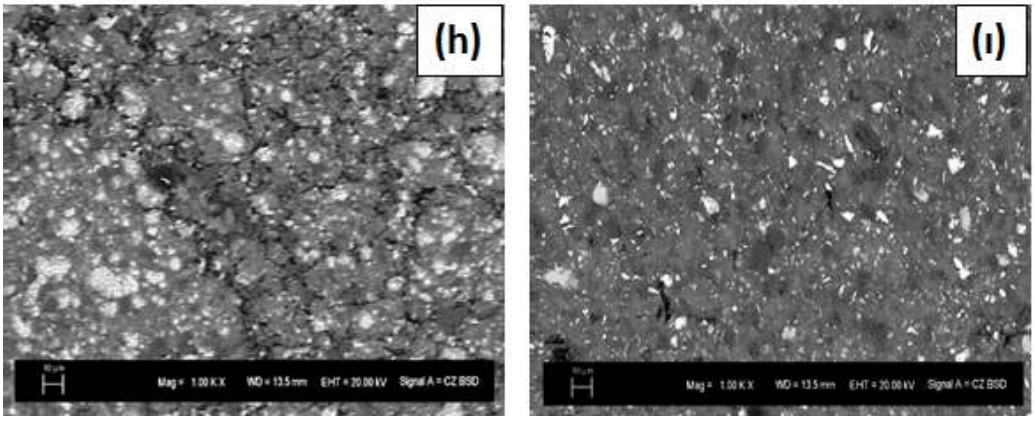
Üretilen pelet numunelerin sinterleme sonrası X1000 büyütmedeki SEM görüntüleri Şekil 5.3'de verilmiştir.



Şekil 5.3 Numunelerin SEM görüntüleri a) Saf Al6061 alaşımı, b-c) %4 Al_2O_3-%0,1GNP, d-e) %8 Al_2O_3-%0,25GNP, f-g) %12 Al_2O_3-%0,5GNP h-ı) %20 Al_2O_3 %1GNP

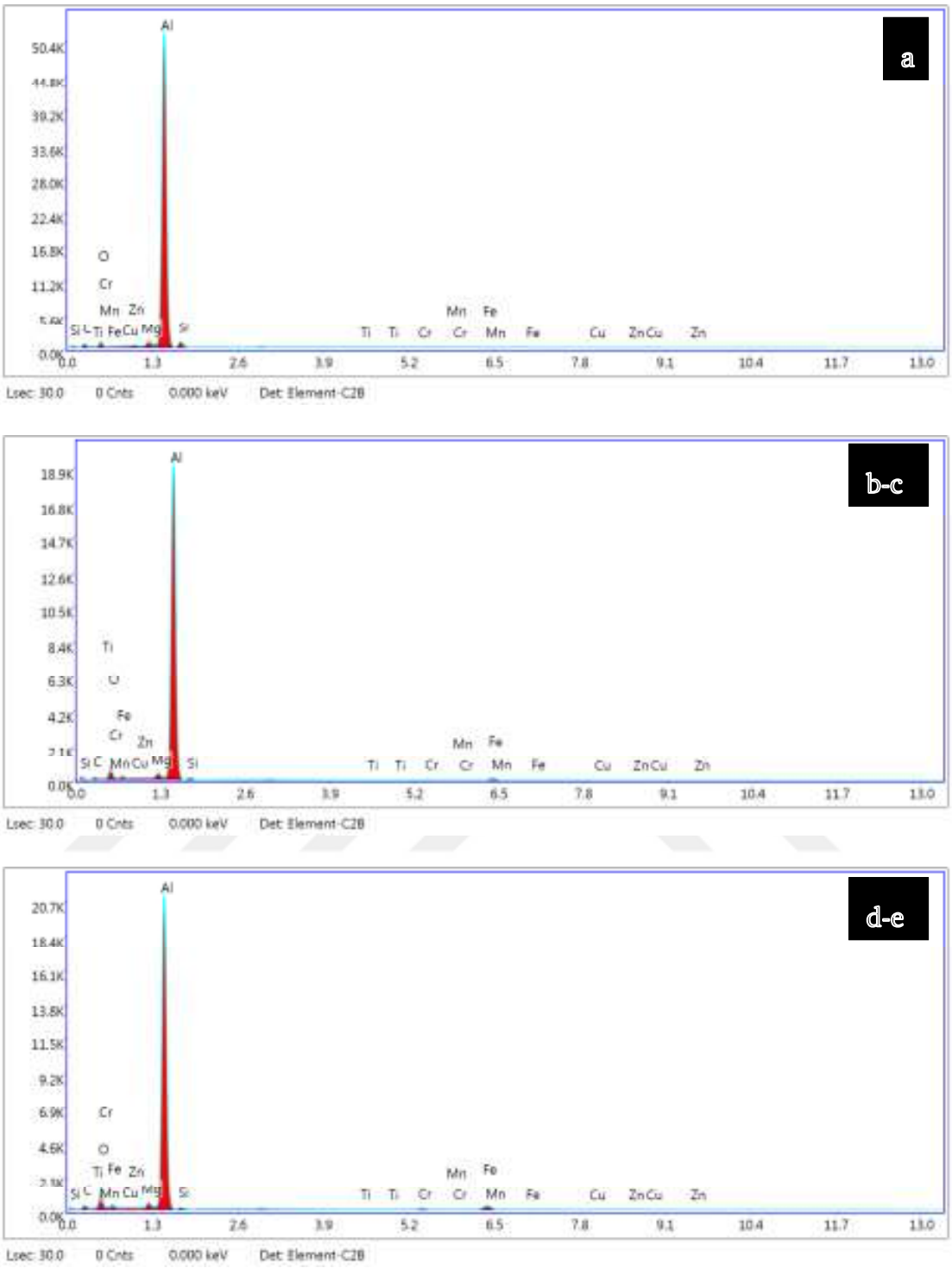


Şekil 5.3 Numunelerin SEM görüntüleri a) Saf Al6061 alaşımı, b-c) %4 Al_2O_3-%0,1GNP, d-e) %8 Al_2O_3-%0,25GNP, f-g) %12 Al_2O_3-%0,5GNP h-ı) %20 Al_2O_3 %1GNP (devamı)

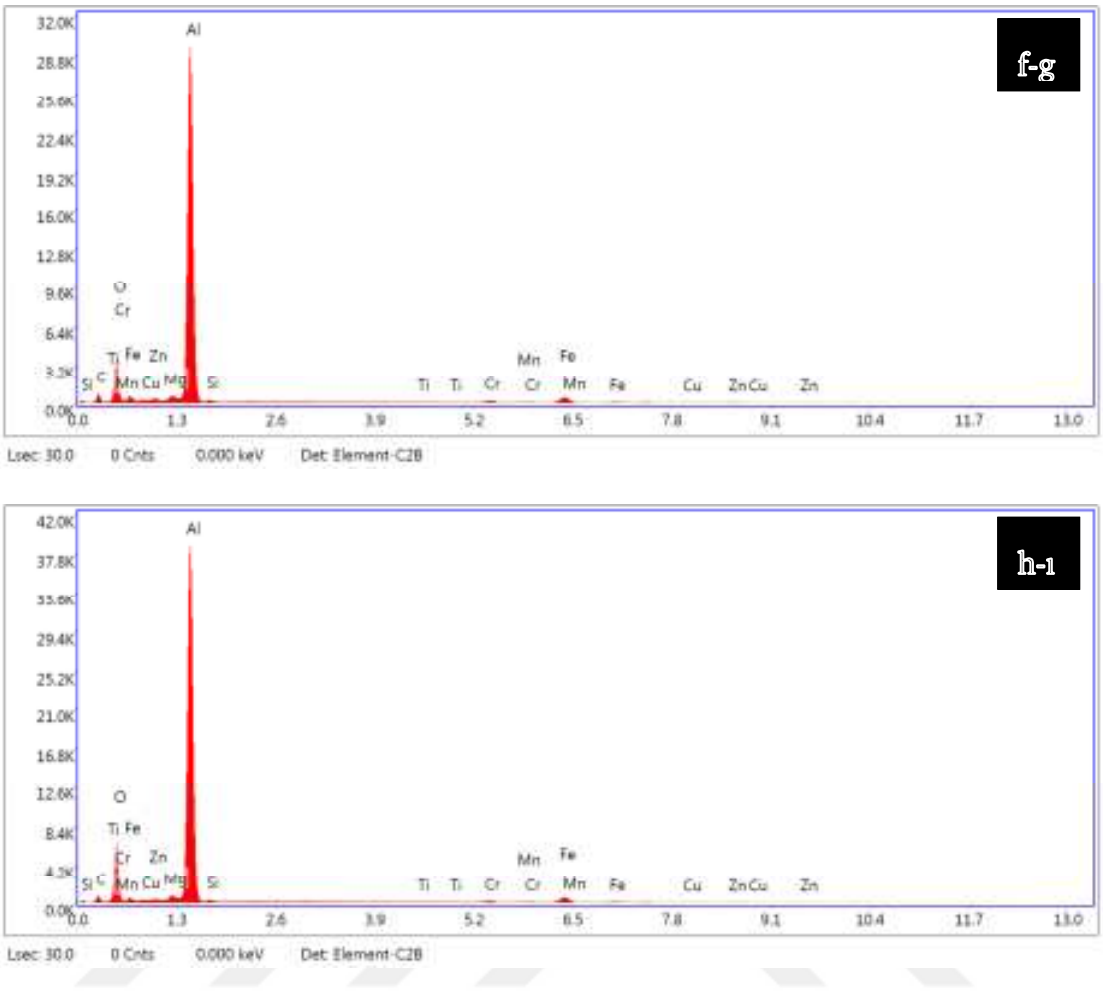


Şekil 5.3 Numunelerin SEM görüntüleri a) Saf Al6061 alaşımı, b-c) %4 Al_2O_3-%0,1GNP, d-e) %8 Al_2O_3-%0,25GNP, f-g) %12 Al_2O_3-%0,5GNP h-ı) %20 Al_2O_3 %1GNP (devamı)

Numunelerden alınan görüntüler incelendiğinde faz ayrımları net bir şekilde görülebilmektedir. Beyaz renkli partiküller Al_2O_3 takviye fazını, siyah renkli partiküller GNP'ların kümeleştiği yerleri ve son olarak açık gri renk ana matris fazını temsil etmektedir. Al_2O_3 takviye fazı her numune için incelendiğinde partikül boyutlarının genel olarak dağılımlarının homojen olmasına karşın mekanik alaşımlamanın etkisi ile kırılma ve yeniden kaynaklanma kademelerinin ardı ardına devam etmesi sonucu birbirinden farklı olduğu görülmüştür. Al_2O_3 ve GNP takviye oranlarının artışı yine görüntülerde açıkça görülmektedir. Bu artış ile birlikte Al_2O_3 tanelerinin kırılarak boyutlarında küçülme olmuş ve bu küçülme sayesinde matris yapı içerisindeki en iyi homojen dağılım en yüksek Al_2O_3 oranına sahip olan numunelerde (Şekil 5.3 h-ı) elde edilmiştir. Elde edilen görüntüler literatür ile uyumludur [52].



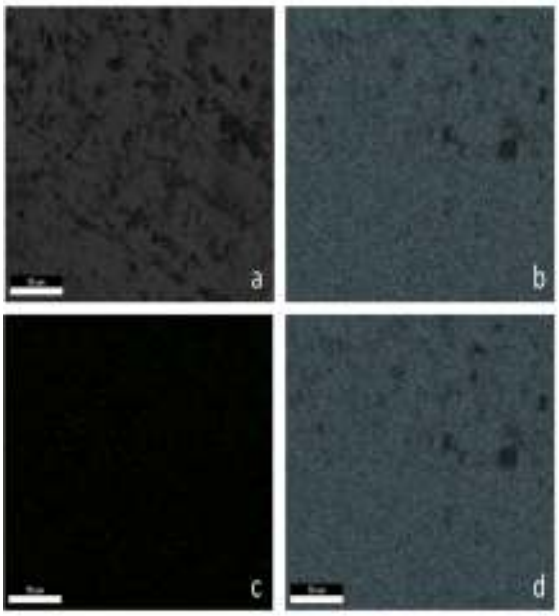
Şekil 5.4 Numunelerin EDS analizi sonuçları a) Saf Al6061 alaşımı, b-c) %4 Al_2O_3-%0,1GNP, d-e) %8 Al_2O_3-%0,25GNP, f-g) %12 Al_2O_3-%0,5GNP h-ı) %20 Al_2O_3-%1GNP



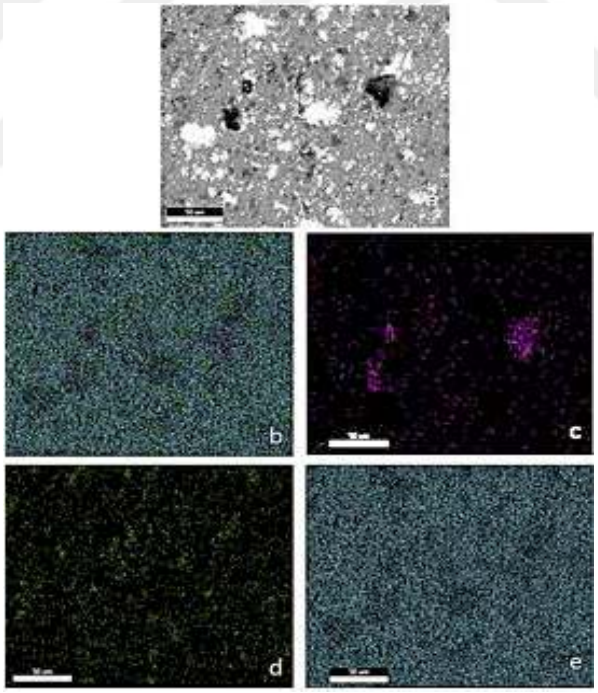
Şekil 5.4 Numunelerin EDS analizi sonuçları a) Saf Al6061 alaşımı, b-c) %4 Al_2O_3-%0,1GNP, d-e) %8 Al_2O_3-%0,25GNP, f-g) %12 Al_2O_3-%0,5GNP h-ı) %20 Al_2O_3-%1GNP (devamı)

Tüm numunelerden alınan EDS analizleri incelendiğinde (Şekil 5.4) yapılar içerisinde temel olarak Al, O ve C elementleri bulunmaktadır. Bunlar yapı içerisindeki matris ve takviye elemanlarını temsil etmektedirler. Kalan ve az miktarda bulunan elementler ise matris malzemesi olan başlangıç Al6061 alaşımının ihtiva ettiği elementlerdir. Fe elementinin ise mekanik alaşımlama prosesi esnasında çelik bilyalardan yapı içerisine karışmış olduğu düşünülmektedir.

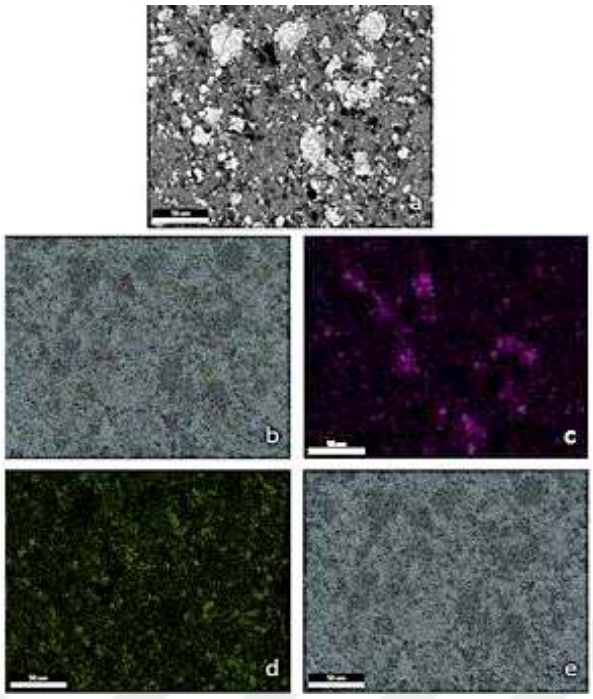
Her bileşene ait numunelerden SEM aracılığı ile alınan haritalama sonuçları Şekil 5.5-5.9 arasında verilmiştir.



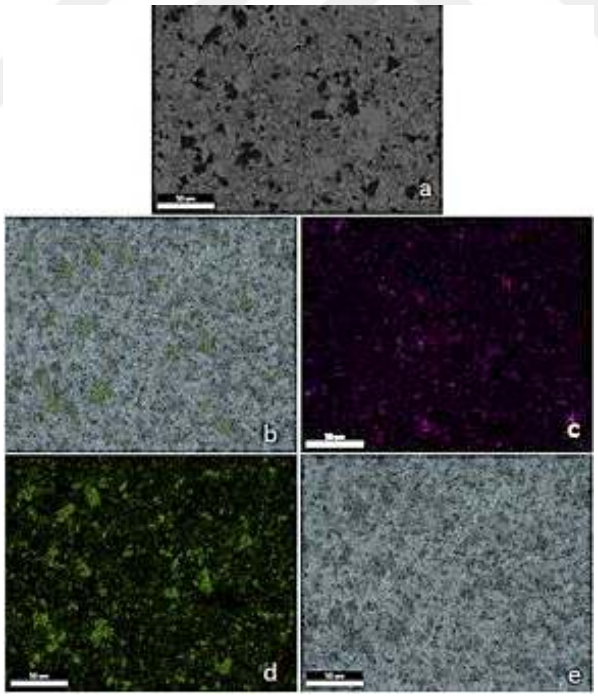
Şekil 5.5 Saf Al6061 numunesinin SEM haritalama sonucu a) Haritalama yapılan bölge, b) Tüm elementlerin birlikte haritalanması c) O elementi , d) Al elementi



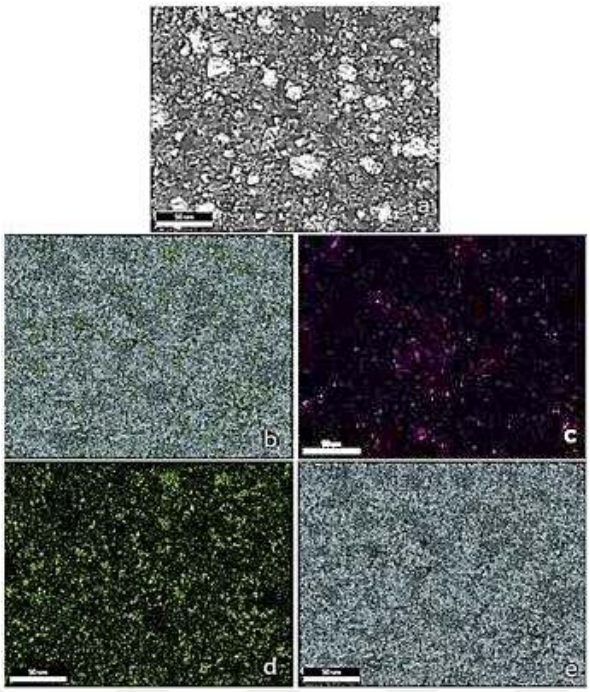
Şekil 5.6 $4Al_2O_3$-0,1GNP takviye oranına sahip numunenin SEM haritalama sonucu a) Haritalama yapılan bölge, b) Tüm elementlerin birlikte haritalanması, c) C elementi , d) O elementi , e) Al elementi



Şekil 5.7 $8Al_2O_3$-0,25GNP takviye oranına sahip numunenin SEM haritalama sonucu a) Haritalama yapılan bölge, b) Tüm elementlerin birlikte haritalanması, c) C elementi, d) O elementi, e) Al elementi

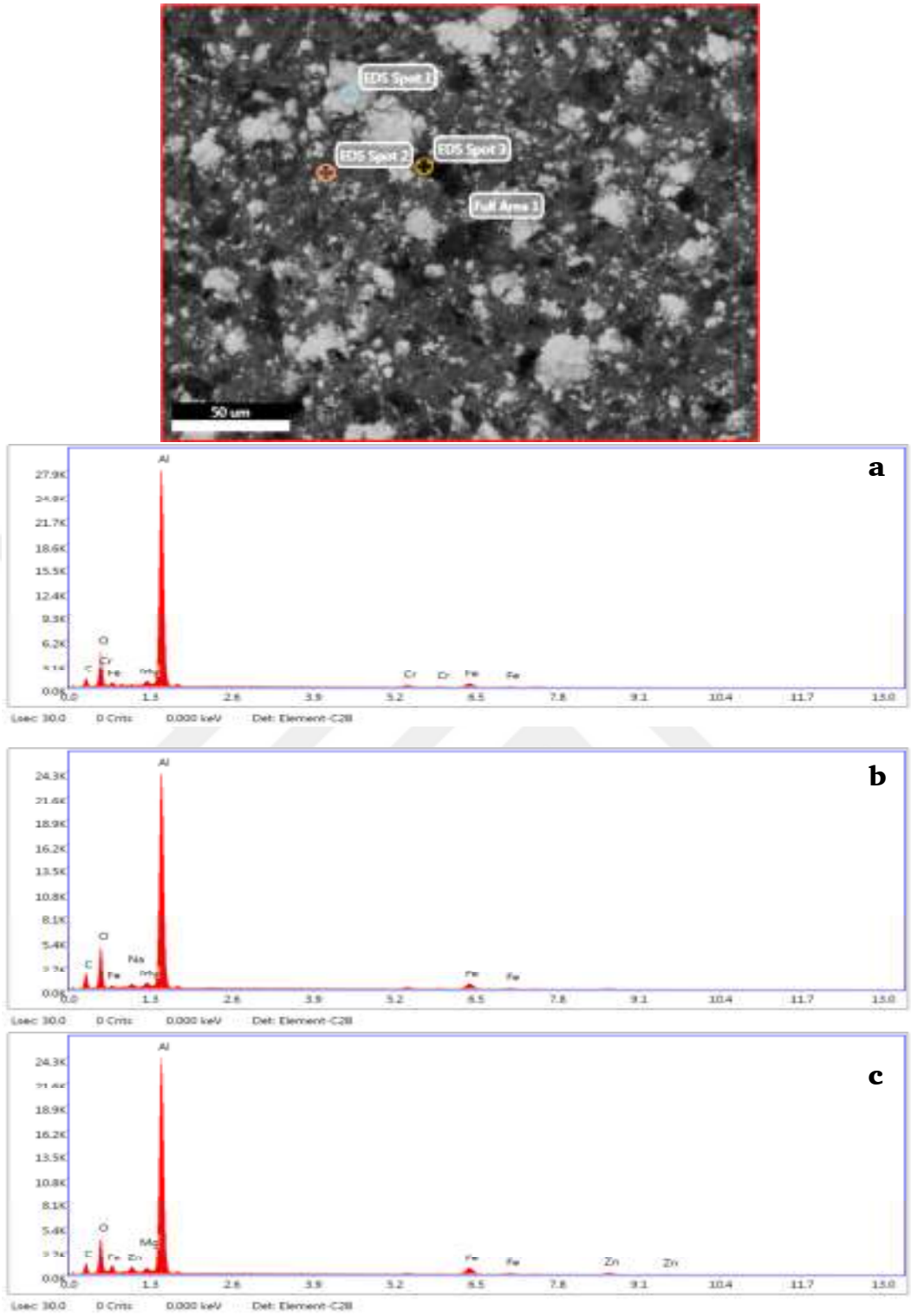


Şekil 5.8 $12Al_2O_3$-0,5GNP takviye oranına sahip numunenin SEM haritalama sonucu a) Haritalama yapılan bölge, b) Tüm elementlerin birlikte haritalanması, c) C elementi, d) O elementi, e) Al elementi

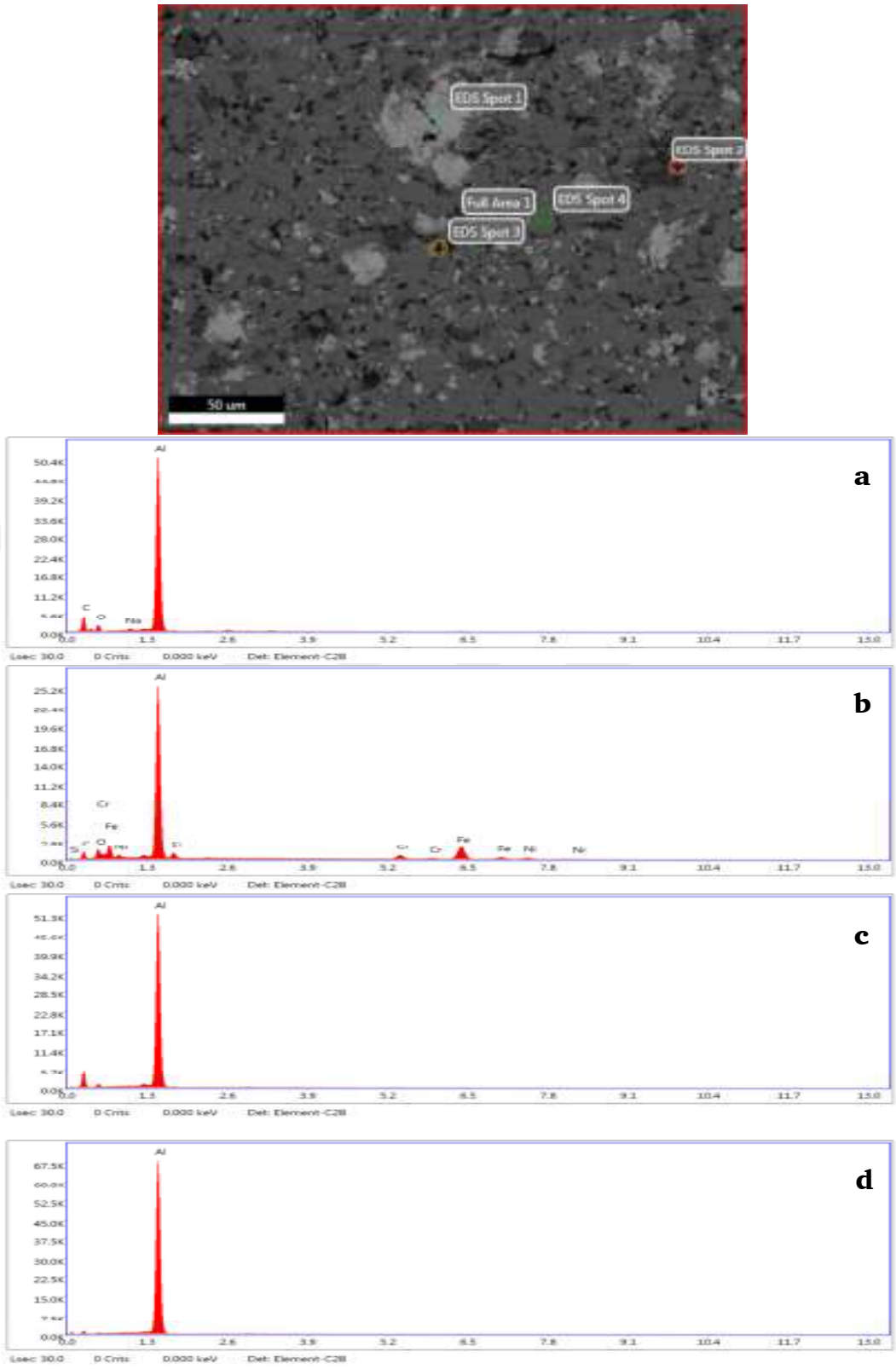


Şekil 5.9 $20Al_2O_3$-1GNP takviye oranına sahip numunenin SEM haritalama sonucu a) Haritalama yapılan bölge, b) Tüm elementlerin birlikte haritalanması, c) C elementi, d) O elementi, e) Al elementi

Haritalama analizleri incelendiğinde C ve O elementlerinin birlikte bulunduğu bölgeler önceki SEM görüntülerinde de bahsedildiği üzere siyah renkteki GNP fazını temsil etmektedir. Şekil 5.6 ve 5.7'dan daha net anlaşılabileceği gibi O ve C elementlerinin yoğunlaştığı bölgeler haritalama alınan bölgede siyah renktedir. Buradan GNP fazının Al_2O_3 partiküllerine kaplandığı ve etrafında yoğunlaştığı sonucuna ulaşılmaktadır. Bu ise alınan SEM görüntülerinde siyah renkli GNP fazının mutlaka Al_2O_3 partikülleri içerisinde ve yakınlarında olduğu görülmektedir. Bu ise Şekil 5.10 ve Şekil 5.11'deki numunelerden alınan nokta analizleri sonuçlarından Al_2O_3 partikülleri ve GNP fazından alınan noktalarda Al, O ve C piklerinin görülmesi ile desteklenmektedir. Fe elementinin ise Al_2O_3 partikülleri üzerine sıyrıldığı düşünülmektedir.



Şekil 5.10 $12Al_2O_3$-0,5GNP takviye oranına sahip numuneden alınan nokta analizi sonuçları a) 1. nokta b) 2. nokta c) 3. nokta analizi sonucu

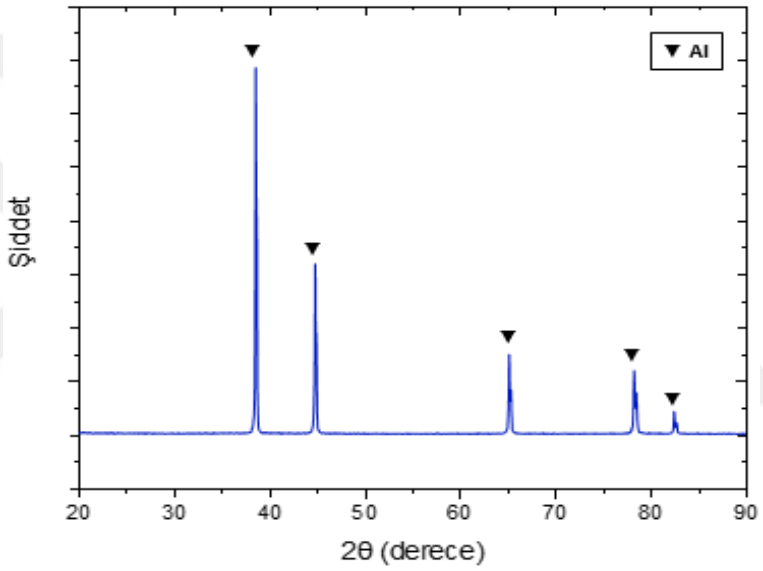


Şekil 5.11 $4Al_2O_3$-0,1 GNP takviye oranına sahip numuneden alınan nokta analizi sonuçları a) 1. nokta b) 2. nokta c) 3. nokta d) 4. nokta analizi sonucu

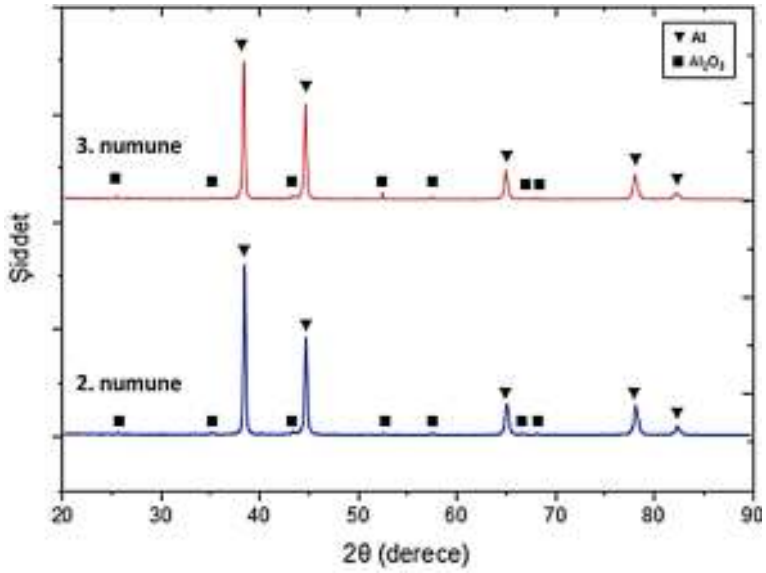
5.3 XRD İncelemeleri

5.3.1 Mekanik Alaşımlanmış Toz Numunelerin XRD Sonuçları

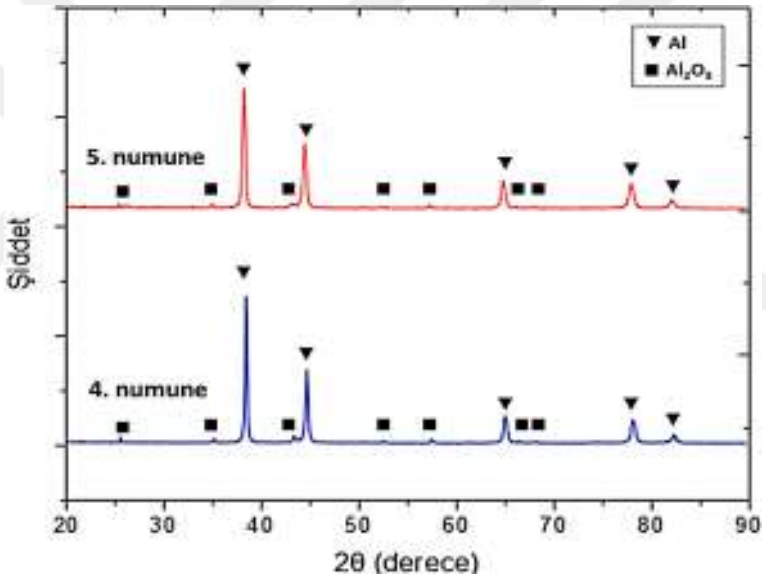
Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilmiş kompozit toz numunelere ve saf halde bulunan alaşım tozuna ait XRD inceleme sonuçları Şekil 5.12-5.16 arasında verilmiştir. Yapılan incelemeler sonucu tüm kompozit toz numunelerde yalnızca Al ve Al_2O_3 piklerine rastlanmıştır. Mekanik alaşımlama sırasında herhangi yeni bir faz olumuşu meydana gelmemiştir. Ek olarak yine alaşımlamaya bağlı olarak bileşenler arasında meydana gelen oksit ya da karbür fazına rastlanmamıştır. Elde edilen sonuçlar literatür ile uyumludur [53].



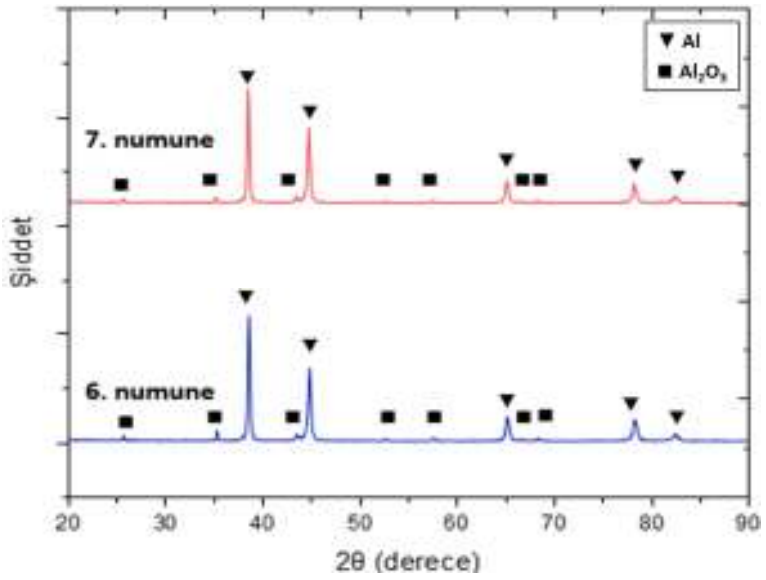
Şekil 5.12 Saf Al6061 tozuna ait XRD sonucu



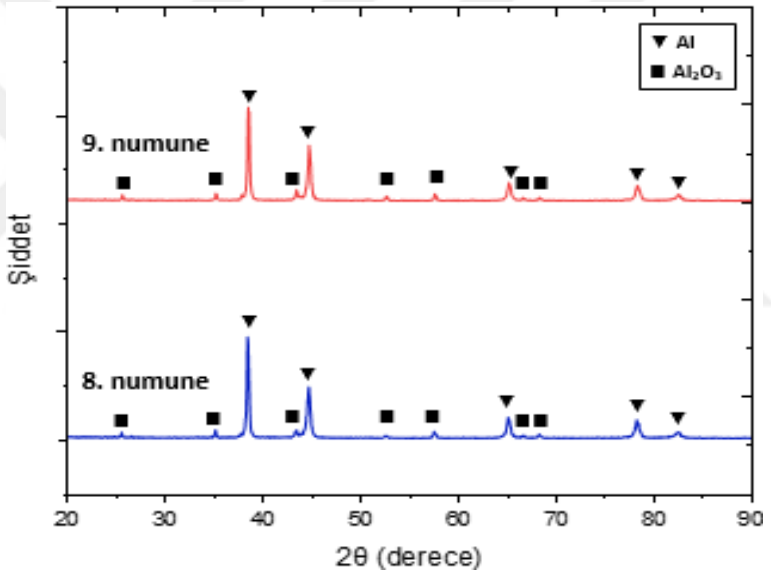
Şekil 5.13 $4Al_2O_3$-0,1GNP takviye oranına sahip kompozit tozun XRD sonucu



Şekil 5.14 $8Al_2O_3$-0,25GNP takviye oranına sahip kompozit tozun XRD sonucu



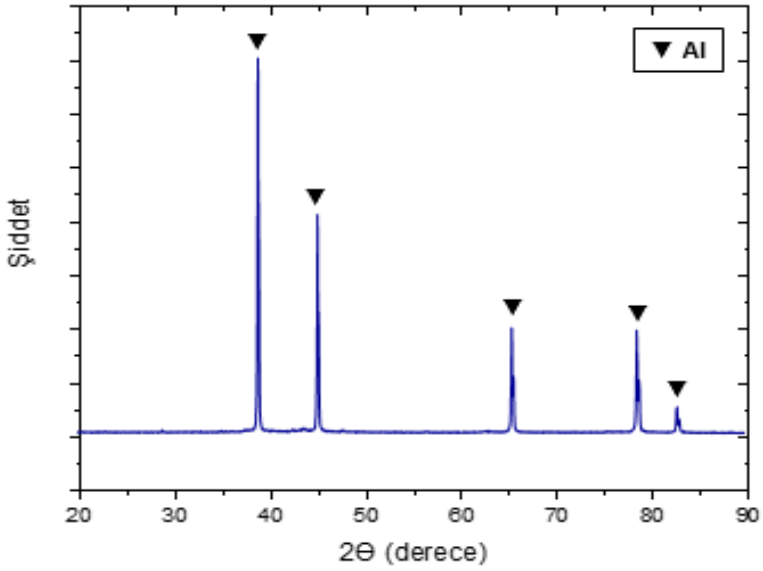
Şekil 5.15 $12Al_2O_3$-0,5GNP takviye oranına sahip kompozit tozun XRD sonucu



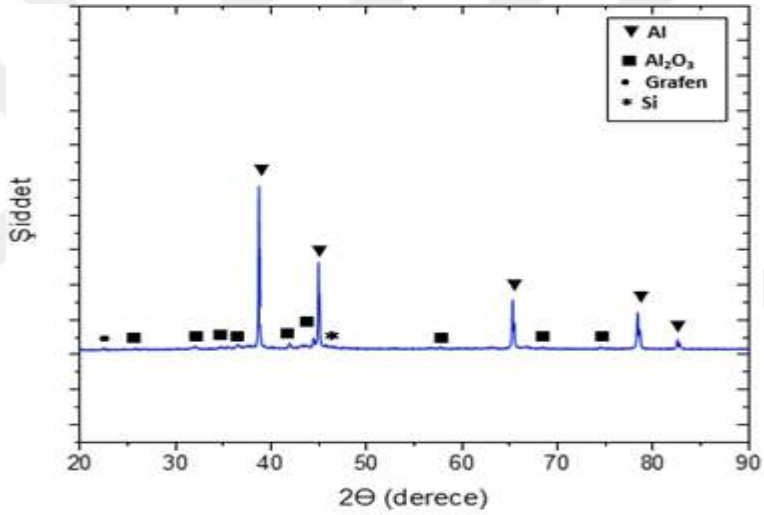
Şekil 5.16 $20Al_2O_3$-1GNP takviye oranına sahip kompozit tozun XRD sonucu

5.3.2 Sinterlenmiş Numunelerin XRD Sonuçları

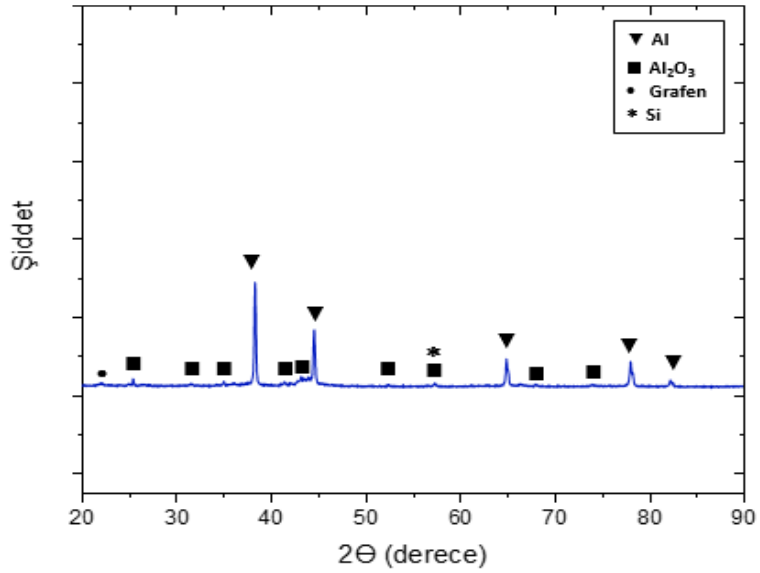
Sinterleme işlemi uygulanmış pelet numunelerin XRD analiz sonuçları Şekil 5.17-5.21 arasında verilmiştir.



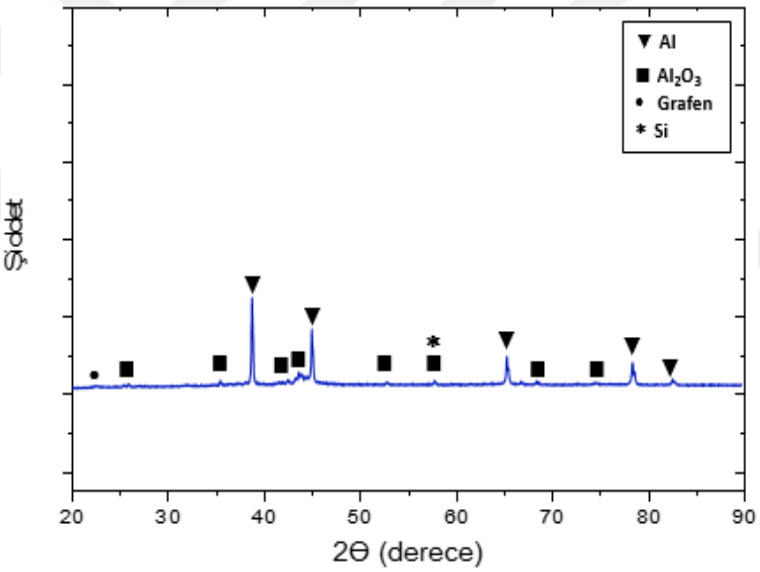
Şekil 5.17 Sinterlenmiş saf Al6061 numunesinin XRD analiz sonucu



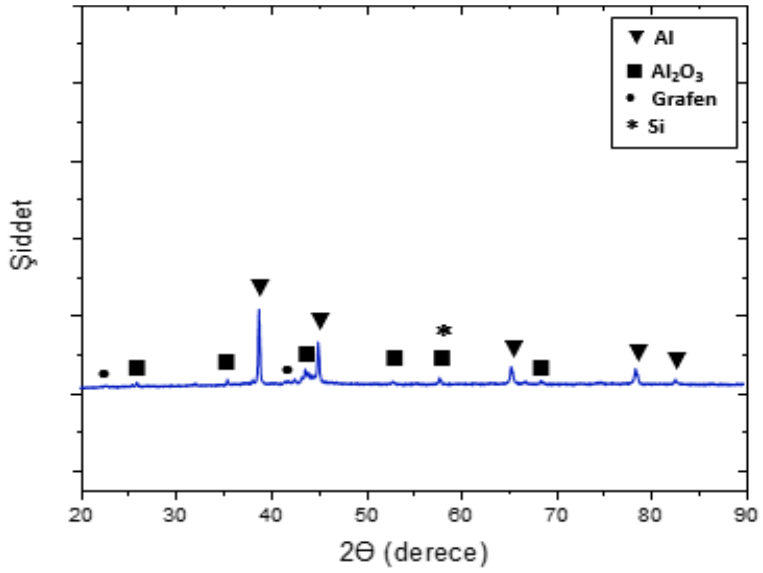
Şekil 5.18 Sinterlenmiş $4Al_2O_3$-0,1GNP takviye oranına sahip numunenin XRD analiz sonucu



Şekil 5.19 Sinterlenmiş $8Al_2O_3$-0,25GNP takviye oranına sahip numunenin XRD analiz sonucu



Şekil 5.20 Sinterlenmiş 12 Al_2O_3-0,5GNP takviye oranına sahip numunenin XRD analiz sonucu



Şekil 5.21 Sinterlenmiş 20 Al_2O_3-1GNP takviye oranına sahip numunenin XRD analiz sonucu

Sinterleme sonrası her bileşenden alınan XRD analiz sonuçları incelendiğinde Al, Al_2O_3 ve düşük miktarda da olsa GNP fazlarına ait pikler görülmüştür. Ek olarak Al alaşımına bağlı olarak oluşan Si fazının varlığıda yine numuneler içerisinde mevcuttur. Takviye edilen GNP fazının matris ve/veya birincil takviye elemanı ile reaksiyona girerek karbür oluşumuna sebep olmadığı ve yapı içerisinde herhangi bir intermetalik faz oluşmadığı görülmüştür. Sonuçlar SEM incelemeleri ile paralellik göstermektedir. Görüntüler içerisinde ağ görünümüne sahip herhangi bir faz gözlenmemiştir. Bununla birlikte yapı içerisinde oksit oluşumuna da rastlanmamıştır. Böylelikle sinterleme kademesinin kompozit numunelerde faz dönüşümüne sebep olmadığı görülmüştür.

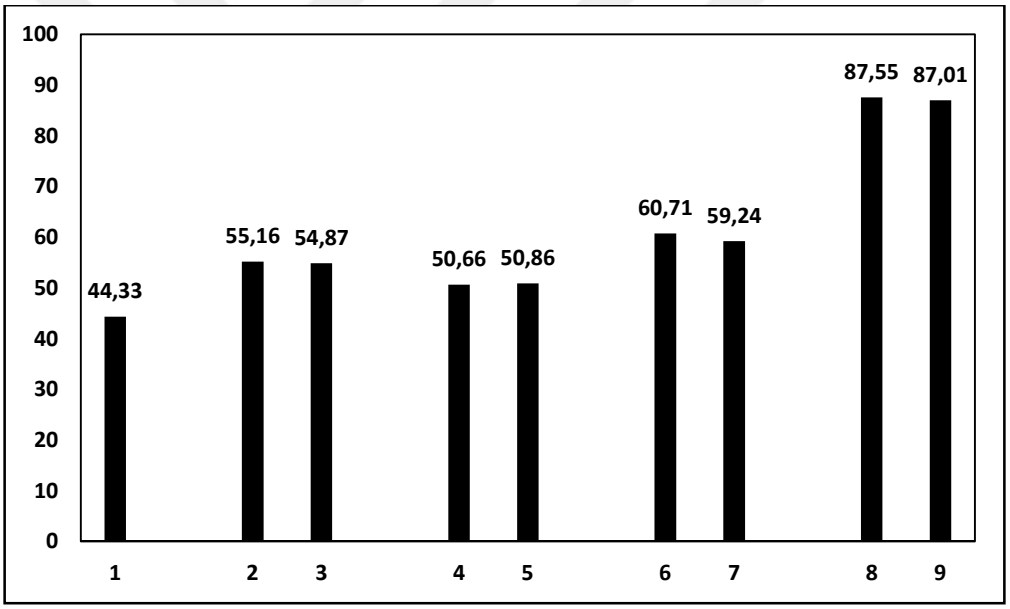
5.4 Vickers Sertlik Ölçüm Sonuçları

Numunelerden alınan sertlik ölçüm sonucu değerleri Tablo 5.3'te verlmiştir. Değerler her bir numuneden en az 10 sonuç olmak üzere ortalamaları alınarak verilmiştir.

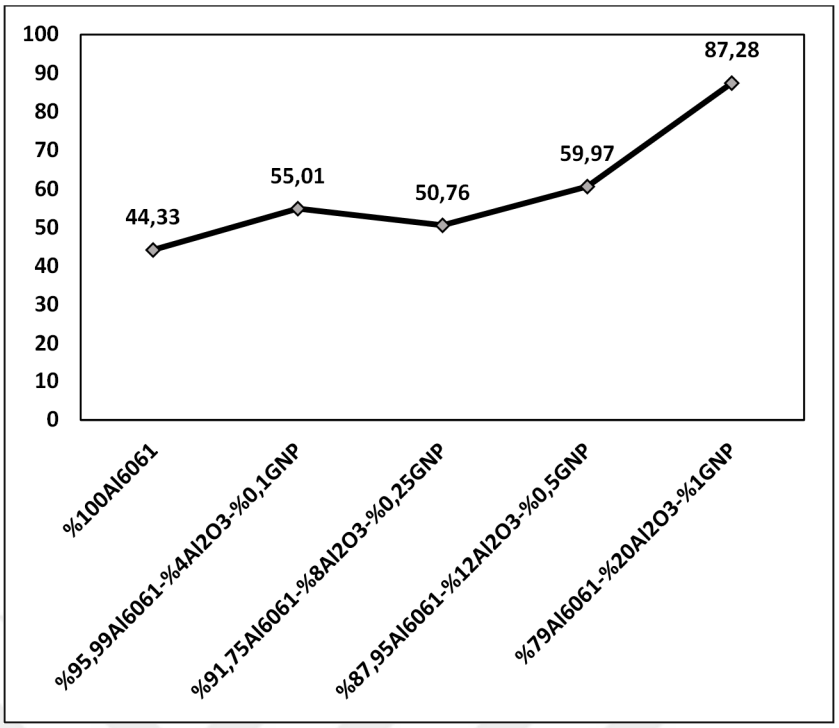
Tablo 5.3 Numunelere ait vickers sertlik ölçüm sonuçları

Vickers Sertlik Ölçüm Sonuçları		
Numune Çiftleri	Bileşim Oranı (%ağ.)	Sertlik Sonucu Değerleri (HV)
1	Saf Al6061	44,33
2	$4Al_2O_3$-0,1GNP	55,16
3		54,87
4	8 Al_2O_3-0,25GNP	50,66
5		50,86
6	$12Al_2O_3$-0,5GNP	60,71
7		59,24
8	$20Al_2O_3$-1GNP	87,55
9		87,01

Şekil 5.23'de numunelerin bileşen değişimlerine göre sertlik değişimleri grafiği verilmiştir. Görülebileceği gibi değişen oranlarla sertlik özellikleri değişmesine karşın numunelerin kendi içlerinde tekrarlanabilirlikleri sağlanmıştır (Şekil 5.22) Tüm numunelerin sertlik sonuçları incelendiğinde Al_2O_3 takviye oranı artışı ile birlikte kompozit malzemelerin sertlikleri artmıştır. Yalnızca Al_2O_3 takviyesi %8Al_2O_3-0,25GNP takviye oranına sahip numunelerin sertlikleri üzerine tersine bir etki yaratmıştır. Kompozit malzemelerde seramik takviye fazının artışı kompozit malzemenin sertliğini arttırmaktadır. Buradan kompozit içerisindeki GNP içeriğinin etkisi Al_2O_3 fazının etkisi kadar kesin değildir. Alınan sonuçlar içerisinde en yüksek sertlik değerine sahip malzeme %20Al_2O_3-1GNP içeriğine sahip numunelerden alınmıştır. Böylelikle sertlik özelliği üzerine en optimum takviye oranının %20Al_2O_3-1GNP olduğu görülmüştür.



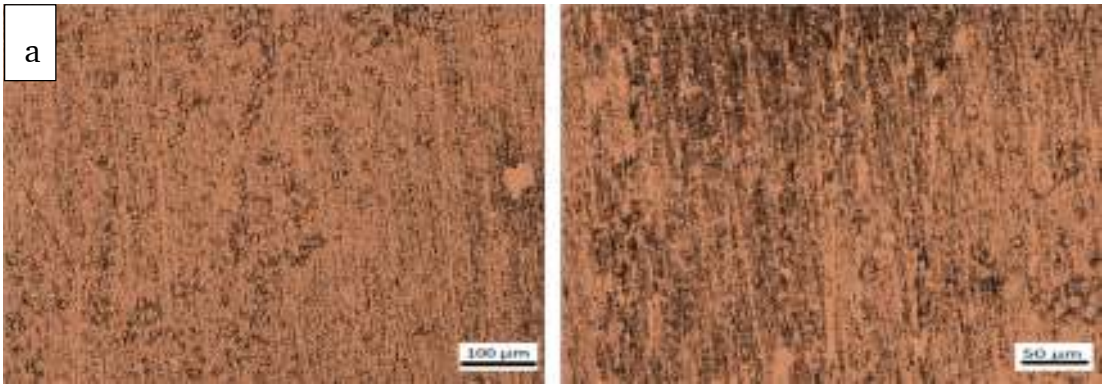
Şekil 5.22 Numunelere ait mikro sertlik grafiği



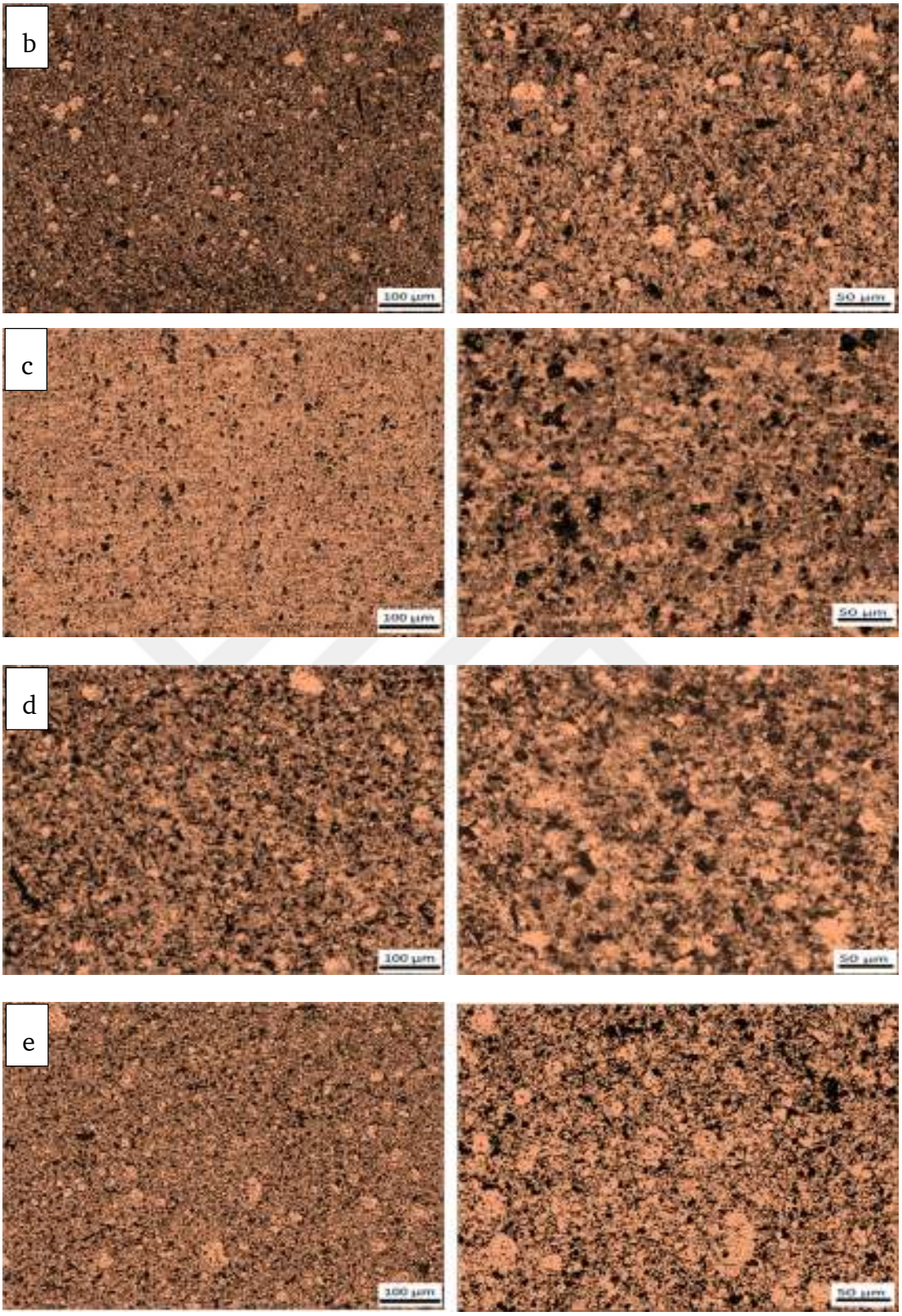
Şekil 5.23 Takviye oranı-sertlik ilişkisi grafiği

5.5 Optik İncelemeleri

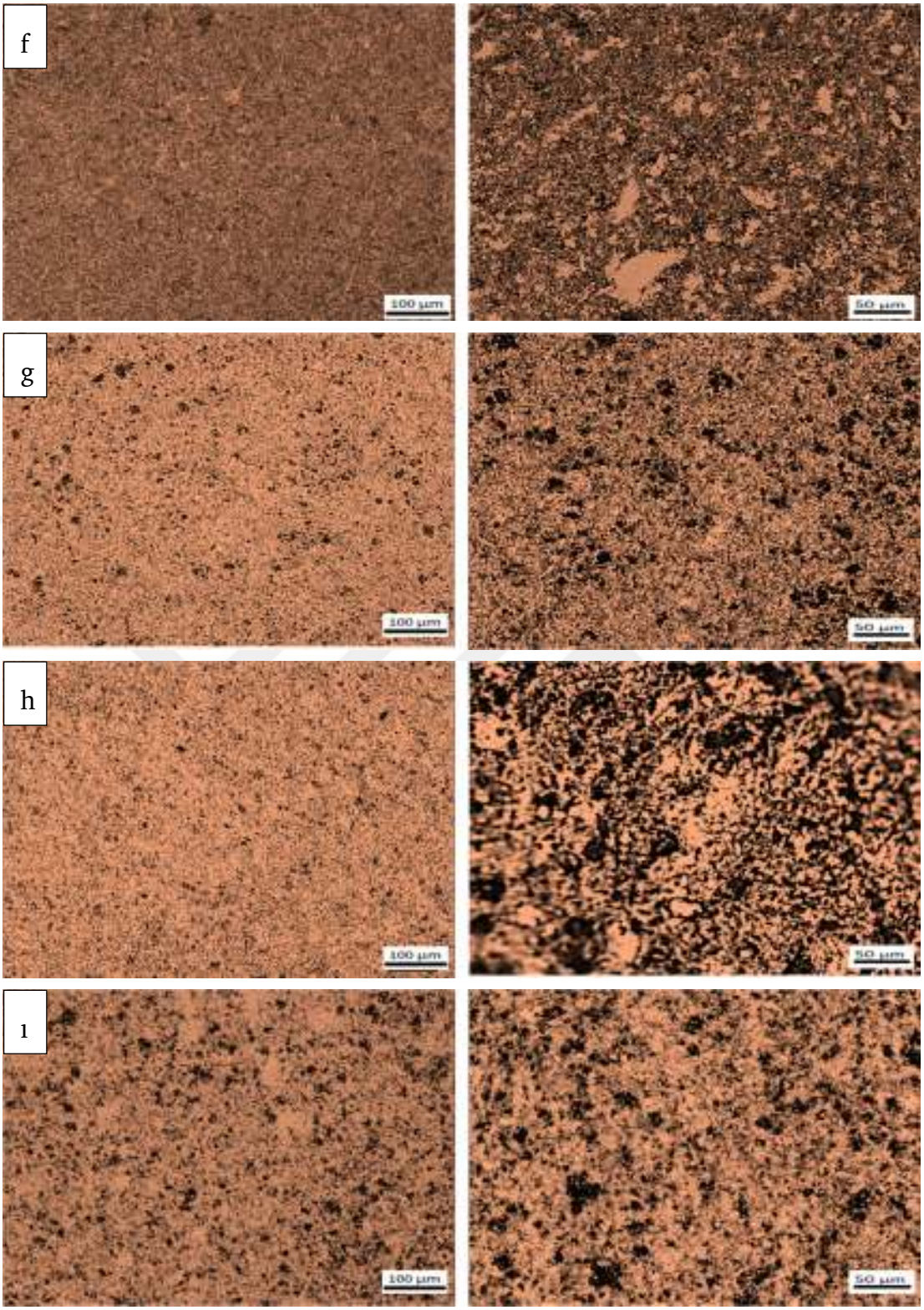
Sinterleme sonrası numunelerin optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.24'de verilmiştir. Alınan optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde takviye fazlarının ayrımları açıkça görülebilmektedir. Aynı zamanda takviye fazlarının artışları da görüntülerde oldukça belirgindir. Genel olarak tüm numunelerde homojen bir dağılım sergilenmiştir. Sinterleme sonrası yoğun bir yapı sağlanmıştır.



Şekil 5.24 Numunelerin optik mikroskop görüntüleri a) Saf Al6061 alaşımı, b-c) %4 Al_2O_3-%0,1GNP, d-e) %8 Al_2O_3-%0,25GNP, f-g) %12 Al_2O_3-%0,5GNP h-ı) %20 Al_2O_3-%1GNP



Şekil 5.24 Numunelerin optik mikroskop görüntüleri a) Saf Al6061 alaşımı, b-c) %4 Al_2O_3-%0,1GNP, d-e) %8 Al_2O_3-%0,25GNP, f-g) %12 Al_2O_3-%0,5GNP h-ı) %20 Al_2O_3-%1GNP (devamı)



Şekil 5.24 Numunelerin optik mikroskop görüntüleri a) Saf Al6061 alaşımı, b-c) %4 Al_2O_3-%0,1GNP, d-e) %8 Al_2O_3-%0,25GNP, f-g) %12 Al_2O_3-%0,5GNP h-ı) %20 Al_2O_3-%1GNP (devamı)

6
Sonuç ve Öneriler

Yapılan çalışma kapsamında farklı oranlarda Al_2O_3 ve GNP ile takviyendirilmiş Al matrisli hibrit kompozit malzemeler MA yöntemi ile üretilmiştir. Üretilen kompozit numunelerin karakterizasyon incelemeleri yapılmış ve aynı takviye oranına sahip numunelerin tekralanabilirlik özelllikleri incelenmiştir. Deney çalışmaları sonucunda elde edilen bulgular ve öneriler aşağıda verilmiştir.

1. Al matris malzemesine birincil ve ikincil takviye elemanı olan Al_2O_3 ve GNP ilavesi ile birlikte sinterleme sonrası %yoğunluk değerlerinde artış sağlanmıştır. En yüksek yoğunluk değerine %8 Al_2O_3-0,25GNP takviye oranına sahip olan numunelerde ulaşılmıştır.
2. MA sonrası kompozit toz numunelere yapılan XRD analizleri sonuçlarında Al ve Al_2O_3 pikleri alınmıştır. MA etkisi ile tozlar arasında herhangi bir tepkime oluşumu gözlenmemiştir. Yapı içerisinde oksit ya da karbür oluşumu meydana gelmemiştir.
3. Yapılan SEM incelemeleri sonucunda birincil takviye fazı olarak kullanılan Al_2O_3 partiküllerinin yapı içerisinde homojen dağılımları sağlanmıştır. İkincil takviye fazı GNP'ların ise belirgin olarak Al_2O_3 partikülleri üzerine sarıldığı ve bu partiküller çevresinde yoğunlaştığı gözlemlenmiştir. SEM aracılığı ile haritalama yapılan numunelerden alınan sonuçlarda ise kullanılan GNP fazının yapı içerisinde Al_2O_3 partikülleri etrafında yoğunlaşsa da yapı içerisinde homojen dağılımlarının sağlandığı görülmüştür.
4. SEM aracılığı ile yapılan EDS incelemeleri sonucunda yapıda Al, O ve C elementlerinin varlığı görülmüştür. Kalan diğer elementler ise Al alaşımı içerisinde bulunan diğer elementlerin ihtivasıdır. Fe elementinin ise MA sonucu çelik bilyalardan yapıya karıştığı düşünülmektedir.
5. Numunelerdeki takviye fazlarının artışı ile birlikte sertlik değerlerinde artış meydana gelmiştir. Yalnızca %0,25GNP takviye edilen numunelerin sertlik

değerlerinde düşüş gözlenmiştir. En yüksek sertlik değerine %20Al_2O_3-1GNP takviye oranına sahip numunelerde ulaşılmıştır.

6. Sinterleme sonrası numunelere yapılan XRD analizleri sonucunda numunelerden Al, Al_2O_3 ,GNP ve Si pikleri alınmıştır. Görülen Si fazı Al matris alaşımına bağlı olarak oluşmuştur. GNP fazı az da olsa XRD sonuçlarında görülmüş ve yapı içerisinde herhangi bir reaksiyona girerek karbür oluşumuna sebep olmadığı görülmüştür. Bununla birlikte yapıda bir intermetalik faz ya da oksite rastlanmamıştır. Sonuçlar SEM görüntüleri ile paralellik göstermektedir.
7. Tekrarlanabilirlik özelliklerinin incelenmesi amacı ile hazırlanan numune çiftlerinin sertlik, yoğunluk ve karakterizasyon incelemeleri sonuçlarında tekrarlanabilirlikleri sağlanmıştır.

Bundan sonra yapılacak çalışmalarda farklı GNP takviye oranları kullanılarak mikroyapısal değişimlerin malzemelerin sertlik ve yoğunluk özellikleri üzerine etkisi araştırılmalıdır.

Kaynakça

[1] F. A. Shishevan, V. Acar, and H. Akbulut, “Reçinesine Grafen ve Karbon Nanotüp Eklenmesinin Karbon Elyaf Takviyeli Kompozitlerin Mekanik Özellikleri ve Darbe Davranışları Üzerindeki Etkileri,” pp. 1–8, 2015.

[2] Camargo Pedro Henrique Cury, Satyanarayana Kestur Gundappa, and Wypych Fernando, “Nanocomposites : Synthesis , Structure , Properties and New Application Opportunities,” *Mater. Res.*, vol. 12, no. 1, pp. 1–39, 2009.

[3] H. Asgharzadeh and M. Sedigh, “Synthesis and mechanical properties of Al matrix composites reinforced with few-layer graphene and graphene oxide,” *J. Alloys Compd.*, vol. 728, pp. 47–62, 2017.

[4] A. V. Muley, S. Aravindan, and I. P. Singh, “Nano and hybrid aluminum based metal matrix composites: an overview,” *Manuf. Rev.*, vol. 2, p. 15, 2015.

[5] A. Baradeswaran and A. Elaya Perumal, “Study on mechanical and wear properties of Al 7075/Al_2O_3/Graphite hybrid composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 56, pp. 464–471, 2014.

[6] M. C. Şenel, M. Gürbüz, and E. Koç, “Grafen takviyeli alüminyum esaslı kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu,” *Pamukkale Univ. J. Eng. Sci.*, vol. 23, no. 8, pp. 974–978, 2017.

[7] C. G. Sozhamannan, K. Naveenkumar, A. Mathiarasu, K. Velmurugan, and V. S. K. Venkatachalapathy, “Machining characteristics of Al/TiCp/Gr hybrid composites,” *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 2, pp. 5940–5946, 2018.

[8] R. German, *Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri*. Princeton: Türk Toz Metalurjisi Derneği Yayınları, 2005.

[9] Şerafettin Eroğlu, “Toz Metalurjisi.” https://docplayer.biz.tr/17905747-Toz-metalurjisi-prof-dr-erafettin-eroglu-istanbul-universitesi-muh-fak-metalurji-ve-malzeme-muh-bol.html. 3 Ekim 2018.

[10] R. Ünal, “Toz Üretim Teknikleri.” Available: http://rahmiunal.net/toz/tozmet.html. 26 Ekim 2018.

[11] A. A. Cerit, “Toz Metalurjisi.” Available: http://kocaelimakine.com/wp-content/uploads/2016/03/toz-metalurjisi-afsin-alper-cerit.pdf, 26 Ekim 2018.

[12] İ. Ş. Akpınar, “Atomizasyon Yöntemiyle Toz Metal Üretimi Ve Tozların Karakterizasyonu,” Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2011.

[13] M. L. Sipahi, “Toz Metalurjisi Yöntemi İle AlSi12-$CuAl_2$ Metal Matrisli Kompozit Üretimi Ve $CuAl_2$ Oranının Özelliklere Etkisi,” Yüksek Lisans Tezi, YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2016.

[14] H. Gökçe, “Mekanik Alaşımlama Süreçleri İle Al-20Si Esaslı Toz Ve Sinter Kompozitlerin Geliştirilmesi Ve Karakterizasyon Çalışmaları,” Doktora Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2013.

[15] T. Varol, “Mekanik öğütme yöntemi ile üretilen mikronaltı Al_2O_3 seramik parçacıklarının fiziksel özellikleri üzerine öğütme zamanı, öğütme hızı ve bilye toz ağırlık oranının etkisi,” *Pamukkale Univ. J. Eng. Sci.*, vol. 24, no. 4, pp. 635–642, 2018.

[16] A. Milli, “Mekanik Alaşımlama Yöntemi Ile (B_4C+FeTi) Takviyeli Fe Esaslı Kompozit Üretimi,” Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ, 2017.

[17] Ş. Ertok, “Alüminyum Matrisli Al_2O_3 Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Mekanik Alaşımlama Yöntemi İle Üretimi,” Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 2011.

[18] “Tekser, Spex 8000D Öğütücü / Karıştırıcı Değirmen.” http://www.teksercorp.com/tr/ornek-hazirlama-ekipmanlari-sarflari-aksesuarlar/mixermill-8000m. 3 Kasım 2018.

[19] “Karıştırıcı Bilyalı (Spex) Değirmen.” http://dal.aku.edu.tr/2016/11/13/karistirici-bilyali-spex-degirmen/. 2 Kasım 2018.

[20] “Jeotest Construction Materials Testing Equipment, Planet Tipi Değirmen.” http://www.jeotest.com/site/page.asp?dsy_id=1198&t=Planet-Tipi-Degirmen. 3 Kasım 2018.

[21] “DECO, Tezgah Üstü Lab Planet Bilyalı Taşlama Değirmeni.” [Online]. Available: http://tr.lab-powder-mill.com/all-lab-planetary-ball-mills/0-4l-bench-top-lab-planetary-ball-grinding.html. 2 Kasım 2018.

[22] “MSE, Atritör Değirmen.” http://www.mseteknoloji.com.tr/proses cihazlari/degirmenler/atritor-degirmen. 4 Kasım 2018.

[23] T. Hacıoğlu, “AlB_4Cp Kompozitlerinin Toz Metaurjisi Yöntemi İle Üretimi Ve Karakterizasyonu,” Yüksek Lisans Tezi, YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü,İstanbul, 2010.

[24] N. Y. Çolak and H. Turhan, “Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretilen Al-Si/B_4C Kompozit Malzemenin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerinin Araştırılması,” *Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilim. Derg.*, vol. 28, no. 2, pp. 259–266, 2016.

[25] A. S. Kalaycıoğlu, “SiC TANE KATKILI ALUMİNYUM,” Yüksek Lisans Tezi,Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 2010.

[26] O. Güler, “Mekanik Alaşımlama Yöntemi İle Za27 Esaslı Kompozit Malzemelerin Üretilmesi Ve Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi,” Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Ünivesitesi Fen Bilimleri Enstitüsü , Trabzon, 2015.

[27] W. D. Callister, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği. Sekizinci Basımdan Çeviri, Nobel Yayıncılık, 2013.

[28] M. BULUT, “Türkiyede Kompozit Malzeme Üretimi ve Kompozit Malzeme Sektörünün Genel Değerlendirmesi,” Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2014.

[29] A. İ. Kaya, “Makale Kompozit Malzemeler ve Özellikleri,” *Putech&Composites*, vol. 8, pp. 38–45, 2016.

[30] D. Tuncel, “Bal Peteği (Honeycomb) Kompozit.” https://www.slideshare.net/DuranTuncel1/balpetei-kompozitler-56210673. 15 Kasım 2018.

[31] A. Kalemtaş, “Makale Metal Matrisli Kompozitlere Genel Bir Bakış,” *Putech&Composites*, vol. 8, pp. 18–30, 2014.

[32] N. Akçamlı, H. Gökçe, and A. Kalemtaş, “Grafen Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompozitlerin Üretimi Ve Karakterizasyonu,” Sonuç Raporu, Bursa Teknik Üniversitesi BAP Koordinatörlüğü, Bursa, 2016.

[33] T. S. A. Suryakumari and S. Ranganathan, “Preparation and Study the Wear Behaviour of Aluminium Hybrid Composite,” *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 2018, pp. 8104–8111, 2018.

[34] U. Gökmen, “Sıcak Ekstrüze Edilmiş Al 2024 Matrisli B4C/Al2O3 Takviyeli Hibrit Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu Uğur,” *J. Polytech.*, vol. 19, no. 4, pp. 445–453, 2016.

[35] G. Pitchayyapillai, P. Seenikannan, K. Raja, and K. Chandrasekaran, “Al6061 Hybrid Metal Matrix Composite Reinforced with Alumina and Molybdenum Disulphide,” *Adv. Mater. Sci. Eng.*, vol. 2016, pp. 1–9, 2016.

[36] J. S. S. Babu, K. P. Nair, and C. G. Kang, “Fabrication and characterization of aluminum based nano-micro hybrid metal matrix composites J.S.Suresh,” *16TH Int. Conf. Compos. Mater.*, pp. 1–5, 2007.

[37] S. J. Kumar, G.Santhosh, D.Nirmalkumar, A.Saravanakumar, Dr.P.Sasikumar, and Dr.S.Sivasankaran, “Mechanical and Dry Sliding Wear Behavior OFAL 6063/Al_2O_3/Graphite Hybrid Composites S.Jagatheesh,” *Int. J. Innov. Res. Sci. Eng. Technol. Vol.*, vol. 3, no. 3, pp. 1222–1228, 2014.

[38] M. Asif, K. Chandra, and P. S. Misra, “Development of Aluminium Based Hybrid Metal Matrix Composites for Heavy Duty Applications,” *J. Miner. Mater. Charact. Eng.*, vol. 10, no. 14, pp. 1337–1344, 2011.

[39] M. O. Bodunrin, K. K. Alaneme, and L. H. Chown, “Aluminium matrix hybrid composites: A review of reinforcement philosophies; Mechanical, corrosion and tribological characteristics,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 4, no. 4, pp. 434–445, 2015.

[40] S. Johny James, K. Venkatesan, P. Kuppan, and R. Ramanujam, “Hybrid aluminium metal matrix composite reinforced with SiC and TiB_2,” *Procedia Eng.*, vol. 97, no. 2014, pp. 1018–1026, 2014.

[41] B. R. Reddy and C. Srinivas, “Fabrication and Characterization of Silicon Carbide and Fly Ash Reinforced Aluminium Metal Matrix Hybrid Composites,” *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 2018, pp. 8374–8381, 2018.

[42] H. S. Pavithra and M. G. Anantha Prasad, “Study on Microstructure and Mechanical Properties of Al/SiO_2/C hybrid metal matrix composite, with the Influence of Chills,” *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 2018, pp. 6053–6058, 2018.

[43] T. Rajmohan, K. Palanikumar, and S. Ranganathan, “Evaluation of mechanical and wear properties of hybrid aluminium matrix composites,” *Trans. Nonferrous Met. Soc. China English Ed.*, vol. 23, no. 2013, pp. 2509–2517, 2013.

[44] D. Siva Prasad and C. Shoba, “Hybrid composites - A better choice for high wear resistant materials,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 3, no. 2, pp. 172–178, 2014.

[45] G. Bala Narasimha, M. Vamsi Krishna, and R. Sindhu, “Prediction of wear behaviour of AlMg1SiCu hybrid MMC using taguchi with grey rational analysis,” *Procedia Eng.*, vol. 97, no. 2014, pp. 555–562, 2014.

[46] H. Kurt, “Alüminyum-Alümina Kompozit Malzeme Üretiminde Karıştırma Tekniğinin Kompozitin Aşınma Davranışı Üzerine Etkilerinin Araştırılması,” Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü,Ankara, 2010.

[47] B. V. Ramnath *et al.*, “Aluminium Metal Matrix Composites - A Review,” *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 38, no. 2014, pp. 55–60, 2013.

[48] J. Singh and A. Chauhan, “Characterization of hybrid aluminum matrix composites for advanced applications - A review,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 5, no. 4, pp. 159–169, 2016.

[49] M. C. Şenel, M. Gürbüz, and E. Koç, “Grafen takvïyeli alüminyum matrisli yeni nesil kompozitler,” *Mühendis ve Makina*, vol. 56, no. 669, pp. 36–47, 2015.

[50] S. Venkatesan and M. A. Xavior, “Mechanical behaviour of Aluminium metal matrix composite reinforced with graphene particulate by stir casting method,” *J. Chem. Pharm. Sci.*, vol. 10, no. 1, pp. 55–59, 2017.

[51] N. Zhao, P. Nash, and X. Yang, “The effect of mechanical alloying on SiC distribution and the properties of 6061 aluminum composite,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 170, no. 2005, pp. 586–592, 2005.

[52] L. A. Elshina, R. V. Muradymov, A. G. Kvashnichev, D. I. Vichuzhanin, N. G. Molchanova, and A. A. Pankratov, “Synthesis of new metal-matrix Al–Al_2O_3–graphene composite materials,” *Russ. Metall.*, vol. 2017, no. 8, pp. 631–641, 2017.

[53] V. Bharath, M. Nagaral, V. Auradi, and S. A. Kori, “Preparation of 6061Al-Al_2O_3 MMC’s by Stir Casting and Evaluation of Mechanical and Wear Properties,” *Procedia Mater. Sci.*, vol. 6, no. 2014, pp. 1658–1667, 2014.

Tezden Üretilmiş Yayınlar

İletişim Bilgisi: zehraaltinisik@hotmail.com.tr

Konferans Bildirileri

1. Z. Altınışık, A. Yeprem, D. Uzunsoy, "Al/Al_2O_3 Matrisli Grafen Takviyeli Hibrit Kompozit Malzemelerin Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretimi ve Karakterizasyonu," 31. Ulusal Kimya Kongresi, 10-13 Eylül, 2019.

Projeler

1. Yıldız Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Koordinatörlüğü FYL-2019-3510, "Alüminyum Oksit Ve Grafen Takviyeli Hibrit Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemi İle Üretimi Ve Karakterizasyonu", YULAP projesi.