

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ



**Al₂O₃, TiB₂ PARÇACIK TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ
KOMPOZİTLERİN SICAK PRESLEME İLE ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

Sertaç Ferat POLAT

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HAZİRAN 2019

ANTALYA

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ



**Al₂O₃, TiB₂ PARÇACIK TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ
KOMPOZİTLERİN SICAK PRESLEME İLE ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

Sertaç Ferat POLAT

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ

ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HAZİRAN 2019

ANTALYA

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

**Al₂O₃, TiB₂ PARÇACIK TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ
KOMPOZİTLERİN SICAK PRESLEME İLE ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

**Sertaç Ferat POLAT
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Bu tez Akdeniz Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim birimi
tarafından FYL-2017-2857 nolu proje ile desteklenmiştir.**

HAZİRAN 2019

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**Al₂O₃, TiB₂ PARÇACIK TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ
KOMPOZİTLERİN SICAK PRESLEME İLE ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

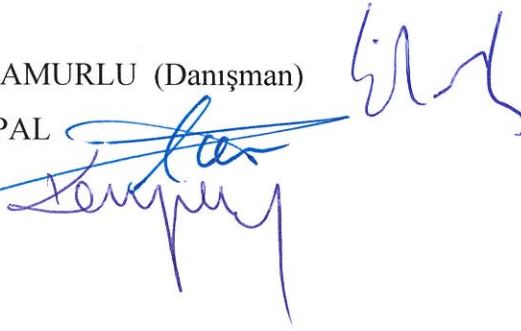
Sertaç Ferat POLAT
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS

Bu tez 11/06/2019 tarihinde jüri tarafından Oybirliği / Oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU (Danışman)

Prof. Dr. Eyüp Sabri TOPAL

Doç. Dr. Kerim YAPICI



ÖZET

AL₂O₃,TiB₂ PARÇACIK TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN SICAK PRESLEME İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Sertaç Ferat POLAT

Yüksek Lisans Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU

Haziran 2019; 97 sayfa

Bu çalışmada alüminyum % 4 bakır matrisli Al₂O₃-TiB₂ karışımı partikül takviyeli kompozitlerin sıcak presleme ile üretilmesi ve üretilen kompozitlerin karakterize edilmesi amaçlanmıştır. Kullanılan Al₂O₃-TiB₂ tozları, çalışma kapsamında TiO₂, H₃BO₃ ve Al başlangıç karışımlarından yanma sentezi yöntemiyle üretilmiştir. Yanma sentezi sonucunda Al₂O₃ ve TiB₂ fazlarının oluştuğu X-ışını kırınımı (XRD) analizleri ile belirlenmiştir. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDS) incelemelerinin sonucunda yanma sentezi ürünlerinin Al₂O₃ sürekli yapısı içinde bulunan TiB₂ partiküllerinden oluşan birkaç yüz mikron boyutlu sert topaklar şeklinde olduğu anlaşılmıştır.

Yanma sentezi sırasında oluşan Al₂O₃, TiB₂ partiküllerini birbirinden ayırmak ve Al₂O₃, TiB₂ parçacıklarının boyutunu küçültmek amacıyla toz halindeki başlangıç karışımlarına ağırlıkça %5 ile %150 arasındaki oranlarda NaCl eklenerek yanma sentezi deneyleri gerçekleştirilmiştir. SEM incelemeleri ve parçacık boyut analizlerinde, başlangıç karışımına NaCl eklenmesi ile, oluşan parçacık boyutlarının küçüldüğü görülmüştür. %60 NaCl eklenen reaksiyonun sonucunda daha küçük partiküller üretildiği anlaşılmıştır. NaCl'nin giderilmesi sonrası elde edilen toz karışımının ortalama parçacık boyutunun 15,4 mikron olduğu belirlenmiştir.

Yanma sentezi ile elde edilmiş olan Al₂O₃, TiB₂ toz karışımları, alüminyum matrisine eklenmeden önce, parçacık boyutlarının küçültülmesi amacıyla alümina ve WC ortamlarda öğütülmüştür. Elde edilen takviye partikülleri Al-%4Cu matrisine hacimce %1, %3, %5 oranlarında eklenerek, toz metalürjisi yöntemi ile kompozit üretimi gerçekleştirilmiştir. Kompozitler sıcak preste 550 °C'de 30 dakika süre 50 MPa basınç uygulanarak elde edilmiştir. Optik mikroskop ve SEM incelemeleri sonucunda, takviye partiküllerinin matris fazı içerisinde homojen dağıldığı görülmüştür. Takviye partiküllerinin eklenmesi sonucunda takviyesiz numuneye kıyasla sertlik artışı meydana gelmiştir. Takviyesiz numunede 50,9 HB olan sertlik değeri, WC ortamda öğütülmüş partiküllerin % 1 oranında eklendiği kompozitte 57,7 HB10 olmuştur. Takviyesiz numunenin eğme dayanımı 433 MPa olurken, dayanım değeri en yüksek numune, 462 MPa ile WC-Co ortamda öğütülmüş takviye partiküllerinin % 1 oranında eklendiği numune olmuştur. Katkı oranının daha fazla artması ile kompozitlerin dayanım değerlerinde azalma meydana geldiği görülmüştür.

ANAHTAR KELİMELER: Al₂O₃, TiB₂, Alüminyum matrisli kompozitler, Sıcak pres, Toz metalurjisi, Yanma sentezi

JÜRİ: Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU

Prof. Dr. Eyüp Sabri TOPAL

Doç. Dr. Kerim YAPICI

ABSTRACT

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF Al₂O₃,TiB₂ REINFORCED ALUMINUM MATRIX COMPOSITES BY HOT PRESS

Sertac Ferat POLAT

MSc Thesis in Mechanical Engineering

Supervisor: Prof. Dr. H. Erdem ÇAMURLU

June 2019; 97 pages

In this study it was aimed to produce and characterize Al₂O₃-TiB₂ mixture particle reinforced aluminum 4 % copper matrix composites. Utilized Al₂O₃-TiB₂ powders were obtained in this study from TiO₂, H₃BO₃ ve Al through combustion synthesis. It was determined by XRD analyses that Al₂O₃ and TiB₂ phases were obtained by combustion synthesis. It was seen in transmission electron microscope (TEM) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) analyses that products were in the form of a few hundred micron sized hard agglomerates which were composed of TiB₂ particles in a continuous Al₂O₃ structure .

In order to separate the formed Al₂O₃ and TiB₂ particles, and to reduce particle size, NaCl was introduced into the starting materials in %5 - %15 weight % range. It was found in SEM and particle size analyses that the size of formed particles decreased. Average particle size was 15.4 microns when %60 NaCl was added.

Before introducing the Al₂O₃-TiB₂ particles into the aluminum matrix, they were ground in alumina and WC media for size reduction. Reinforcement particles were added at %1, %3, %5 vol. % into aluminum matrix. Composites were obtained after hot pressing at 550 °C for 30 minutes under 50 MPa pressure. It was seen in optical microscopy and SEM examinations that the reinforcement particles were dispersed homogeneously in the matrix. Hardness increased in the composites as compared to unreinforced sample. Hardness of the composite containing 1 % reinforcement that was ground in WC media was 57.7 HB10, whereas that of unreinforced sample was 50.9 HB10. Bending strength of the unreinforced sample was 433 MPa whereas the highest bending strength was attained in the composite containing 1 % reinforcement that was ground in WC media. Higher amount of reinforcement resulted in a decrease in bending strength of the composites.

KEYWORDS: Al₂O₃, TiB₂, Aluminum matrix composites, Hot press, Powder Metallurgy, Combustion synthesis

COMMITTEE: Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU

Prof. Dr. Eyüp Sabri TOPAL

Assoc. Prof. Dr. Kerim YAPICI

ÖNSÖZ

Yüksek lisans öğrenimine başladığım ilk günden itibaren bilgilerini ve deneyimlerini esirgemeyen, tez konusunun belirlenmesinde büyük emeği olan, tez çalışmalarının her aşamasında sabırla destekleyen ve öğrencisi olmaktan büyük onur duyduğum, çok değerli tez danışmanım sayın Prof. Dr. Hasan Erdem ÇAMURLU'ya teşekkürü bir borç bilirim.

Öğrenim hayatım boyunca bana güvenen ve çok büyük emek veren babam Mustafa POLAT'a annem Adile POLAT'a ve kardeşlerime çok teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	iii
AKADEMİK BEYAN	viii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xv
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK TARAMASI	3
2.1. Kompozit Malzemeler	3
2.1.1. Metal matrisli kompozitler.....	4
2.1.2. Metal matrisli kompozitlerde kullanılan partikül takviyeler ve üretim yöntemleri	5
2.1.2.1. Karbotermik indirgeme	5
2.1.2.2. Metalotermik indirgeme.....	6
2.1.2.3. Yanma sentezi	7
2.1.3. Metal Matrisli kompozitlerde kullanılan matris türleri.....	10
2.1.4. Alüminyum matrisli kompozitler.....	11
2.1.5. Konu ile ilgili çalışmalar ve araştırmalar	12
2.2. MMK Üretim Yöntemleri.....	16
2.2.1. Toz metalürjisi yöntemi	16
2.2.2. Karıştırma döküm yöntemi	19
2.2.3. Difüzyon bağı yöntemi	21
2.2.4. İnfiltrasyon yöntemi.....	22
2.3. Al-Cu Faz Sistemi	23
2.4. ALMK Uygulamaları ve Kullanım Alanları	24
3. MATERYAL VE METOT	27
3.1. Deneyleerde Kullanılan Malzemeler ve Donanım	27
3.2. Deneyleerin Yapılışı.....	37
3.2.1. Yanma sentezi deneyleeri.....	37
3.2.2. Öğütme deneyleeri.....	38
3.2.3. Kompozit üretimi.....	39

3.2.4. Karakterizasyon işlemleri	40
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	42
4.1. Yanma Sentezi Deneyleri	42
4.1.1. Deney parametreleri.....	42
4.1.2. Ateşlenme sıcaklıkları	44
4.1.3 % 5 NaCl içeren karışım.....	45
4.1.3.1. XRD analizi	45
4.1.3.2. SEM incelemeleri.....	46
4.1.4 % 20 NaCl içeren karışım.....	49
4.1.4.1. XRD analizi	49
4.1.4.2. Parçacık boyut ölçümleri	50
4.1.5. % 60 NaCl içeren karışım.....	51
4.1.5.1. SEM incelemeleri.....	51
4.1.5.2. XRD analizi	52
4.1.5.2. Parçacık boyut ölçümleri	52
4.1.6. % 125 NaCl içeren karışım.....	53
4.1.6.1. Parçacık boyut ölçümleri	53
4.1.7. % 150 NaCl içeren karışım.....	54
4.1.7.1. SEM incelemeleri.....	54
4.2. Öğütme Deneyleri	55
4.2.1. Alümina kavanoz ve bilya ile yapılan öğütme işlemleri	55
4.2.1.1. İki saat öğütme işlemi sonuçları	56
4.2.1.2. Altı saat öğütme işlemi sonuçları.....	58
4.2.1.3. On iki saat öğütme işlemi sonuçları.....	59
4.2.1.4. Yirmidört saat öğütme işlemi sonuçları	60
4.2.1.5. Kırksekiz saat öğütme işlemi sonuçları	61
4.2.2. Tungsten karbür kavanoz ve bilya ile yapılan öğütme işlemleri	63
4.2.2.1. Doksan dakika öğütme işlemi sonuçları	64
4.2.2.2. İkiyüzon dakika öğütme işlemi sonuçları	66
4.2.2.3. Dört yüz elli dakika öğütme işlemi sonuçları	67
4.3. Alüminyum Matrisli Kompozitler.....	69
4.3.1. Katkısız numuneler.....	69

4.3.2. %1 öđütölmemiş takviye katkılı kompozitler	71
4.3.3. %1 Al ₂ O ₃ kavanozda öđütölmüş takviye katkılı kompozitler	73
4.3.4. %1 WC kavanozda öđütölmüş takviye katkılı kompozitler	75
4.3.5. %3 WC kavanozda öđütölmüş takviye katkılı kompozitler	77
4.3.6. %5 WC kavanozda öđütölmüş takviye katkılı kompozitler	79
5. SONUÇLAR	82
6. KAYNAKLAR	94
ÖZGEÇMİŞ	

AKADEMİK BEYAN

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum “Al₂O₃, T:B₂ Parçacık Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompezitlerin Sıcak Presleme ile Üretimi ve Karakterizasyonu” adlı bu çalışmanın, akademik kurallar ve etik değerlere uygun olarak yazıldığını belirtir, bu tez çalışmasında bana ait olmayan tüm bilgilerin kaynağını gösterdiğimi beyan ederim.

11/06/2019

Sertaç Ferat POLAT



SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

m	: metre
gr	: gram
kg	: kilogram
cm ³	: santimetre küp
µm	: mikrometre
HB	: sertlik brinell
Pa	: paskal
MPa	: mega paskal
Gpa	:ciga paskal
°C	: derece santigrat

Kısaltmalar

VCS	: Hacim Yanma sentezi
SHS	:Kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi
SEM	: Scanning Electronic Microscope (Taramalı Elektron Mikroskop)
T/M	: Toz metalurjisi
Fe	: Demir
Al ₂ O ₃	: Alümina
Al ₂ O ₃	: Alüminyum oksit
TiB ₂	: Titanyum diborür
B ₂ O ₃	: Bor oksit
H ₃ BO ₃	: Borik asit
SiC	: Silisyum karbür
Ti	: Titanyum
B	: Bor

F : Fosfor

HIP : Hot Isostatic Pressing

CIP : Cold Isostatic Pressing

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Takviye fazına göre kompozitler	4
Şekil 2.2. Yanma reaksiyonları	8
Şekil 2.3. Numunenin SEM görüntüleri	14
Şekil 2.4. Numunelerin sinterleme sıcaklığına ve takviye miktarına göre sertlik değerleri	15
Şekil 2.5. Tek eksenli sıcak presleme prosesi	18
Şekil 2.6. Sıcak izostatik pres prosesi	18
Şekil 2.7. Partiküllerin eriyiğe karışım aşamaları	20
Şekil 2.8. Difüzyon bağı yöntemi	21
Şekil 2.9. İnfiltrasyon yöntemi	23
Şekil 2.10. Al-Cu faz sistemi	24
Şekil 2.11. Otomotivlerde kullanılan alüminyum matrisli kompozitler	25
Şekil 3.1. Yanma sentezi düzeneği	28
Şekil 3.2. Metal kesme cihazı	29
Şekil 3.3. Metalografik zımparalama cihazı	29
Şekil 3.4. Metalografik parlatma cihazı	30
Şekil 3.5. Sertlik ölçüm cihazı	30
Şekil 3.6. Metalografik parlatma cihazı	31
Şekil 3.7. Analitik terazi	31
Şekil 3.8. Çekme testi cihazı	32
Şekil 3.9. Hidrolik pres	33
Şekil 3.10. Öğütme değirmeni	33
Şekil 3.11. Öğütme kavanozları	34
Şekil 3.12. Etüv fırını	35
Şekil 3.13. Silindirik kalıp	35

Şekil 3.14. Santrifüj cihazı	36
Şekil 3.15. Sıcak pres sistemi	36
Şekil 3.16. Dikdörtgen kesitli kalıp	39
Şekil 4.1. Çeşitli oranlarda NaCl eklenmiş olan TiO ₂ +H ₃ BO ₃ +Al toz karışımlarının reaksiyonu sırasında ölçülmüş olan sıcaklık değişimleri	44
Şekil 4.2. Çeşitli oranlarda NaCl eklenmiş olan TiO ₂ +H ₃ BO ₃ +Al toz karışımlarının reaksiyon ateşlenme sıcaklıkları	45
Şekil 4.3. Başlangıç karışımına %5 NaCl eklenerek elde edilmiş olan Al ₂ O ₃ -TiB ₂ tozlarının XRD analizi.....	46
Şekil 4.4. Başlangıç karışımına % 5 oranında NaCl eklenerek elde edilmiş olan Al ₂ O ₃ -TiB ₂ tozlarının SEM mikrografları	47
Şekil 4.5. EDS analizine tabi tutulmuş olan 1 ve 2 numaralı noktaların gösterildiği mikrograf	47
Şekil 4.6. Bir numaralı noktanın EDS analiz sonuçları	48
Şekil 4.7. İki numaralı noktanın EDS analiz sonuçları	49
Şekil 4.8. Başlangıç karışımına %20 NaCl eklenerek elde edilmiş olan Al ₂ O ₃ -TiB ₂ tozlarının XRD deseni	50
Şekil 4.9. %20 oranında NaCl içeren başlangıç malzemelerinden üretilen Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının parçacık boyut dağılımı	50
Şekil 4.10. %60 NaCl katkılı yanma senteziyle üretilmiş öğütmeye tabi tutulmamış Al ₂ O ₃ - TiB ₂ tozlarının SEM mikrografları	51
Şekil 4.11. Başlangıç karışımına %60 NaCl eklenerek elde edilmiş olan Al ₂ O ₃ -TiB ₂ tozlarının XRD deseni	52
Şekil 4.12. %60 oranında NaCl içeren başlangıç malzemelerinden üretilen Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının parçacık boyut dağılımı	53
Şekil 4.13. %%125 oranında NaCl içeren başlangıç malzemelerinden üretilen Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının parçacık boyut dağılımı	53
Şekil 4.14. Başlangıç karışımına % 150 oranında NaCl eklenerek elde edilmiş olan Al ₂ O ₃ -TiB ₂ tozlarının SEM mikrografları.....	54
Şekil 4.15. %150 oranında NaCl içeren başlangıç malzemelerinden üretilen Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının parçacık boyut dağılımı	55
Şekil 4.16. Başlangıç karışımına %60 NaCl eklenerek elde edilen ve alümina ortamda 2 saat öğütülen Al ₂ O ₃ - TiB ₂ ürünlerinin XRD deseni.....	56

Şekil 4.17. Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının alümina öğütme ortamında 2 saat öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı	57
Şekil 4.18. Alümina kavanozda 2 saat öğütülmüş Al ₂ O ₃ – TiB ₂ tozlarının SEM mikrografları	58
Şekil 4.19. Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının alümina öğütme ortamında 6 saat öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı	59
Şekil 4.20. Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının alumina öğütme ortamında 12 saat öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı	59
Şekil 4.21. Alümina kavanozda 12 saat öğütülmüş Al ₂ O ₃ – TiB ₂ tozlarının SEM mikrografları;	60
Şekil 4.22. Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının alümina öğütme ortamında 24 saat öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı	61
Şekil 4.23. Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının alümina öğütme ortamında 48 saat öğütülmesi ile oluşan ürünlerin XRD deseni	61
Şekil 4.24. Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının alümina öğütme ortamında 48 saat öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı	62
Şekil 4.25. Alümina kavanozda 48 saat öğütülmüş Al ₂ O ₃ -TiB ₂ tozlarının SEM mikrografları	63
Şekil 4.26 Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının tungsten karbür öğütme ortamında 90 dakika öğütülmesi ile oluşan ürünlerin XRD deseni	64
Şekil 4.27. Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının tungsten karbür öğütme ortamında 90 dakika öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı	65
Şekil 4.28 WC kavanoz ve bilya ile 90 dakika öğütmeye tabi tutulmuş Al ₂ O ₃ – TiB ₂ tozlarının SEM mikrografları	66
Şekil 4.29. Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının tungsten karbür öğütme ortamında 210 dakika öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı	67
Şekil 4.30. Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının tungsten karbür öğütme ortamında 450 dakika öğütülmesi ile oluşan ürünlerin XRD deseni	67
Şekil 4.31. Al ₂ O ₃ -TiB ₂ toz karışımının tungsten karbür öğütme ortamında 450 dakika öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı	68
Şekil 4.32. WC kavanoz ve bilya ile 450 dakika öğütmeye tabi tutulmuş Al ₂ O ₃ – TiB ₂ tozlarının SEM mikrografları	69
Şekil 4.33. Katkısız üretilen Al ₄ Cu numunenin mikrografları.....	70

Şekil 4.34. Katkısız üretilen Al ₄ Cu numune SEM-GSE görüntüsü.....	70
Şekil 4.35. %1 öğütülmemiş partikül takviyeli kompozitin mikrografları	72
Şekil 4.36. Al ₂ O ₃ kavanozda öğütülmüş %1 partikül takviyeli kompozitin mikrografları	74
Şekil 4.37. WC kavanozda öğütülmüş %1 partikül takviyeli kompozitin mikrografları	76
Şekil 4.38. WC kavanozda öğütülmüş %3 partikül takviyeli kompozitin mikrografları	78
Şekil 4.39. WC kavanozda öğütülmüş %5 partikül takviyeli kompozitin mikrografları	80
Şekil 5.1. Çeşitli oranlarda NaCl içeren TiO ₂ +H ₃ BO ₃ +Al karışımlarından yanma sentezi ile üretilen tozların XRD desenleri.....	82
Şekil 5.2. Değişen NaCl miktarlarına göre parçacık boyutları	83
Şekil 5.3. Değişen tuz miktarlarına göre D10, D50 ve D90 değerleri	84
Şekil 5.4. Üretilen Al ₂ O ₃ , TiB ₂ toz karışımının alümina kavanozda öğütüldükten sonraki XRD desenleri	84
Şekil 5.5. Üretilen Al ₂ O ₃ , TiB ₂ toz karışımının WC kavanozda öğütüldükten sonraki XRD desenleri	85
Şekil 5.6. Alümina kavanozda gerçekleşen öğütme süreleri ile parçacık boyut dağılımı grafikleri.....	86
Şekil 5.7. Alümina ortamda gerçekleşen öğütme sürelerine göre D10, D50 ve D90 değerleri	86
Şekil 5.8. WC kavanozda gerçekleşen öğütme süreleri ile parçacık boyut dağılımı grafikleri	87
Şekil 5.9. WC kavanozda gerçekleşen öğütme süreleri ile oluşan ürünlerin D10, D50 ve D90 değerleri	88
Şekil 5.10. Üretilen Al ₂ O ₃ – TiB ₂ tozlarının 100000X büyümedeki SEM mikrografları	89
Şekil 5.11. Üretilen numunelerin 1000x büyütmedeki optik mikrografları	90
Şekil 5.12. Üretilen numunelerin sertlik değerleri.....	91
Şekil 5.13. Üretilen numunelerin üç nokta eğme dayanımı değerleri.....	92
Şekil 5.14. Üretilen numunelerin % teorik yoğunluk değerleri	92

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Metal matrisli kompozitlerde kullanılan başlıca takviye partiküllerinin özellikleri	5
Çizelge 2.2. SHS yöntemiyle üretilen bazı malzemeler	9
Çizelge 2.3. Alüminyumun metalinin bazı özellikleri	11
Çizelge 2.4. Toz metalürjisi ile Karıştırma döküm yöntemini karşılaştırması	21
Çizelge 2.5. ALMK otomotiv uygulamaları ve üreticileri.....	25
Çizelge 3.1. Bor oksit içeren başlangıç tozlarının bileşim miktarları.....	37
Çizelge 3.2. Borik asit içeren başlangıç tozlarının bileşim miktarları.....	38
Çizelge 3.3. Kompozit üretiminde kullanılan toz miktarları	40
Çizelge 4.1. Deneyleerde kullanılan başlangıç karışımlarının bileşimleri ve miktarları..	43
Çizelge 4.2. 1 numaralı noktanın EDS elemental analiz sonuçları.....	48
Çizelge 4.3. 2 numaralı noktanın EDS elemental analiz sonuçları.....	49
Çizelge 4.4. Al ₂ O ₃ kavanoz ve bilya ile öğütülen ürünlerin parametreleri.....	56
Çizelge 4.5. WC kavanoz ve bilya ile öğütülen ürünlerin parametreleri.....	64
Çizelge 4.6. Şekil 4.31 belirtilen noktaların EDS elemental analiz sonuçları	71
Çizelge 4.7. Katkısız numunelerin sertlik ölçümleri	71
Çizelge 4.8. Katkısız numunelerin üç nokta eğme değerleri	71
Çizelge 4.9. %1 öğütülmemiş katkıli kompozit sertlik ölçümleri	73
Çizelge 4.10. %1 öğütülmemiş katkıli üç nokta eğme değerleri	73
Çizelge 4.11. Alümina kavanozda öğütülmüş %1 partikül takviyeli kompozit sertlik ölçümleri	74
Çizelge 4.12. Alümina kavanozda öğütülmüş %1 partikül takviyeli kompozit üç nokta eğme değerleri	75
Çizelge 4.13. WC kavanozda öğütülmüş %1 partikül takviyeli kompozit sertlik ölçümleri	76
Çizelge 4.14. WC kavanozda öğütülmüş %1 partikül takviyeli kompozit üç nokta eğme değerleri	77

Çizelge 4.15. WC kavanozda öğütölmüş %3 partiköl takviyeli kompozit sertlik ölçümleri	78
Çizelge 4.16. WC kavanozda öğütölmüş %3 partiköl takviyeli kompozit üç nokta eğme değerleri	79
Çizelge 4.17. WC kavanozda öğütölmüş %5 partiköl takviyeli kompozit sertlik ölçümleri	80
Çizelge 4.18. WC kavanozda öğütölmüş %5 partiköl takviyeli kompozit üç nokta eğme değerleri	81

1. GİRİŞ

Tarihin ilk çağlarından itibaren insanlar, ihtiyaçlarını gidermek için malzemeler üretmeye ve geliştirmeye çalışmışlardır. Üretilen ve geliştirilen bazı malzemeler yeni buluşlar için önyak olmuştur. İlk başlarda basit ve ilkel olarak başlayan bu çalışmalar günümüzde spesifik birer uzmanlık halini almıştır. Günümüzde birer mühendislik dalları olan makine ve malzeme dallarının sayısız çalışma konusu bulunmaktadır. Bu çalışmada, makine mühendisliği alanında kullanılabilecek ve alternatif olabilecek bir malzeme üretimi üzerine çalışılmıştır.

Alüminyum oksit + titanyum diborür toz karışımlarının yanma sentezi ile üretimi, sıcak presleme yöntemi ile alüminyum oksit + titanyum diborür takviyeli alüminyum matrisli kompozitlerin üretimi ve üretilen kompozitlerin karakterize edilmesi, bu tezin kapsamını oluşturmaktadır. Al_2O_3 ve TiB_2 çok yüksek sertliğe sahip seramik malzemelerdir. Bu tozların, alüminyum matrisle takviye fazı olarak kullanıldıklarında, oluşan kompozitin sertliğini, dayanımını ve aşınma direncini geliştirmeleri beklenmektedir.

Bu çalışmada alüminyum oksit + titanyum diborür tozları, $TiO_2+B_2O_3+Al$ karışımları hızlı ısıtılarak, yanma sentezi ile üretilmiştir. Yanma sentezi ile üretilen seramik partiküllerin, seramik veya metal matrisli kompozitlere kazandırdığı özelliklerin, diğer yöntemlerle üretilen tozlara kıyasla daha üstün olduğu belirtilmektedir. Bu çalışmanın özgün yönlerinden birisi, yanma sentezi ile üretilen alüminyum oksit ve titanyum diborür toz karışımının takviye fazı olarak alüminyum matrisli kompozitlerin üretiminde kullanılmış olmasıdır.

Yanma sentezi, kompozitlerin, metal ve seramiklerin üretilmesinde sıkça kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntemde, iki veya daha fazla element veya bileşiğin istenilen ürüne göre doğru stokiometrik oranlarda karıştırılıp, tepkimeye girme sıcaklığına getirilerek, kendiliğinden ilerleyen ekzotermik reaksiyon ile üretim amaçlanır. Yanma sentezi, inorganik malzemeleri kendiliğinden devam eden yanma reaksiyonları ile hazırlamak için hızlı ve enerji açısından verimli bir işlemdir. Basit ekipman kullanımı ile uygulanabilmesi, yüksek saflıkta ürün elde edilmesi ve istenen şekillerde ürün elde edilebilmesi yöntemin avantajları arasındadır. Yeni ürünler elde edebilmek için alternatif bir yöntemdir.

Titanyum oksit, bor oksit ve alüminyum karışımlarının ısıtılmasıyla yanma sentezi ile alüminyum oksit + titanyum diborür toz karışımlarının üretimi sırasında, başlangıç karışımına $NaCl$ eklenmesi ile, parçacık boyutunun küçültülmesi amaçlanmıştır. Elde edilen ürünler, öğütme işlemine tabi tutulmuştur.

Toz metalurjisi ile üretim, tozların karıştırılması, sıkıştırılması ve sinterlenmesi gibi aşamaları barındıran, çok aşamalı bir üretim yöntemidir. İleri teknoloji malzemelerinin üretiminde yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. İstenen şekillerde yüksek boyut kalitesi ile ürün elde etmek mümkündür. Yöntemin, yüksek maliyeti bir dezavantaj olarak görülse de kaliteli ürün elde edilmek için uygun bir yöntemdir.

Alüminyum matrisli kompozitler, alüminyum veya alüminyum alaşımlarının oluşturduğu sürekli faz içerisine takviye partiküllerinin eklendiği malzeme çeşidi olarak tanımlanabilir. Alüminyumun, diğer metallere nispeten düşük yoğunluğa sahip olması ve düşük yoğunluğuna rağmen gösterdiği iyi mekanik özellikler yaygın kullanımının nedenleri arasındadır. Düşük ergime sıcaklığına sahip olması nedeniyle üretim proseslerine uygunluğu kullanım alanını arttırmaktadır. Alüminyum matrise eklenen takviye partikülleri ile elde edilen alüminyum matrisli kompozitler, otomotiv, havacılık, ulaşım ve inşaat gibi birçok sektörde kullanılmaktadır.

Bu çalışmada, yanma sentezi ile ucuz başlangıç malzemelerinden üretilmiş olan $TiB_2+Al_2O_3$ toz karışımları alüminyum tozlarıyla karıştırılmış ve çelik kalıp içinde sıcak preste preslenmiştir. Bunun sonucunda, elde edilen alüminyum matrisli kompozitlerin mekanik özellikleri gelişmiştir.

2. KAYNAK TARAMASI

2.1. Kompozit Malzemeler

Kompozit malzemeler, 20. yüzyılın ortalarında, modern teknoloji için yeni umutlar vaat eden umut verici bir mühendislik malzemeleri sınıfı olarak ortaya çıkmıştır. Genel olarak konuşursak, farklı özelliklere sahip iki veya daha fazla bileşenden ve bileşenler arasındaki farklı sınırlardan oluşan herhangi bir malzemeye kompozit malzeme denilebilir (Vasiliev ve Morozov 2018).

Kompozit malzemeler, yüksek dayanım ve sertlik gibi sundukları avantajlar nedeniyle metaller, seramikler, ahşaplar ve polimerler gibi birçok geleneksel malzemenin yerini almıştır. Günümüzde kompozit malzemelerin endüstride yoğun olarak kullanılmakla beraber günlük yaşantımızda da kullanımı çok yaygınlaşmıştır ve bu malzemeler mobilya, ulaşım, eğitim, spor ve eğlence ile inşaat ve altyapı gibi sistemlerimizde bulunmaktadır (Sapuan 2017).

Kompozit malzemelerin avantajı, iyi tasarlanmışlarsa, genellikle bileşenlerinin en iyi özelliklerini veya her iki bileşenin de sahip olmadığı bazı özellikleri sergilemeleridir. Kompozit malzeme oluşturularak; malzemelerin çekme dayanımı, yorulma ömrü, sertlik değeri, korozyon direnci, aşınma direnci geliştirilebilir. Mekanik özelliklerin iyileştirilmesi ile beraber ısı yalıtımı, ses yalıtımı ve görsellik gibi özelliklerde iyileştirilebilir (Jones 1999).

Kompozit malzemeler, matris adı verilen sürekli bir fazdan ve matris fazından dağılmış takviye fazından oluşur. Matris fazının ve takviye fazının türü malzemenin özelliklerine etki ettiği gibi bu fazlar arasında oluşan ara yüzeylerde malzemenin özelliklerinde etkilidir.

Matris malzemesine göre kompozitler üç tür olarak sınıflandırılabilir (Balasubramanian 2008).

- Metal matrisli kompozitler.
- Polimer matrisli kompozitler.
- Seramik matrisli kompozitler.

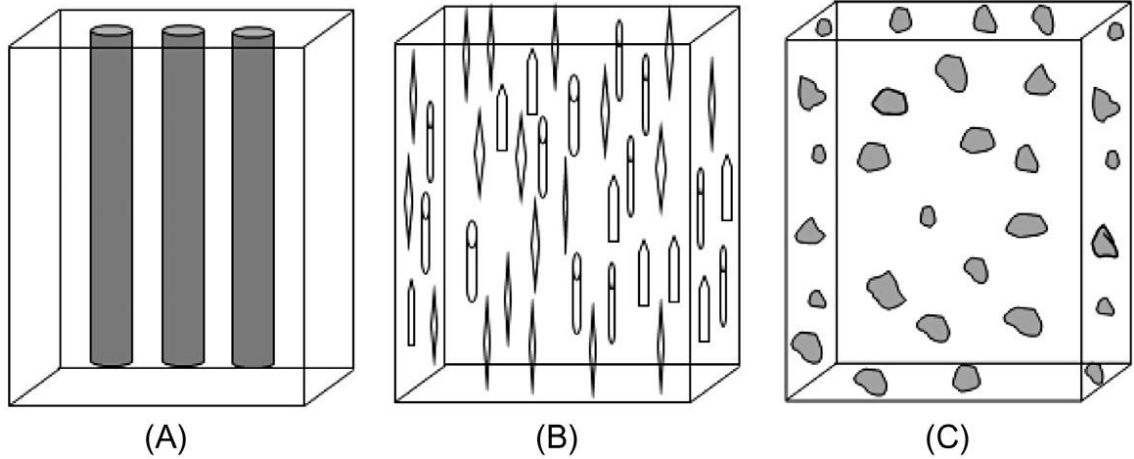
Bu üç tür kompozit; kompozitin üretim metoduna, mekanik davranışlarına ve fonksiyonel özelliklerine göre farklılık gösterir. Matris malzemelerinin kimyasal ve fiziksel özellikleri farklılık gösterdiğinden, üretilecek kompozitin üretim metodunda doğrudan etkilidir. Matris fazının işleme sıcaklığı, takviye fazın seçimin belirler çünkü takviye fazı ile matris fazı üretim esnasında kimyasal reaksiyona girmemelidir aynı zamanda fiziksel bir değişikliğe uğramamalıdır ve özelliklerinde değişiklik olmamalıdır.

2.1.1. Metal matrisli kompozitler

Metal matrisli kompozitler ilk olarak havacılık ve uzay endüstrisi için geliştirilmeye çalışılmıştır. Daha sonra otomotiv, elektronik ve eğlence endüstrisi gibi alanlarda kullanılmaya başlanmıştır. Alüminyum, magnezyum, bakır, titanyum, titanyum alüminatlar, nikel, nikel alüminatlar, nikel bazlı süper alaşımlar ve çeşitli demir alaşımları kullanılan metal matris malzemelerinden bazılarıdır. Metal matrisli kompozitlerde kullanılan en yaygın matris malzemesi alüminyum ve alaşımlarıdır (Harrigan 1991).

Takviye fazının yapısına göre üç çeşit metal matrisli kompozit vardır (Chawla 2006).

- Partikül takviyeli metal matrisli kompozitler.
- Kısa elyaf veya iğnecik (whisker) takviyeli kompozitler.
- Sürekli elyaf takviyeli kompozitler.



Şekil 2.1. Takviye fazının yapısına göre kompozitler; **a)** sürekli elyaf takviyeli; **b)** viskır/elyaf takviyeli kompozit; **c)** partikül takviyeli kompozit (Bauri ve Yadav 2017)

MMK'ler de matris ve takviye fazı kadar önemli olan bir parametrede ara yüzey bağıdır. Ara yüzey bağı, matris ve takviye fazının birbirine yapışması olarak da ifade edilebilir. Ara yüzey bağının zayıf olması durumunda istenilen özelliklere ulaşılması zorlaşır. Bunun için kompozit üretimi esnasında ara yüzey bağının, fazlar arasındaki reaksiyonların ve difüzyonun kontrol edilmesi kompozit kalitesi açısından oldukça önemlidir (Chappell 1989).

MMK'ler, çok yüksek çekme dayanımı ve elastisite modülü sağlar. MMk'lerin, yüksek sıcaklık dayanımı, yorulma dayanımı, aşınma direnci, korozyon direnci ve elektriksel ve termal iletkenlik gibi birçok avantajı vardır (Sapuan 2017).

Metal Matrix Kompozitleri (MMC) havacılık, otomotiv, elektronik ve medikal endüstrilerinde yaygın olarak kullanılan kompozit malzemelerdir (Dinwoodie 1987).

2.1.2. Metal matrisli kompozitlerde kullanılan partikül takviyeler ve üretim yöntemleri

Metal matrisli kompozitlerde kullanılan başlıca partikül takviyeleri B_4C , SiC , TiB_2 , Al_2O_3 , Si_3N_4 , TiC gibi çeşitli karbür, borür ve nitrür bileşikleridir. Literatürde bu bileşiklerle ilgili özellikler mevcuttur (Kalemtaş 2014; Neil&Crowe 1995; Spohn 1995; Hübner&Dörre 1984; Upadhyaya 1998; Munro 2000; Riley 2000; Anonymous 1). Bu malzemelerin özellikleri aşağıdaki Çizelge 2.1’de sunulmaktadır.

Çizelge 2.1. Metal matrisli kompozitlerde kullanılan başlıca takviye partiküllerinin özellikleri

Malzeme	Yoğunluk (g/cm ³)	Erime Sıcaklığı (°C)	Sertlik (GPa)	Çekme Dayanımı (MPa)
SiC	3,2	2730	37	200
B ₄ C	2,51	2763	44,2	650
WC	15,88	2870	36	530
Al ₂ O ₃	3,987	2050	22,05	248
TiB ₂	4,52	2920	25,5	373
Si ₃ N ₄	3,25	1900	30,5	550
AlN	3,33	2780	12,6	390

Metal matrisli kompozitlerde kullanılan partikül takviyelerin üretimi için yaygın olarak kullanılan yöntem kimyasal üretim yöntemleri içinde yer alan katı-katı tepkimeli sentezdir. Katı-katı tepkimeli sentezin başlıcaları türleri i) karbotermik indirgeme işlemleri, ii) metalotermik indirgeme işlemleridir (German 2005). Metalotermik indirgeme reaksiyonları, genellikle yanma sentezi kapsamında uygulanabilmektedir.

2.1.2.1. Karbotermik indirgeme

Karbürler, nitrütler ve borürler için kullanılan karbotermik indirgeme reaksiyonlarının tümünde yan ürün olarak CO gazı çıkmaktadır. Bu işlemlerin gerçekleşmesi için yüksek sıcaklık ve ısıya ihtiyaç duyulmaktadır. Borürler ve karbürler metal oksitlerin indirgenmesiyle oluşabilirken, nitrürlerin üretimi için azot gazı veya azotlu bileşikler kullanılır (Alp 2011).

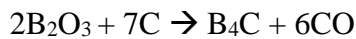
Yüksek sıcaklık ve ısının gerektiği karbotermik indirgeme yönteminin bu dezavantajı öğütme desteğiyle giderilebilmektedir (Balcı ve Ağaogulları 2016). Karbotermik indirgeme işleminde metal oksit, karbonla reaksiyona sokularak indirgenmesi sağlanmaktadır. Ortamdaki nitrojen veya fazla karbon varlığında, nitrür ve karbür bileşiklerinin elde edilmesi mümkün olmaktadır. Denklem 2.1 ve 2.2’ de TiB_2 üretiminin karbotermik indirgeme denklemleri verilmiştir (Kim ve McMurty 1985).



Al_2O_3 ile beraber SiC tozlar MMK’lerde en çok kullanılan takviye malzemeleridir. SiC üretimi genellikle karbotermik indirgeme yöntemi ile olmaktadır. SiO_2 ile karbon elementinin 2000-2300 °C arasında sıcaklıklarda karbotermik indirgeme işlemi gerçekleştirilerek üretilen SiC tozları geniş kullanım alanı bulmaktadır. SiO_2 kok kömüründen saf silisyum eldesi sırasında, elektrik fırında gerçekleşen indirgeme işleminde, fazla karbon kullanılırsa SiC elde edilir (Güler 2012). Silisyum karbür üretiminin denklemi 2.3’teki bağıntıda verilmiştir.

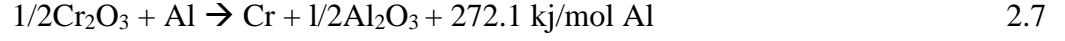


Bor karbür (B_4C), metal matrisli kompozitlerde kullanılan takviye partikülleri içersinde en sert olan malzemelerden biridir. Çeşitli B_4C üretim yöntemleri olmakla beraber, karbotermik yöntemle B_4C tozlarının üretimi yaygın olarak kullanılmaktadır. Elektrik ark fırının kullanıldığı bu yöntemde B_2O_3 ve C reaktanları ile B_4C üretilmektedir. SiC üretimindeki karbotermik üretim yöntemine benzeyen bu yöntemde reaksiyonun gerçekleşmesi için 1500 °C sıcaklıkların üzerine çıkılması gerekmektedir. B_4C üretiminin denklemi 2.4’teki bağıntıda verilmiştir (Weimer 1997).



2.1.2.2. Metalotermik indirgeme

Bu işlemde magnezyum ve alüminyum yaygın olarak kullanılmaktadır. Kalsiyum gibi elementlerin de kullanıldığı çalışmalar bulunmaktadır. Metalotermik indirgeme metallerle ile metal oksit arasında meydana gelen bir yer değiştirme reaksiyonu olarak genellenebilir. Karbotermik indirgemedan farklı olarak metalotermik indirgeme reaksiyonları ekzotermiktir. Metalotermik indirgeme reaksiyonları indirgeyici metale göre isimlendirilir. Magnezyum indirgeyici ile yapılan magnezyotermik işleminin denklemi 2.5’teki bağıntıda verilmiştir. Kalsiyotermik indirgeme olarak adlandırılan kalsiyum ile indirgeme işleminin denklemi bağıntı 2.6’ da verilmiştir. Alüminyumun indirgeyici olarak kullanıldığı alüminotermik indirgeme reaksiyonu bağıntı 2.7’de verilmiştir (Odabaş 2017; Cengiz 2016).

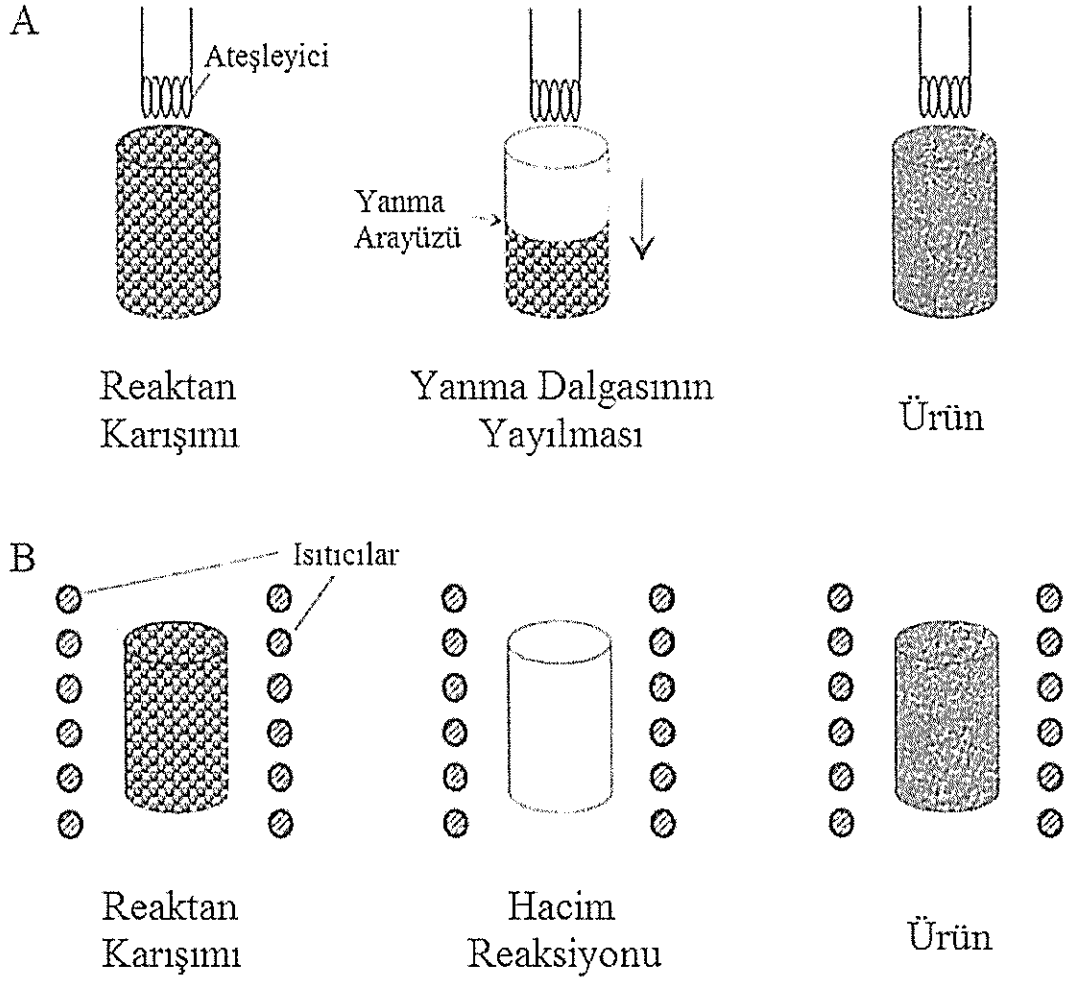


Metalotermik indirgeme reaksiyonları, yeterli ekzotermik enerjiye sahip olduğu takdirde yanma sentezi kapsamında uygulanabilmektedir.

2.1.2.3. Yanma sentezi

Yanma sentezi veya diğer ismiyle kendi kendine ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS; Self propagating high temperature synthesis), ileri teknoloji malzemelerinin üretimi için avantajları olan üretim yöntemlerinden biridir. Yanma sentezinde, iki veya daha fazla element veya bileşiğin istenilen ürüne göre doğru stokiometrik oranlarda karıştırılıp, tepkimeye girme sıcaklığına getirilerek, kendiliğinden ilerleyen egzotermik reaksiyon ile üretim amaçlanır.

Yanma sentezinde, çok fazla reaksiyon türü olmasına rağmen genel hatları ile Şekil 2.2a'da görüldüğü gibi karışımın bir ateşleyici veya kıvılcım yardımıyla başlatılabileceği Şekil 2.2b'deki gibi hacimsel bir ısıtma (VCS; Volume Combustion Synthesis) ile de başlatılabilir (Varma vd. 1998).



Şekil 2.2. Yanma reaksiyonları; a) Kendiliğinden ilerleyen yanma sentezi (SHS); b) Hacim yanma sentezi (VCS) (Turan 2014)

Yanma sentezi, inorganik malzemeleri kendiliğinden devam eden yanma reaksiyonları ile hazırlamak için hızlı ve enerji açısından verimli bir işlemdir. Seramik, metal ve kompozitlerin hazırlanmasında yaygın olarak kullanılır. Yüksek sıcaklık ve yüksek ısıtma oranlarıyla yanma sentezindeki özgün durum, yeni malzemeleri ve yeni mikro yapıları elde etmek için iyi fırsatlar sunar (Liu vd. 2018).

Yanma sentezini diğer üretim yöntemlerinden üstün kılan bazı özellikler bazı özellikler aşağıda verilmiştir (Patil vd. 2002).

- Nispeten basit ekipman kullanımı
- Yüksek saflıkta ürünlerin oluşumu
- Yarı kararlı fazların dengeli dağılımı
- Hemen hemen her boyutta ve şekilli ürünün oluşumu

SHS yöntemiyle çok fazla mamul ya da yarı mamül üretilir bunlardan bazıları Çizelge 2.2’de verilmiştir.

Çizelge 2.2. SHS yöntemiyle üretilen bazı malzemeler (Amosov 2017)

Ürün grubu	Ürünler
Borürler	CrB, HfB, NbB, NbB ₂ , TaB ₂ , TiB, LaB ₆ , MoB, MoB ₂ , MoB ₄ , Mo ₂ B, WB, W ₂ B ₅ , WB ₄ , ZrB ₂ , VB, V ₃ B ₂ , VB ₂
Karbürler	TiC, ZrC, HfC, NbC, SiC, Cr ₃ C ₂ , B ₄ C, WC, TaC, Ta ₂ C, VC, Al ₄ C, Mo ₂ C
Nitritler	Mg ₃ N ₂ , BN, AlN, SiN, Si ₃ N ₄ , TiN, ZrN, HfN, VN, NbN, Ta ₂ N, TaN
Aluminidler	NiAl, CoAl, NbAl ₃
Silisidler	TiSi ₃ , Ti ₅ Si ₃ , ZrSi, Zr ₅ Si ₃ , MoSi ₂ , TaSi ₂ , Nb ₅ Si ₃ , NbSi ₂ , WSi ₂ , V ₅ Si ₃
Hidrürler	TiH ₂ , ZrH ₂ , NbH ₂ , CsH ₂ , PrH ₂ , IH ₂
İntermetalikler	NiAl, FeAl, NbGe, NbGe ₂ , TiNi, CoTi, CuAl
Karbonitrürler	TiC-TiN, NbC-NbN, TaC-TaN, ZrC-ZrN
Sermetler	TiC-Ni, TiC- (Ni, Mo), Wc-co, Cr ₃ C-(Ni, Mo)
Selenidler	MgS, NbSe ₂ , TaSe ₂ , MoS ₂ , MoSe ₂ , WS ₂ , WSe ₂
İkili bileşikler	TiB ₂ -MoB ₂ , TiB ₂ -CrB ₂ , ZrB ₂ -CrB ₂ , ZrB ₂ -CrB ₂ , TiC-WC, TiN-ZrN, MoS ₂ -NbS ₂ , WS ₂ -NbS ₂
Nano boyutlu ürünler	BN nanotüp, Fe ₅₀ Co ₅₀ , Ba-Mg ferritler

Üretim tekniğindeki üstünlüklerden dolayı çok geniş kullanım alanı olan yanma sentezi ile üretim yönteminin bazı uygulamaları örnekleri beraber aşağıda verilmiştir (Yeh 2016).

- Aşındırıcılar, kesici aletler ve parlatma tozları (Titanyum karbür gibi semente karbürler)
- Isıtma fırınlarında rezistans elementleri (Molibden disilisid);
- Yüksek sıcaklık malzemeleri
- Şekil hafızalı alaşımlar (NiTi)
- Çelik işlemede kullanılan katkı maddeleri
- Metal kumları aşındırıcı metallerin sıvılaştırılması için kaplayıcı kaplama
- Seramik işleme tozları
- İnce filmler ve kaplamalar (silisidler)

- Kompozit malzemeler (TiC- Al₂O₃ ve TiB₂-Al₂O₃)
- Özel manyetik veya elektriksel özelliklere sahip kompleks oksitler (BaTiO₃ ve YBa₂Cu₃O₇)

Kompozit üretim yöntemlerinde biri olan SHS, kompozit üretiminde ex-situ ve in-situ olarak iki farklı üretim ile incelenebilir (Amosov 2017).

Ex-situ: Geleneksel yöntemler için daha sonra kullanılacak kompozit bileşenlerinin üretimi ex-situ metoduyla yapılır. Ex-situ metodunda, gözenekli iskeletler, külçeler, tozlar ve nano boyutlu tozlar gibi SHS ürünleri, daha sonra uygulanacak kompozit üretiminin bileşenini ya da bileşenleri olarak kullanılabilir. Bu ürünlerin kompozit üretiminde kullanılması ürünün özelliklerini iyileştirebileceği gibi ticari ürünlerin nispeten daha ekonomik üretilmesini sağlayabilir.

İn-situ: SHS işleminin, üretim yerinde gerçekleştirilerek tek aşamada kompozitlerin üretildiği metoda in-situ denir. Tek aşamada in situ seramik ve seramik-metal kompozitlerin elde edilmesi durumu SHS işleminin temel avantajıdır. SHS prosesi, üretim aşamasında hurda ürünlerin oluşması ihtimalinin çok düşük olmasından dolayı endüstriyel kompozit üretim yöntemlerine kıyasla kompozitlerin üretim verimliliğini önemli ölçüde artırır. Çok yüksek sıcaklıkların hızla elde edilmesi ve yanma ürününün hızlı soğutulması, sinterlenmesi zor seramik tozlarının sinterlenmesine izin verir. Geleneksel kompozit üretim metotlarıyla elde edilmesi imkansız olan estetik ve temiz bir yüzeye sahip olan kompozitler elde edilmesini sağlar. SHS işlemi, tabaka bazlı yanma yöntemi veya kompozitin yapısını değiştirilmesine izin veren farklı ısıtma yöntemlerinde, hacimsel termal patlama gibi yöntem ile gerçekleştirilebilir.

2.1.3. Metal matrisli kompozitlerde kullanılan matris türleri

Sanayide kullanılan çok fazla metal matris türü olmasına rağmen en yoğun kullanılan Alüminyum matrislerdir. Yaygın olarak kullanılan demir, nikel, magnezyum, titanyum, bakır, gümüş, nikel alüminat, kobalt vs. diğer matris türleridir (Evans vd. 2003). Çizelge 2.3'de en çok kullanılan metal matrisi olan alüminyumun özellikleri verilmiştir.

Çizelge 2.3. Alüminyumun metalinin bazı özellikleri (Güler 2012)

Özellik	Değer
Yoğunluk	2,7 gr/cm ³
Erime Noktası	660,32 °C
Kaynama Noktası	2519 °C
Isıl Kapasitesi	24,2 J/mol.K
Mohs Sertliği	2,75
Kristal Yapısı	Yüzey Merkezli Kübik
İyonlaşma enerjisi	577,5 kJ/mol

2.1.4. Alüminyum matrisli kompozitler

MMK'ler içinde en yaygın olarak kullanılan matris malzemesi, alüminyum matristir. Alüminyumun, düşük yoğunluğuna rağmen mekanik özelliklerinin iyi olması büyük bir avantaj getirir. Düşük ergime noktası ve kolay işlenebilirliği, toz metalurjisi, döküm ve plastik şekillendirme gibi farklı üretim proseslerin de yerini almasını sağlar. Doğada fazla bulunması, maliyet bakımından ciddi bir getiri yaratır. Üretim proseslerine uyumundan dolayı, takviye materyallerle özelliklerinin geliştirilmesi diğer birçok malzemeye göre nispeten daha kolaydır. Endüstriyel malzemelerin önemli bir problemi olan korozyon direncinin yüksek olması bir diğer avantajıdır (Başar 2011; Topuz 2012; Aritman 2014).

AMK'ler çok uzun yıllardır farklı uygulamalarda denenmiş ve yüksek bir işlevsellik gösterdiği için birçok uygulamada kullanılmıştır. Kullanım nedenleri arasında çevresel faktörlerinde olduğunu belirtmek gerekir. Yakıt tüketimini düşürmeye olan faydası, hem ekonomik hemde çevresel bir fayda getirir. AMK'ler monolitik malzemelerin yerine bir alternatif malzeme olurken çeşitli alaşımlar hatta bazı kompozitlerin yerini tuttuğu bilinmektedir. AMK'ler üzerine çalışmalar arttıkça mühendislik tasarımlarının da değişmesine neden olmaktadır. Getirdiği avantajlardan dolayı daha iyi sistem ve tasarım için umut veren kompozitlerdir. Çok geniş kullanım alanıyla en çok kullanılan endüstri malzemelerinden AMK'ler son yıllarda askeri uygulamalarda başarı ile kullanılmaktadır (Surappa 2003).

AMK'lerin geleneksel malzemelere kıyasla çok fazla avantajı vardır. Al₂O₃, TiC SiC, TiB₂, B₄C gibi partikül takviyeleri, üstün özelliklerinden dolayı yaygın olarak kullanılır. Takviyeli olmayan malzemelere kıyasla başlıca avantajları şunlardır:

- Yüksek mukavemet
- Geliştirilmiş sertlik
- Dayanım ağırlığa oranının yüksekliği
- Geliştirilmiş yüksek sıcaklığa dayanım özellikleri
- Kontrollü termal genleşme katsayısı
- Kararlı termal özellikler
- Gelişmiş ve özel elektrik performansı
- Geliştirilmiş aşınma ve aşınma direnci
- Kütle kontrolü (endüstride kullanılan pistonlarda)
- Geliştirilmiş mekanik sönümlenme yetenekleri (Surappa 2003; Pawara v.d 2018).

AMK'lerin üretim proseslerinden ve proseslerinde yer alan metotlardan bahsedecek olursak; Difüzyon bağlama, toz metalürjisi, fiziksel buhar biriktirme, düşük basınçlı plazma biriktirme, karıştırma döküm, mekanik alaşımlama, bilyalı değirmende öğütme, infiltrasyon gibi yöntemleri sayabiliriz.

AMK'lerde çok fazla takviye ürünü kullanılmasına rağmen en fazla kullanılan takviye yapısı, partikül takviyelerdir. Son yıllarda gelişen nano teknoloji ile birlikte nano partiküllerin kullanımını oldukça artmıştır.

2.1.5. Konu ile ilgili çalışmalar ve araştırmalar

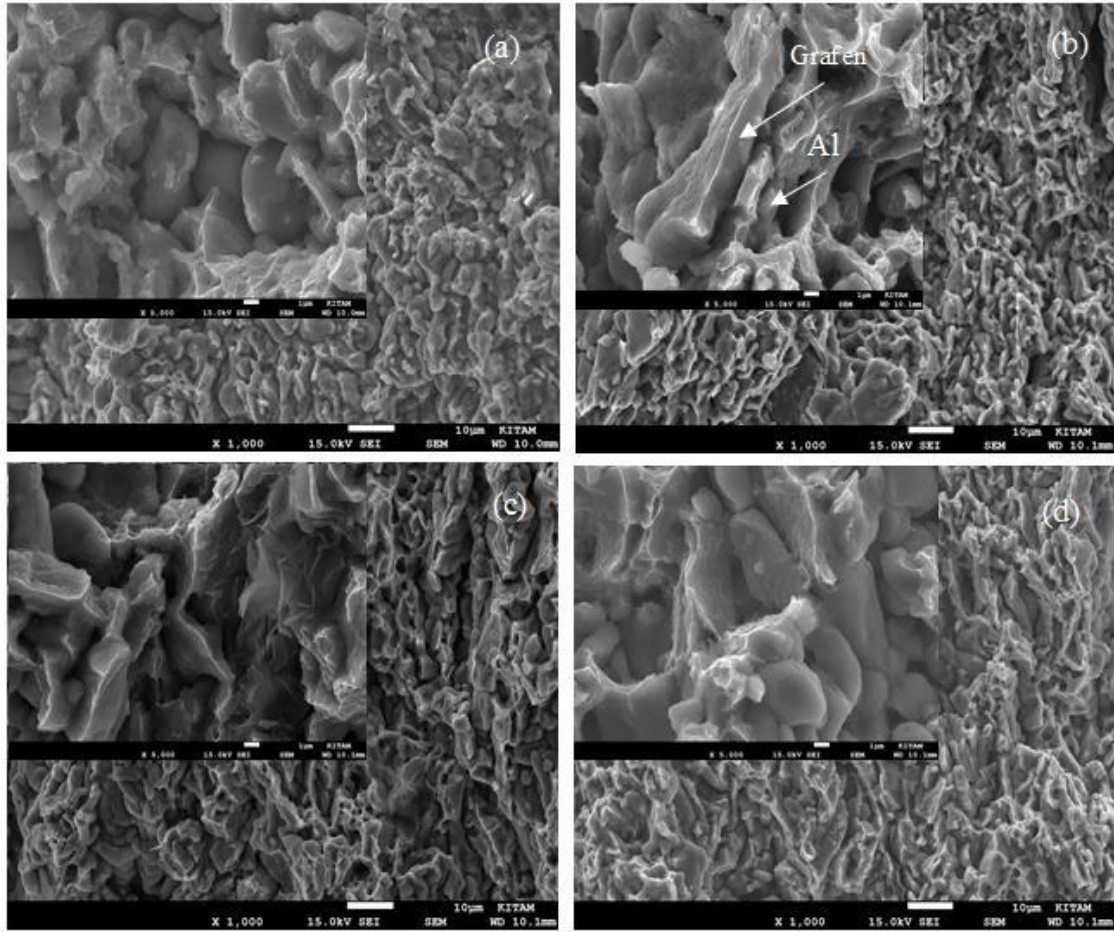
AMK'ler ilgili farklı üretim metotlarıyla, farklı takviyeler kullanılarak yapılmış çok sayıda çalışma mevcuttur. Bu bölümde tez konusu ile alakalı çalışmalara yer verilmiştir.

Ao ve arkadaşları (2018) tarafından; Ti-C-CuO-La₂O₃ karışımdan, in-situ shs yöntemiyle TiC ve Al₂O₃ seramik takviyeli alüminyum matrisli kompozit başarıyla üretilmiştir. Bu çalışmada La₂O₃ metal oksidi eklemenin etkisi, diferansiyel taramalı kalorimetre, X-ışını kırınımı, taramalı elektron mikroskobu, optik mikroskop ile incelenmiş ve Brinell sertlik testlerine tabi tutulmuştur. Sonuçlar, La₂O₃ üzerine çalışılabileceğini göstermiştir. 2.5Al-1Ti-1.2C-0.5CuO-0.005La₂O₃ sisteminden oluşan in-situ reaksiyonu sonucunda TiC ve Al₂O₃ partikülleri oluşmuş ancak intermetalik bileşiğe rastlanılmamıştır. İntermetalik bileşim içermeyen, TiC-Al₂O₃ partikül takviyeli AMK, 6063 alüminyum alaşıma göre 2 kat daha sert çıkmıştır.

Zaiemyekhe ve arkadaşları (2018), Al₂O₃ nano parçacık takviyeli ALMK'lerin yarı-statik ve yüksek gerilim deformasyon davranışlarını araştırmışlardır. Al₂O₃ nano parçacıkların en optimum yüzdeyle eklenmesi, malzemelerin mukavemeti ve enerji absorpsiyon kapasitesinde iyileşme gösterdiği görülmüştür. Uygun bileşimdeki Al₂O₃ takviyesinin, malzemelerin enerji absorbe etme kapasitesini arttırdığı görülmüştür. Ancak yüksek oranda Al₂O₃ nano partikül katıldığında, MMK'nin enerji absorpsiyonunda azalma görülmüştür.

Tjong ve Lau (1999) yaptıkları çalışmada, sıcak izo statik presle (HIP) ALMK üretmeyi amaçlamışlardır. Al4Cu matris alaşımına, hacimce %5, 10, 15 ve 20 oranlarında TiB₂ partikül takviyesi ekleyerek sıcak izostatik pres yapmışlardır. Üretilen numunelerin yoğunluklarını incelemiş, mekanik özellikleri ve aşınma direnci için testler yapmışlardır. Parçacık yoğunluğunun % 20'ye yükseltilmesi, daha yüksek gözeneklilik nedeniyle kompozitlerin yoğunluğunda hafif bir azalmaya neden olduğu görülmüştür. Bu çalışmada TiB₂ partikül takviyesi arttıkça kompozitin sertlik değerinin arttığı ve buna bağlı olarak aşınma direncinin çok arttığı görülmüştür.

Şenel ve arkadaşları (2016) tarafından grafen tabaka takviyeli ALMK üretimi gerçekleştirilmiştir. Toz metalurjisi yöntemi kullanılarak yapılan bu çalışmada matris fazına kütlece %0.1, %0.3 ve %0.5 grafen takviyesi yapılmıştır. Tüp fırında gerçekleştirilen sinterleme işlemi iki şekilde yapılmıştır. Sinterleme sıcaklığı olarak 630 C° belirlenmiştir. İki farklı sinterleme parametresi belirlenmiştir. İlkinde 630 C° sıcaklığındaki fırına konulan numuneler 180 dakika sinterlendikten sonra hızlı bir şekilde soğutulmuştur. İkinci sinterleme işleminde ise oda sıcaklığındaki fırına konulan numuneler 630 C° sıcaklığına dakikada 10 C° artışla getirilmiş, 180 dakika sinterlendikten sonra aynı hızda soğumaya bırakılmıştır. Üretilen numunelerin yapısını ve mekanik özelliklerini belirlemek için çeşitli testler ve analizler yapılmıştır. Yapılan yoğunluk ölçüm işlemlerinde grafen takviye oranı arttıkça yoğunluğun azaldığı görülmüştür. Numunelerin vickers sertlik ölçümü sonuçlarına bakıldığında, en yüksek sertlik değerinin %0.1 katkı ve hızlı soğutmaya bırakılan numuneye ait olduğu anlaşılmıştır. Katkısız hızlı soğumaya bırakılan numunenin sertlik değeri 54 HV iken %0.1 katkı ve hızlı soğumaya bırakılan numunenin değeri 57 HV olmuştur. Aynı zamanda numunelere, SEM ve XRD analizleri yapılmıştır. Yapılan SEM analizinde grafen miktarının arttıkça topaklanmanın arttığını göstermiştir (Şekil 2.3). Bunun da malzemenin özelliklerine olumsuz etki yaptığı görülmüştür.



Şekil 2.3. Numunenin SEM görüntüleri; **a)** takviyesiz; **b)** %0.1 takviyeli; **c)** %0.3 takviyeli; **d)** %0.5 takviyeli (Şenel vd. 2016)

Topçu (2018), tarafından yapılan çalışmada, alüminyum matrise, karbonanötüp (CNT) takviyesinin etkileri incelenmiştir. Bu çalışma için matris malzemesi olarak AlMg alaşımı seçilmiştir. Üretim işlemi, önce soğuk izostatik pres sonra vakum altında sinterleme işlemi ile tamamlanmıştır. Sinterleme işlemi için 350 °C, 400 °C ve 500 °C sıcaklıkları seçilmiştir. Vakum altında gerçekleştirilen sinterleme işlemleri yapılan malzemedeki, takviye CNT oranlarını %2,5 %5 %10 olarak belirlenmiştir. Üretilen numunelerin yoğunluk ölçümü sonuçlarına bakıldığında, takviye yüzdesinin artmasıyla yoğunluğun azaldığı görülmüştür. Mikroyapı incelemelerine bakıldığında bunun sebebinin artan CNT miktarıyla yapıdaki gözenek ve heterojen dağılımın artmasıyla oluştuğu görülmüştür. Üretilen numunelere yapılan sertlik testi sonucunda CNT miktarının ve sinter sıcaklığının, numunelere etkisi anlaşılmıştır. En yüksek sertlik değerinin Şekil 2.4'te görüldüğü gibi 400 °C de ve %2,5 CNT takviyeli numunede olduğu anlaşılmıştır.

Numune	Sıcaklık °C	Sertlik Değeri HV(0.1)					
		1	2	3	4	5	Ort
%2.5 CNT	350	25	28	27	32	33	27
	400	42	47	39	46	51	45
	450	32	29	40	37	32	34
%5 CNT	350	32	38	37	28	30	33
	400	27	38	40	46	36	37
	450	38	40	34	34	37	37
%10 CNT	350	26	25	33	28	28	28
	400	31	32	35	32	30	32
	450	32	29	40	37	32	34

Şekil 2.4. Numunelerin sinterleme sıcaklığına ve takviye miktarına göre sertlik değerleri (Topçu 2018)

Kurtoğlu (2004) tarafından yapılan çalışmada, SHS yöntemiyle üretilen takviye partiküller kullanılarak kompozit malzeme üretilmiştir. Matris olarak Al malzemesinin seçildiği bu çalışmada, numunelerin üretilmesinde karıştırma döküm yöntemi kullanılmıştır. SHS reaksiyonu için Al, TiO₂ ve B₂O₃ karışımı kullanılmıştır. Partiküller üretildikten sonra öğütülüp sıvı Al içerisinde karıştırılarak dökülmüştür. Hacimce %3,54 ve %5,84 takviye içeren kompozit numuneler üretilmiştir. Üretilen kompozit numuneler, takviye edilmemiş numunelerle kıyaslamak amacıyla sertlik ve çekme dayanımı testlerine tabi tutulmuşlardır. Sertlik değerlerine bakıldığında takviyesiz malzemeye nispeten daha sert malzeme üretildiği anlaşılmıştır. Ancak %3,54 takviyeli numunenin %5,84 takviyeli numuneye daha sert olduğu anlaşılmıştır. Numunelerin mikroyapılarına bakıldığında, daha mukavemetli parçaların üretilmesine engel olan faktörün porozite olduğu düşünülmüştür.

Yılmaz (2004), tarafından yapılan çalışmada, SiC_p takviyeli alüminyum matrisli kompozit üretilmiştir. 7075 alüminyumunun matris malzemesi olarak seçildiği bu çalışmada, üretim tekniği olarak 80 MPa basınçla sıkıştırma döküm yöntemi kullanılmıştır. Üretilen numuneler, ısıl işleme tabi tutulmuştur. Ağırlıkça %10, %20 ve %30 oranlarında SiC_p takviyeli numuneler, 3 nokta eğme ve çekme dayanımı testlerine tabi tutulmuşlardır. Yapılan bu testler sonucunda, en yüksek sertlik değeri %10 takviyeli numuneden elde edilmiştir. Yapılan ısıl işleminde mekanik özelliklere olumlu yönde etkisi olduğu anlaşılmıştır.

Al_2O_3 - TiB_2 oluşumu ile ilgili literatürde bazı çalışmalarda incelenmiştir (Ma vd. 1994, Sundaram vd. 1997, Feng & Froyen 1997, Ma & Tjong 1997). Fakat bu toz karışımları kullanılarak sıcak presleme yöntemiyle alüminyum matrisli kompozitlerin üretimi ile ilgili sınırlı çalışma bulunmaktadır. Sadece Ma ve arkadaşlarının çalışmasında (Ma vd. 1994) sıcak pres ile kompozit üretimi incelenmiştir. Fakat önerilen tezde, Ma ve arkadaşlarının çalışmasından farklı olarak elemental B yerine başlangıç malzemelerinde H_3BO_3 kullanılmaktadır. Ma ve Tjong'un çalışmasında ise (Ma & Tjong 1997), bu tezden farklı olarak yanma sentezi uygulanmamıştır ve sadece tek bir oranda $Al_2O_3+TiB_2$ içeren Al matrisli kompozit incelenmiştir.

2.2. MMK Üretim Yöntemleri

MMK üretim yönteminde çok çeşitli yöntemler vardır. Bu üretim yöntemlerini etkileyen bazı faktörler.

- Matris ve takviye fazının yapısı
- Matris ve takviye fazının çeşidi
- Üretilecek malzemede istenen özellikler
- Zaman ve maliyet

Genel olarak üretim metodudlarını sınıflandıracak olursak; Toz metalürjisi yöntemi, karıştırma döküm yöntemi, difüzyon bağı yöntemi ve infiltrasyon gibi yöntemlerden bahsedilebilir.

2.2.1. Toz metalürjisi yöntemi

Toz metalürjisi, bitmiş ve yarı mamul bileşenleri oluşturmak için farklı metal tozlarının sıkıştırılarak karıştırılması olarak tanımlanmaktadır. Toz metalürjisi işlemi genellikle dört temel adımdan oluşur: toz üretimi, toz karıştırma, sıkıştırma ve sinterleme.

Toz üretimi için çok fazla üretim metodu vardır bunlardan bazılarını sıralayacak olursak;

- Mekanik üretim yöntemleri; Talaşlı imalat, Öğütme, Aşındırarak öğütme ve mekanik alaşımlama
- Elektrolizle üretim yöntemleri
- Kimyasal üretim yöntemleri; Katının gazla bozunması, Isıl bozunma, sıvıdan çökeltme, gazdan çökeltme, katı-katı tepkimeli sentez(SHS)
- Atomizasyon teknikleri; Gaz atomizasyonu, sıvı ve su atomizasyonu, savurmalı atomizasyon
- Buharlaştırma yöntemleri (German 2005).

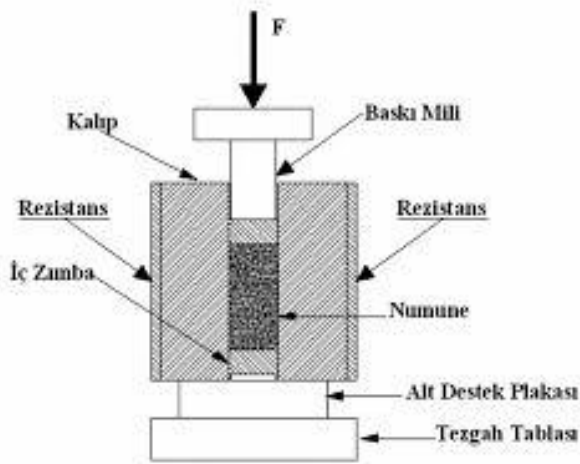
Toz metalürjisi, demir, demir dışı ve kompozit malzeme ürünlerinin imalatında oldukça gelişmiş bir yöntemdir. Matris malzemeleri ve takviye tozları homojen bir dağılım sağlamak için karıştırılır ve arzu edilen bir kalıba beslenir. Basınç, partiküllerin birbirine yapışmasını kolaylaştırmak için tozun sıkıştırılması için sıcak soğuk şekilde pres uygulanır (İdris 2001).

Toz metalürjisi ile üretimin aşamalarından biri olan tozlar karıştırılması, mekanik yöntemler kullanılarak sinterleme öncesi homojenliği yakalamak amacıyla uygulanır. Karıştırma işlemi yapılırken tozların yoğunluk farkı ve boyut farkı problem yaratabilir. Karışımın üretime uygun olması gereken homojenliği sağlaması gerekir. Karışımın kaynaqlanan problemler daha sonra giderilemez ve ürünün hurdaya ayrılmasına sebebiyet verir.

Toz metalürjisi ile üretimin bir diğer aşaması olan tozların sıkıştırılması, dağınık haldeki tozların taşınabilmesi için pelet haline getirilmesi amacıyla yapılır. Sinterleme öncesindeki bir kalıp içerisinde preslenmesiyle yapılır. Tozların sertliği arttıkça pelet haline getirilmesi zorlaşır. Bu zorluğu gidermek için bağlayıcılar kullanılır. Bağlayıcıların toz ile tepkimeye girmemesi gerektiği unutulmamalıdır. Sinterleme aşaması, toz metalürjisiyle üretimin yöntemini son aşamasıdır.

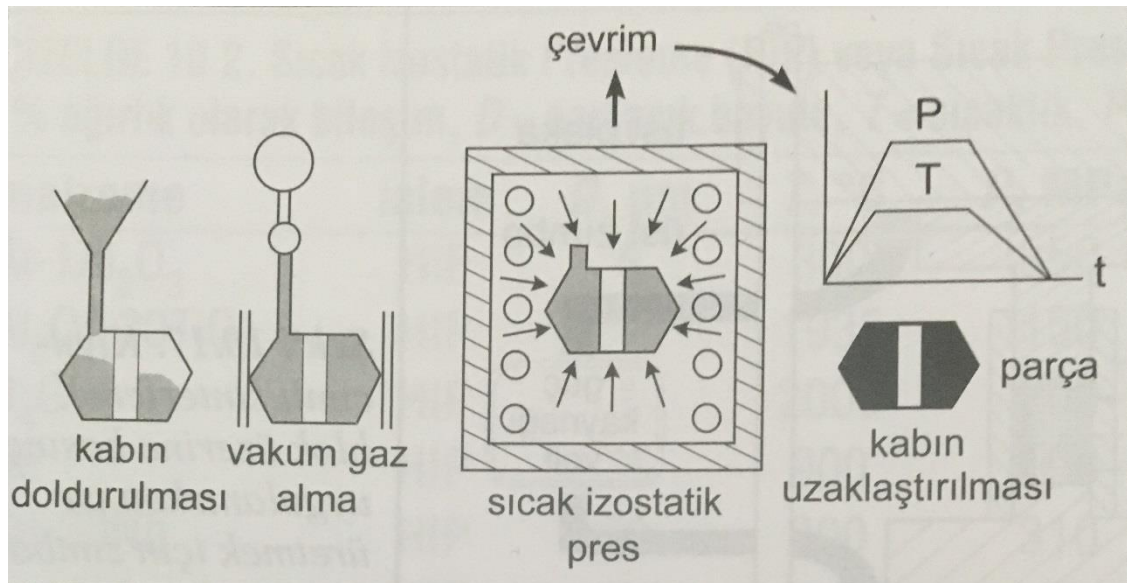
Sinterleme diğer adıyla pişirme işlemiyle tozların mekanik olarak birbirine bağlanması amaçlanır. Bu işlemde partiküllerin birleşip daha büyük partiküller oluşturması istenmeyen bir durumdur. Teknolojik yenilikler ve yeni proseslerin ortaya çıkması, sinterleme uygulamalarındaki çeşitliliği arttırmıştır. Bazı sinterleme çeşitlerinden aşağıda bahsedilmiştir (German 2005).

Tek eksenli sıcak presleme; Dış ısıtıcılar yardımıyla, refrakter metaller, alümina ve silisyum gibi kalıp malzemelerinden yapılan kalıpların ısıtılması bu yöntemin parametrelerindedir. Saatlerce sürebilecek bu yöntemde kuvvet tek eksenli olarak toz karışımına iletilir. Sert ve gevrek malzemeler bu yöntemle üretilebilir. Elmas-metal kesme takımı kompozitleri, bu yöntemin uygulamalarından biridir. Tek eksenli sıcak presleme yöntemi Şekil 2.5'te gösterilmiştir (Sur 2013).



Şekil 2.5. Tek eksenli sıcak presleme prosesi (Sur 2013)

Sıcak izostatik presleme (HIP); Net şekilli parçaları üretmek için kullanılan bu yöntem, diğer sinterleme proseslerine göre daha maliyetlidir. Kompozitlerin üretiminde önemli bir kalite parametresi olan yüksek yoğunluğa HIP ile ulaşılabilir. Bu yüzden ileri teknoloji malzemelerinin üretimi için uygun bir yöntemdir. HIP işleminde, toz karışımının konulduğu kalıp malzemesinin esnek ve deforme olabilir olması önemlidir. Tozun şekillendirilmesi için kuvvet, bu kalıplar vasıtasıyla iletilir. İçerisinde toz karışımı bulunan esnek kalıplar, içerisinde yüksek basınç bulunan haznenin içerisinde sinterlenir. HIP işlemi, kompozit üretiminde kullanıldığı gibi daha önceden üretilmiş kompozitlerin yoğunlaştırma işlemi içinde kullanılabilir. Böylece kompozitlerdeki gözeneklerin azalmasına neden olarak yüksek sertlikte ürünler üretilmesini sağlayabilir. Şekil 2.6'da HIP prosesi gösterilmiştir (German 2005).



Şekil 2.6. Sıcak izostatik pres prosesi (German 2005)

Sinter-HIP; Yüksek yoğunluk istenilen parçaların imalatına oldukça uygun bir yöntemdir. Bu yöntemde, numuneler önce vakum altında sinterlenirler. Açık gözenekleri ortadan kaldıran vakumlama işleminden sonra basınç uygulanarak yüksek yoğunluk elde edilmiş olur.

Geleneksel yöntemlerle yapılan sinterleme işlemleri, daha önceden preslenmiş numunelerde uygulanır. Koruyucu atmosfer altında yapılan bu yöntemlerin uygulanabilirliği kolaydır. Ancak sert tozların preslenmesi için yüksek basınca duyulan ihtiyaç sınırlamalarından biridir. Yüksek basınca dayanıklı kalıplarla gerçekleştirilen yüksek sıkıştırma basınçlarıyla yapılan sıkıştırma işlemleri sonrasında yapılan geleneksel sinterleme işlemiyle kaliteli parçalar üretilebilir. Ayrıca sinterleme işlemi öncesinde yapılan soğuk izostatik presle (CID) karmaşık şekiller üretilebilir (German 2015).

2.2.2. Karıştırma döküm yöntemi

Bu işlem takviye fazının, eriyik metal matris mekanik olarak karıştırıldığı kompozit malzemenin sıvı hal yöntemlerinden biridir. Sıvı haldeki eriyik kompozit geleneksel döküm yöntemleri ile dökülebilir ve geleneksel metal şekillendirme yöntemleriyle şekillendirilebilir. Kompozit malzeme üretiminin en basit ve ucuz yöntemlerinden biridir (Kandpal vd. 2018).

Karıştırma döküm işleminde, takviye partikülleri, eriyik metal matrisin içinde düzenli dağılması önemlidir. Eriyik metal ile takviye partikülleri arasında yoğunluk farkı sebebiyle düzgün karışma problemi ortaya çıkabilir. Bu problemi aşmak vortex(girdap) işlemi uygulanabilir. Vortex işlemi, eriyik metal yüzeyinde girdap oluşturmak için kuvvetli bir şekilde karıştırılır; takviye malzemesi oluşturulan girdaba atılarak dökümden önce beraber karıştırılmasıdır (Kandpal 2018).

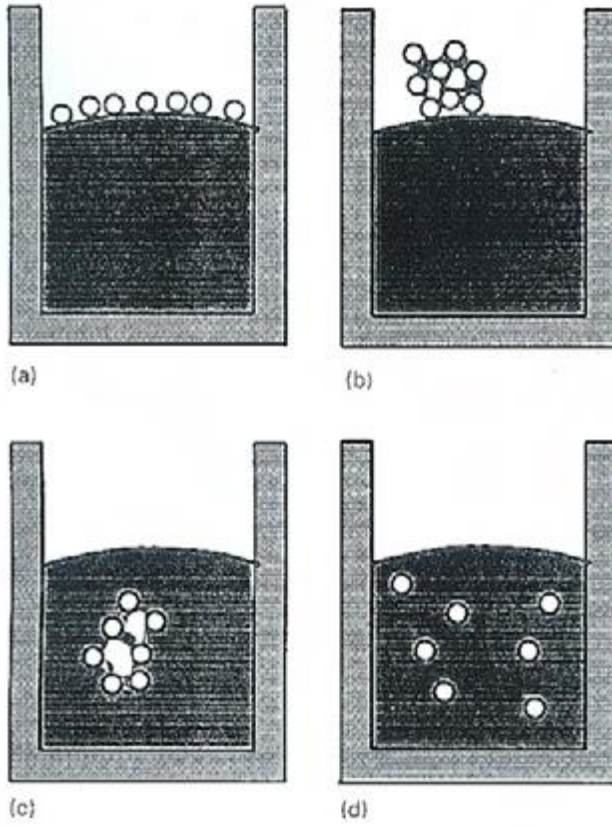
MMK döküm numunelerinde kaliteyi elde etmek için donatı parçacıkları ve matris alaşımı arasında uygun ıslanma gerçekleşmelidir. Islanabilirlik, bir sıvının katı bir yüzeye yayılma kabiliyeti olarak tanımlanabilir. Katı seramik parçacıklarının döküm içine başarılı bir şekilde dahil edilmesi, eriyiğin katı seramik fazını ıslatmasını gerektirir (Kandpal 2018).

Karıştırma işleminde döküm yapılan numunelerin kalitesi, gözeneksiz olmasıyla ilişkilidir. Aynı zamanda fazlar arasında ıslatılabilirliğinde kaliteye etkisi yadsınmaz. Kaliteli numuneler üretmek, aşağıdaki üretim parametrelerini doğru belirleyerek sağlanabilir (Kumar 2017; Kandpal 2018).

- Karıştırma hızı
- Karıştırma süresi ve bekleme süresi
- Döküm sıcaklığı
- Karıştırıcının büyüklüğü ve konumu

- Takviye malzemenin rijit kalması
- Takviye fazı ile matris fazı arasında gerçekleşecek reaksiyonların kontrolü
- Üretim sahasında malzemelere uygun atmosfer kontrolü
- Karışan malzemelerin yoğunluğu
- Eriyik metalin vizkozitesi

Uygulama kolaylığından dolayı karıştırma döküm yöntemi en çok partikül takviyeli MMK'ler için kullanılır. Şekil 2.7'de gösterilen üretim yöntemi, partikül takviyeli, diğer kompozit üretim yöntemlerine göre basit bir yöntemdir. Maliyet açısından bakıldığında da büyük avantajı olan karıştırma döküm yöntemi en çok kullanılan kompozit üretim metotlarından biridir.



Şekil 2.7. Partiküllerin eriyiğe karışım aşamaları; **a)** partiküllerin katılması; **b)** partikül takviyesinin yüzeyde birikmesi; **c)** yüzeydeki partiküllerin eriyiğe daldırılması **d)** karışımın yapılması (Kurtoğlu 2004)

Yaygın olarak kullanılan bu yöntem günümüzdeki teknolojik gelişmelere cevap vermekte yetersiz kalmaktadır. Çizelge 2.4'te toz metalurjisi yöntemi ile karşılaştırılmıştır (Pawara vd .2018).

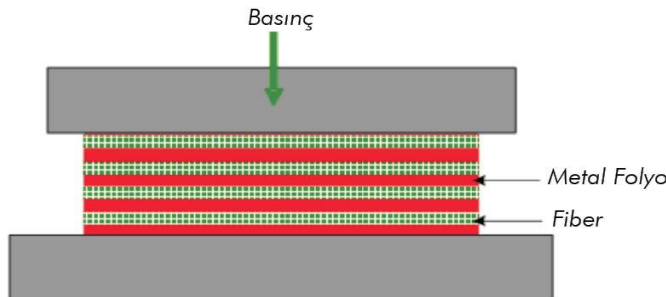
Çizelge 2.4. Toz metalürjisi ile Karıştırma döküm yöntemini karşılaştırması (Pawara vd. 2018)

Parametreler	Karıştırma döküm	Toz metalürjisi
Takviye dağılımı	Homojen dağılım	Heterojen dağılım
İslanabilirlik	Zayıf	Daha iyi
Mekanik özellikler	İyi	En iyi sonuçlar
Maliyet	En uygun maliyetli	Pahalı
Şekil ve boyut sınırı	Boyut sınırı yok	Boyut sınırı var ancak şekil çeşitliliği fazla

2.2.3. Difüzyon bağı yöntemi

Katı halde gerçekleşen difüzyon bağı yöntemi, bir metal folyo ile folyolar arasında konumlandırılmış takviye malzemenin, sıkıştırılarak ve sinterlenerek bağlanması işlemidir. Bu yöntem, difüzyonla bağlanma sırasında metalin fiberler arasındaki boşluğa akması zorluğundan dolayı fiber bezler veya kesintisiz fiber demetler için çok uygun değildir. Buna karşın eriyik haldeki metalin sızması ve akması daha kolay olduğu için elyaf bezleri ve sürekli elyaf demetleri için daha uygun bir yöntemdir. Metal folyo yerine metal kaplı karbon elyafların sinterlenerekte difüzyon bağı oluşturulması mümkündür. Bu durumda metal kaplı metal matrisli kompozit üretilmiş olur. Bu yöntemin zorluklarından biri metal folyo ve metal kaplamanın yüzeyinin oksitlenme eğiliminde olmasıdır. Bunu gidermek için genellikle işlem vakum altında yapılır (Chung 2017).

Şekil 2.8’de şematik olarak gösterilen bu yöntemde, presleme işleminin dışında, haddeleme yapılarak da üretim yapılabilir. Takviye fazı olarak kullanılan fiberlerin; yönleri, açıları ve mesafe aralıkları, istenen ürüne göre değişkenlik gösterebilir (Soy 2011).



Şekil 2.8. Difüzyon bağı yöntemi (Soy 2011)

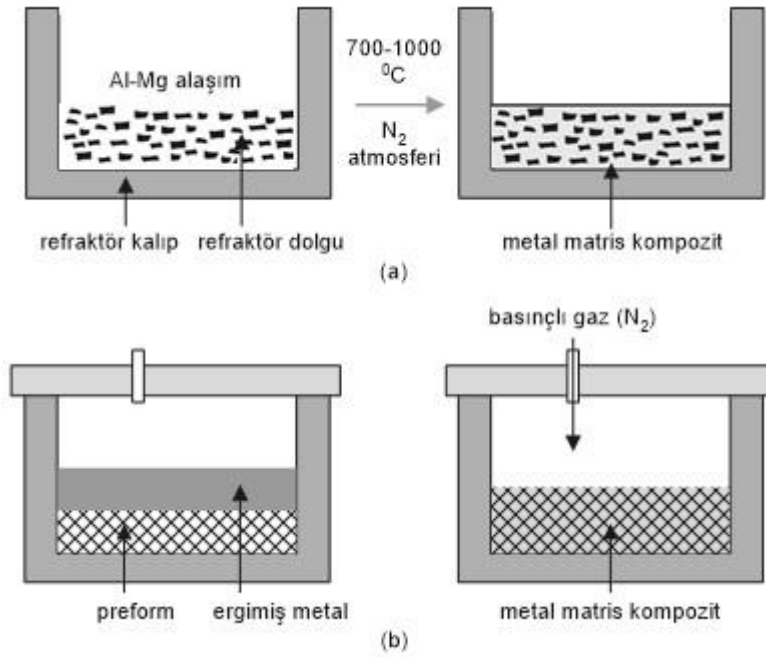
6061 Al-boron fiber kompozitlerin üretimi, söz konusu yapıştırma işlemi ile yapılır. Bu işlem, çok çeşitli metal matrisleri işleme yeteneğine sahiptir, ancak metal matrisine elyafların düzenli dağılımını sağlamak zor olmaktadır. Ayrıca, karmaşık bileşenlerin ve şekillerin difüzyon yapıştırma tekniği ile elde edilmesi zordur (Marwaha 2016).

2.2.4. İnfiltrasyon yöntemi

Alüminyum ve magnezyum alaşımların, matris fazı olarak kullanıldığı kompozit malzemelerin üretiminde yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Ergimiş metalin gözenekli takviye fazına sızması amaçlanan işlemler, basınç yardımıyla yapılabildiği gibi basınç kullanılmadan veya vakumlu ortamda da gerçekleştirilebilir. Basıncı infiltrasyon yönteminin, basınçsız yöntemle göre uygulanabilirliği daha zor olmasında rağmen, boşlukları doldurabilmesi daha kompleks parçaların imalarına olanak tanır. Aynı zamanda hız faktörü göz önüne alınca seri imalata uygundur. Uygulanabilirliği eriyik metalin ıslatma kapasitesine ve viskozitesine bağlıdır (Chou 1987; Kalemtaş 2016)

Basıncı infiltrasyon yönteminin, basınçsız yöntemle göre uygulanabilirliği daha zor olmasında rağmen, boşlukları doldurabilmesi daha kompleks parçaların imalatlarına olanak tanır. Aynı zamanda hız faktörü göz önüne alınca seri imalata uygundur. Uygulanabilirliği eriyik metalin ıslatma kapasitesine ve viskozitesine bağlıdır (Chawla 2006).

Basıncı infiltrasyon yönteminde, eriyik metale iletilmesi gereken basınç kuvvetleri farklı şekillerde iletilebilir. Eriyik ile tepkimeye girmeyecek bir gaz yardımıyla basınç iletilebileceği gibi kalıp içerine uygulanacak pres ile de olabilir. Gaz basınç yönteminde takviye fazının deforme olması ihtimalinin düşük olması fiberlerin kullanılabilmesi için bir avantaj olarak sayılabilir. Gaz basınç işlem süresinin kısa olması istenmeyen reaksiyonların oluşmasını engeller, böylece takviye fazının kaplanma gerekliliği ortadan kaldırabilir. Şekil 2.9'da basınçsız ve gaz basınçlı yöntemlerin proses şeması gösterilmiştir (Beşergil 2016).

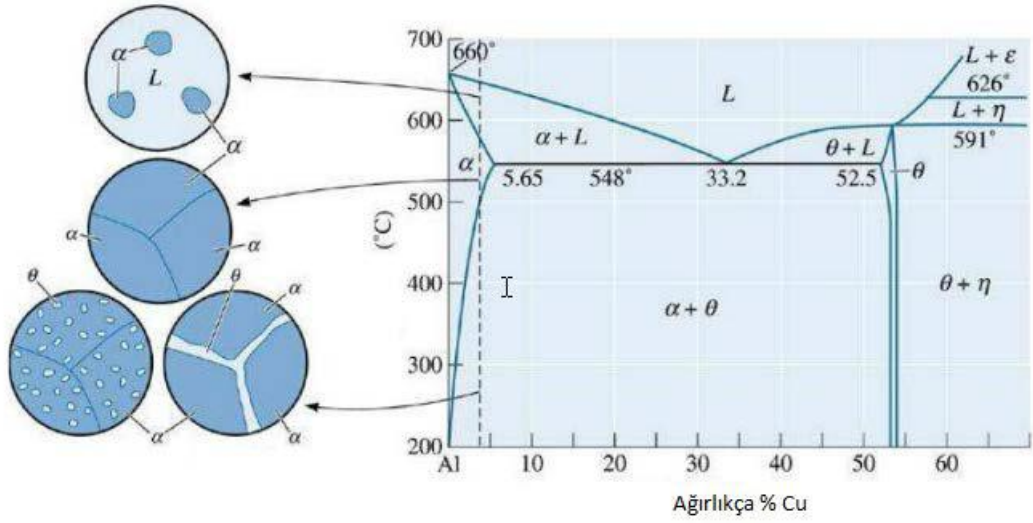


Şekil 2.9. İnfiltrasyon yöntemi; **a)** basınçsız infiltrasyon; **b)** gaz basınç infiltrasyonu (Beşergil 2016)

2.3. Al-Cu Faz Sistemi

Toz metalürji yönteminde oldukça fazla kullanılan alüminyum malzemesi bakır ile beraber kullanıldığı zaman özelliklerinde iyileşmeler olmaktadır. Sertlik gibi mekanik özelliklerde iyileşme sağlanırken aynı zamanda alüminyumun işlenebilirliğini artırmaktadır.

Şekil 2.10'da Al-Cu faz diyagramından görüldüğü gibi, 548 °C civarındaki ötektik dönüşüm sıcaklığında sonra ergime başlar. Bakırın, alüminyuma göre yüksek ergime sıcaklığı olmasına rağmen katı halde Alüminyum içinde çözünmektedir. Sıcaklık arttıkça çözünürlük oranının arttığını diyagramdan görebiliriz. Aynı zamanda Al₂Cu intermetalüğü sıcaklık arttıkça oluşmaya başlar. Bakır ile alüminyum difüzyon hızlarının farklı olduğu iki malzemedir. Bu durum gözenekli yapının oluşmasına neden olabilmektedir. Bu tez çalışmasında da Al içinde %4 Cu karışımı matris olarak kullanılmıştır. Sinterleme sıcaklığı olarak 550 °C seçilmiştir.



Şekil 2.10. Al-Cu faz sistemi (Başar 2012)

2.4. ALMK Uygulamaları ve Kullanım Alanları

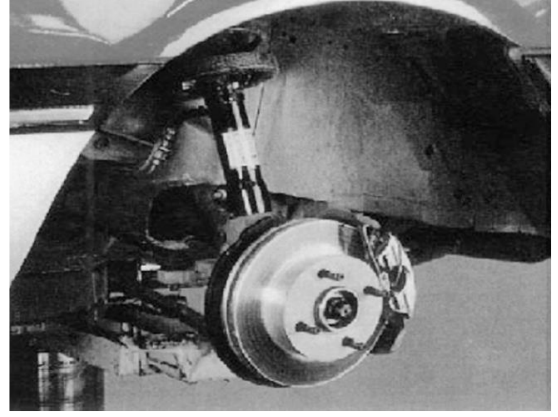
ALMK'ler üstün özelliklerinden dolayı, gün geçtikçe önemini arttıran ve yeni kullanım alanları bulan bir malzeme grubudur. Alaşım metallere kıyaslandığında gösterdiği mekanik özellikler, havacılık ve otomotiv sektörlerinde alaşım metallere yerini almasını sağlamaktadır. Yapısal uygulamalarda da özel bir yere sahip olan, ALMK kullanım nedenleri aşağıda sıralanmıştır.

- Düşük yoğunluk
- Yüksek dayanım ve tokluk
- Üretim proseslerinin çeşitliliğe uyum
- Korozyon direnci
- Termal şok direnci
- Şekillendirilebilirlik.

Çizelge 2.5'te bazı otomotiv uygulamaları verilen ALMK'lerde en çok kullanılan takviye malzemelerinin SiC ve Al₂O₃ olduğu görülmektedir. Uçak parçalarında kullanılan ALMK'ler iniş takım parçaları, kanat çitaları ve dikey kuyruklar gibi kısımlarda kullanılırlar. Uçak parçalarında kullanılmasının en büyük nedeninin, düşük yoğunluk olduğu söylenebilir. Son zamanlarda yapısal uygulamalarda da yerini alan ALMK'ler için küpeşte bileşenleri, platformlar ve sandviç paneller gibi parçalar bazı örneklerdir. Şekil 2.11' de otomotiv endüstrisinde kullanılan parçalar verilmiştir.



(a)



(b)

Şekil 2.11. Otomotivlerde kullanılan alüminyum matrisli kompozitler; **a)** motor pistonu; **b)** fren diski (Kainer 2006)

Çizelge 2.5. ALMK otomotiv uygulamaları ve üreticileri (Baisane vd. 2015)

Üretici firma	Kullanılan parça	ALMK kompozit
Duralcan, Martin Marietta, Lanxide	Pistonlar	Al/SiCp
Duralcan, Lanxide	Fren diskleri, kaliperler, silindir gömlekleri	Al/SiCp
GKN, Duralcan	Tahrik mili	Al/SiCp
Nissan	Piston kolu	Al/SiC _w
Dow Chemical	Dişli, supap kapağı	Mg/SiCp
Toyota	Piston segmanı	Al/Al ₂ O ₃
Dupont, Chrysler	Piston kolu	Al/Al ₂ O ₃
Martin Marietta	Pistonlar	Al/TiCp
Zollner	Pistonlar	Al/fiberfrax
Honda	Motor bloğu	Al/Al ₂ O ₃ -Cf
Lotus Elise, Volkswagen	Fren diskleri	Al/SiCp
Chrysler	Fren diskleri	Al/SiCp
GM	Fren kampanaları, akslar, motor beşikleri	Al/SiCp
MC-21, Dia-Compe, Manitou	Fren diskleri	Al/SiCp
Knorr-Bremse; Kobenhavn,	Fren diskleri	SiC/Al
Textron Specialty Materials	Soğutma plakaları	Al/B
Cercast	Elektronik parça ambalajları	Al/graphite foam
Alcoa Innometalx	Multiçip elektronik modüller	Al/SiCp

3. MATERYAL VE METOT

Bu çalışmada, alüminyum oksit (Al_2O_3) ve titanyum diborürden (TiB_2) oluşan toz karışımının yanma sentezi ile elde edilmesi, üretilen toz karışımının alüminyum matrisli kompozitlerde takviye fazı olarak kullanılması ve üretilen kompozitlerin özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

Bu çalışmada deneysel metot olarak 5 ana kısımdan bahsedilebilir.

- Yanma sentezi deneyleri; Al_2O_3 - TiB_2 tozlarının yanma sentezi yöntemiyle üretildiği deneylerdir.
- Öğütme çalışmaları; Çalışma kapsamında yanma senteziyle üretilen Al_2O_3 - TiB_2 tozların boyutlarının küçültmek amacıyla uzay değirmende yapılan öğütme çalışmalarıdır.
- Toz karakterizyon incelemeleri; Çalışma kapsamında üretilmiş ve daha sonra öğütme işlemine tabi tutulmuş tozların karakterizyon çalışmalarıdır. Bu kapsamda üretilen tozlar X ışının kırınımı(XRD), Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve parçacık boyut ölçümü testlerine tabi tutulmuşlardır
- Kompozit üretimi; Yanma senteziyle üretilen ve daha sonra öğütülen, Al_2O_3 - TiB_2 tozlarının takviye malzemesi olarak kullanıldığı Alüminyum matrisli kompozitlerin (ALMK) üretildiği deneylerdir.
- Üretilen kompozitlerin karakterizyonu; Üretilen ALMK'lerin karakterizyonları yapılmıştır. Bu kapsamda Sertlik ölçümleri, üç nokta eğme testleri, optik mikroskop incelemeleri, SEM incelemeleri ve % teorik yoğunluk hesapları yapılmıştır.

3.1. Deneylerde Kullanılan Malzemeler ve Donanım

Yanma sentezi düzeneği: Yanma sentezi deneyleri için laboratuvar koşullarında kullanılacak bir sistem tasarlanmıştır. Yanma reaksiyonlarının gerçekleştirilmesi için grafit silindirden, kapaklı bir pota yapılmıştır. İç çapı 80 mm, dış çapı 90 mm, yüksekliği 120 mm olan potada toz karışımları reaksiyona sokulmuştur. Reaksiyonların koruyucu atmosferi olarak yüksek saflıkta argon gazı kullanılmıştır. Pota kapağına açılan deliğe yerleştirilen hortum vasıtasıyla reaksiyon sırasında ortama argon dolu tüpten argon gazı ikmal edilmiştir. Gaz basıncının kontrolü ve izlenmesi için regülatör kullanılmıştır. Ayrıca debi ölçer ile potaya verilen gaz miktarının kontrolü sağlanmıştır. Pota kapağına açılan diğer bir delikten ise termokupl geçirilmiştir. Bu termokupl vasıtasıyla pota içi sıcaklık, reaksiyonun sıcaklığı gibi parametreler gözlemlenmiştir. Reaksiyon için gereken ısı direnç telleri ile oluşturulmuştur. Bu çalışmada hacim yanma sentezi yöntemiyle reaksiyonun gerçekleşmesi amaçlanmıştır. Hacimsel bir ısıtma sağlamak amacıyla içinden direnç telleri geçen, etrafı taş yünü ve ateş tuğlaları ile yalıtılmış bir hazne kullanılmıştır. Direnç tellerinden geçen akım kontrolü için varyak kullanılmıştır. Yanma sentezi düzeneği Şekil 3.1'de verilmiştir.



Şekil 3.1. Yanma sentezi düzeneği

Yanma sentezinde kullanılan sarf malzemeleri:

- Merck marka $\geq 99,0$ saflıkta TiO_2 tozu,
- Alfa Aesar marka $\geq 99,0$ saflıkta Al tozu,
- Etibor marka $\geq 98,0$ saflıkta B_2O_3 tozu,
- Etibor marka $\geq 98,0$ saflıkta H_3BO_3 tozu,
- Merck marka $\geq 99,0$ saflıkta NaCl tuzu,

Metkon Metacut metal kesme cihazı: Sıcak presleme sonrası numunelerin metalografik incelemeleri için kullanılan bu cihaz Şekil 3.2’de verilmiştir. 6x36x44 mm boyutlarında üretilen kompozit numunelerin 6,5x12x36 mm (kalınlık x genişlik x boy) boyutlarında olacak şekilde 3 parçaya bölünmesi için kullanılmıştır.



Şekil 3.2. Metal kesme cihazı

Metalografik Zımparalama Cihazı Metkon Forcipol 2V Çift diskli Grinder-Polisher: Kompozitlerden kesilen olan numuneler, zımparalama cihazı ile zımparalanarak parlatmaya hazırlamak için kullanılmıştır. Şekil 3.3'te verilen cihazda zımpara kağıtları döner disklerle takılarak aşındırma işlemi gerçekleştirilir.



Şekil 3.3. Metalografik zımparalama cihazı

Metalografik Parlatma Cihazı Metkon Forcipol V Tek diskli Grinder-Polisher: Üretilen olan kompozitlerden kesilen numuneler, Şekil 3.4'te verilen parlatma cihazı ile parlatılarak sertlik testleri, optik mikroskopta görüntü almak ve taramalı elektron mikroskopunda gerçekleştirilen metalografik incelemeler için hazır hale getirilmiştir.



Şekil 3.4. Metalografik parlatma cihazı

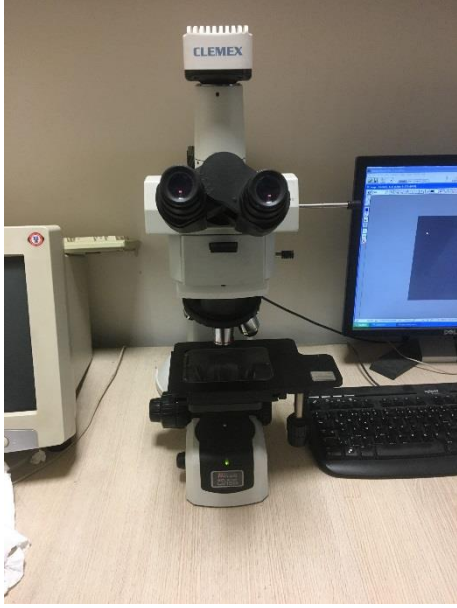
Brinell Sertlik ölçme cihazı: Bulut makine – Hardness Tester RBOV-200: Ürünlerin sertlik değerlerini belirlemek için Şekil 3.5'te verilen cihaz kullanılmıştır. Üretilen ALMK'lere 2,5 mm çaplı bilya ile 62,5 kg yük uygulanarak Brinell 10 (HB 10) sertlik değerleri bulunmuştur.



Şekil 3.5. Sertlik ölçüm cihazı

Optik mikroskop : Nikon Eclipse LV150: Ürünlerin mikroyapılarını incelemek için optik mikroskopun kullanılmasına ihtiyaç duyulmuştur. Şekil 3.6'da verilen optik

mikroskoptan dijital kamerayla alınan görüntüler, lisanslı Clemex image analyzer görüntü işleyici program yardımıyla bilgisayar ortamında incelenmiştir.



Şekil 3.6. Optik mikroskop

Radwag Marka Analitik Terazisi: Radwag marka cihaz, 0.1 mg hassasiyetli, 220 gr kapasiteli bir cihazdır. Tozların tartılması ve üretilen numunelerin yoğunluk ölçümleri için şekilde verilen cihaz kullanılmıştır. Doğru ölçüm yapabilmek için terazinin çevresinde açılabilen cam koruyucu vardır. Bu koruyucu yardımıyla dışardan gelen hava akımlarının ölçümleri etkilemesinin önüne geçilmiş olunur. Şekil 3.7’de verilen cihaza, aparat eklenmesiyle, havada ve saf suda ağırlık ölçümlerine olanak tanıyarak yoğunluk hesabının yapılmasını sağlamıştır.



Şekil 3.7. Analitik terazi

Çekme Basma Cihazı: Shimadzu-50KN: Üç nokta eğme testleri için kullanılan bu cihaz çekme ve basma deneyi içinde kullanılabilir. Şekil 3.8’de verilen cihazın kapasitesi 50 kN’dur. Bilgisayara bağlı şekilde çalışan şekilde gösterilen cihaz, TrapeziumX programı vasıtasıyla bilgisayardan kontrol edilebilir. İstenmeyen durumlarda müdahale etmek ve numunelerin sağlıklı yerleştirilmesini sağlamak için cihazın yan tarafında elle kontrol edilebilen bir panel bulunmaktadır. Cihaza takılabilen aparatlar değiştirilerek çekme basma ve üç nokta eğme testleri yapılabilir. Üç nokta eğme deneyleri ASTM B528 standartlarına uygun ölçülerde imal edilmiş aparatlar ile yapılmıştır. Numunelerin, ölçüm sırasında temas ettiği 3 mm çapındaki alt mesnetlerin arasındaki mesafe 25 mm ölçüsündedir.



Şekil 3.8. Çekme testi cihazı

Kardeşler Makine Markalı Hidrolik Pres: Şekil 3.9’da verilen 50 ton kapasiteli hidrolik pres, sıcak pres ile üretilen numunelerin kalıptan çıkarılması için kullanılmıştır. Manuel güç uygulanarak kullanılan bu pres hassas presleme işlemleri için uygun değildir.



Şekil 3.9. Hidrolik pres

Retsch Marka Yüksek Enerjili Değirmen: Üretilen tozların boyutlarını küçültmek amacıyla kullanılan bu cihaz Şekil 3.10'da verilmiştir. Aralıklı çalışmaya programlanabilme özelliği tozların yüksek sıcaklıklara çıkılmadan öğütülmesine imkan tanımıştır. Şekil 3.11a'da verilen Al_2O_3 ve Şekil 3.11b'de WC kavanozlar kullanılarak öğütme işlemi yapılmıştır. Öğütme işlemi, etil alkol içinde 250 devir/dakika hızda gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.10. Öğütme değirmeni



(a)



(b)

Şekil 3.11. Öğütme kavanozları; **a)** Al_2O_3 kavanoz; **b)** WC kavanoz

Nüve Marka Etüv Fırını: Vakum yapabilme özelliği sayesinde atmosfer kontrolünde tozların, neminin giderilmesi için kullanılmıştır. Şekil 3.12’de verilen fırın $200^{\circ} C$ ’ye kadar sıcaklıklarda kurutma işlemi yapabilmektedir. Yanma sentezi öncesinde kullanılan tozların kurutma işlemi için kullanılmıştır. Yanma senteziyle üretilen tozların yıkanması işleminden sonrada tozların kurutulması için bu fırın kullanılmıştır.



Şekil 3.12. Etüv fırını

Kalıplar: Karıştırılan tozların pelet haline getirilmesi için R20x60 mm boyutlarındaki silindirik 3 parçadan oluşan Şekil 3.13'te gösterilen kalıp kullanılmıştır. ALMK kompozitlerin sıcak pres ile üretilmesi, toz karışımının, 36x44x60 mm boyutlarındaki kalıba konularak şekillendirilmesi sonucunda olmuştur.



(a)

Şekil 3.13. Silindirik kalıp

Eppendorf Marka Santrifüj Cihazı: Üretilen toz karışımındaki NaCl taneciklerini ayırmak için şekilde verilen santrifüj cihazı kullanılmıştır. Şekil 14'te verilen cihaz ile yüksek devirlerde çökeltme işlemi başarıyla gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.14. Santrifüj cihazı

MSE marka sıcak pres sistemi: Toz karışımından kompozit üretimi Şekil 3.15'te verilen sıcak pres sistemi ile yapılmıştır. Bu sistem kullanılarak 30 ton basma kapasitesi ile 650 °C sıcaklığa kadar sıcak pres yapılabilmektedir. Bu cihazda, zaman sıcaklık ayarıyla ısıtma hızı ayarlanabilmektedir. Atmosfer kontrollü bu cihaz, numunelerin oksitlenmeden üretilmesine olanak sağlamaktadır.

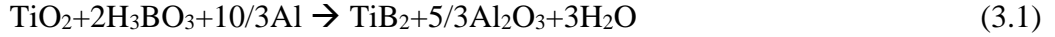


Şekil 3.15. Sıcak pres sistemi

3.2. Deneylerin Yapılışı

3.2.1. Yanma sentezi deneyleri

Bu deney kısmında, yanma senteziyle titanyum diboür (TiB₂) ve alüminyum oksit (Al₂O₃) tozlarının üretilmesi amaçlanmıştır. Bağıntı 3.1'de ve bağıntı 3.2'de yanma sentezi reaksiyonun denklemleri verilmiştir.



Reaksiyon denklemlerine göre TiO₂+B₂O₃+Al ve TiO₂+H₃BO₃+Al toz karışımları hazırlanmıştır. Tozların homojen karışımı, pirinç havan kullanılarak 10 dakika süre boyunca elle yapılmıştır.

Başlangıç karışımları 4 gr ile 10 gr arasında değişen çeşitli kütlelerde, yanma sentezine tabi tutulmuştur. Başlangıç karışımları için bor oksit (B₂O₃) ve borik asit (H₃BO₃) farklı yanma sentezi reaksiyonları için ayrı ayrı kullanılmıştır. B₂O₃ kullanılarak daha fazla sayıda deney yapılmıştır. Toz karışımına, reaksiyon sıcaklığına ve toz boyutlarına etkisini öğrenmek için ağırlıkça %5 ile %150 arasında değişen oranlarda tuz NaCl eklenmiştir. Kimyasal denklemlere göre hazırlanan toz karışımlarında kullanılan toz miktarları Çizelge 3.1 ve Çizelge 3.2'de verilmiştir. Çizelge 3.1' verilen bor oksit miktarı ile Çizelge 3.2'de borik asit, stokiyometrik olarak %5 fazla konulmuştur. Nem miktarının bor oksit tozlarında % 5 olduğu titrasyon yöntemiyle hesaplanmıştır. Pota içine eklenen tozlar iki şekilde konulmuştur. Dağınık olarak pota içine konan tozların reaksiyon davranışları gözlemlendiği gibi 2 cm çapındaki silindirik kalıp yardımıyla pelet haline getirilmiş tozlardan daha fazla sayıda deney yapılmıştır. Toz karışımlarının, pota içinde, ısıtılmış fırına yerleştirildikten sonra ısınmaları ve reaksiyon sırasında meydana gelen sıcaklık artışı, pota içine yerleştirilmiş olan bir termokupl ile sürekli olarak ölçülmüştür. Bu ölçümlerden elde edilen grafiklerle reaksiyon sıcaklıklarının öğrenilmesi amaçlanmıştır.

Çizelge 3.1. Bor oksit içeren başlangıç tozlarının bileşim miktarları

Karışım Miktarı	% NaCl	TiO ₂ (gr)	B ₂ O ₃ (gr)	Al (gr)	NaCl (gr)
6 gr	%0 NaCl	2,0014	1,8314	2,2539	-
6 gr	%5 NaCl	2,0014	1,8314	2,2539	0,3
10 gr	%0 NaCl	3,3358	2,9077	3,7565	-
10 gr	%20 NaCl	2,0014	1,8314	2,2539	1,2

Çizelge 3.2. Borik asit içeren başlangıç tozlarının bileşim miktarları

Karışım Miktarı	% NaCl	TiO ₂ (gr)	H ₃ BO ₃ (gr)	Al (gr)	NaCl (gr)
4 gr	%10 NaCl	1,089	1,787	1,227	0,4
4 gr	%20 NaCl	1,089	1,787	1,227	0,8
4 gr	%40 NaCl	1,089	1,787	1,227	1,6
4 gr	%60 NaCl	1,089	1,787	1,227	2,4
4 gr	%100 NaCl	1,089	1,787	1,227	4
4 gr	%125 NaCl	1,089	1,787	1,227	5
4 gr	%150 NaCl	1,089	1,787	1,227	6
10 gr	%60 NaCl	2,723	4,468	3,067	6

3.2.2. Öğütme deneyleri

Yanma sentezi ürünleri olan Al₂O₃-TiB₂ partiküllerinin boyutlarını küçültmek amacıyla öğütme işlemleri yapılmıştır. Öğütme işlemleri öncesinde yanma sentezi ürünlerinde kalıntı olarak bulun NaCl tuzlarından arındırma işlemleri yapılmıştır. Bu arındırma işlemleri için saf su kullanılmıştır. Santrifüj işlemleri 5000 devirde 5 dakika süre ile yapılmıştır. Kalıntı NaCl miktarını minimize etmek için, durulama ve santrifüj işlemleri 5'er defa tekrar edilmiştir.

Yanma sentezi ürünleri saf su ile liç edildikten sonra tartılarak öğütülmüşlerdir. Öğütme işlemleri iki farklı ortam kullanılmıştır. Alümina (Al₂O₃) kavanoz ve bilyaların kullanıldığı ortamda 6,97 gr. Al₂O₃-TiB₂ tozu öğütülmüştür. 100 gr alümina bilyanın kullanıldığı öğütme işlemleri sırasında, topaklanmanın önüne geçmek için 50 ml etil alkol öğütme ortamına eklenmiştir. Öğütme işlemleri 5 farklı sürede yapılmıştır. Öğütme işlemleri 2, 6, 12, 24 ve 48 saat sürelerinde yapılmıştır. Öğütme işlemi, etil alkol içinde 250 devir/dakika hızda gerçekleştirilmiştir. Bilya / toz ağırlık oranı 10'dur

Tungsten karbür (WC-Co) ortamdan yapılan yapılan öğütme işlemleri için saf suda liç edilmiş Al₂O₃-TiB₂ partikülleri kullanılmıştır. 9,7 gr tozun öğütüldüğü bu ortamda 200 gr tungsten karbür bilya kullanılmıştır. Topaklanmanın önüne geçmek için 50 ml etil alkol kavanozdaki tozlara eklenmiştir. Öğütme sırasında istenmeyen bir durum olan yüksek sıcaklığın önüne geçmek için işlemler dinlendirmeli olarak yapılmıştır. Öğütme cihazında yapılabilen programlama sayesinde 2 dakika öğütme 3 dakika bekleme olarak öğütme işlemleri yapılmıştır. Öğütme işlemleri 90, 210 ve 450 dakika sürelerinde olmak üzere 3 farklı sürede yapılmıştır. Öğütme işlemi, etil alkol içinde 250 devir/dakika hızda gerçekleştirilmiştir. Bilya / toz ağırlık oranı 20'dir

3.2.3. Kompozit üretimi

Sıcak pres ile kompozit üretimi için 5 farklı numune kullanılmıştır. İlk üretilen numune Al4Cu alaşımıdır. Bu katkısız numune, üretilecek kompozit numunelere referans olması amacıyla aynı parametrelerde üretilmiştir. Al₂O₃-TiB₂ katkılı alüminyum matrisli kompozitler sıcak presleme yöntemi ile üretilmiştir. Al4Cu matris alaşımı için seçilmiş olan sıcak presleme sıcaklığı 550 °C'dir. Bu sıcaklıkta sıcak presleme için 50 Mpa basınç, 30 dakika süre uygulanmıştır. Bu sıcaklığa 5-6 °C / dakika ısıtma hızında çıkılmıştır.

Toz metalürjisi yöntemi ile üretilen kompozitler için kullanılan toz bileşenleri miktarları Çizelge 3.3'te verilmiştir. Katkısız, alümina ortamda öğütülmüş hacimce %1 takviyeli, tungsten karbür ortamda öğütülmüş hacimce %1, %3 ve %5 takviyeli numuneler üretilmiştir. Üretilmek istenen miktarlara göre tozların karıştırma işlemleri zirkonya bilya kullanılarak cam kavanoz içerisinde elle yapılmıştır. Homojen karışımı tamamlanmış tozlar kalıba konulmadan, kalıp ve kalıp zımbalarının molycote marka yağlayıcı ile yağlanmıştır. Bu yağlama işlemi üretilen numunelerle kalıp arasında gerçekleşebilecek birleşmeyi engellemek maksadıyla yapılmıştır. Takviyesiz parçalar ve kompozit parçalar, sıcak iş takım çeliğinden imal edilmiş olan 36x44 mm boyutlarındaki bir kalıpla, 6,5 mm yükseklikte olacak şekilde sıcak preslenmiştir. Üretilen tüm parçaların sıcak pres işlemi argon atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Sıcak presleme işlemi için kullanılan kalıp Şekil 3.16'da verilmiştir. Sıcak iş takım çeliğinden üretilmiş kalıbın ebatları 36X44X60 mm ölçülerindedir.



Şekil 3.16. Dikdörtgen kesitli kalıp

Çizelge 3.3. Kompozit üretiminde kullanılan toz miktarları (katkılar hacmendir)

		Toz Miktarları(gr)		
		Al	Cu	Al ₂ O ₃ -TiB ₂
Numuneler	Katkısız	22,9674	0,9570	-
	%1 öğütülmemiş	22,7377	0,9474	0,3532
	%1 Al ₂ O ₃ kavanozda öğütülmüş takviyeli	22,7377	0,9474	0,3532
	%1 WC kavanozda öğütülmüş takviyeli	22,7377	0,9474	0,3532
	%3 WC kavanozda öğütülmüş takviyeli	22,2784	0,9283	1,0595
	%5 WC kavanozda öğütülmüş takviyeli	21,8190	0,9091	1,7658

3.2.4. Karakterizasyon işlemleri

Üretilen tozların ve sıcak pres numunelerinin X ışını kırınımı (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri yapılmıştır. Üretilen tozların ve yanma sentezi ürünlerinin SEM incelemeleri Süleyman Demirel Üniversitesi Enerji Araştırmaları Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde yapılmıştır. XRD analizleri Hatay Mustafa Kemal Üniversitesi merkez laboratuvarında Rigaku marka X ışını difraktometresiyle yapılmıştır. SEM incelemeleri için aynı merkezde bulunan FEI marka, Quanta FEG 250 model taramalı elektron mikroskobu ile gerçekleştirilmiştir.

XRD analizleri, yanma sentezi ürünlerinin, üretimindeki başarıyı öğrenmek amacıyla yapılmıştır. Bu analizler sonucu elde edilen desenleri okunarak yanma sentezi ürünlerindeki fazlar yorumlanmıştır. Üretilen tozların Malvern Instruments marka cihaz kullanılarak parçacık boyut analizleri gerçekleştirilmiştir. Bu analizlerden elde edilen grafikler, partikülleri yorumlama imkanı sağlamıştır. Parçacık hacim ve sayı oranlarının gösterildiği bu grafikler parçacıkların boyut dağılımı hakkında bilgi vermektedir.

SEM incelemeleri kapsamında, numunelerin 1000x ile 100000x büyütme aralığında yüksek büyütme oranlarında mikrografları elde edilmiştir. Bu mikrograflar incelenerek parçacık boyutunun şekli ve boyutları gözlemlenmiştir. SEM cihazıyla yapılan X-ışını ile Enerji Dağılımlı Spektrometre (EDS) analizi kullanılarak noktasal elemental analizler yapılmıştır. Bu analiz ile belirlenen noktanın elemental kompozisyonu öğrenilebilir.

Sıcak presleme üretilen 6x36x44 boyutundaki numuneler, 6x12x36 mm (kalınlık x genişlik x boy) boyutlarında olacak şekilde hassas kesiciyle 3 parçaya kesilmiştir. Bu şekilde, sıcak preslenmiş olan 1 parçadan 3 adet üç nokta eğme numunesi elde edilmiş ve testler yapılmıştır. Yapılan testler sonrası kompozitlerin gerilme ve birim şekil değişikliği değerlerini içeren diyagramlar elde edilmiştir. Bu diyagramlardan elde edilen verilerle numunelerin 3-nokta eğme dayanımı ve % şekil değişimi değerleri hesaplanmıştır.

Sıcak presle üretilen numunelerin sertlik ölçümü için Brinell 10 yöntemi uygulanmıştır. Sertlik ölçümlerinde 62,5 kg yük ve 2.5 mm çaplı bilya kullanılmıştır. Üretilmiş her numuneden elde edilen, 3 adet 6x12x36 mm boyutlarındaki parçaların 3'er defa sertlikleri ölçülmüştür. Böylece üretilen her numunenin 9 tane sertlik değerinin ortalaması ve standart sapması hesaplanarak sertlik değerleri elde edilmiştir.

Sıcak presle üretilen altı adet numunenin metalografik görüntülerini almak amacıyla yüzey düzeltme işlemleri yapılmıştır. Mikroskop altında incelenebilecek boyutlara ve şekle getirmek amacıyla her numuneden 6x8x12 boyutlarında küçük parçalar kesilmiştir. Kesilen parçaların yüzeyinde çiziklerin giderilmesi maksadıyla zımparalama işlemi yapılmıştır. Zımparalama işlemi için zımpara cihazındaki döner tablaya takılan 600, 1200, 3000, 4000'lik zımpara kâğıtlarıyla zımparalanmıştır. Zımparalanan parçalar, 1µm elmas solüsyon kullanılarak, çuha kaplı döner tablaya sahip parlatma cihazıyla parlatılmıştır. Parlatılan parçaların, optik mikroskop görüntüleri alınarak yorumlanmıştır. Optik mikroskobun kapasitesinden dolayı, 50x ile 1000x büyütme arasındaki görüntüler alınmıştır.

Sıcak pres ürünlerini yoğunlukları Arşimet prensibi kullanılarak hesaplanmıştır. Önce kuru olarak tartılan parçalar daha sonra saf su dolu kabın içinde tartılmıştır. Elde edilen kuru ve yaş tartı değerleri kullanılarak, Arşimet prensibiyle hesap yapılmıştır. Elde edilen gerçek yoğunluk ile teorik yoğunluğun oranından yola çıkarak % teorik yoğunluk değerleri bulunmuştur.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Yanma Sentezi Deneyleri

4.1.1. Deney parametreleri

Al_2O_3 - TiB_2 toz karışımları üretilmesinin amaçlandığı bu bölümde, deneylerde yapılan gözlemlere göre reaktanlarda ve tuz oranlarında değişik yapılmıştır. NaCl eklenmeden yapılan deneylerde, ürünlerin çok sert olduğu ve havanda zorlukla ezilebildiği görülmüştür. Çeşitli oranlarda NaCl eklenmiş olan $TiO_2+H_3BO_3+Al$ toz karışımlarından yanma sentezi ile Al_2O_3 - TiB_2 toz karışımları üretilmiştir. NaCl oranı, $TiO_2+H_3BO_3+Al$ karışımının ağırlıkça %5'i ile %150'si aralığında eklenmiştir. Eklenen NaCl ile, ürünlerin havanda kolaylıkla ezilebildiği görülmüştür.

Bor oksit kullanıldığında oluşan ürünlerin sert olması nedeniyle, başlangıç malzemesi olarak borik asit kullanılarak Al_2O_3 - TiB_2 toz karışımlarının üretimi için deneyler gerçekleştirilmiştir. Bor oksitin ve borik asitin, reaksiyon sıcaklığına çıkana kadar buharlaşmasından dolayı stokiometrik orandan % 5 fazla karıştırılmıştır.

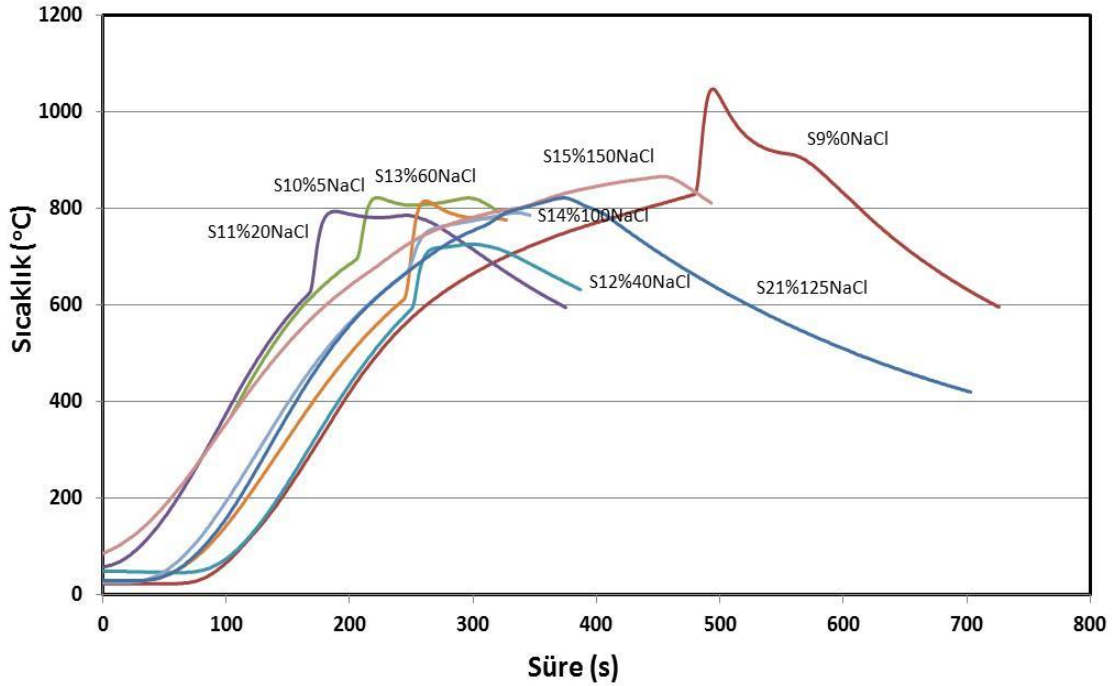
Yapılan ilk yanma sentezi deneylerinde toz karışımı pelet haline getirilmeden konulmuştur. Yapılan gözlemler sonucu dağınık haldeki toz karışımının reaksiyona girmediği görülmüştür. Bundan dolayı toz karışımları pelet haline getirilerek deneylere devam edilmiştir. Yapılan 25 adet yanma sentezi deneyinin bileşimleri ve kütleleri Çizelge 4.1'de sunulmuştur.

Çizelge 4.1. Deneyleerde kullanılan başlangıç karışımlarının bileşimleri ve miktarları

Kod	Karışım	% NaCl	Miktar	Şekil
s1	TiO ₂ +B ₂ O ₃ +AL	0	6gr	dağmık
s2	TiO ₂ +B ₂ O ₃ +AL	0	10gr	dağmık
s3	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ +Al	0	4,17gr(eski karışım)	pelet
s4	TiO ₂ +B ₂ O ₃ (+%2)+AL	0	6gr	dağmık
s5	TiO ₂ +B ₂ O ₃ (+%5)+AL	0	6gr(kurutuldu)	pelet
s6	TiO ₂ +B ₂ O ₃ (+%5)+AL	0	6gr	dağmık
s7	TiO ₂ +B ₂ O ₃ (+%5)+AL	5	6+0,3=6,3gr	pelet
s8	TiO ₂ +B ₂ O ₃ (+%5)+AL+	20	6+1,2=7,2gr	pelet
s9	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+Al	0	10gr	pelet
s10	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+AL	5	4+0,2=4,2gr	pelet
s11	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+AL	20	4+0,8=4,8gr	pelet
s12	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+AL	40	4+1,6=5,6gr	pelet
s13	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+AL	60	4+2,4=6,4gr	pelet
s14	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+AL	100	4+4=8gr	pelet
s15	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+AL	150	4+6=10gr	pelet
s16	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+AL	125	4+5=9gr	pelet
s17	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+AL	60	5+3=8gr	pelet
s18	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+AL	60	5+3=8gr	pelet
s19	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+AL	60	4+2,4=6,4gr	pelet
s20	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+AL	60	4+2,4=6,4gr	pelet
s21	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+AL	60	4+2,4=6,4gr	pelet
s22	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+AL	60	4+2,4=6,4gr	pelet
s23	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+Al	60	4+2,4=6,4gr	pelet
s24	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+Al	60	4+2,4=6,4gr	pelet
s25	TiO ₂ +H ₃ BO ₃ (+%5)+AL	60	4+2,4=6,4gr	pelet

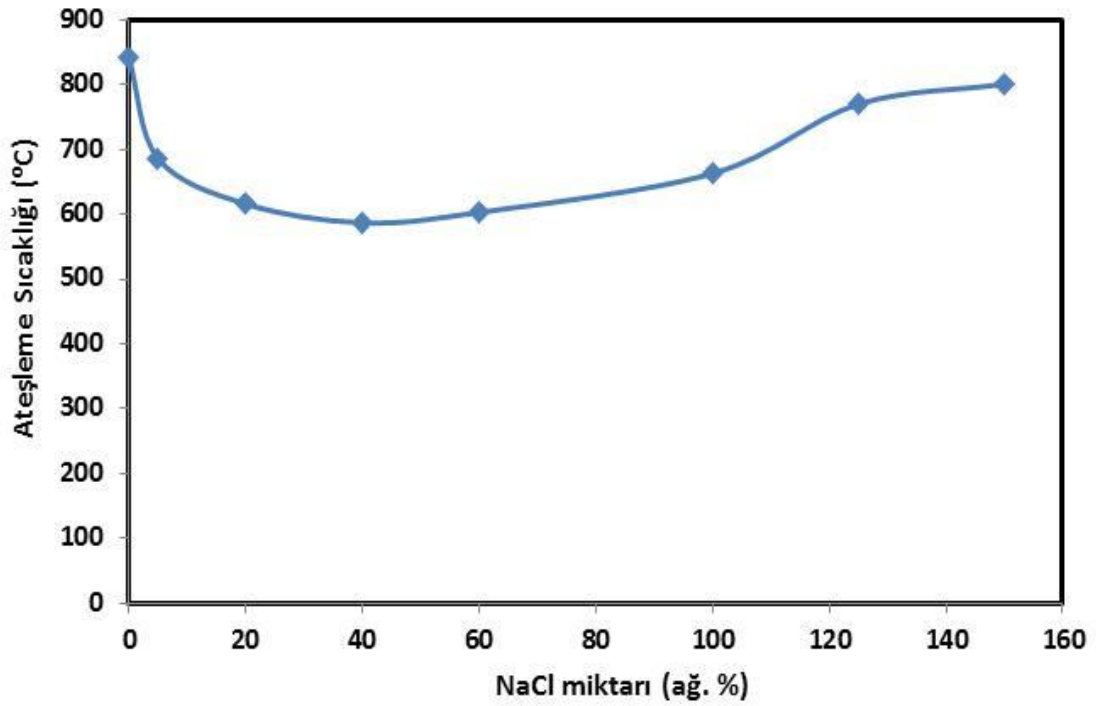
4.1.2. Ateşlenme sıcaklıkları

$TiO_2+H_3BO_3+Al$ toz karışımlarına çeşitli oranlarda NaCl eklenerek, reaksiyonun başladığı ateşleme sıcaklıkları belirlenmiştir. Elde edilmiş olan veriler, Şekil 4.1’de sunulmaktadır. Bu grafiklerdeki ani artışlar, reaksiyonun başladığını ve gerçekleştiğini göstermektedir. Reaktantların, 150-200 saniyede 600 °C’ye ulaştığı görülmektedir. Eklenmiş olan NaCl oranına göre, ateşlenme sıcaklığı değişmiştir. Yüksek NaCl oranlarında, sıcaklık artışı çok az oranda gerçekleşmiştir. Bu nedenle %100 ve üzeri NaCl içeren karışımların ateşleme sıcaklığı zor belirlenmiştir.



Şekil 4.1. Çeşitli oranlarda NaCl eklenmiş olan $TiO_2+H_3BO_3+Al$ toz karışımlarının reaksiyonu sırasında ölçülmüş olan sıcaklık değişimleri

Şekil 4.2’de, ısıtma sırasında reaksiyonun başladığını gösteren, ani sıcaklık artışının başlangıç noktası olan ateşleme sıcaklıkları, NaCl miktarına göre sunulmaktadır. NaCl eklenmesi ile ateşleme sıcaklığının azaldığı, sonrasında ise arttığı görülmüştür. %20-60 oranlarında NaCl eklendiğinde ateşleme sıcaklığı 600 °C civarına düşmüştür.

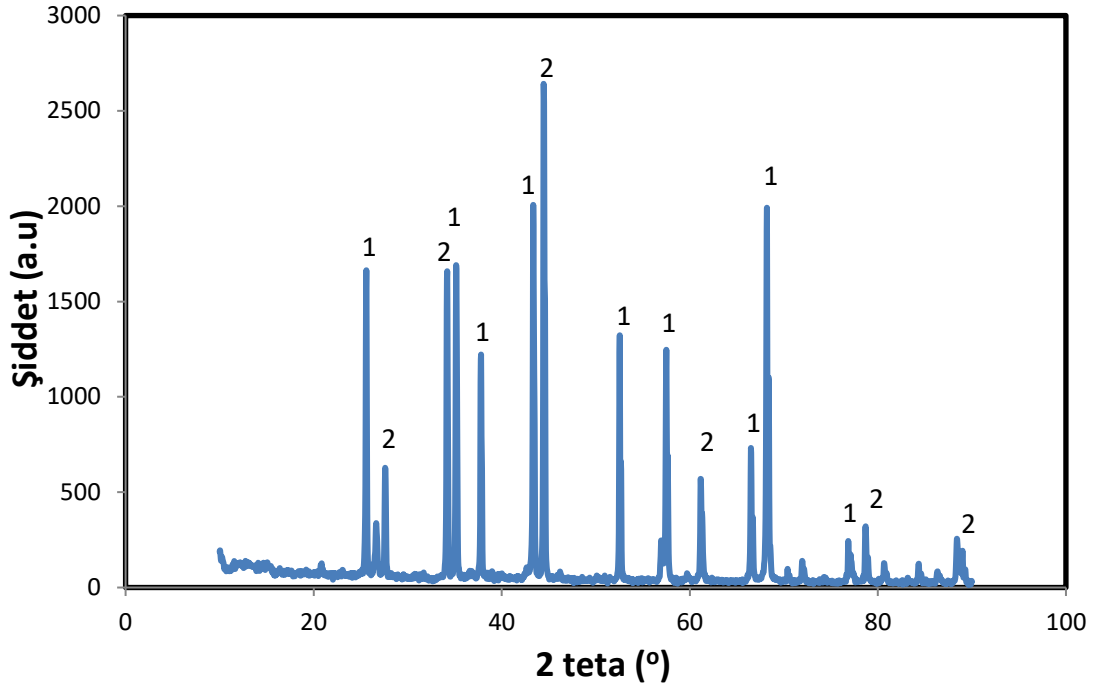


Şekil 4.2. Çeşitli oranlarda NaCl eklenmiş olan $TiO_2+H_3BO_3+Al$ toz karışımlarının reaksiyon ateşlenme sıcaklıkları

4.1.3 % 5 NaCl içeren karışım

4.1.3.1. XRD analizi

% 5 NaCl katkısı ile üretilen Al_2O_3 , TiB_2 toz karışımları XRD analizlerine tabi tutulmuştur. Yapılan XRD analizlerinde, hedeflenen bileşikler olan TiB_2 ve Al_2O_3 'ün oluştuğu görülmüştür. Şekil 4.3'te saf su ile santrifüj ile ayırma, kurutma sonrası %5, eklenerek yanma sentezi sonucunda elde edilen ürünlerin XRD desenleri verilmektedir. XRD desenlerine bakıldığında 2 ürünün oluştuğu görülmektedir. Hedeflenen ürünler Al_2O_3 ve TiB_2 tozlarından başka element veya bileşiğin XRD deseninde görülmemesi yanma sentezi işleminin başarılı olduğunu göstermektedir.

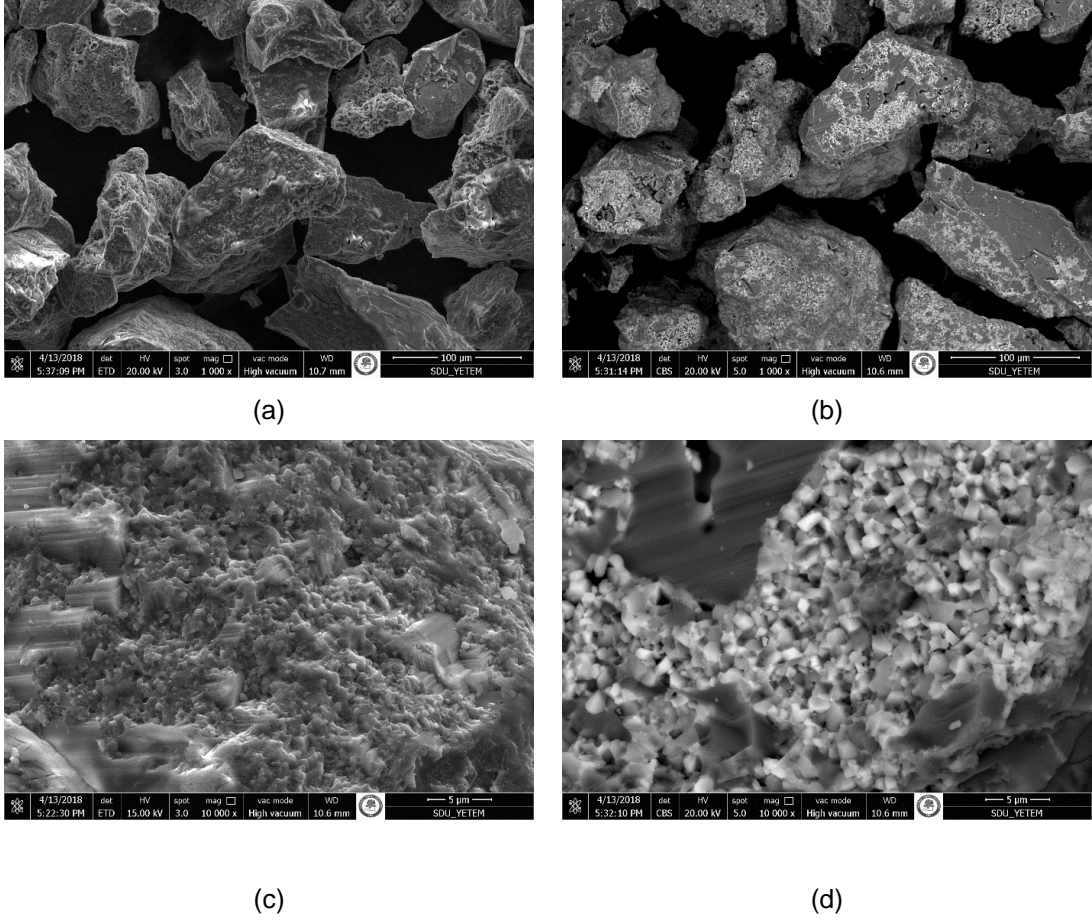


Şekil 4.3. Başlangıç karışımına %5 NaCl eklenerek elde edilmiş olan $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ tozlarının XRD analizi (1: Al_2O_3 , 2: TiB_2)

4.1.3.2. SEM incelemeleri

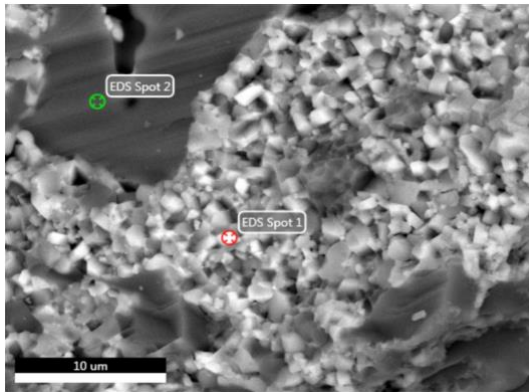
Başlangıç karışımına % 5 oranında NaCl eklenerek elde edilmiş olan ürünlerin saf suda yıkanması ile elde edilmiş olan $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ tozlarının SEM mikrografları Şekil 4.4'te sunulmaktadır. Bu mikrografta görülen tozlar, yanma sentezi sonrasında elde edilmiş olan peletin agat havanda öğütülmesi ve saf suda yıkanması ile elde edilmiştir. NaCl eklenmemiş olan tozlardan elde edilmiş olan ürünler çok serttir ve öğütülmesi çok zor olmuştur. %5 NaCl eklenmiş olan peletten elde edilen ürünlerin de yine sert bir yapıya sahip olduğu görülmüştür.

Şekil 4.4.a'da görüldüğü gibi, %5 NaCl eklenmiş olan peletten elde edilen ürünlerin havanda ezilmesi ile elde edilen sert topaklar 100-150 mikron boyutlarındadır. Şekil 4.(b)'de ise, aynı büyütmede geri saçılmış elektron görüntüsü görülmektedir. Atom ağırlığına göre kontrast elde edilen bu yöntemde, farklı fazlar birbirinden ayırt edilebilmektedir. Al_2O_3 'ün elementlerinin ortalama atom ağırlığına kıyasla, TiB_2 'nin elementlerinin ortalama atom ağırlığı daha yüksek olması nedeniyle, Al_2O_3 olan bölgeler koyu, TiB_2 partikülleri açık renkte görülmektedir. Yapılan SEM geri saçılmış elektron (BSE) incelemelerinden, Al_2O_3 'ün, partiküllerin dışında bir kabuk olarak ve partiküllerin içinde bölgeler olarak bulunduğu görülmektedir. Al_2O_3 'in, ürün peletinde sürekli bir yapıda olduğu anlaşılmaktadır. TiB_2 partikülleri ise $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ 'den oluşan büyük partiküllerin içinde bulunmaktadır. Daha yüksek büyütmedeki görüntülerden Şekil 4.4. c'de ve Şekil 4.4. d'de bu durum daha net anlaşılmaktadır. Oluşan TiB_2 partiküllerinin 1-2 mikron boyutunda olduğu görülmektedir.



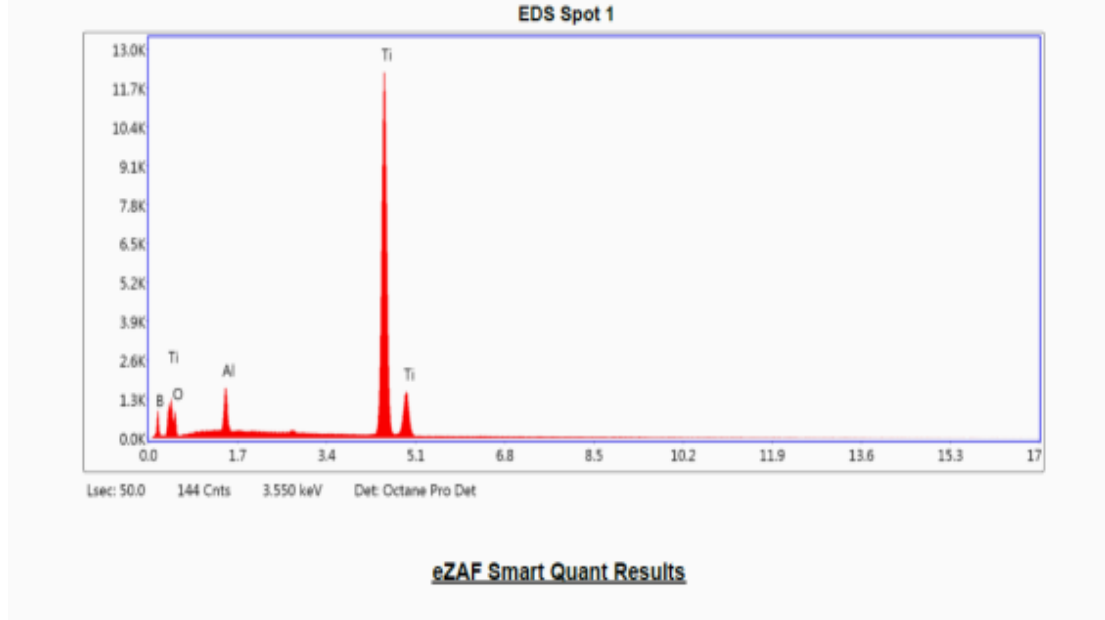
Şekil 4.4. Başlangıç karışımına % 5 oranında NaCl eklenerek elde edilmiş olan $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ tozlarının SEM mikrografları; **a)** 1000X büyütme, ikincil elektron; **b)** 1000X büyütme geri saçılmış elektron; **c)** 10000X büyütme, ikincil elektron **d)** 10000X büyütme geri saçılmış elektron mikrograflarıdır

%5 oranında NaCl eklenerek elde edilmiş olan $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ toz karışımlarının mikroyapısı Şekil 4.5'te sunulmuştur. Bu mikrograf üzerinde 1 ve 2 numara ile işaretlenmiş olan noktalardan enerji dağılımlı spektrometre (EDS) analizleri gerçekleştirilmiştir. Bu grafikler Şekil 4.6'da ve Şekil 4.7'de sunulmaktadır.



Şekil 4.5. EDS analizine tabi tutulmuş olan 1 ve 2 numaralı noktaların gösterildiği mikrograf

1 numaralı nokta, mikroyapıdaki açık renkli (beyaz) bölgelerin birisinden alınmıştır. Bu bölgelerin, aşağıda sunulan elemental analizlerde TiB₂ olduğu anlaşılmıştır. Şekil 4.6'da bu noktanın EDS analiz sonuçları verilmiştir. Bu noktaların elemental analiz sonuçları Çizelge 4.2'de sunulmaktadır

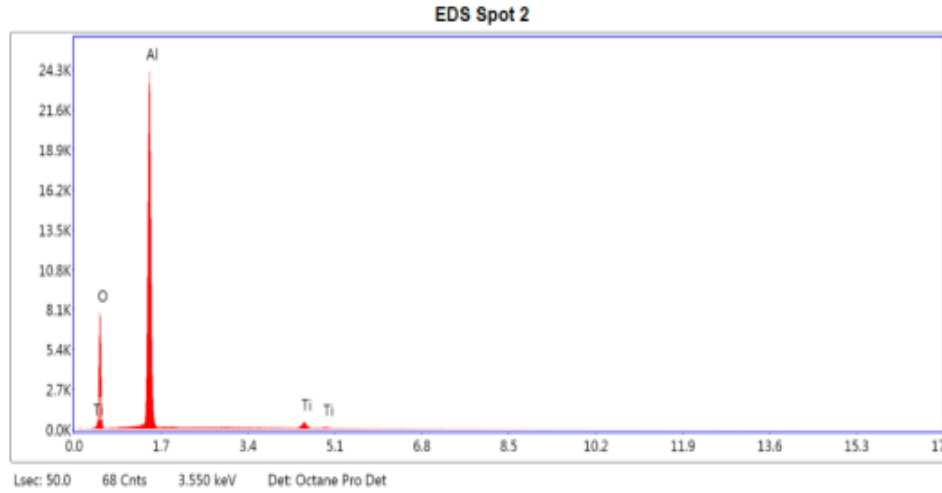


Şekil 4.6. Bir numaralı noktanın EDS analizi sonuçları

Çizelge 4.2. 1 numaralı noktanın EDS elemental analiz sonuçları

Element	Ağırlık %	Mol %	Hata %
B	44,04	71,45	8,93
O	10,21	11,19	11,7
Al	2,13	1,39	6,18
Ti	43,61	15,97	1,73

2 numaralı nokta, mikroyapıdaki koyu bölgelerin birisinden alınmıştır. Bu bölgelerin, aşağıda sunulan elemental analizlerde Al₂O₃ olduğu anlaşılmıştır. Şekil 4.7'de bu noktanın EDS analiz sonuçları verilmiştir.



Şekil 4.7. İki numaralı noktanın EDS analizi sonuçları

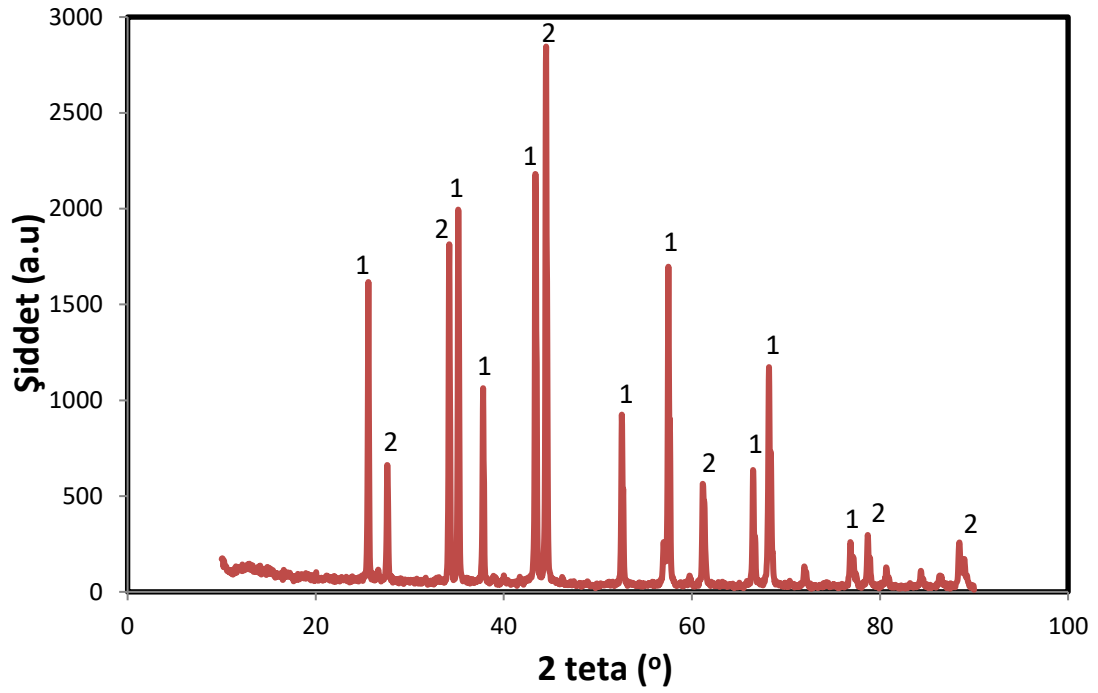
Element	Ağırlık %	Mol %	Hata %
O	43,38	56,87	7,93
Al	54,02	41,9	3,62
Ti	2,6	1,14	4,92

Çizelge 4.3. 2 numaralı noktanın EDS elemental analiz sonuçları

4.1.4 % 20 NaCl içeren karışım

4.1.4.1. XRD analizi

Başlangıç karışımına %20 oranında eklenen NaCl ile katkısı ile tepkimeye sokulmuş ürünlerin XRD analizleri Şekil 4.8’de verilmiştir. %5 NaCl içeren karışım ile benzer bulgular elde edilmiştir.



Şekil 4.8. Başlangıç karışımına %20 NaCl eklenerek elde edilmiş olan $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ tozlarının XRD deseni (1: Al_2O_3 , 2: TiB_2)

4.1.4.2. Parçacık boyut ölçümleri

%20 NaCl eklenerek üretilen tozlar, saf suda yıkanarak yapılarındaki NaCl giderildikten sonra parçacık boyut ölçümlerine tabi tutulmuştur. %20 oranında NaCl içeren başlangıç karışımlarından elde edilmiş olan $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ toz karışımlarının parçacık boyut dağılım grafikleri Şekil 4.9'da sunulmaktadır. % 20 NaCl kullanıldığında ortalama parçacık boyut değerleri; D10 10,5 mikron, D50 49,5 mikron ve D90 111 mikron olmuştur (Şekil 4.9).

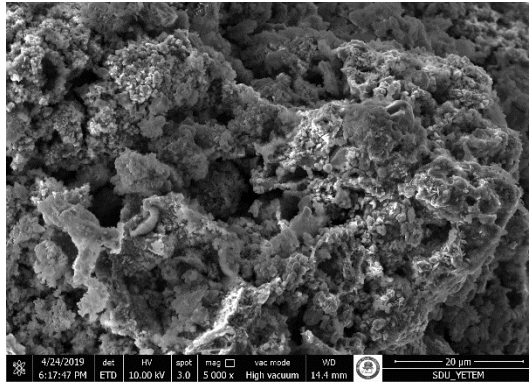


Şekil 4.9. %20 oranında NaCl içeren başlangıç malzemelerinden üretilen $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiB}_2$ toz karışımının parçacık boyut dağılımı

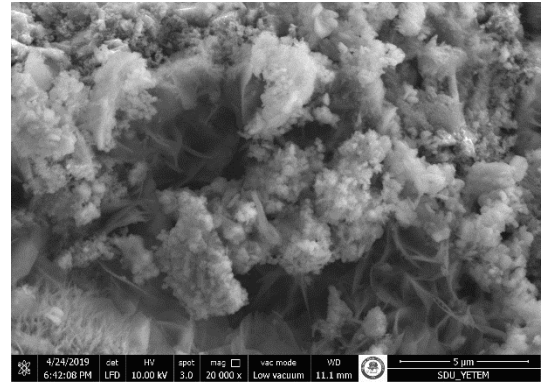
4.1.5. % 60 NaCl içeren karışım

4.1.5.1. SEM incelemeleri

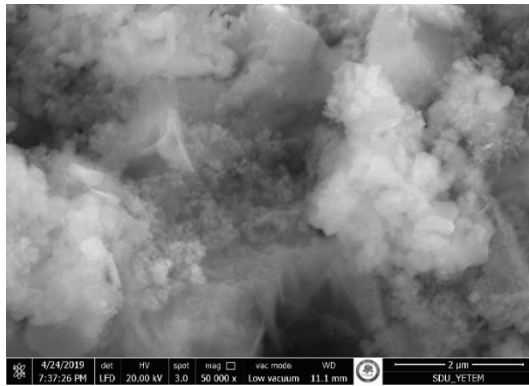
TiO₂+H₃BO₃+Al Başlangıç karışımına % 60 oranında NaCl eklenerek elde edilmiş olan ürünlerin 5000X, 20000X, 50000X ve 100000X büyütmedeki SEM mikrografları Şekil 4.10'da sunulmaktadır. Elde edilen Al₂O₃ ve TiB₂ toz karışımındaki NaCl kalıntılarını ayırmak için ürünler, agat havanda öğütülüp saf suda yıkanmıştır. Daha düşük oranda eklenen NaCl miktarlarına göre agat havanda öğütme işlemi daha kolay olmuştur. NaCl kalıntılarından ayrıldıktan sonra ile elde edilmiş olan Al₂O₃-TiB₂ tozlarının SEM mikrograflarında ortalama atom ağırlığı daha yüksek olan Al₂O₃ tozlarının görüntüsü koyu renkte görülmektedir. Koyu renk içerisinde dağılmış olan TiB₂ partiküllerinin ortalama atom ağırlığı Al₂O₃ elementine kıyasla daha düşük olduğu için açık renkte görülmektedir. Başlangıç karışımına %5 NaCl eklenerek elde edilen ürünlerin SEM mikrograflarında olduğu gibi, Başlangıç karışımına %60 NaCl eklenerek elde edilen ürünlerin SEM mikrograflarında, sürekli Al₂O₃ yapısının içerisinde dağılmış daha küçük boyutlu TiB₂ partikülleri görülmektedir. 300 nm boyutundaki TiB₂ partikülleri görülürken Al₂O₃ partikülleri mikron boyutundadır.



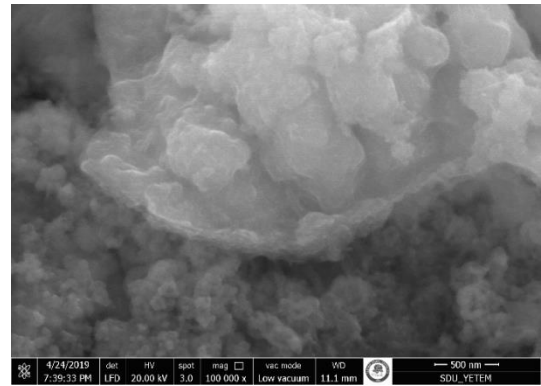
(a)



(b)



(c)

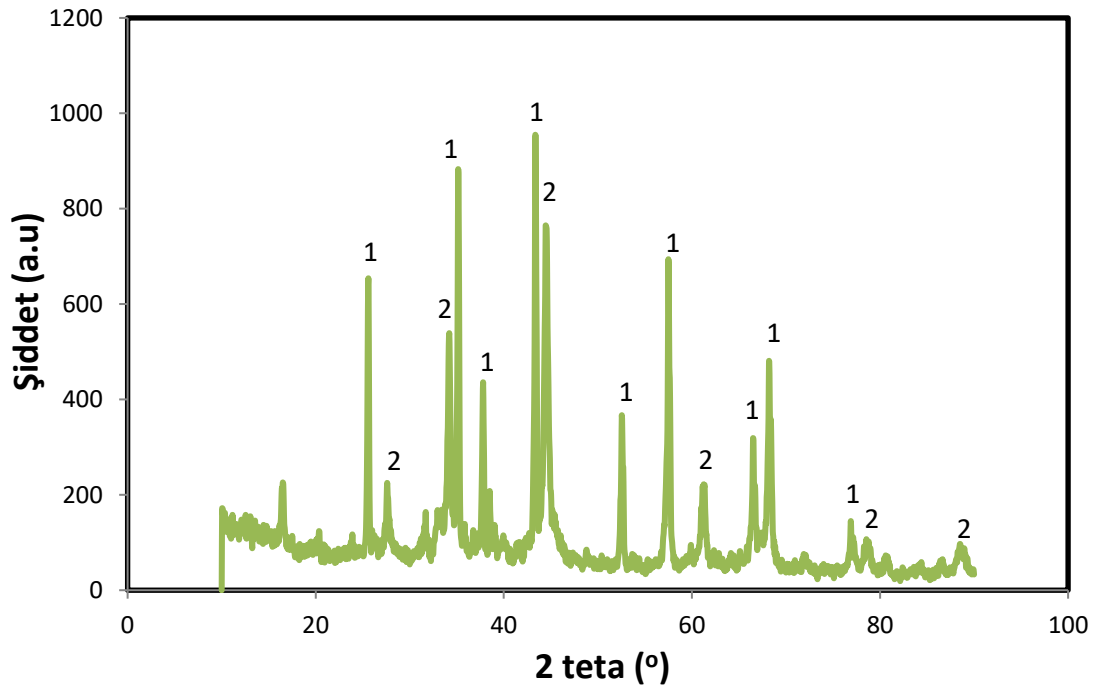


(d)

Şekil 4.10. %60 NaCl katkılı yanma senteziyle üretilmiş Al₂O₃ – TiB₂ tozlarının SEM mikrografları; **a)** 5000X büyütme; **b)** 20000X büyütme; **c)** 50000X büyütme; **d)** 100000X büyütme

4.1.5.2. XRD analizi

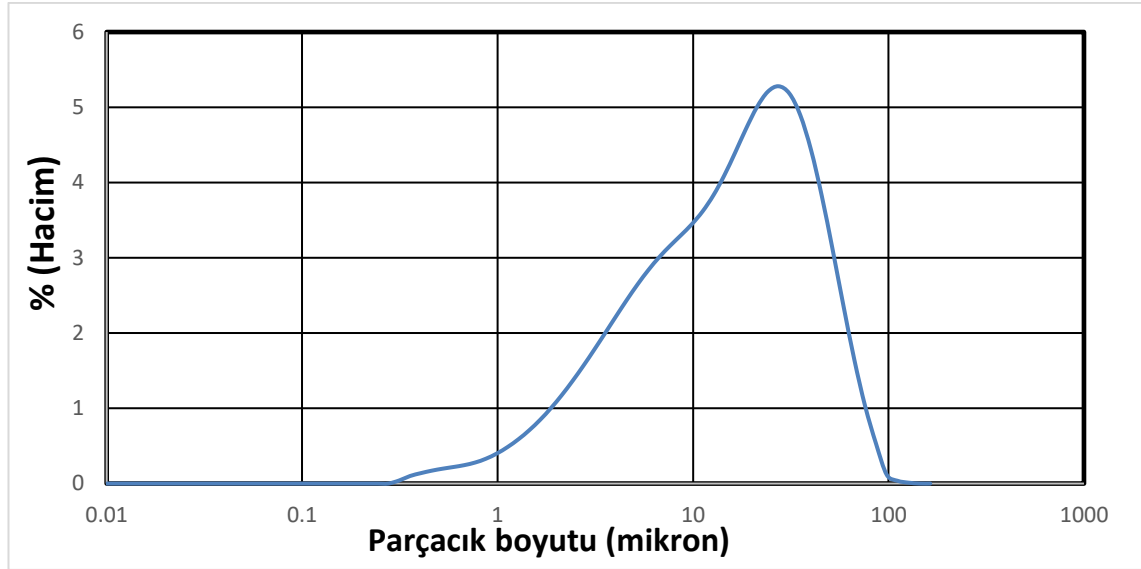
% 60 NaCl katkısı ile üretilen Al_2O_3 , TiB_2 toz karışımları XRD analizlerine tabi tutulmuştur. Başlangıç karışımına %60 oranında eklenen NaCl katkısı ile tepkimeye sokularak elde edilmiş ürünlerin XRD analizleri Şekil 4.11’de verilmiştir. Yapılan XRD analizlerinde, hedeflenen bileşikler olan TiB_2 ve Al_2O_3 ’ün oluştuğu görülmüştür. XRD desenlerine bakıldığında 2 ürünün oluştuğu görülmektedir. Hedeflenen ürünler Al_2O_3 ve TiB_2 tozlarından başka element veya bileşik, XRD deseninde görülmemiştir. %5 NaCl içeren ve %20 NaCl içeren karışım ürünlerine kıyasla, %60 NaCl içeren karışımdan elde edilen ürünlerin XRD desenlerine bakıldığında, piklerde genişleme görülmüştür.



Şekil 4.11. Başlangıç karışımına %60 NaCl eklenerek elde edilmiş olan Al_2O_3 - TiB_2 tozlarının XRD deseni (1: Al_2O_3 , 2: TiB_2)

4.1.5.3. Parçacık boyut ölçümleri

NaCl oranı % 20’den % 60’a çıktığında, ürünlerin parçacık boyutunda azalma meydana geldiği görülmüştür. % 60 NaCl kullanıldığında ortalama parçacık boyut değerleri D10 2.79 mikron, D50 15.4 mikron ve D90 41.5 mikron olmuştur (Şekil 4.12).

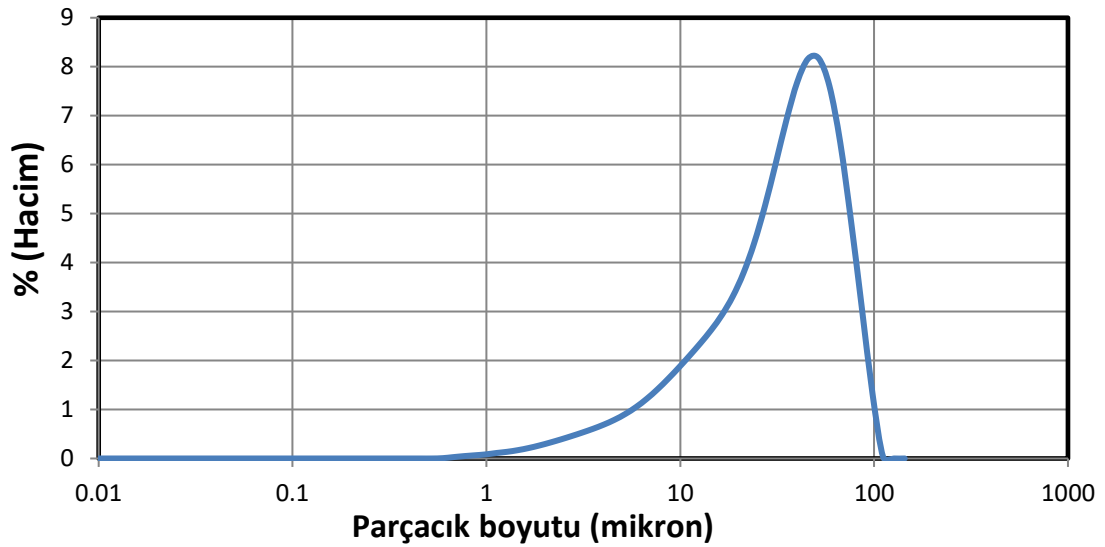


Şekil 4.12. %60 oranında NaCl içeren başlangıç malzemelerinden üretilen Al₂O₃-TiB₂ toz karışımının parçacık boyut dağılımı

4.1.6. % 125 NaCl içeren karışım

4.1.6.1. Parçacık boyut ölçümleri

Başlangıç karışımına eklenen NaCl oranı % 20'den % 60'a çıktığında, ürünlerin parçacık boyutunda azalma meydana geldiği görülmüştü. Başlangıç karışımına eklenen % 125 NaCl ile elde ürünlerde, ortalama parçacık boyut değerleri D10 hacimce 9,02 mikron, D50 hacimce 38,2 mikron ve D90 hacimce 75 mikron olmuştur (Şekil 4.13). Bu boyut değerleri %60 NaCl eklenerek elde edilen ürünlere kıyasla daha büyük değerlerdir.

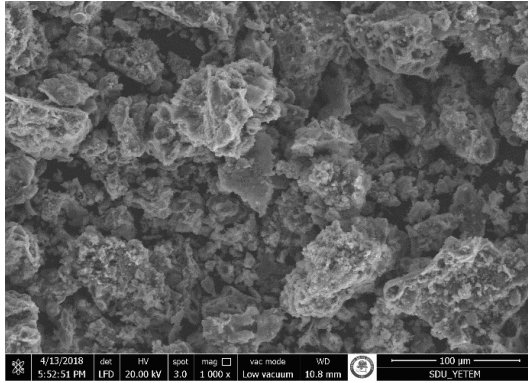


Şekil 4.13. %125 oranında NaCl içeren başlangıç malzemelerinden üretilen Al₂O₃-TiB₂ toz karışımının parçacık boyut dağılımı

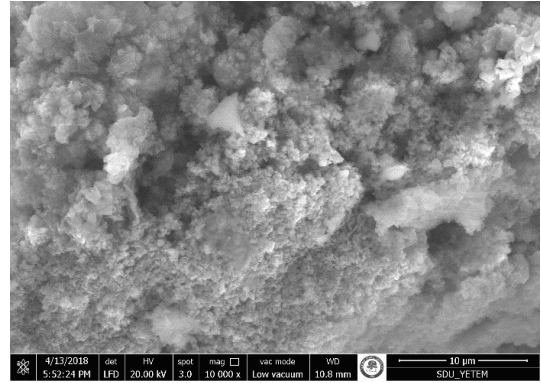
4.1.7. % 150 NaCl içeren karışım

4.1.7.1. SEM incelemeleri

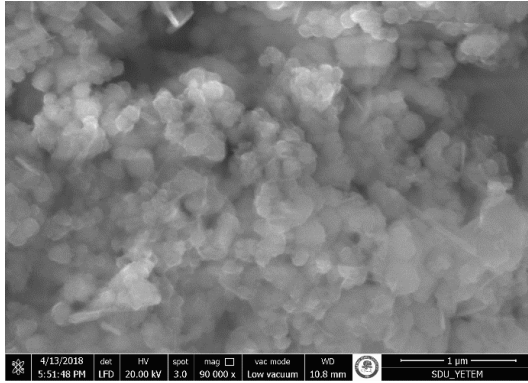
TiO₂+H₃BO₃+Al karışımının ağırlıkça %150'si oranında NaCl eklenerek elde edilmiş olan ürünlerin, 1000X, 10000X, ve 100000X, büyütmedeki SEM mikrografları Şekil 4.14'te sunulmaktadır. Bu ürünlerin havanda öğütülmesi oldukça kolay olmuştur. Eklenen NaCl'nin, ürünlerin sinterlenerek birbirine yapışmasını önlediği anlaşılmaktadır. NaCl oranı arttıkça, elde edilen peletlerin daha yumuşak olduğu ve daha kolay öğütülebildiği görülmüştür. Görüldüğü gibi, %5 NaCl içeren ürünlere kıyasla, % 150 NaCl eklendiğinde oluşan ürünler çok daha küçük partiküllere sahiptir. Oluşan TiB₂ partiküllerinin 100-300 nm boyutlarında olduğu görülmüştür (Şekil 4.14c).



(a)



(b)

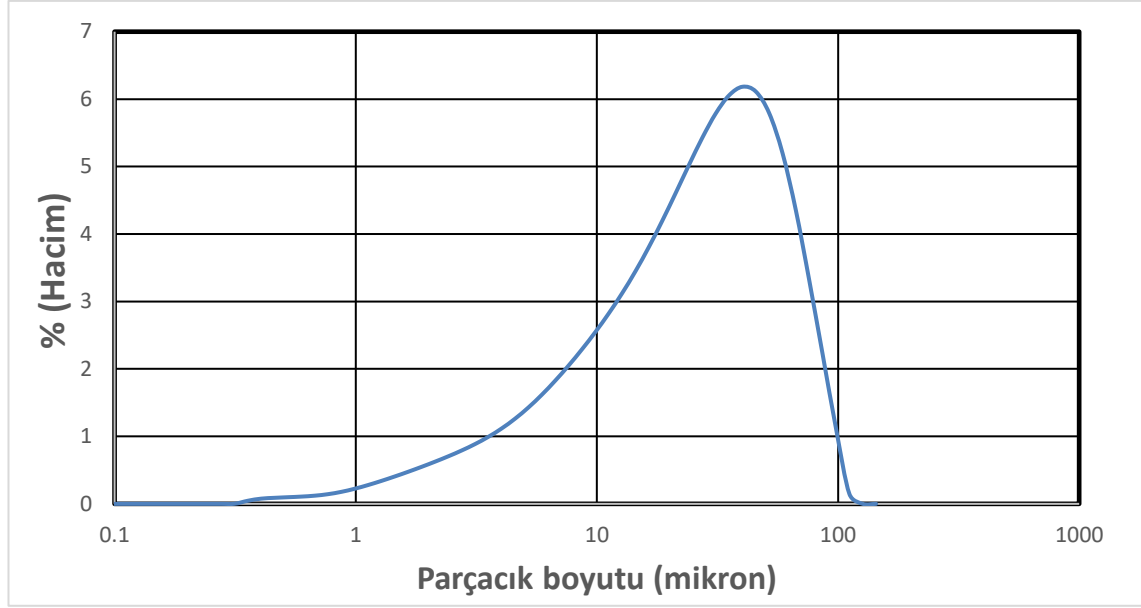


(c)

Şekil 4.14. Başlangıç karışımına % 150 oranında NaCl eklenerek elde edilmiş olan Al₂O₃-TiB₂ tozlarının SEM mikrografları; **a)** 1000X büyütme; **b)** 10000X büyütme; **c)** 100000X büyütme

4.1.7.2. Parçacık boyut ölçümleri

%150 oranında NaCl eklenerek elde edilen ürünlerin parçacık boyutu, %125 NaCl eklenerek elde edilen ürünlerin parçacık boyutuna yakın değerlerde olduğu görülmüştür. Başlangıç karışımına eklenen % 150 NaCl ile elde ürünlerde, ortalama parçacık boyut değerleri D10 hacimce 5,99 mikron, D50 hacimce 31,8 mikron ve D90 hacimce 83,2 mikron olmuştur (Şekil 4.15).



Şekil 4.15. %150 oranında NaCl içeren başlangıç malzemelerinden üretilen Al₂O₃-TiB₂ toz karışımının parçacık boyut dağılımı

4.2. Öğütme Deneyleri

Öğütme işleminde başlangıç tozları olarak %60 NaCl katkılı yanma sentezi sonucu elde edilmiş olan Al₂O₃-TiB₂ toz karışımları kullanılmıştır. Yanma sentezi ürünlerine yapılan SEM geri saçılmış elektron (BSE) incelemelerinden, Al₂O₃'ün, partiküllerin dışında bir kabuk olarak ve partiküllerin içinde bölgeler olarak bulunduğu görülmüştür. Al₂O₃'in, ürün peletinde sürekli bir yapıda olduğu anlaşılmıştır. TiB₂ partiküllerinin ise Al₂O₃-TiB₂'den oluşan büyük partiküllerin içinde bulunmakta olduğu görülmüştür. TiB₂ partiküllerinin sürekli yapıdan kurtarılarak serbest hale geçmesinin istenmesi nedeniyle, üretilen TiB₂-Al₂O₃ toz karışımı ürünler öğütme işlemlerine tabi tutulmuştur.

4.2.1. Alümina kavanoz ve bilya ile yapılan öğütme işlemleri

Bu kısımdaki öğütme işlemleri için Retsch PM100 yüksek enerjili bilyalı değirmen cihazının orijinal alümina kavanozu ve alümina bilyalar kullanılmıştır. Bu ortamın seçilmesinin nedeni, TiB₂-Al₂O₃ toz karışımına, öğütme ortamından karışacak olan Al₂O₃'ün ürünlerde kirlilik yaratmayacak olmasıdır.

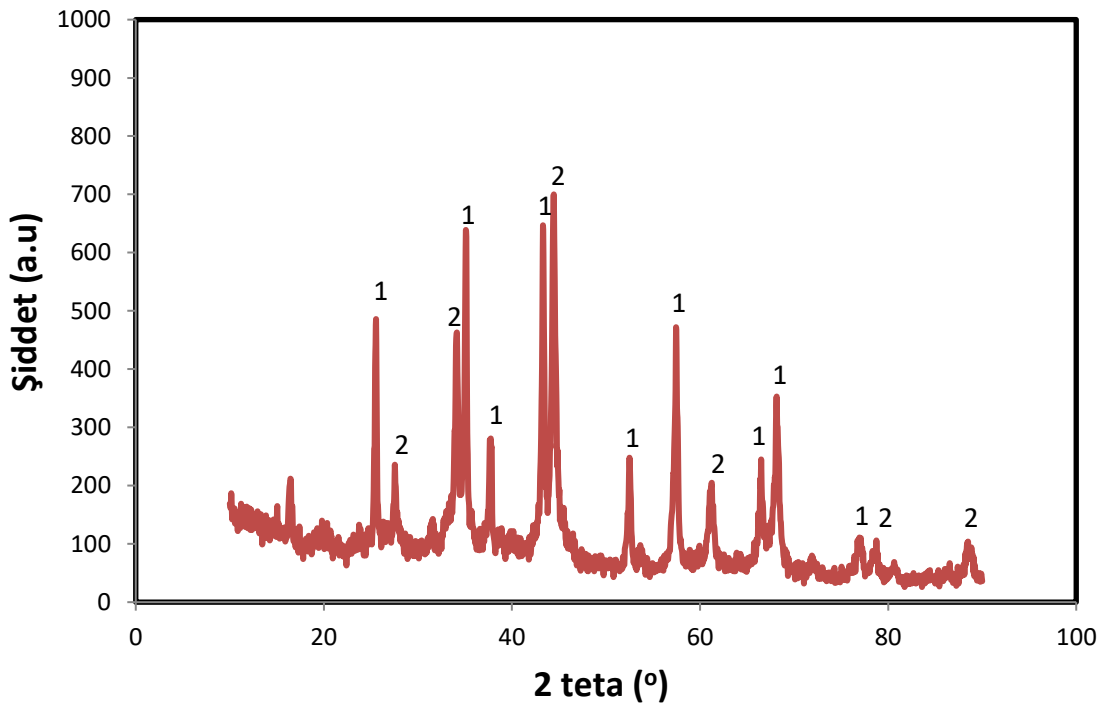
Bu öğütme işleminde işlem teçhizatına uygun olarak öğütme süreleri belirlenmiştir. Ürün kodları, öğütme süreleri ve öğütme miktarları Çizelge 4.4'te verilmiştir. Başlangıçta öğütme ortamına toplam ağırlığı 6,97 gr olan toz atılmıştır. Çizelge 4.4'te verilen öğütme ürünlerinin toplamı 9,87 gr çıkmıştır. Bu durumda, toz miktarında 2,9 gr artış olduğu söylenebilir.

Çizelge 4.4. Al₂O₃ kavanoz ve bilya ile öğütülen ürünlerin parametreleri

Ürün Kodu	Süre	Miktar
sd1	2 saat	0,3194gr
sd2	6 saat	0,3012gr
sd3	12 saat	0,1820gr
sd4	24 saat	0,1642gr
sd5	48 saat	8,9037gr

4.2.1.1. İki saat öğütme işlemi sonuçları

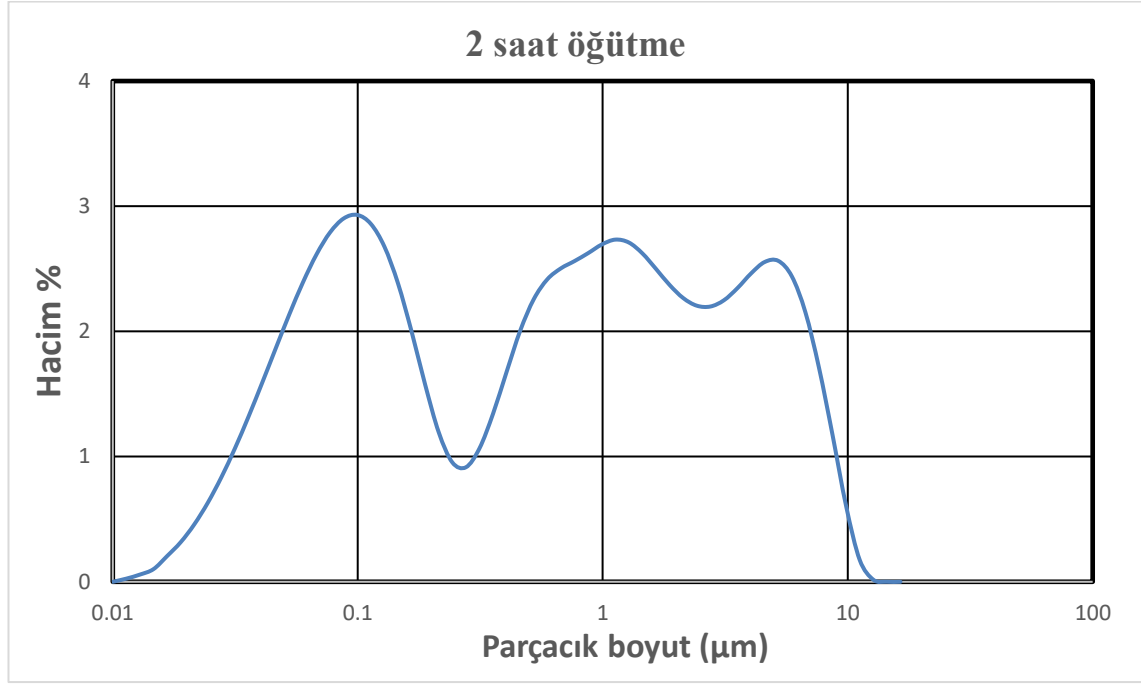
Yanma sentezi ile üretilen Al₂O₃ ve TiB₂ partiküllerine, alümina ortamda 2 saat öğütülme işlemi uygulanmıştır. Bu öğütme sonucunda elde edilen ürünlerin XRD analiz sonuçları Şekil 4.16'da verilmiştir. Başlangıç karışımına %60 NaCl eklenerek elde edilen öğütülmemiş ürünler, alümina ortamda 2 saat öğütülmesi ile elde edilen ürünlerle kıyaslandığında, 2 saat öğütülmüş ürünlerin piklerinde bir miktar genişleme görülmektedir.



Şekil 4.16. Alümina ortamda 2 saat öğütülen Al₂O₃- TiB₂ ürünlerinin XRD deseni (1: Al₂O₃, 2: TiB₂)

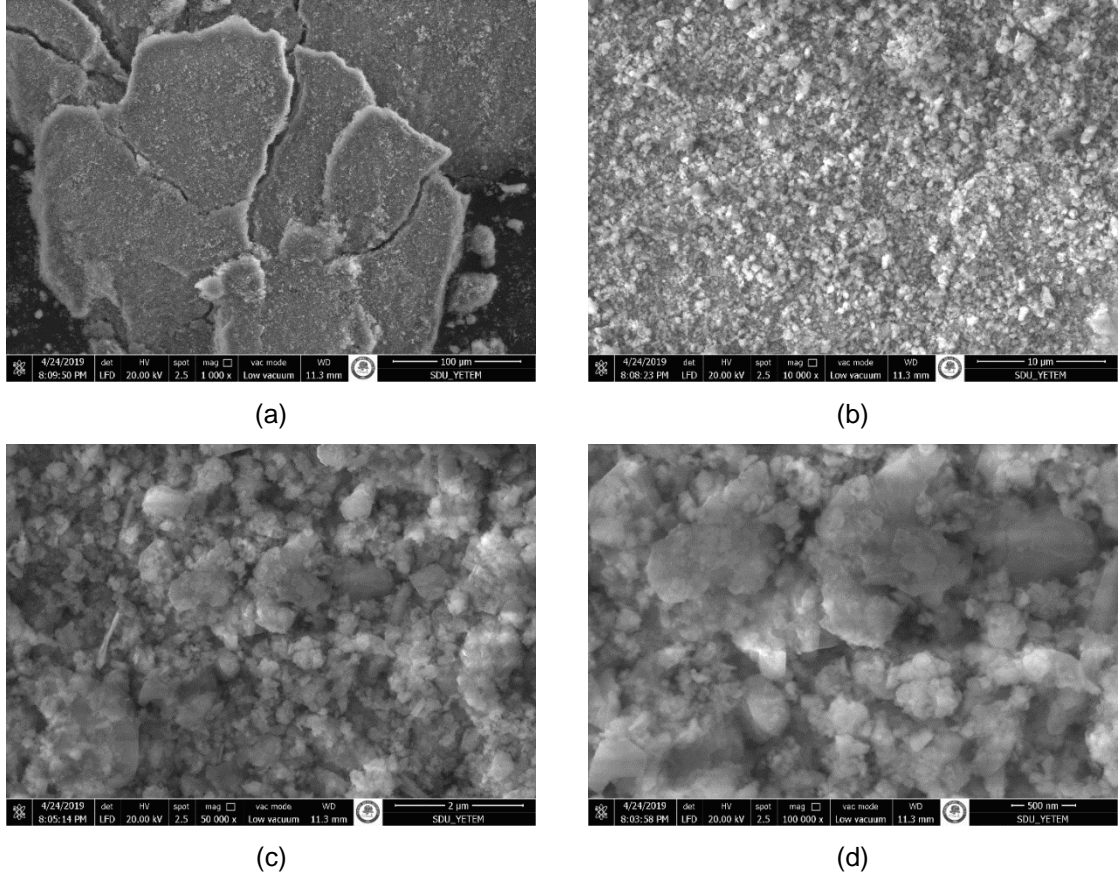
Başlangıç karışımına %60 NaCl eklenerek elde edilen ve alümina kavanoz ve alümina bilya ile 2 saat öğütülen ürünlerin parçacık boyut ölçüm grafiği Şekil 4.17'de verilmiştir. Bu ürünlerin, ortalama parçacık boyut değerleri; D10 hacimce 57 nanometre, D50 hacimce 691 nanometre ve D90 hacimce 5,43 mikron olmuştur. 2 saat öğütülmüş partiküllerde ortalama parçacık boyutu mikron altı boyutlara küçülmüştür.

D10 değerinden anlaşılacağı gibi öğütme sonucunda nanoboyutlu partüküllerin varlığı anlaşılmıştır.



Şekil 4.17. Al₂O₃-TiB₂ toz karışımının alümina öğütme ortamında 2 saat öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı

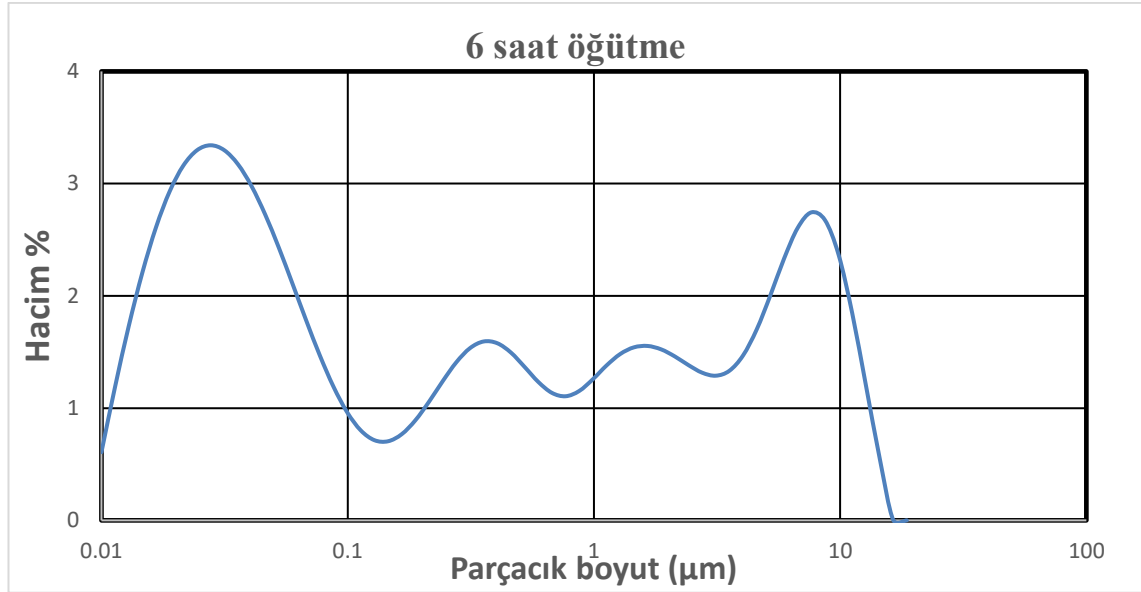
Çeşitli sürelerde öğütülmüş yanma sentezi ürünleri, SEM incelemelerine tabi tutulmuştur. Şekil 4.18'de 2 saat alümina kavanozda öğütülmüş numunelerin, 1000X, 10000X, 50000X ve 100000X büyütmedeki SEM mikrografları verilmiştir. Şekil 4.18a'da sert topraklarda çatlaklar oluşmaya başladığı görülmüştür. Öğütme süresinin artmasıyla partüküllerin bu çatlakların ilerlemesiyle daha küçük partüküllere dönüşebileceği yorumlanmıştır. Bu pul şeklindeki toprakların 200-300 mikron boyutunda olduğu görülmüştür. Şekil 13 d'de görülen Al₂O₃ sürekli fazı içinde bulunan TiB₂ partüküllerinde 2 saat öğütmeyle anlamlı bir küçülme olmadığı görülmüştür.



Şekil 4.18. Alümina kavanozda 2 saat öğütülmüş $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiB}_2$ tozlarının SEM mikrografları; **a)** 1000X büyütme; **b)** 10000X büyütme; **c)** 50000X büyütme; **d)** 100000X büyütme

4.2.1.2. Altı saat öğütme işlemi sonuçları

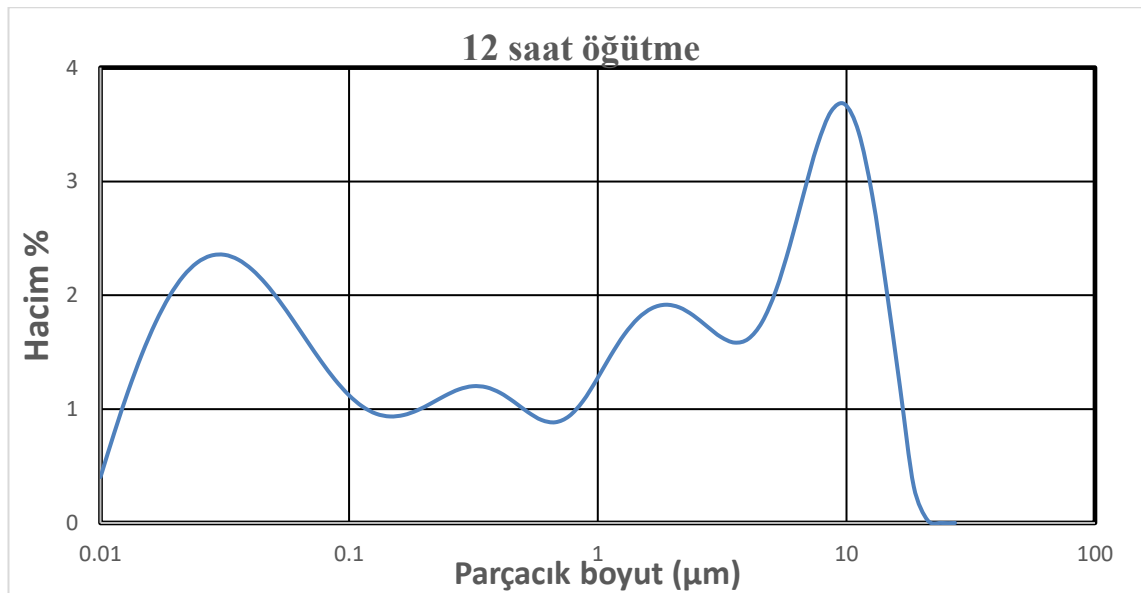
Başlangıç karışımına %60 NaCl eklenerek elde edilen ve alümina kavanoz ve alümina bilya ile 6 saat öğütülen ürünlerin parçacık boyut ölçüm grafiği Şekil 4.19’da verilmiştir. Bu ürünlerin, ortalama parçacık boyut değerleri; D10 hacimce 20 nanometre, D50 hacimce 293 nanometre ve D90 hacimce 8,15 mikron olmuştur. 2 saat öğütmeye kıyasla, D10 ve D50 değerlerinde küçülme görülmüştür. Ancak D90 değerindeki boyut artımı öğütme ortamından partükül karıştığını destekler nitelikte bir bulgudur.



Şekil 4.19. Al₂O₃-TiB₂ toz karışımının alümina öğütme ortamında 6 saat öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı

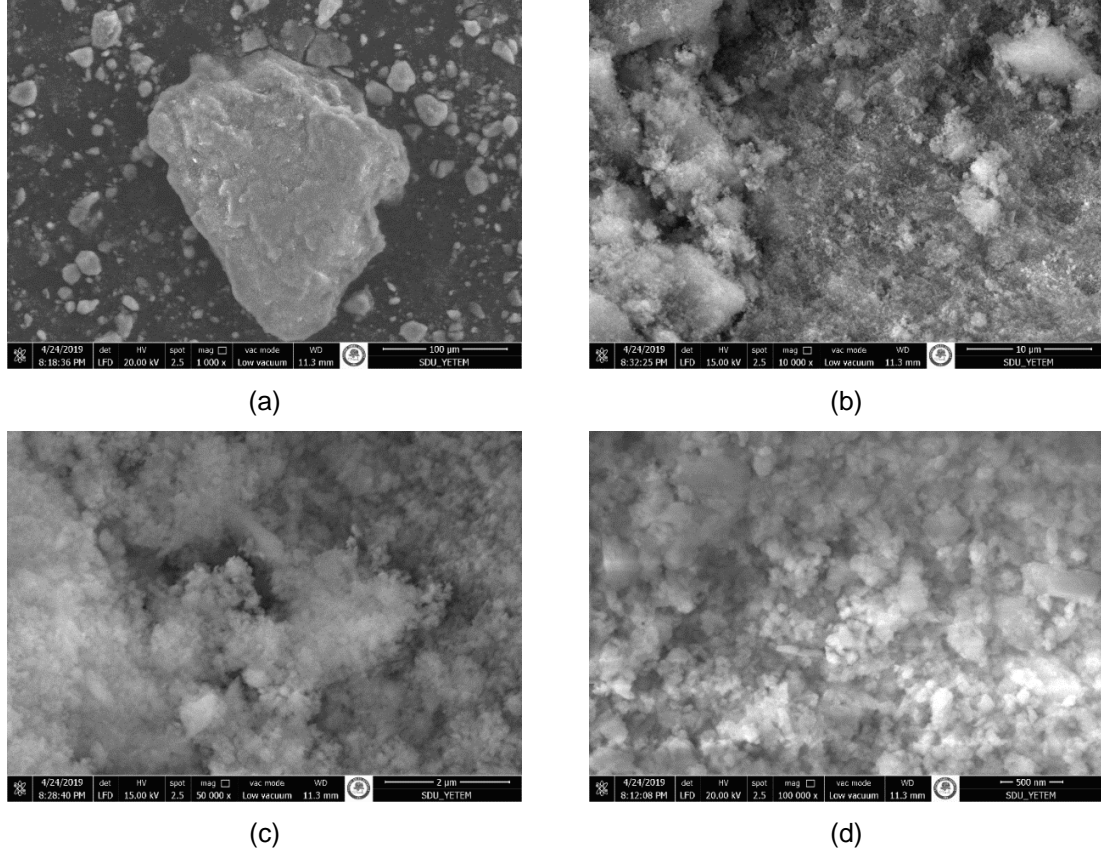
4.2.1.3. On iki saat öğütme işlemi sonuçları

Başlangıç karışımına %60 NaCl eklenerek elde edilen ve alümina kavanoz ve alümina bilya ile 12 saat öğütülen ürünlerin parçacık boyut ölçüm grafiği Şekil 4.20'de verilmiştir. Bu ürünlerin, ortalama parçacık boyut değerleri; D10 hacimce 25 nanometre, D50 hacimce 981 nanometre ve D90 hacimce 11,2 mikron olmuştur. 6 saat öğütmeye kıyasla, D10 ve D50 ve D90 değerlerinde büyüme görülmüştür. 6 saat öğütmede anlaşılan öğütme ortamındaki aşınmadan kaynaklanan parçacık boyutundaki büyüme 12 saat öğütme işleminde iyice belirginleşmiştir.



Şekil 4.20. Al₂O₃-TiB₂ toz karışımının alümina öğütme ortamında 12 saat öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı

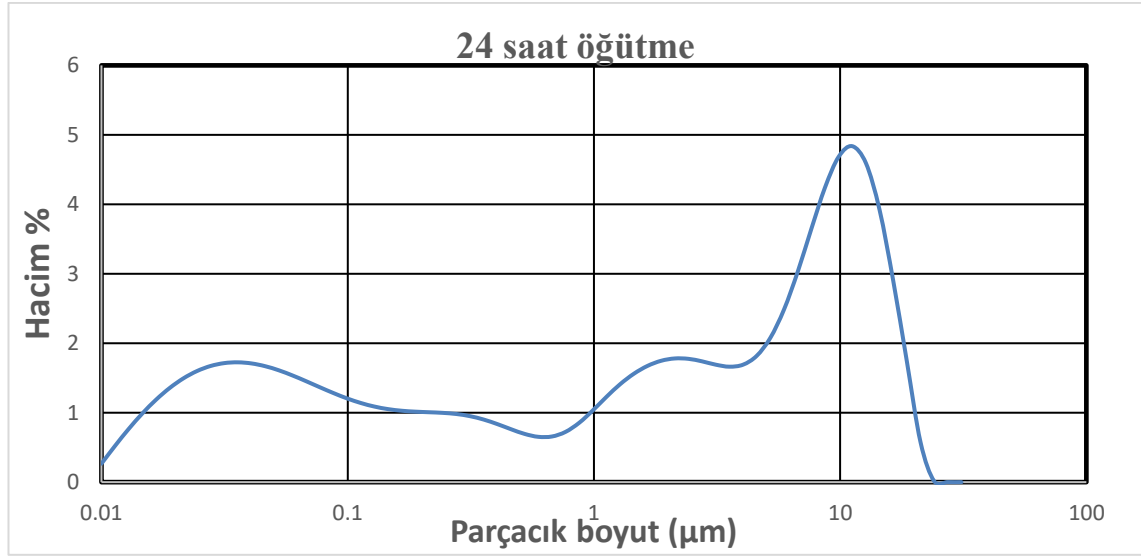
12 saat alümina kavanozda öğütölmüş numunlerin, 1000X, 10000X, 50000X ve 100000X büyütmedeki SEM mikrografları Şekil 4.21’de verilmiştir. 2 saat öğütölen ürünlerin SEM mikrograflarında çatlakların 12 saat öğütmede olmadığı görölmüştür. 12 saat öğütölmüş tozların tane boyutlarına bakılınca iri topakların çatlaklardan bölünerek küçöldüğü görölmüştür (Şekil 14 a).



Şekil 4.21. Alümina kavanozda 12 saat öğütölmüş $Al_2O_3 - TiB_2$ tozlarının SEM mikrografları; **a)** 1000X büyütme; **b)** 10000X büyütme; **c)** 50000X büyütme; **d)** 100000X büyütme

4.2.1.4. Yirmidört saat öğütme işlemleri sonuçları

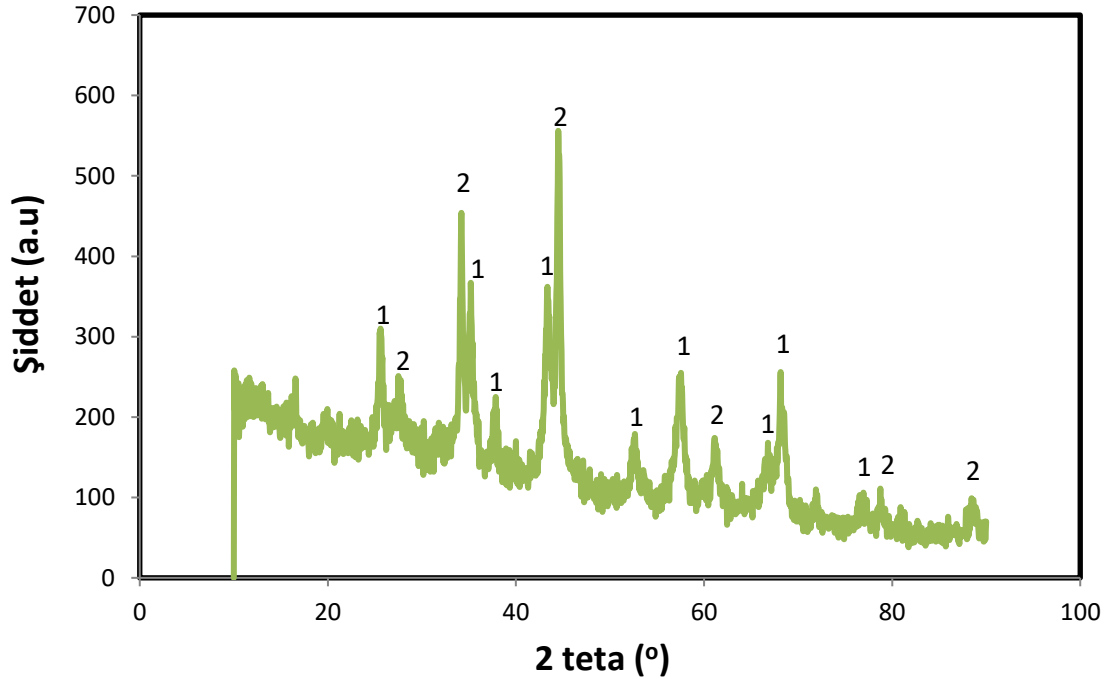
Başlangıç karışımına %60 NaCl eklenerek hacim yanma sentezi ile elde edilen ve alümina kavanoz ve alümina bıya ile 24 saat öğütölen ürünlerin parçacık boyut ölçüm grafiğı Şekil 4.22’de verilmiştir. Bu ürünlerin, ortalama parçacık boyut değerleri; D10 hacimce 32 nanometre, D50 hacimce 2,27 mikron ve D90 hacimce 14,1 mikron olmuştur. 12 saat öğütmeye kıyasla, 24 saat öğütmede D10, D50 ve D90 değerlerinde artma görölmüştür. Öğütme ortamının sertliğinin yetersiz olduğı ve ortamdan aşınan partiköllerin, yanma senteziyle üretilmiş $Al_2O_3-TiB_2$ tozlarına karıştığı anlaşılmıştır.



Şekil 4.22. Al₂O₃-TiB₂ toz karışımının alumina öğütme ortamında 24 saat öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı

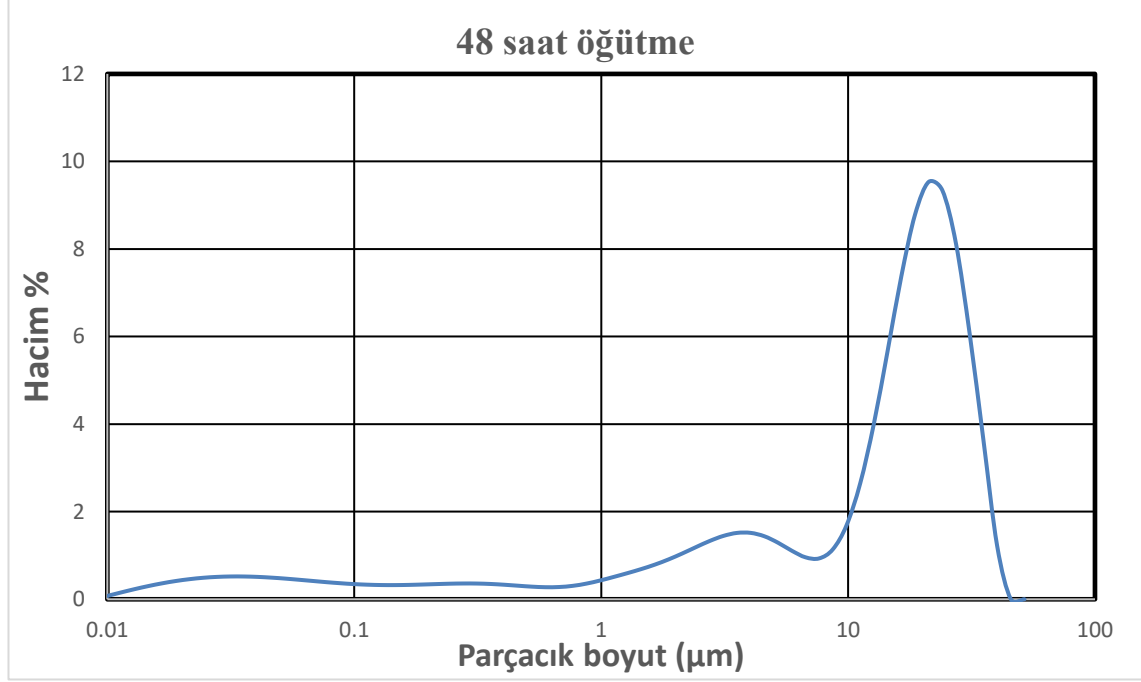
4.2.1.5. Kırksekiz saat öğütme işlemi sonuçları

Yanma sentezi ile üretilen Al₂O₃ ve TiB₂ partiküllerinin, alumina ortamda 48 saat öğütülmesiyle elde edilen ürünlerin XRD analizi grafiği Şekil 4.23'te verilmiştir. Öğütme işlemi Al₂O₃ kavanoz ve bilya ile yapıldığı için öğütme ortamından katılan partiküller XRD deseninde görülmemiştir. 48 saat öğütme işlemi sonucunda elde XRD desenlerinde, alüminaya ait piklerde belirgin bir genişleme görülmüştür.



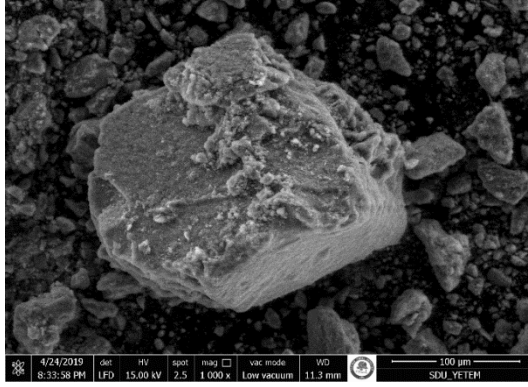
Şekil 4.23. Al₂O₃-TiB₂ toz karışımının alumina öğütme ortamında 48 saat öğütülmesi ile oluşan ürünlerin XRD deseni (1: Al₂O₃, 2: TiB₂)

Başlangıç karışımına %60 NaCl eklenerek elde edilen ve alümina kavanoz ve alümina bilya ile 48 saat öğütülen ürünlerin parçacık boyut ölçüm grafiği Şekil 4.24'te verilmiştir. Bu ürünlerin, ortalama parçacık boyut değerleri; D10 hacimce 292 nanometre, D50 hacimce 17,7 mikron ve D90 hacimce 31,7 mikron olmuştur. 24 saat öğütmeye kıyasla, D10, D50 ve D90 değerlerinde artma görülmüştür.

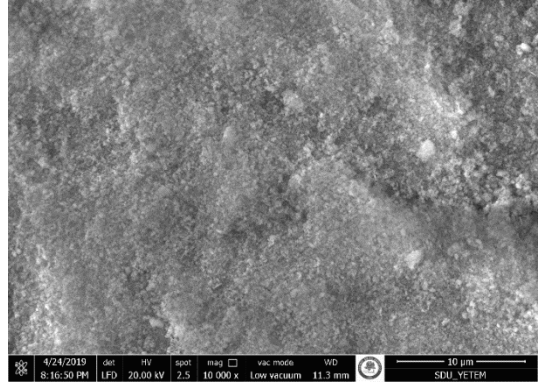


Şekil 4.24. Al₂O₃-TiB₂ toz karışımının alumina öğütme ortamında 48 saat öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı

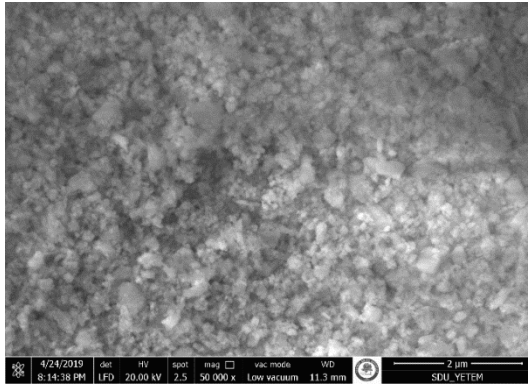
Şekil 4.25'te alümina kavanozda 48 saat öğütmeye tabi tutulmuş tozların 1000X, 10000X, 50000X ve 100000X büyütmedeki SEM mikrografları verilmiştir. Şekil 4.25a'da verilen 1000x büyütmedeki mikrograf incelendiğinde 150 mikron boyutlarında iri topak görülmektedir. Bu bulgu öğütülmemiş tozlardan elde edilen bulgularla benzerdir.



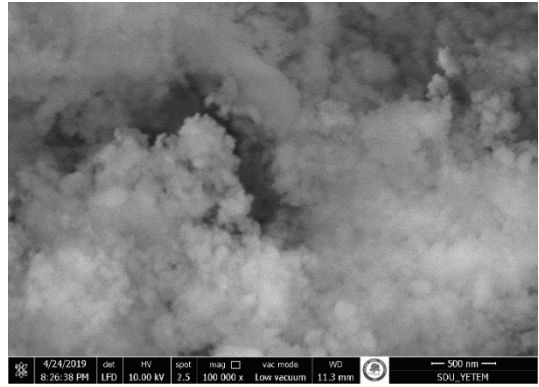
(a)



(b)



(c)



(d)

Şekil 4.25. Alümina kavanozda 48 saat öğütülmüş $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiB}_2$ tozlarının SEM mikrografıları; **a)** 1000X büyütme; **b)** 10000X büyütme; **c)** 50000X büyütme; **d)** 100000X büyütme

4.2.2. Tungsten karbür kavanoz ve bilya ile yapılan öğütme işlemleri

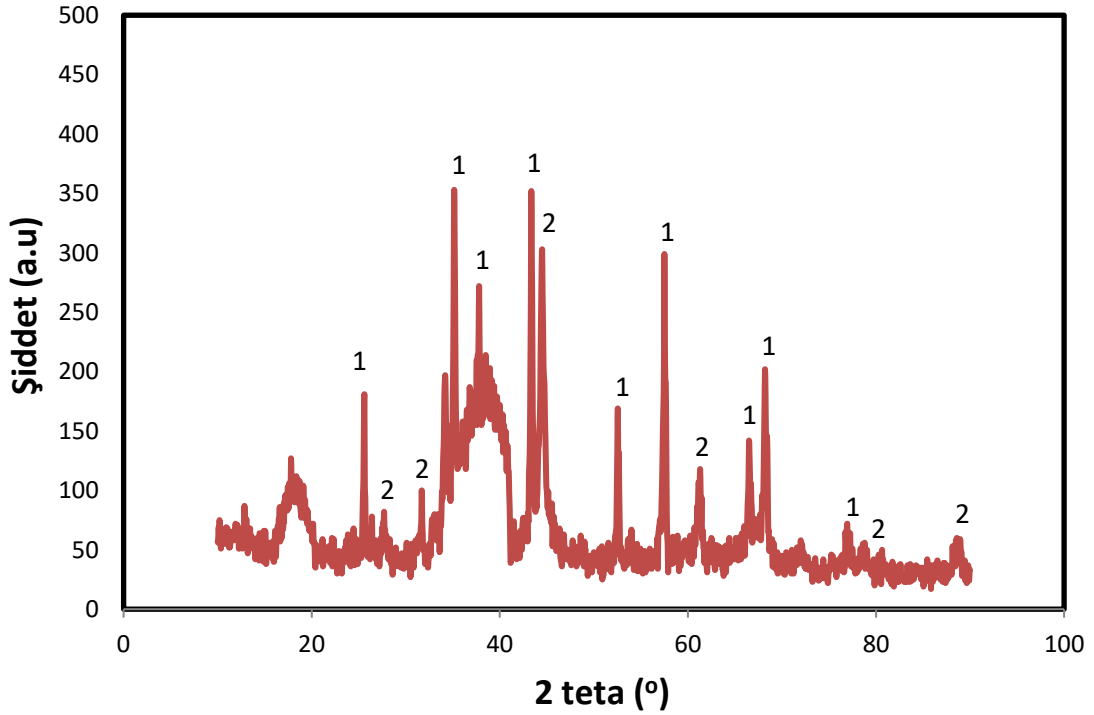
Bu kısımdaki öğütme işlemleri için Retsch PM100 yüksek enerjili bilyalı değirmen cihazının orijinal alümina kavanozu değiştirilmiştir. Alümina kavanozun ve bilyaların öğütme işlemlerinde, istenmeyen aşınması ve öğütülen partiküllere karışması sebebiyle öğütme işlemleri Tungsten Karbür (WC) kavanoz kullanılmıştır. Bu ortamın seçilmesinin nedeni, $\text{TiB}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ toz karışımına, öğütme ortamından karışacak partiküllerinin önüne geçilmesidir. Tungsten karbür kavanoz ve bilyaların yüksek sertlik aşınma direncine sahip olması sebebiyle daha az aşınacağı düşünülmüştür. Bu öğütme işleminde işlem teçhizatına uygun olarak öğütme süreleri belirlenmiştir. Ürün kodları, öğütme süreleri ve öğütme miktarları Çizelge 4.5'te verilmiştir. Başlangıçta öğütme ortamına toplam ağırlığı 9,7 gr olan toz atılmıştır. Çizelge 4.5'te verilen öğütme ürünlerinin toplamı 10,03 gr çıkmıştır. Bu durumda, toz miktarında 0,33 gr artış olduğu söylenebilir. Öğütme sırasında kayıpların olabileceği düşünülürse, öğütme ortamından toz karışımına en 0,33 gr parçacık karıştığı saptanmıştır.

Çizelge 4.5. WC kavanoz ve bilya ile öğütülen ürünlerin parametreleri

Ürün kodu	Süre	Miktar
S11	90 dak.	0,1370gr
S12	210 dak.	0,2400gr
S12	450 dak.	9,6540gr

4.2.2.1. Doksan dakika öğütme işlemi sonuçları

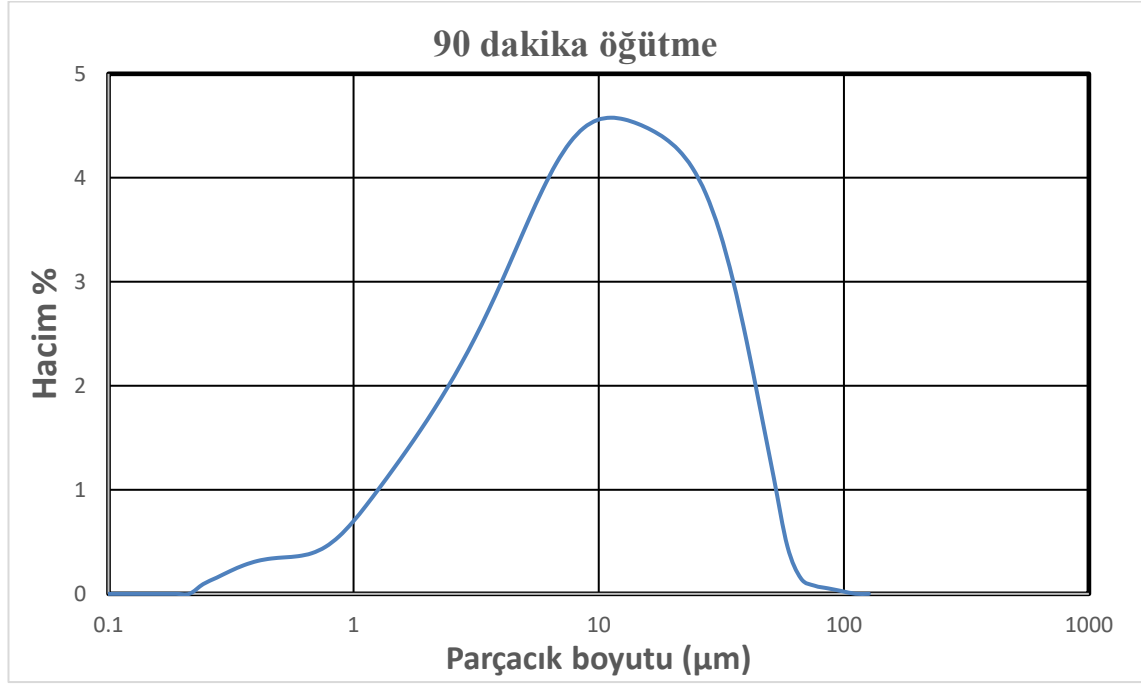
Yanma sentezi ile üretilen Al_2O_3 ve TiB_2 partiküllerine, alümina ortamda 90 saat öğütülme işlemi uygulanmıştır. Bu öğütme sonucunda elde edilen ürünlerin XRD analiz sonuçları Şekil 4.26'da verilmiştir. Başlangıç karışımına %60 NaCl eklenerek hacim yanma sentezi ile elde edilen öğütülmemiş ürünler, WC kavanozda 90 dakika öğütülmesi ile elde edilen ürünlerle kıyaslandığında, 90 dakika öğütülmüş ürünlerin piklerinde 1 numara ile gösterilen alümina deseninde bir miktar genişleme görülmektedir.



Şekil 4.26. Al_2O_3 - TiB_2 toz karışımının tungsten öğütme ortamında 90 dakika öğütülmesi ile oluşan ürünlerin XRD deseni (1: Al_2O_3 , 2: TiB_2)

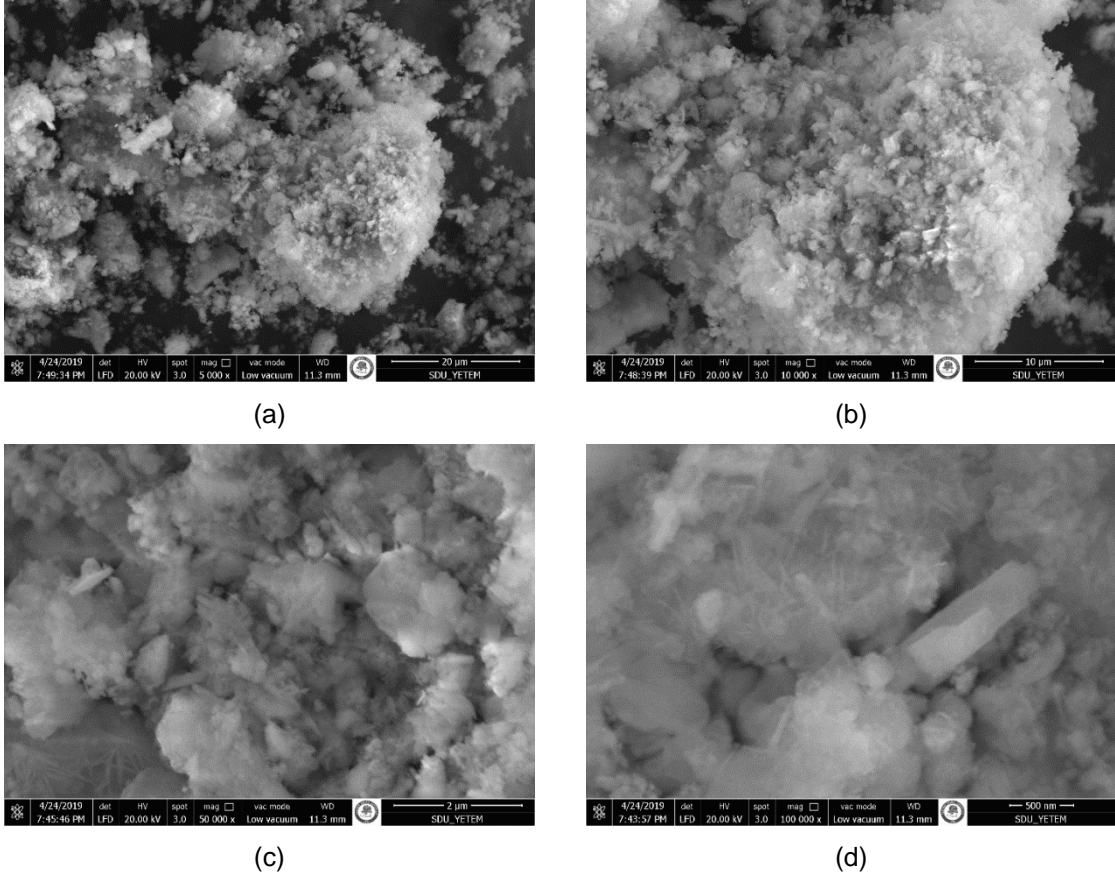
Başlangıç karışımına %60 NaCl eklenerek elde edilen ve tungsten karbür kavanoz ve tungsten karbür bilya ile 90 dakika öğütülen ürünlerin parçacık boyut ölçüm grafiği Şekil 4.27'de verilmiştir. Bu ürünlerin, ortalama parçacık boyut değerleri; D10 hacimce 2,1 mikron, D50 hacimce 10,4 mikron ve D90 hacimce 34,2 mikron olmuştur. 90

90 dakika öğütülmüş partiküllerde, öğütülmemiş partiküllere kıyasla bir miktar küçülme meydana gelmiştir.



Şekil 4.27. Al₂O₃-TiB₂ toz karışımının tungsten karbür öğütme ortamında 90 dakika öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı

Çeşitli sürelerde tungsten karbür ortamda öğütülmüş yanma sentezi ürünleri, SEM incelemesine tabi tutulmuştur. Şekil 4.28'de 90 dakika tungsten kavanozda öğütülmüş numunlerin, 5000X, 10000X, 50000X ve 100000X büyütmedeki SEM mikrografları verilmiştir. Öğütülmemiş ürünlere kıyasla iri toprakların boyutlarında küçülme görülmüştür. Şekil 4.28a'da iri toprak boyutunun 20-30 mikron boyutunda olduğu görülmektedir. Bu iri toprak etrafında yaklaşık 5 mikron boyutunda çok sayıda partikül görülmektedir.



Şekil 4.28. WC kavanoz ve bilya ile 90 dakika öğütmeye tabi tutulmuş $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiB}_2$ tozlarının SEM mikrografları; **a)** 5000X büyütme; **b)** 10000X büyütme; **c)** 50000X büyütme; **d)** 100000X büyütme

4.2.2.2. İkiyüzon dakika öğütme işlemi sonuçları

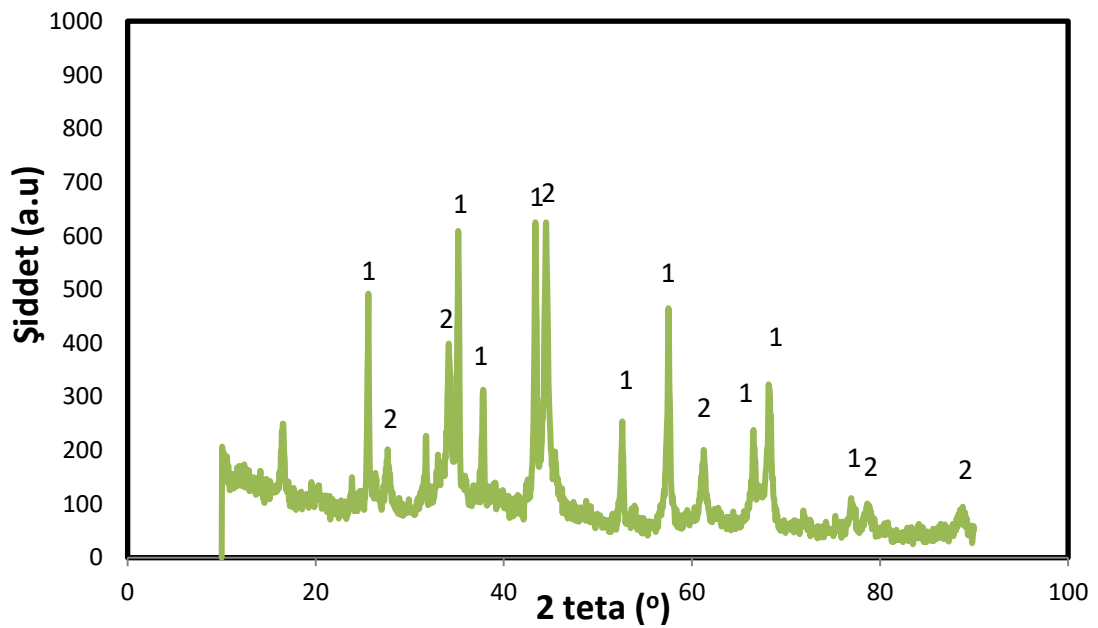
Başlangıç karışımına %60 NaCl eklenerek elde edilen ve tungsten karbür kavanoz ve tungsten karbür bilya ile 210 dakika öğütülen ürünlerin parçacık boyut ölçüm grafiği Şekil 4.29’da verilmiştir. Bu ürünlerin, ortalama parçacık boyut değerleri; D10 hacimce 1,2 mikron, D50 hacimce 6,6 mikron ve D90 hacimce 31 mikron olmuştur. 210 dakika öğütülmüş partiküllerde, 90 dakika öğütülmüş partiküllere kıyasla daha küçük partiküllerin olduğu görülmüştür.



Şekil 4.29. Al₂O₃-TiB₂ toz karışımının tungsten karbür öğütme ortamında 210 dakika öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı

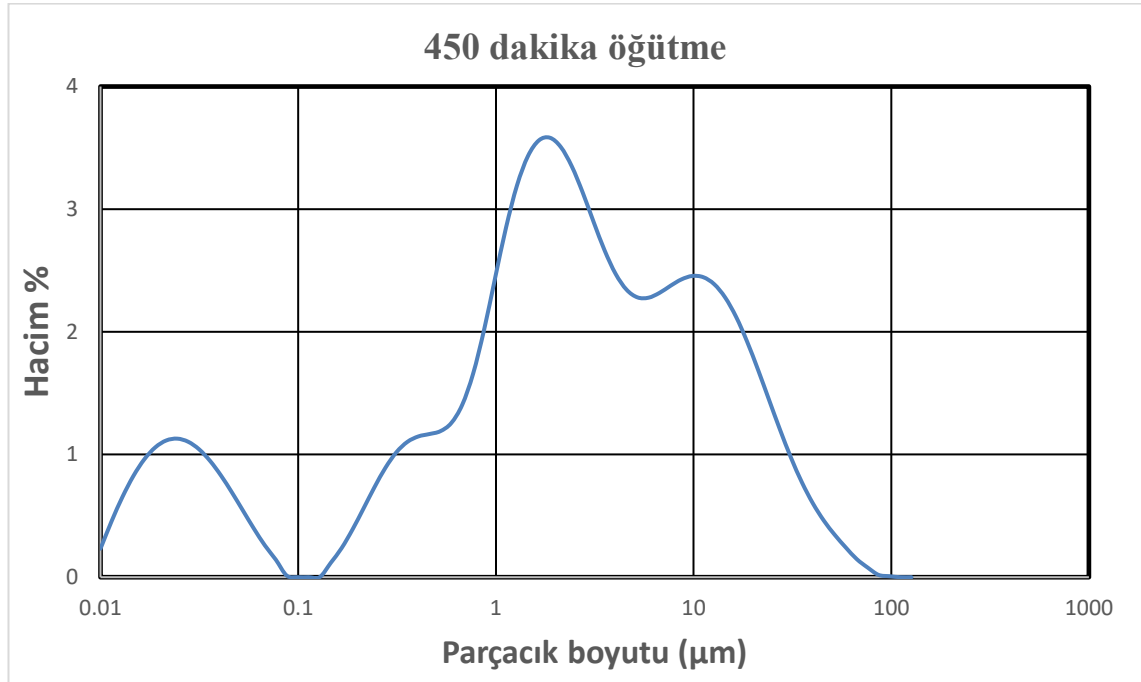
4.2.2.3. Dört yüz elli dakika öğütme işlemi sonuçları

Yanma sentezi ile üretilen Al₂O₃ ve TiB₂ partiküllerinin, tungsten karbür ortamında 450 dakika öğütülmesiyle elde edilen ürünlerin XRD analizi grafiği Şekil 4.30'da verilmiştir. XRD deseninde 1 numara ile alümina pikleri görülürken, 2 numaralı pikler titanyum diborür pikleri görülmektedir. Tungsten karbür ortamda 90 dakika öğütülmüş ürünlerin XRD deseniyle 450 dakika öğütülmüş ürünlerin deseni benzer görülmüştür.



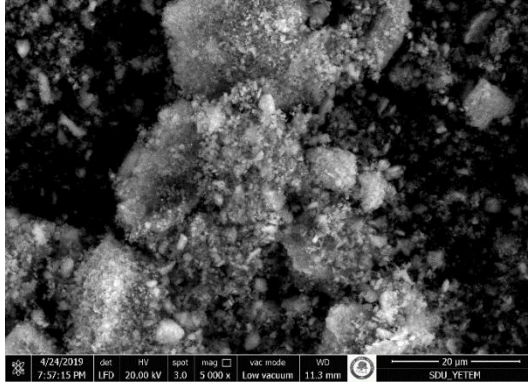
Şekil 4.30. Al₂O₃-TiB₂ toz karışımının tungsten karbür öğütme ortamında 450 dakika öğütülmesi ile oluşan ürünlerin XRD deseni (1: Al₂O₃, 2: TiB₂)

Başlangıç karışımına %60 NaCl eklenerek elde edilen ve tungsten karbür kavanoz ve tungsten karbür bilya ile 450 dakika öğütülen ürünlerin parçacık boyut ölçüm grafiği Şekil 4.31’de verilmiştir. Bu ürünlerin, ortalama parçacık boyut değerleri; D10 hacimce 44 nanometre, D50 hacimce 2,4 mikron ve D90 hacimce 18.6 mikron olmuştur. 450 dakika öğütülmüş partiküllerin içerisinde nano boyutta partiküllerin varlığı anlaşılmaktadır. 210 dakika öğütülmüş ürünlere kıyasla 450 dakika öğütmede daha küçük boyutlu partiküller meydana gelmiştir

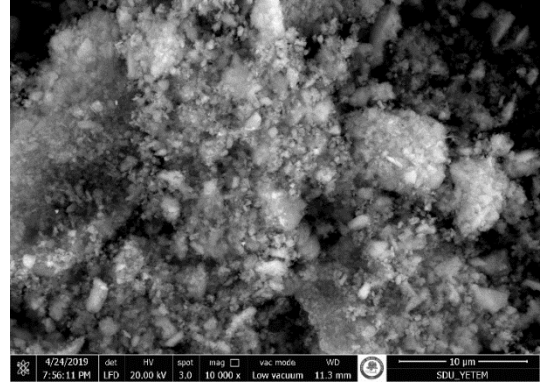


Şekil 4.31. Al₂O₃-TiB₂ toz karışımının tungsten karbür öğütme ortamında 450 dakika öğütülmesi ile oluşan ürünlerin parçacık boyut dağılımı

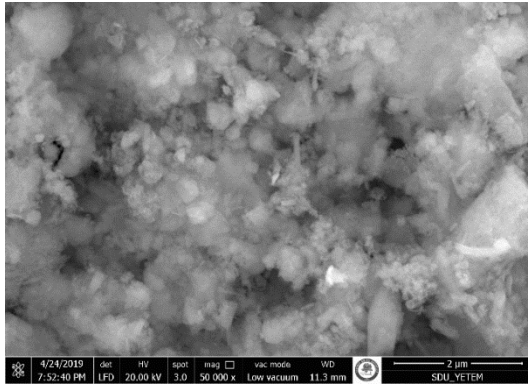
450 dakika tungsten kavanozda öğütülmüş numunlerin, 5000X, 10000X, 50000X ve 100000X büyütmedeki SEM mikrografları verilmiştir. 5000X büyütmedeki Şekil 4.32a’daki migrografta, 20 mikrondan küçük partüküller görülmektedir. Şekil 32d’de açık renkli nano boyutlu TiB₂ partikülleri görülmektedir.



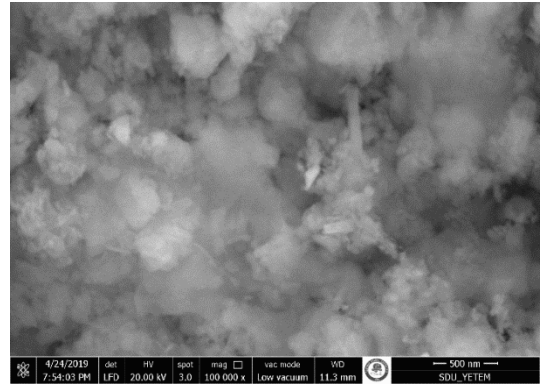
(a)



(b)



(c)



(d)

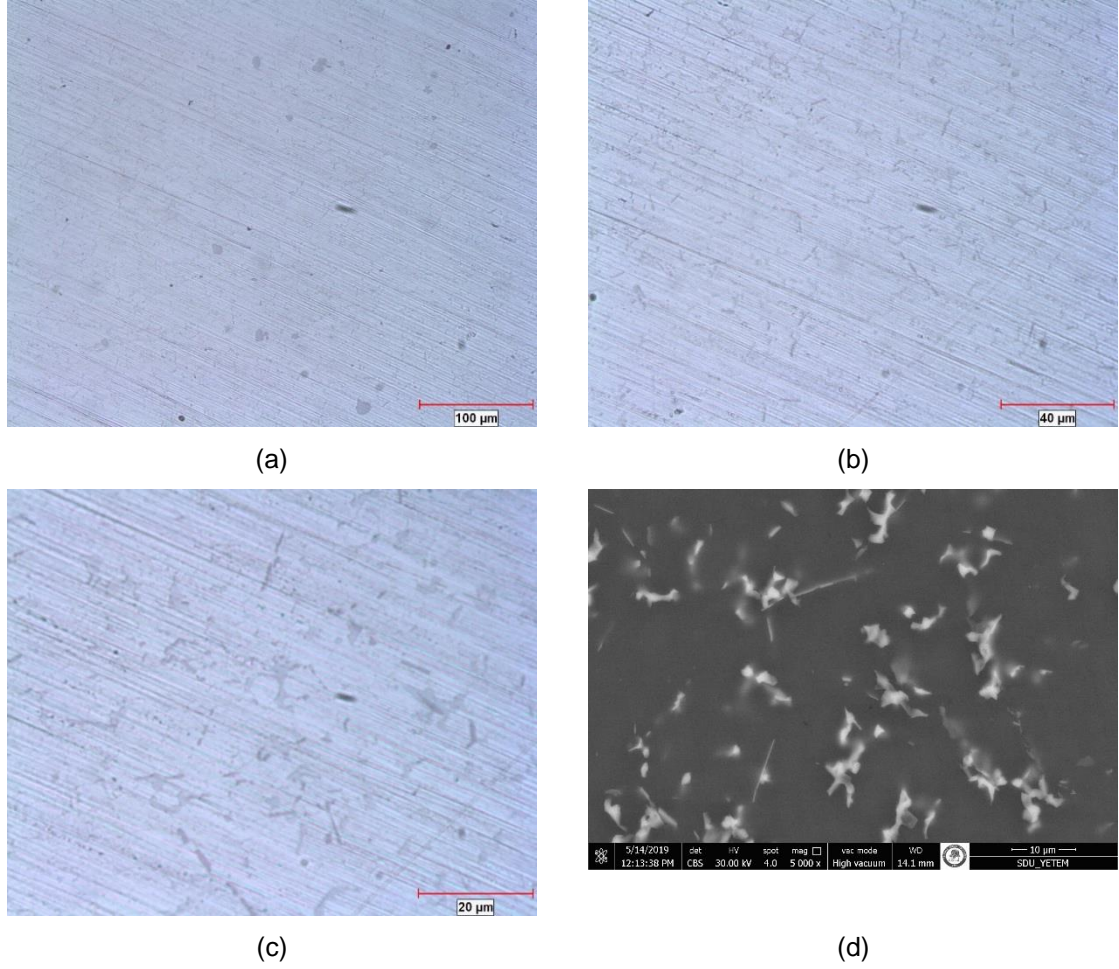
Şekil 4.32. WC kavanoz ve bilya ile 450 dakika öğütmeye tabi tutulmuş $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiB}_2$ tozlarının SEM mikroyrafları; **a)** 5000X büyütme; **b)** 10000X büyütme; **c)** 50000X büyütme; **d)** 100000X büyütme

4.3. Alüminyum Matrisli Kompozitler

Üretilmiş olan Al_2O_3 , TiB_2 toz karışımlarının takviye olarak kullanılarak kullanıldığı 6 farklı alüminyum matrisli kompozit Sıcak presleme yöntemiyle üretilmiş ve karakterizasyon işlemleri yapılmıştır. Sıcak presleme sıcaklığı 550°C ve basınç 50 MPa olarak belirlenerek bütün numunelere aynı sıcaklıkta pres uygulanmıştır. Karakterizasyon işlemlerinin anlamlı olması için aynı parametrelerde üretilmiş olan 3'er numune incelenmiştir.

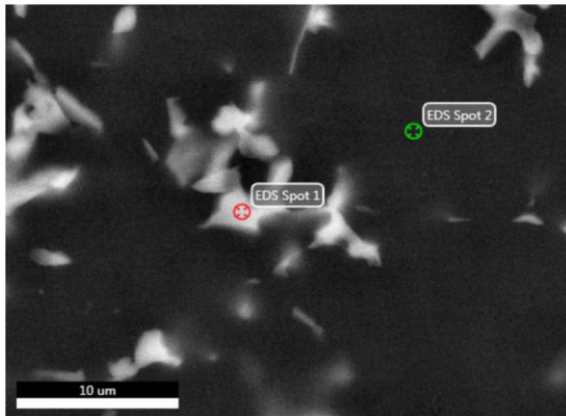
4.3.1. Katkısız numuneler

Kompozit üretiminde matris fazı olarak seçilen Al_4Cu alaşımı, katkıların etkisine referans olması amacıyla katkısız olarak sinterlenerek karakterizasyon işlemlerine tabi tutulmuştur. Katkısız üretilen Al_4Cu numunesinin mikroyrafları Şekil 4.33'de verilmiştir. Şekil 4.33c'de koyu renk ve 4.33d'de açık renk olarak görülen bölgelerin EDS analizleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.33. Katkısız üretilen Al₄Cu numunenin mikrografları; **a)** 200X büyütme; **b)** 500X büyütme; **c)** 1000X büyütme; **d)** SEM-GSE görüntüsü (5000x)

Şekil 4.31’de, yapılan EDS analizlerinin noktaları görülmektedir. Bu noktaların elemental analiz sonuçları Çizelge 4.6’da sunulmaktadır. Beyaz bölgede yapılmış olan 1 numaralı analizde molce % 90 Al ve % 10 Cu belirlenmiştir. Bu analizden, beyaz bölgelerin alüminyum ve bakırın oluşturduğu metallerearası bileşik (Al₂Cu) olduğu anlaşılmıştır. 2 numaralı bölgenin analizinde ise tamamen alüminyum bulunmuştur.



Şekil 4.34. Katkısız üretilen Al₄Cu numunenin SEM-GSE görüntüsü

Çizelge 4.6. Şekil 4.31 belirtilen noktaların EDS elemental analiz sonuçları

	Al (Ağ.%)	Al (mol%)	Cu (Ağ.%)	Cu (mol%)
Spot 1	80,92	90,90	19,08	9,10
Spot 2	100	0	100	0

Katkısız numunelerin sertlik ölçümler Çizelge 4.7’de verilmiştir. Elde edilen ölçüm değerlerinin tutarlılığını öğrenmek için tüm numunelerden 9 değer alınmıştır. Yapılan ölçümler neticesinde takviyesiz alaşımın ortalama sertliğinin $50,9 \pm 1,1$ HB10 olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.7. Katkısız numunelerin sertlik ölçümleri

Numune 1	s 1-1	s 1-2	s 1-3	Sonuç(HB10)
1	48,3	48,7	53,8	
2	47,1	50,1	55	
3	49,5	52,4	53,4	
Ortalama	48,3	50,4	54,1	50,9
Std. sapma	1,0	1,5	0,7	1,1

Katkısız numunenin 3 nokta eğme değerleri Çizelge 4.8’de sunulmuştur. 433 ± 37 MPa değerinde bulunan 3 nokta eğme değerleri, sertlik ölçümlerinde olduğu gibi partikül takviyeli numunelerle kıyaslamak amacıyla referans değer niteliğindedir.

Çizelge 4.8. Katkısız numunelerin üç nokta eğme değerleri

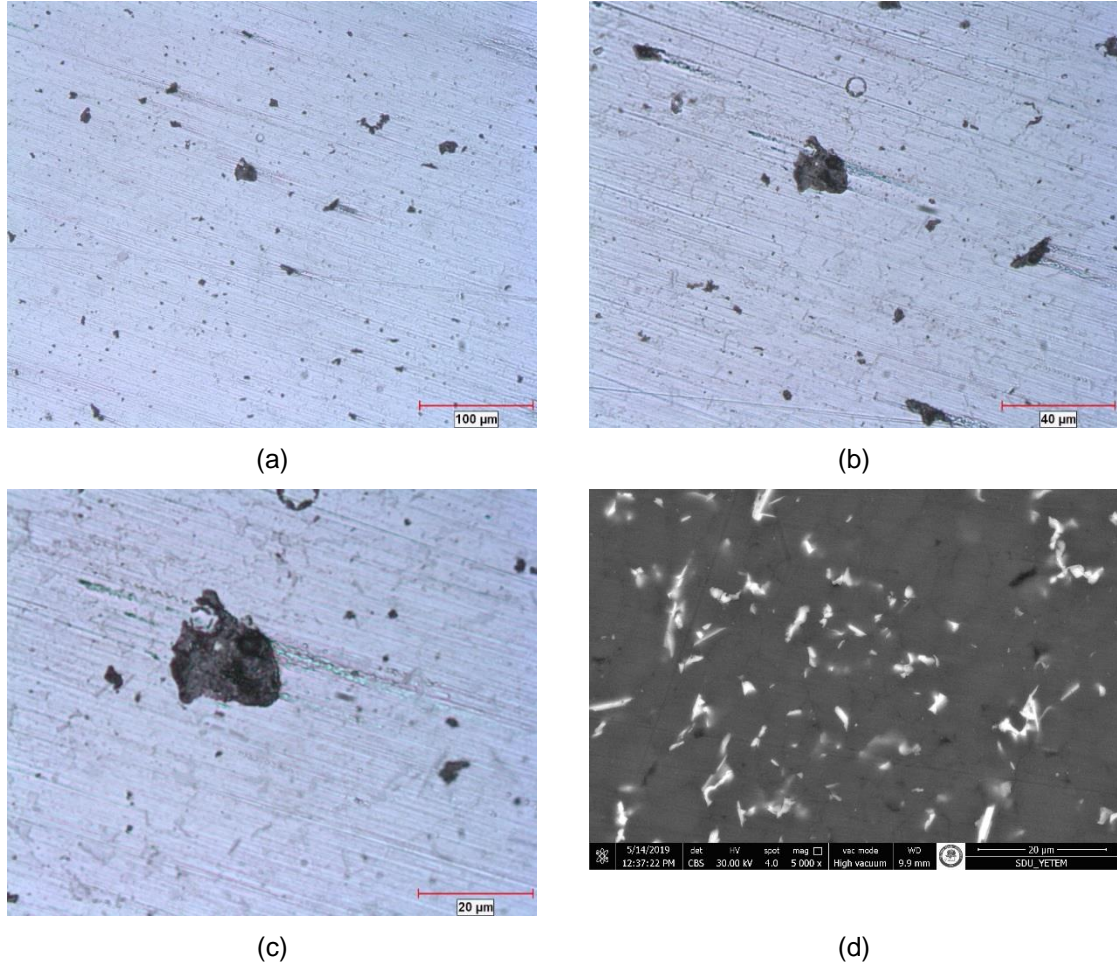
Numune 1	s 1-1	s 1-2	s 1-3	Sonuç(Mpa)
Ölçümler	381,9	470,3	447,8	
Ortalama				433,3
Std. sapma				37,5

Katkısız numune için yapılan teorik yoğunluk hesabında, teorik yoğunluk değeri 2,775 bulunmuştur. Katkısız numune için yapılan yoğunluk ölçümlerinde 2,57 değeri elde edilmiştir. Bu bilgilerden yola çıkarak % teorik yoğunluk değeri % 92,6 olarak bulunmuştur.

4.3.2. %1 öğütülmemiş takviye katkılı kompozitler

%1 öğütülmemiş partikül takviyeli kompozitin mikrografları Şekil 4.35’de verilmiştir. Üretilmiş olan kompozitlerin mikroyapıları incelendiğinde, Al₄Cu matris içinde genelde homojen dağılmış olan Al₂O₃-TiB₂ topaklarının bulunduğu görülmüştür. Bu topakların boyutları, parçacık boyut dağılımı analizinden anlaşıldığı üzere, geniş bir

boyut aralığına sahiptir. 20 mikron ve daha büyük boyutlarda topaklar, mikrograflarda siyah renkte görülmektedir. Takviye fazının öğütülmesi ile parçacık boyutunun küçültülmesi gerektiği düşünülmüştür. Bu mikrograflar öğütme işleminin gerekli olduğu şeklinde yorumlanmıştır. 4.35d’de ise SEM-GSE görüntüsü verilmektedir. Yapılan SEM incelemelerinde, Al_2O_3 , TiB_2 partikülleri ayırt edilememiştir. Bu görüntüdeki beyaz bölgeler, katkısız numunede olduğu gibi Al_2Cu bölgeleridir.



Şekil 4.35. %1 öğütülmemiş partikül takviyeli kompozitin mikrografları; **a)** 200X büyütme; **b)** 500x büyütme; **c)** 1000x büyütme; **d)** SEM-GSE görüntüsü (5000x)

Al_2O_3 - TiB_2 toz karışımı içeren kompozitin ortalama sertliği $57,5 \pm 2,0$ HB10 olmuştur. Ölçülen sertlik değerleri Çizelge 4.9’da sunulmuştur. Matris alaşımına kıyasla, kompozitin dayanımında ve sertliğinde artış meydana geldiği görülmüştür. Bunun nedeni, kompozit içindeki takviye fazının, matrisin plastik deformasyonunu zorlaştırması olarak değerlendirilmiştir.

Çizelge 4.9. %1 öğütülmemiş katkıli kompozit sertlik ölçümleri

Numune 2	s 2-1	s 2-2	s 2-3	Sonuç(HB10)
1	54	58	54,8	
2	56,4	61,1	60,3	
3	59	57,8	56,4	
Ortalama	56,5	59,0	57,2	57,5
Std. sapma	2,0	1,5	2,3	2,0

%1 öğütülmemiş Al_2O_3 - TiB_2 katkıli kompozitin, 3 nokta eğme testlerinin sonuçları Çizelge 4.10'da verilmiştir. Dayanım değeri 430 ± 40 MPa değerlerinde bulunmuştur. Al_2O_3 - TiB_2 katkıli kompozitin, katkısız numuneyle aynı sayılacak dayanım değerine sahip olduğu görülmüştür.

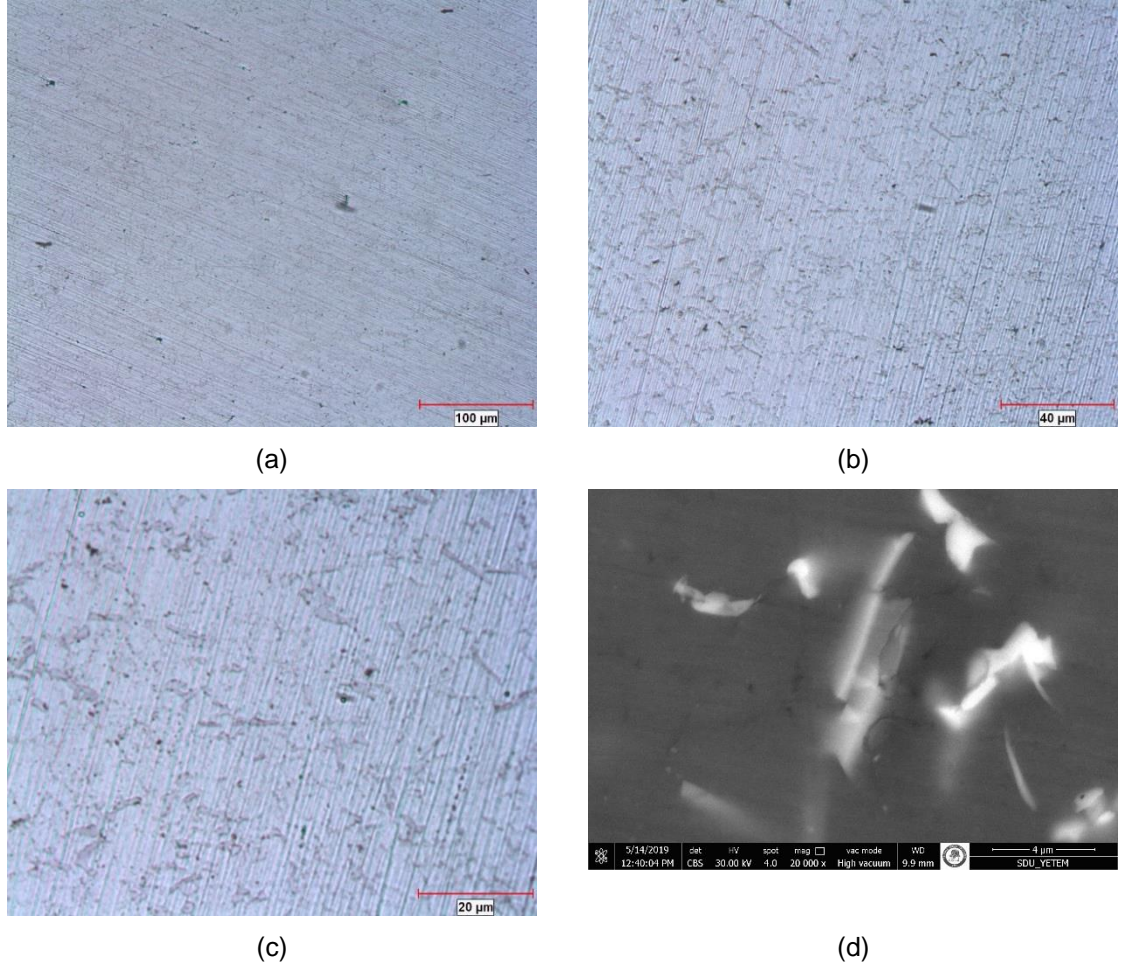
Çizelge 4.10. %1 öğütülmemiş katkıli kompozit 3 nokta eğme değerleri

Numune 2	s 2-1	s 2-2	s 2-3	Sonuç(MPa)
Ölçümler	374,2	447	472	
Ortalama				431,0
Std. sapma				41,5

%1 öğütülmemiş katkıli kompozit numune için yapılan teorik yoğunluk hesabında, teorik yoğunluk değeri 2,791 bulunmuştur. %1 takviye partiküllü numune için yapılan yoğunluk ölçümlerinde 2,59 değeri elde edilmiştir. Bu bilgilerden yola çıkarak % teorik yoğunluk değeri % 92,8 olarak bulunmuştur. Katkısız numuneye çok yakın % teorik yoğunluk değerine sahip olduğu görülmüştür.

4.3.3. %1 Al_2O_3 kavanozda öğütülmüş takviye katkıli kompozitler

Alümina kavanozda öğütülmüş %1 partikül takviyeli kompozitin mikrografları Şekil 4.36'da verilmiştir. Öğütülmemiş takviye partiküllerinin kullanıldığı kompozitlerde görülen büyük topakların giderildiği bu mikroyapı görüntülerinden anlaşılmaktadır. Yapıda, alüminyum tane sınırlarında 1-5 mikron boyutlarında siyah partiküller görülmektedir. Yapıdaki takviye fazının parçacık boyutunun, parçacık boyut dağılımı analizi sonuçlarına uyumlu olduğu görülmüştür.



Şekil 4.36. Alümina kavanozda öğütülmüş %1 partikül takviyeli kompozitin mikrografları; **a)** 200X büyütme; **b)** 500X büyütme; **c)** 1000X büyütme; **d)** SEM-GSE görüntüsü (5000x)

Öğütülmüş tozlar kullanılarak üretilmiş olan kompozitin sertlik değerleri, takviye fazı içermeyen numune ile aynı olmuştur. Çizelge 4.11’de verilen sertlik ölçümlerinden bu kompozitin sertlik değerinin 50.1 ± 1 HB10 olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.11. Alümina kavanozda öğütülmüş %1 partikül takviyeli kompozit sertlik ölçümleri

Numune 3	s 3-1	s 2-2	s 3-3	Sonuç(HB10)
1	50,3	49,3	47,3	
2	51,4	50,7	50,5	
3	53,2	50,3	48,1	
Ortalama	51,6	50,1	48,6	50,1
Std. sapma	1,2	0,6	1,4	1,0

%1 katkıli kompozitin, 3 nokta eğme test deęerleri Çizelge 4.12’de verilmiştir. Öğütölmüş tozlar kullanılarak üretilen kompozitin dayanımında bir miktar düşüş meydana gelmiştir.

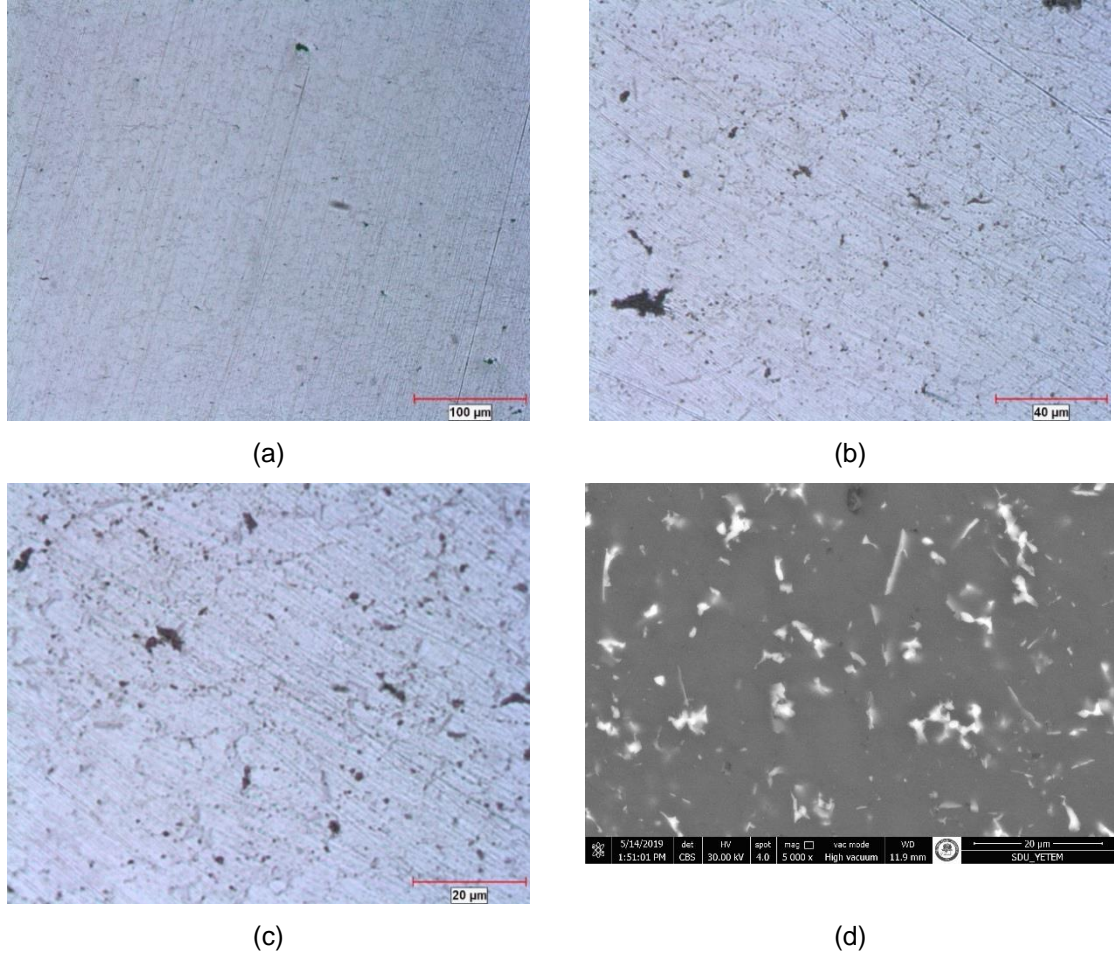
Çizelge 4.12. Alümina kavanozda öğütölmüş %1 partiköl takviyeli kompozit 3 nokta eğme deęerleri

Numune 3	s 3-1	s 3-2	s 3-3	Sonuç(MPa)
Ölçümler	217,7	176,6	293,9	
Ortalama				229,4
Std. sapma				48,6

Alümina kavanozda öğütölmüş %1 partiköl takviyeli kompozit için yapılan teorik yoğunluk hesabında, teorik yoğunluk deęeri 2,79 bulunmuştur. %1 takviyeli kompozit için yapılan yoğunluk ölçümlerinde 2,57 deęeri elde edilmiştir. Bu bilgilerden yola çıkarak % teorik yoğunluk deęeri % 92,2 olarak bulunmuştur.

4.3.4. %1 WC kavanozda öğütölmüş takviye katkıli kompozitler

WC kavanozda öğütölmüş %1 partiköl takviyeli kompozitin mikrografları Şekil 4.37’de verilmiştir. Mikrograf görüntüleri yorumlandığında alümina kavanoz ile öğütölmüş takviye partiküllerine benzer bir dağılım olduęu görölmüştür. Görüntülerde öğütölmeiş partiküllere nispeten daha düzgün bir bayut dağılımı görölse de büyük topakların varlığının mevcut olduęu görölmüştür. Bu iri topakların öğütme sırasında yeteri kadar küçölmemiş olan parçalar olabileceęi düşünölmektedir.



Şekil 4.37. WC kavanozda öğütülmüş %1 partikül takviyeli kompozitin mikrografları; **a)** 200X büyütme; **b)** 500x büyütme; **c)** 1000x büyütme; **d)** SEM-GSE görüntüsü (5000x)

Çizelge 4.13’de WC kavanozda öğütülmüş %1 partikül takviyeli üretilen kompozitin sertlik ölçümleri verilmiştir. Sertlik değerinin 57.7 ± 1.6 HB10 olduğu görülmüştür. Katkısız numuneye göre daha yüksek sertlik değerinin olduğu görülmektedir. Ancak alümina kavanozda öğütülen partiküllerin eklendiği kompozite çok yakın sertlik değerleri elde edilmiştir.

Çizelge 4.13. WC kavanozda öğütülmüş %1 partikül takviyeli kompozit sertlik ölçümleri

Numune 4	s 4-1	s 4-2	s 4-3	Sonuç(HB10)
1	57,4	57,2	55	
2	58,4	58,4	57,8	
3	54,6	59,9	60,3	
Ortalama	56,8	58,5	57,7	57,7
Std. sapma	1,6	1,1	2,2	1,6

WC kavanozda öğütölmüş %1 partiköl takviyeli kompozitin 3 nokta eğme değeri Çizelge 4.14'te verilmiştir. 3 nokta eğme değeri 462±60 MPa olduđu görölmüştür. Bu dayanım değeri katkısız alaşıma göre daha iyi olan bir dayanım değeridir. Katkısız alaşıma göre dayanım değerinin bir miktar yükseldiđi görölmüştür.

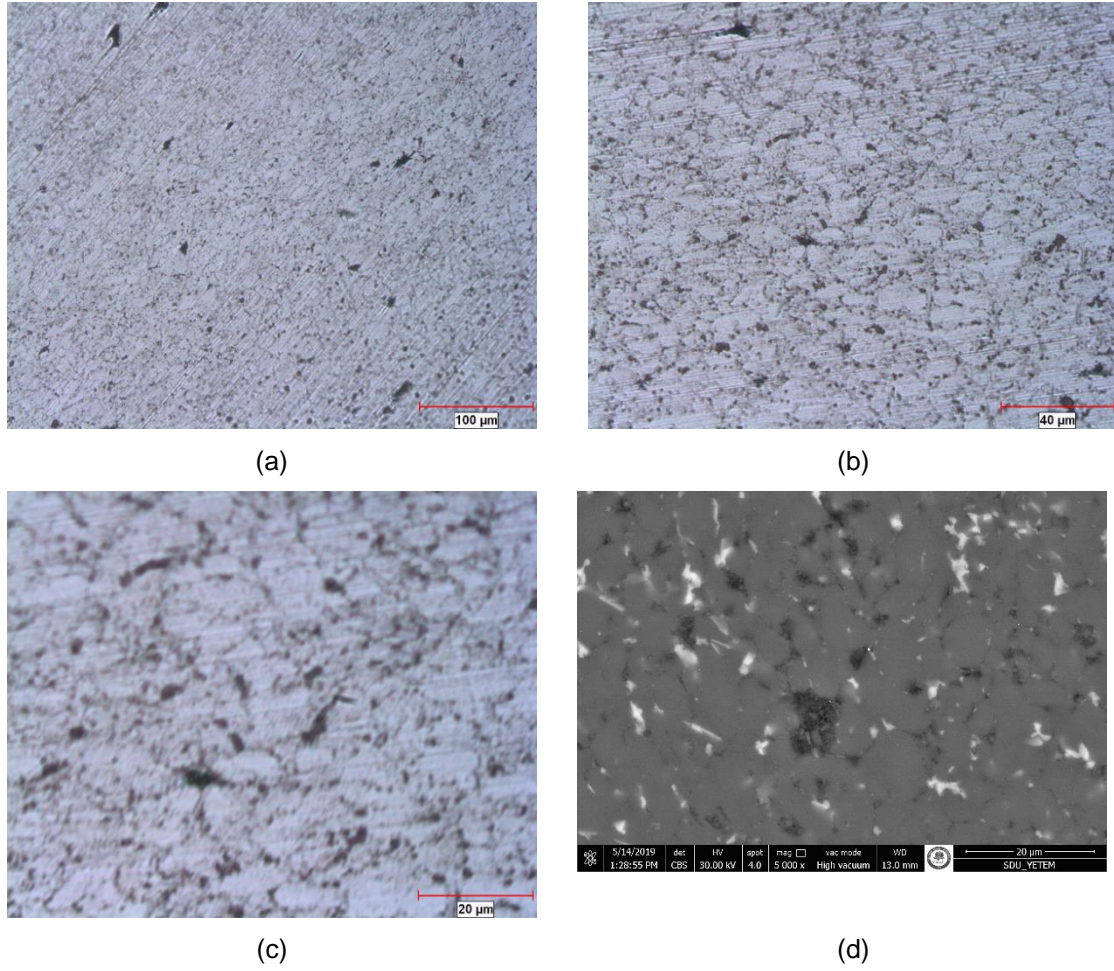
Çizelge 4.14. WC kavanozda öğütölmüş %1 partiköl takviyeli kompozitin 3 nokta eğme değeri

Numune 4	s 4-1	s 4-2	s 4-3	Sonuç(MPa)
Ölçümler	384,5	529,7	472	
Ortalama				462
Std. sapma				59,7

WC kavanozda öğütölmüş %1 partiköl takviyeli kompozit için yapılan teorik yoğunluk hesabında, teorik yoğunluk değeri 2,79 bulunmuştur. %1 takviyeli kompozit numune için yapılan yoğunluk ölçümlerinde 2,59 değeri elde edilmiştir. Bu bilgilerden yola çıkarak % teorik yoğunluk değeri % 92,8 olarak bulunmuştur.

4.3.5. %3 WC kavanozda öğütölmüş takviye katkılı kompozitler

WC kavanozda öğütölmüş %3 partiköl takviyeli kompozitin mikrografları Şekil 4.38'de verilmiştir. %1 katkılı kompozitlere kıyasla bu mikrograflarda koyu bölgelerin arttığı görölmektedir. Koyu bölgelerin takviye partikülleri olduđu bilindiğinden, bu mikrograflardaki takviye oranıyla artan siyah bölgeler tutarlıdır. Bu bölgelerin genellikle alüminyum partiküllerinin tane sınırlarında bulunduđu görölmüştür. 4.38d'de verilen SEM-GSE görüntüsünde, takviye partiküllerinin topaklandığı veya fazla bulunduđu bölgeler koyu renkli görölmektedir.



Şekil 4.38. WC kavanozda öğütülmüş %3 partikül takviyeli kompozitin mikrografları; **a)** 200X büyütme; **b)** 500x büyütme; **c)** 1000x büyütme; **d)**SEM-GSE görüntüsü (5000x)

%3 WC kavanozda öğütülmüş takviye katkıli kompozitlerin sertlik ölçümleri Çizelge 4.15'te verilmiştir. Sertlik değerinin $56,5 \pm 0,6$ HB10 olduğu görülmüştür. Bu sertlik değeri, diğer katkıli numunelere yakın bir sertlik değeridir.

Çizelge 4.15. WC kavanozda öğütülmüş %3 partikül takviyeli kompozit sertlik ölçümleri

Numune 5	s 5-1	s 5-2	s 5-3	Sonuç(HB10)
1	55	55,8	57,4	
2	56,8	57,4	57,2	
3	56,4	56	56,6	
Ortalama	56,1	56,4	57,1	56,5
Std. sapma	0,78	0,7	0,3	0,6

3 nokta eğme dayanım değeri 248 ± 5 MPa olarak bulunan, WC kavanozda öğütülmüş %3 partikül takviyeli kompozitin ölçümleri Çizelge 4.16'da verilmiştir. %1 takviyeli kompozitten oldukça düşük eğme dayanımına sahip olduğu görülmüştür. Bu durumun, takviye partiküllerinin alüminyum partiküllerinin tane sınırlarında bulunması nedeniyle meydana geldiği düşünülmektedir.

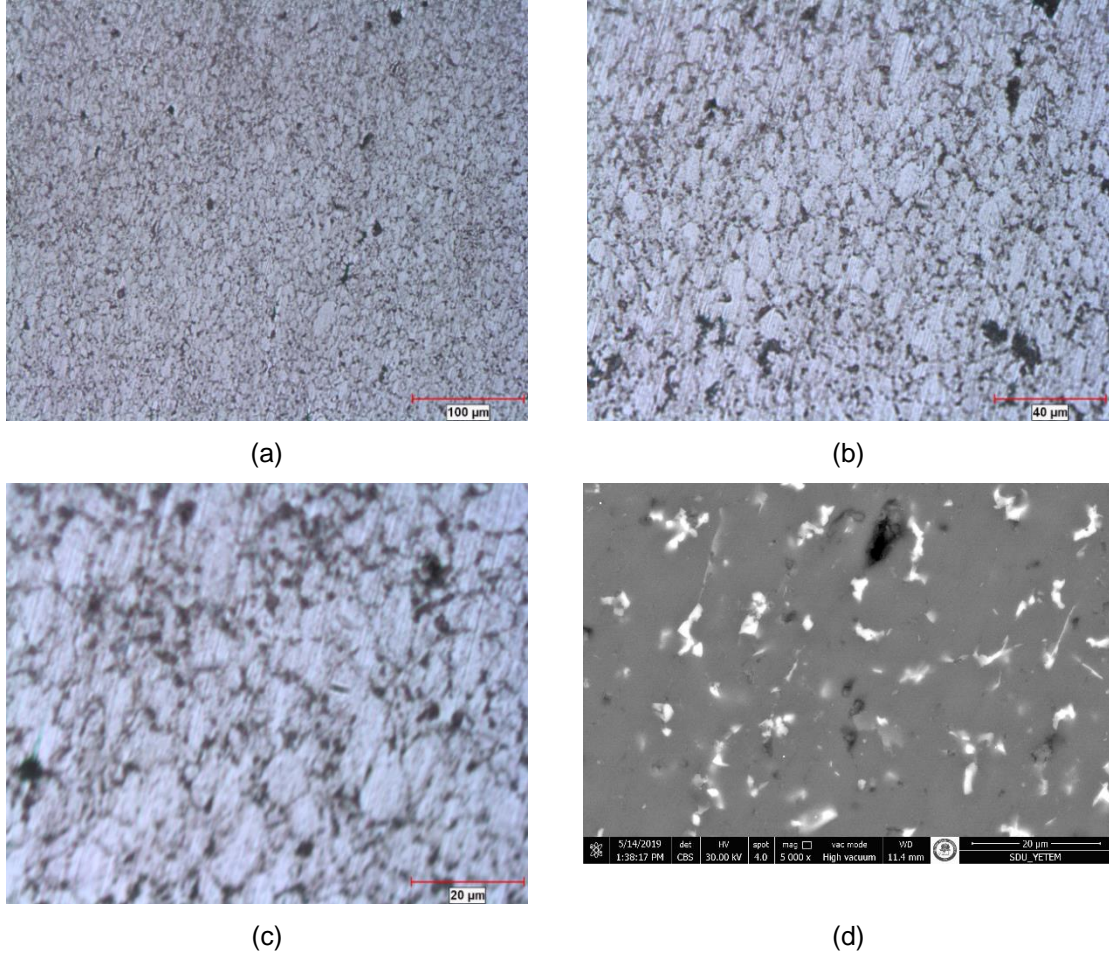
Çizelge 4.16. WC kavanozda öğütülmüş %3 partikül takviyeli kompozit 3 nokta eğme değerleri

Numune 5	s 5-1	s 5-2	s 5-3	Sonuç(MPa)
Ölçümler	254,4	248,2	242,4	
Ortalama				248,3
Std. sapma				4,9

WC kavanozda öğütülmüş %3 partikül takviyeli kompozit için yapılan teorik yoğunluk hesabında, teorik yoğunluk değeri 2,82 bulunmuştur. Kompozit numune için yapılan yoğunluk ölçümlerinde 2,56 değeri elde edilmiştir. Bu bilgilerden yola çıkarak % teorik yoğunluk değeri % 90,8 olarak bulunmuştur.

4.3.6. %5 WC kavanozda öğütülmüş takviye katkılı kompozitler

WC kavanozda öğütülmüş %5 partikül takviyeli kompozitin optik mikrografları Şekil 4.39'da verilmiştir. Bu mikrograflarda %3 katkılı kompozitten daha yoğun koyu bölgeler görülmektedir. Küçük topaklarla beraber iri topakların varlığından bahsedilebilir.



Şekil 4.39. WC kavanozda öğütülmüş %5 partikül takviyeli kompozitin mikrografıları; **a)** 200X büyütme; **b)** 500x büyütme; **c)** 1000x büyütme; **d)** SEM-GSE görüntüsü (5000x)

Bu numunenin sertlik ölçümleri Çizelge 4.17’de verilmiştir. Sertlik değeri, $56,5 \pm 0,6$ HB10 olurken bu değer katkısız parçaya kıyasla daha yüksek bir değerdir. Çizelge 4.18’de üç nokta eğme test sonuçları verilen numunenin dayanım değerinde azalma olduğu görülmektedir. WC kavanozda öğütülmüş %5 partikül takviyeli kompozitin üç nokta eğme dayanım değeri 221 ± 7 MPa olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.17. WC kavanozda öğütülmüş %5 partikül takviyeli kompozit sertlik ölçümleri.

Numune 6	s 6-1	s 6-2	s 6-3	Sonuç(HB10)
1	56,8	56,4	56	
2	57,6	58	54,4	
3	56,2	57,8	55,4	
Ortalama	56,9	57,4	55,3	56,5
Std. sapma	0,6	0,7	0,7	0,6

Çizelge 4.18. WC kavanozda öğütölmüş %5 partiköl takviyeli kompozit 3 nokta eğme değeri.

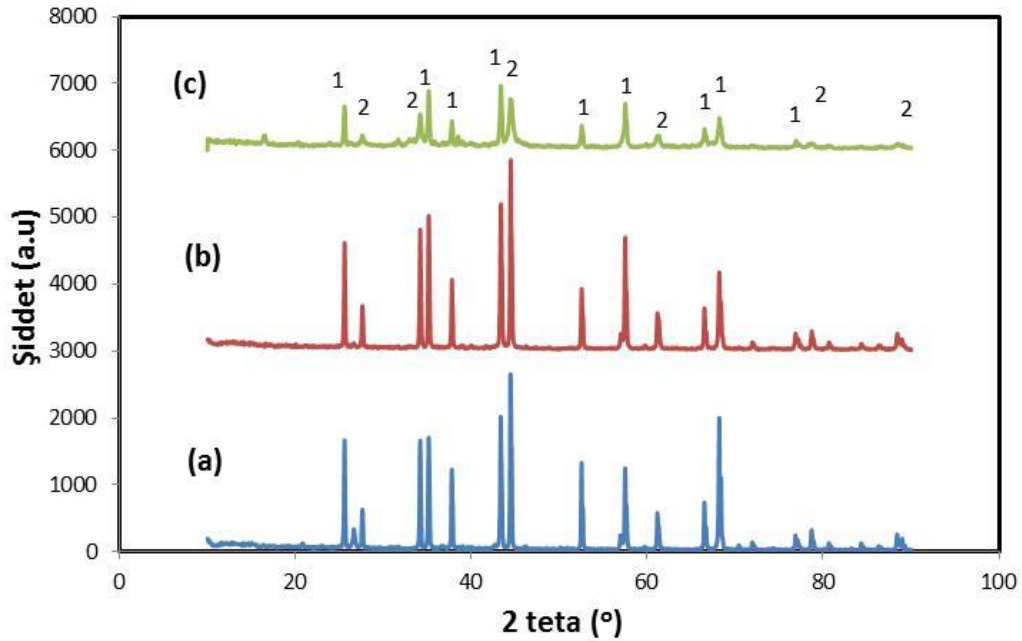
Numune 6	s 6-1	s 6-2	s 6-3	Sonuç(MPa)
Ölçümler	230,4	213,5	219	
Ortalama				221
Std. sapma				7,1

WC kavanozda öğütölen %5 takviyeli için yapılan teorik yoğunluk hesabında, teorik yoğunluk değeri 2,84 bulunmuştur. Kompozit numune için yapılan yoğunluk ölçümlerinde 2,53 değeri elde edilmiştir. Bu bilgilerden yola çıkarak % teorik yoğunluk değeri % 89,1 olarak bulunmuştur.

5. SONUÇLAR

Bu çalışmada Al_2O_3 , TiB_2 toz karışımları yanma sentezi ile üretilmiştir. Başlangıç malzemelerine NaCl eklenmesinin ve oluşan ürünlerin Al_2O_3 ve WC ortamlarda öğütülmesinin etkileri incelenmiştir. Üretilen Al_2O_3 , TiB_2 toz karışımları, alüminyum matrisli kompozitlerde takviye malzemesi olarak kullanılmıştır.

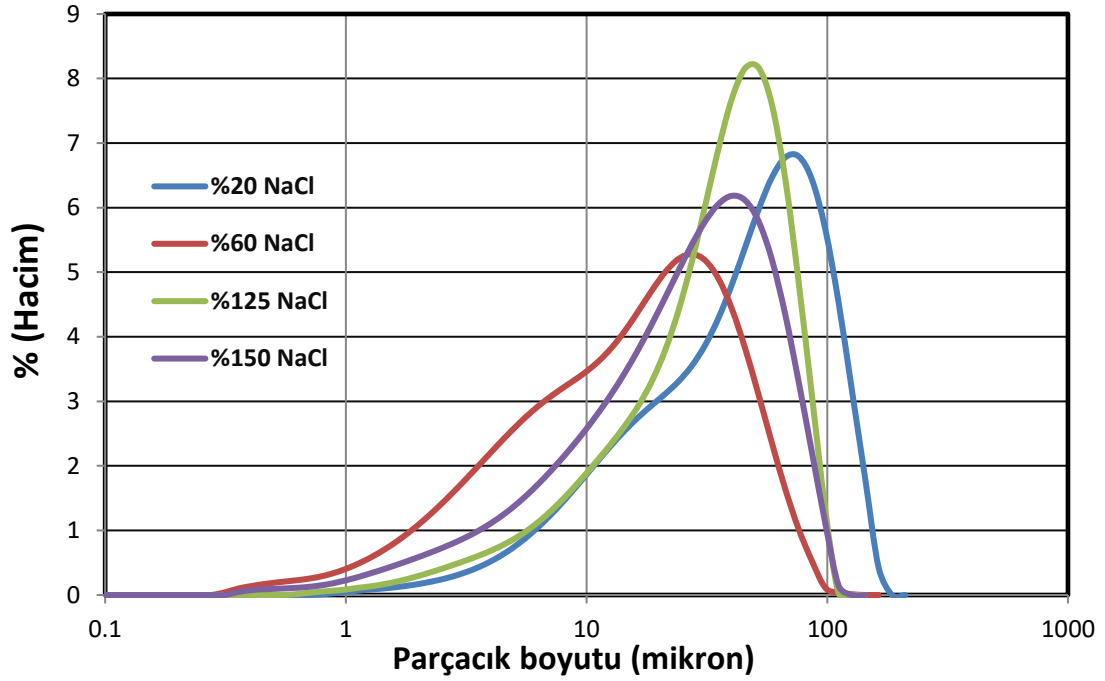
Üretilen Al_2O_3 , TiB_2 toz karışımları XRD analizlerine tabi tutulmuştur. Yapılan XRD analizlerinde, hedeflenen bileşikler olan TiB_2 ve Al_2O_3 'ün oluştuğu görülmüştür. Şekil 5.1'de saf su ile santrifüj ile ayırma, kurutma sonrası %5, %20 ve %60 NaCl eklenerek yanma sentezi sonucunda elde edilen ürünlerin XRD desenleri verilmektedir. Artan NaCl oranı ile, özellikle TiB_2 partiküllerine ait piklerin genişlediği görülmektedir. Bu durum, TiB_2 kristal boyutlarının küçüldüğünü göstermektedir. Kullanılmış olan NaCl'nin, ürünlerin kristal boyutunu küçültmede etkili olduğu görülmektedir.



Şekil 5.1. Çeşitli oranlarda NaCl içeren $\text{TiO}_2+\text{H}_3\text{BO}_3+\text{Al}$ karışımlarından yanma sentezi ile üretilen tozların XRD desenleri; **a)** %5 NaCl; **b)** % 20 NaCl; **c)** %60 NaCl (1: Al_2O_3 , 2: TiB_2)

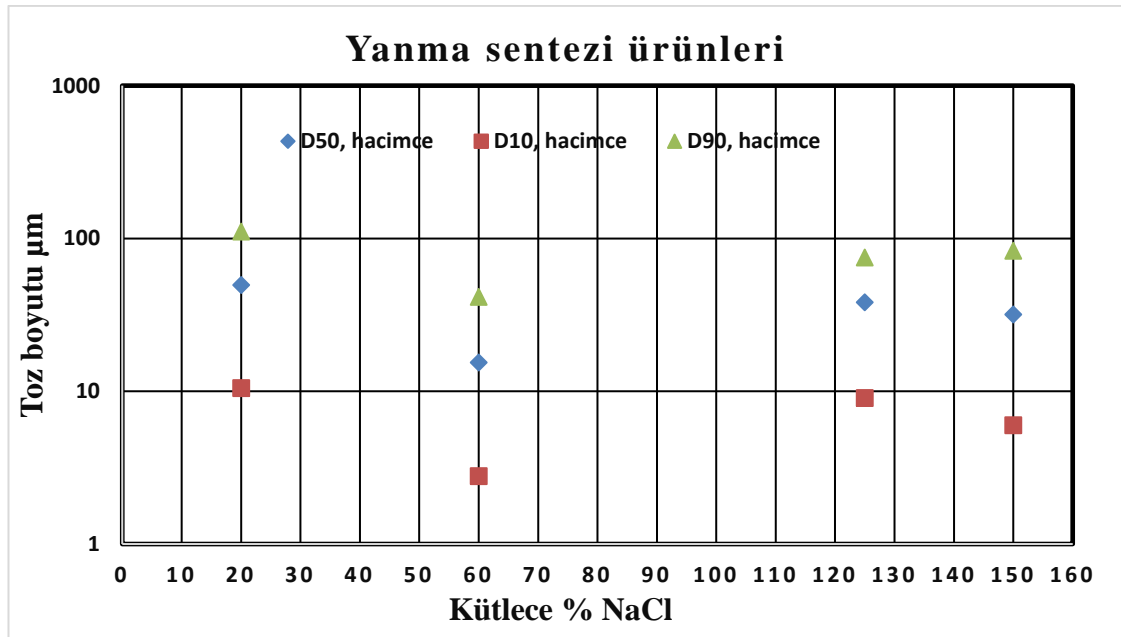
Yanma sentezinde deneylerinde kullanılan, NaCl tuzunun parçacık boyutunun küçülmesine olumlu etki yaptığı deneylerde görülmüştür. %5 ile % 150 arasında değişen oranlarda eklenen tuzların, yüksek miktarlarda eklenmesinin aynı etkiyi yapmadığı gözlemlenmiştir. Şekil 5.2'de yanma sentezi reaktanlarına, kütlece %20, %60, %125 ve %150 oranlarında eklenmesiyle elde edilen ürünlerin parçacık boyutları verilmiştir. Eklenen tuz miktarının %20 olması durumunda, parçacık boyutu yaklaşık 50 μm boyutunda olmuştur. Eklenen tuz miktarı %60 olduğunda ortalama parçacık boyutu 15 μm boyutlarına kadar küçülmüştür. % 125 ve %150 tuz eklenmesi ile elde edilen ürünler, %60 tuz eklenmesiyle elde edilen ürünlerden daha büyük boyutlu olmuştur. Artan tuz miktarının hep aynı etkiyi yapmadığını ve bunun sebebinin artan tuz

miktarının reaksiyon sıcaklığında, buharlaşmadan kalan tuzların sebep olabileceği şekilde yorumlanmıştır.



Şekil 5.2. Değişen NaCl miktarlarına göre parçacık boyutları

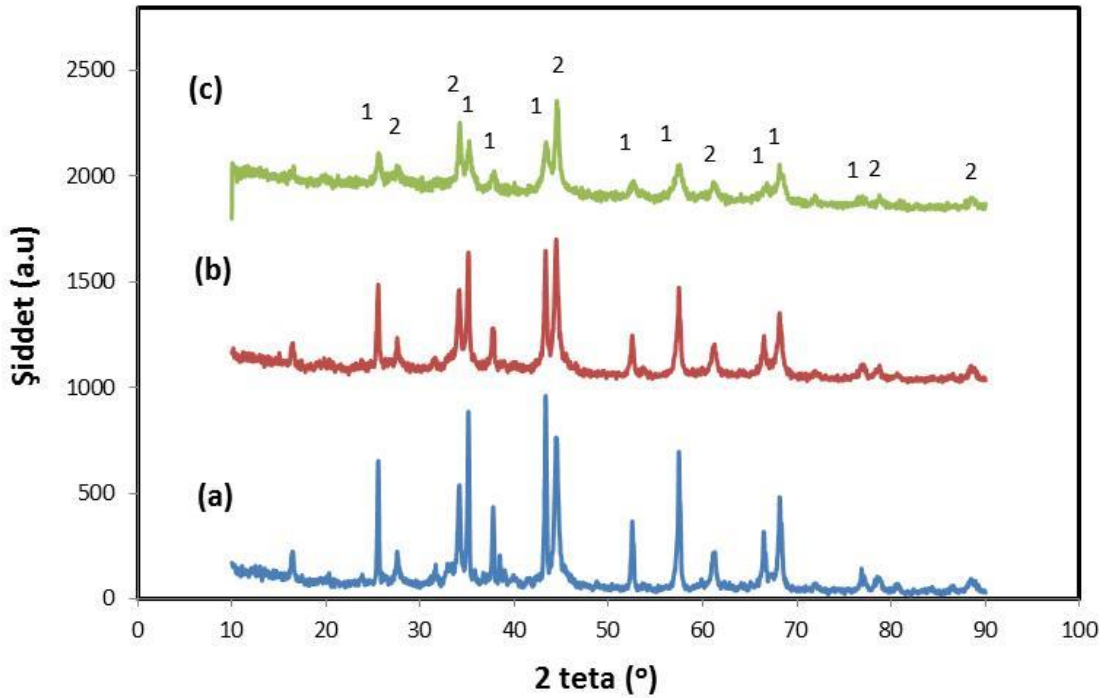
Şekil 5.3'te yanma sentezi deneylerinde, reaktanlara %20, %60, %125 ve %150 oranlarında NaCl eklenerek elde edilmiş ürünlerin D10, D50 ve D90 değerleri verilmiştir. Her üç kümülatif değerde en uygun oranın %60 NaCl olduğu görülmüştür.



Şekil 5.3. Değişen tuz miktarlarına göre D10, D50 ve D90 değerleri

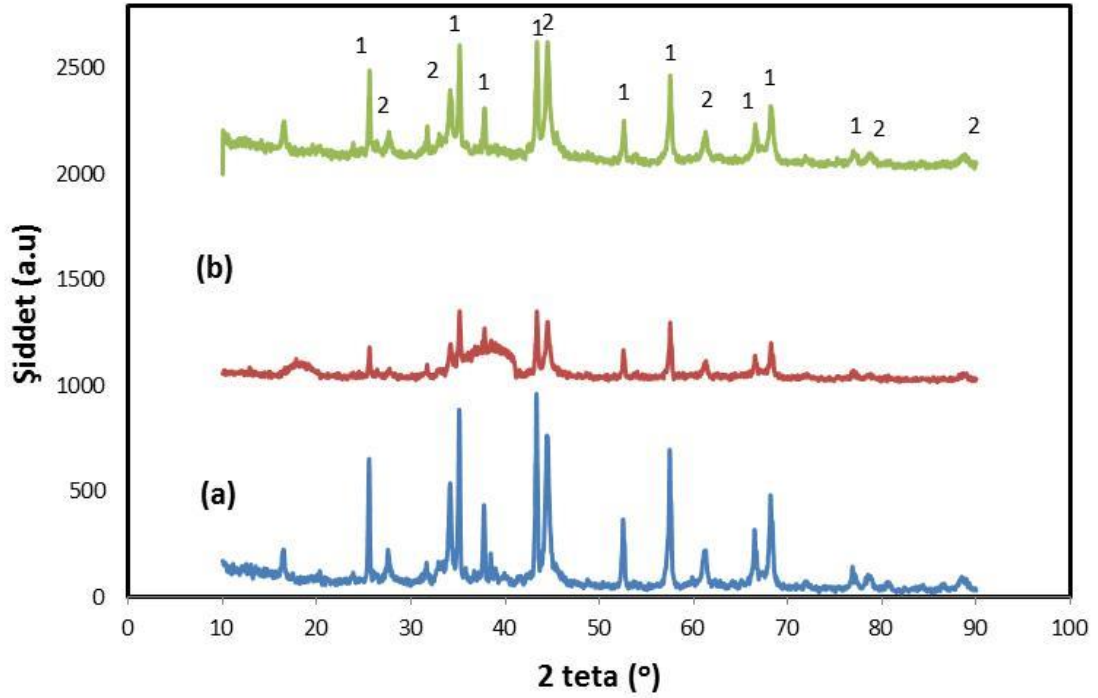
Bu çalışmada üretilmiş olan ve çeşitli sürelerde öğütme işlemine tabi tutulmuş olan $TiB_2-Al_2O_3$ toz karışımları XRD analizine tabi tutulmuştur. Şekil 5.4'te öğütülmemiş ürünlerin ve alümina öğütme ortamında 2 saat ve 48 saat öğütülmüş olan tozların XRD desenleri sunulmaktadır. Öğütme işlemi sonrasında, tozların bir miktar (%30 civarında) arttığı görülmüştür. Bu durum, ürünlere öğütme ortamından Al_2O_3 katıldığını göstermektedir.

Öğütme sonucunda, alümina ve titanyum diborür partiküllerinin piklerinin küçüldüğü görülmektedir. Bununla birlikte, pikler bir miktar genişlemektedir. Özellikle alüminaya ait piklerde genişleme belirgin olarak görülmektedir. Bu durum, alümina kristallerinin boyutunun küçüldüğünü göstermektedir. Daha sert olan TiB_2 partiküllerinin Al_2O_3 partikülleri ile aynı şekilde küçülmediği şeklinde yorumlanmıştır.



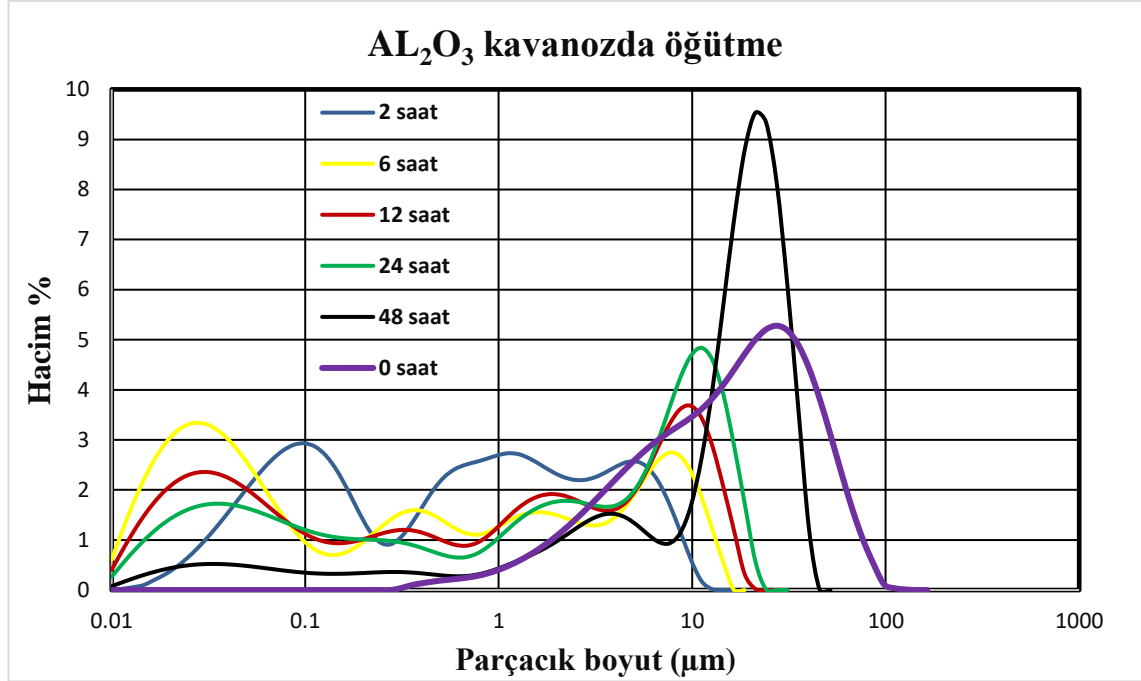
Şekil 5.4. Üretilen Al_2O_3 , TiB_2 toz karışımının alümina kavanozda öğütüldükten sonraki XRD desenleri; **a)** öğütülmemiş; **b)** 2 saat öğütülmüş; **c)** 48 saat öğütülmüş (1: Al_2O_3 , 2: TiB_2)

Şekil 5.5'te öğütülmemiş ürünlerin ve tungsten karbür öğütme ortamında 90 dakika ve 450 dakika öğütülmüş olan tozların XRD desenleri sunulmaktadır. Öğütme işlemi sonrasında, tozların bir miktar (%5 civarında) arttığı görülmüştür. Bu durum, alümina kavanozda gerçekleştirilen öğütme ürünlerine göre öğütme ortamından daha az oranda safsızlık katıldığını göstermektedir.



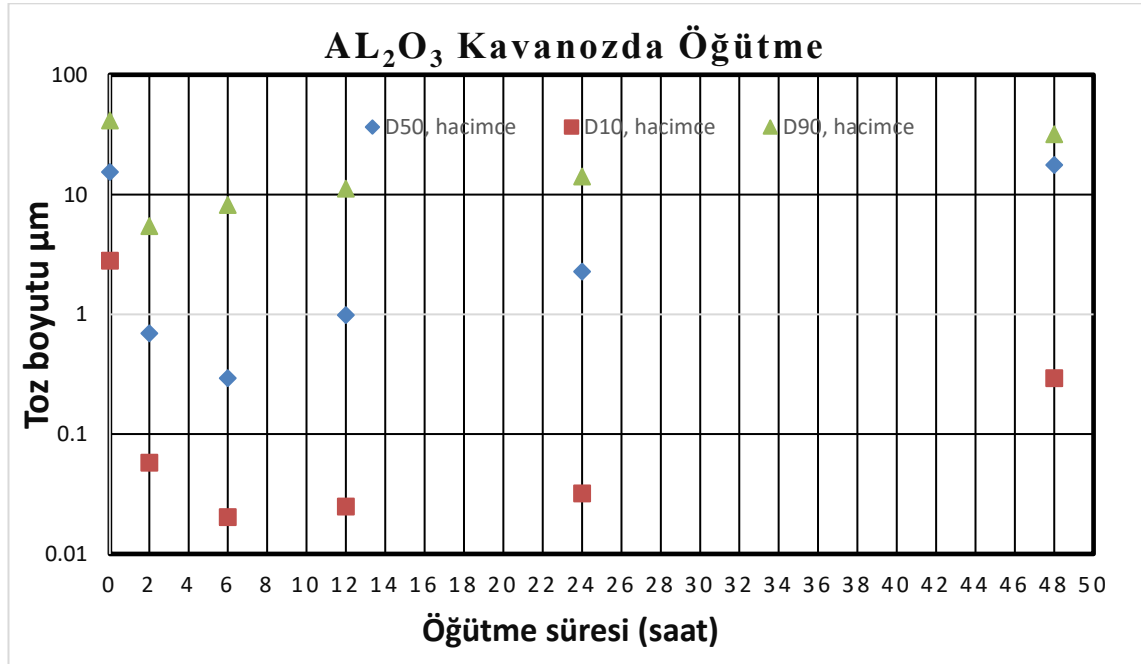
Şekil 5.5. Üretilen Al_2O_3 , TiB_2 toz karışımının WC kavanozda öğütüldükten sonraki XRD desenleri; **a)** öğütülmemiş; **b)** 90 dakika öğütülmüş; **c)** 450 dakika öğütülmüş (1: Al_2O_3 , 2: TiB_2)

Üretilen tozların Al_2O_3 kavanozda öğütülmesi sonucunda elde edilen parçacık boyutları Şekil 5.6'da verilmiştir. Öğütme işleminin parçacık boyutunu küçülttüğü gözlemlenirken, öğütme süresinin artmasıyla parçacık boyutlarının tekrar büyüdüğü görülmüştür. Öğütülmemiş ürünün ortalama parçacık boyutu 15,4 mikrondur. 2 saat öğütülmüş ürünün ortalama parçacık boyutu 691 nanometre olmuştur. 6 saat öğütmede ortalama parçacık boyutu daha da küçülerek 293 nanometre olmuştur. Ortalama parçacık boyutu 12 saat öğütmede 981 nanometre olmuştur. 12 saat öğütmede parçacık boyutunun 6 saat öğütmeye oranla bir miktar büyüdüğü anlaşılmıştır. 24 saat öğütmede ortalama parçacık boyutu, mikron mertebesine yükselerek 2,27 mikron olmuştur. 48 saat öğütmede ortalama parçacık boyutu, 17,6 mikron olmuştur. Öğütülmemiş üründen daha büyük ortalama partikül boyutunun elde edildiği bu durum, yüksek kirlenme oranıyla ilgili olabilir. Alümina kavanozda 2 saat ile 48 saat arasında öğütülen tozların boyutlarına bakıldığında 6 saat öğütme süresinin optimum öğütme süresi olduğu görülmüştür. Artan sürelerde parçacık boyutundaki artma, aşınma sonucu kavanozdan kopan parçaların miktarının artmasından kaynaklanmış olabilir. Öğütme sonrasında genellikle 1 mikron ve daha küçük parçacık boyutu görülmektedir. Bununla birlikte 20-100 mikron civarında boyutlara sahip topaklanmalar da bulunmaktadır.



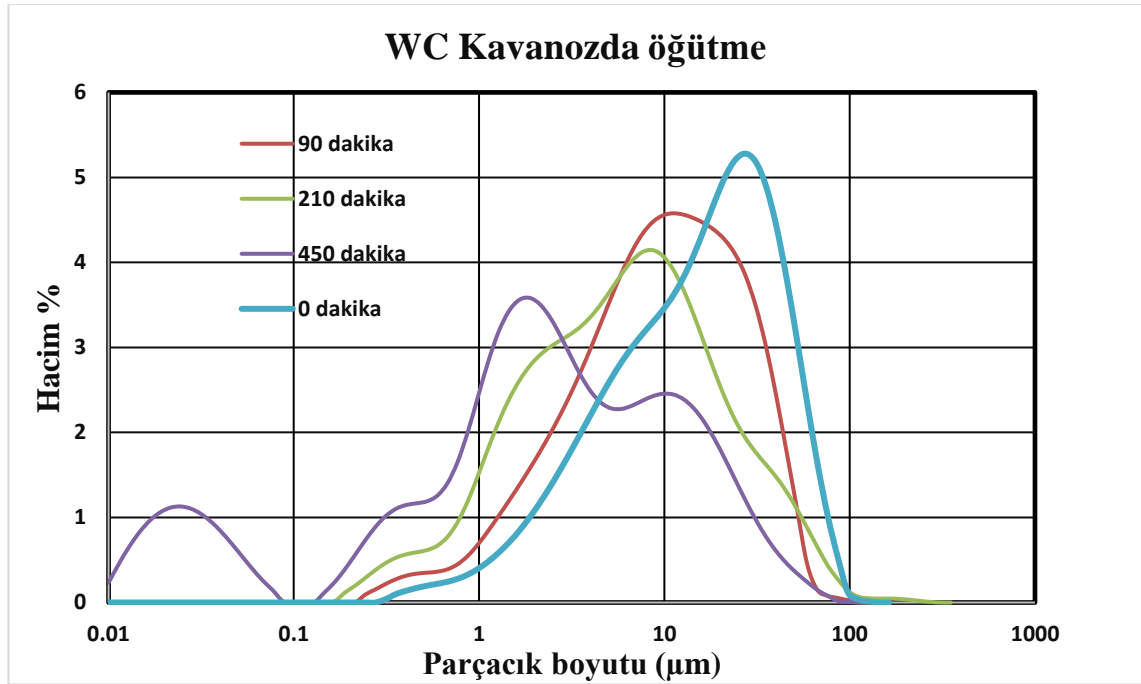
Şekil 5.6. Alümina kavanozda gerçekleşen öğütme süreleri ile parçacık boyut dağılımı grafikleri

Öğütülmemiş ve alümina öğütme ortamında 2, 6, 12, 48 saat sürelerle öğütülmüş olan Al₂O₃-TiB₂ toz karışımlarının D10, D50 ve D90 parçacık boyut değerleri Şekil 5.7’de verilmiştir. En küçük D10 ve D50 değeri 6 saat öğütmede elde edilirken, D90 değerinin en küçük olduğu öğütme süresi 2 saattir.



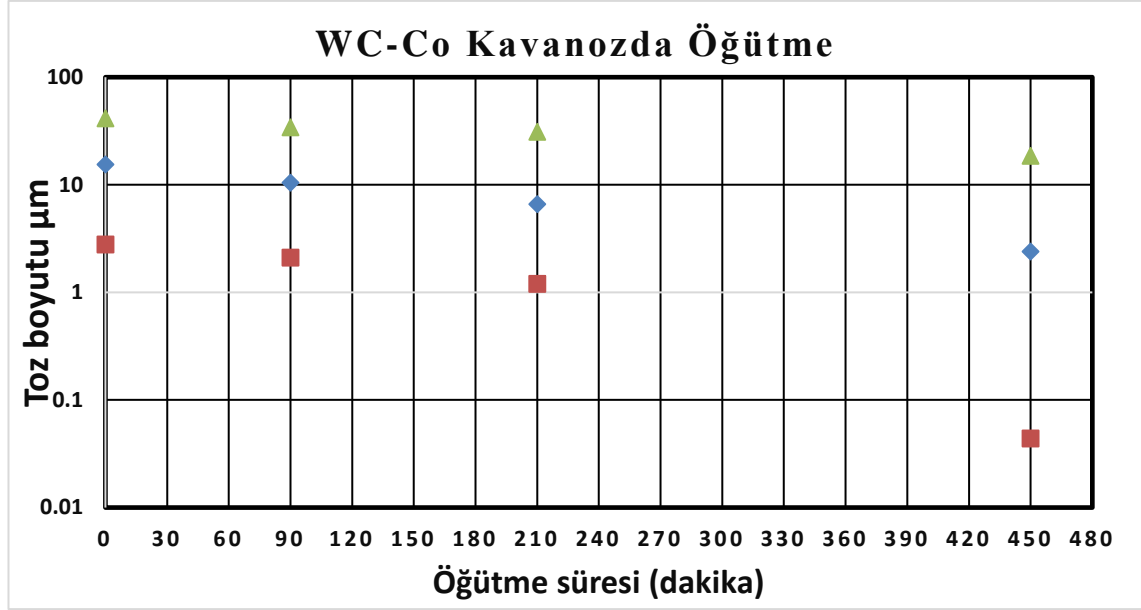
Şekil 5.7. Alümina ortamında gerçekleşen öğütme sürelerine göre D10, D50 ve D90 değerleri

WC-Co kavanozda 90 dakika ile 450 dakika arasında gerçekleştirilen öğütme işlemlerinin sonucunda elde edilen ürünlerin parçacık boyutları Şekil 5.8’de verilmiştir. WC-Co kavanozda gerçekleştirilen öğütme işleminin parçacık boyutunu küçülttüğü görülmüştür. Artan öğütme sürelerinin parçacık boyutuna olumlu etki yaptığı söylenebilmektedir. 90 dakika öğütme süresinde, parçacık boyutu 10,4 mikron olmuştur. 210 dakika öğütmede 6,6 mikron ortalama parçacık boyutu elde edilmiştir. 450 dakika öğütmede ortalama parçacık boyutu bir miktar daha küçülerek, 2,4 mikron olmuştur. WC-Co kavanozda gerçekleştirilen öğütme sürelerinden, en uygun olan öğütme süresinin 450 dakika olduğu görülmüştür. Artan öğütme sürelerinde parçacık boyutunda iyileşme görülmüştür. Daha yüksek sürelerde daha küçük boyutlu partiküller elde edileceği düşünülebilir. Aşınma direnci yüksek olan WC-Co kavanozlarda öğütmenin gerçekleşmesine rağmen, kavanozdan kaynaklanan kirlilik, toz kalitesini düşürmüş olabilir. Öğütme ortamında kirlilikten kaçınmak için aşınma direnci daha yüksek kavanozların kullanılması gerekebilir. Daha yüksek aşınma direncine sahip kavanozla ve daha uzun sürelerde öğütme ile nanometre boyutlu toz elde edilebileceği görülmüştür.



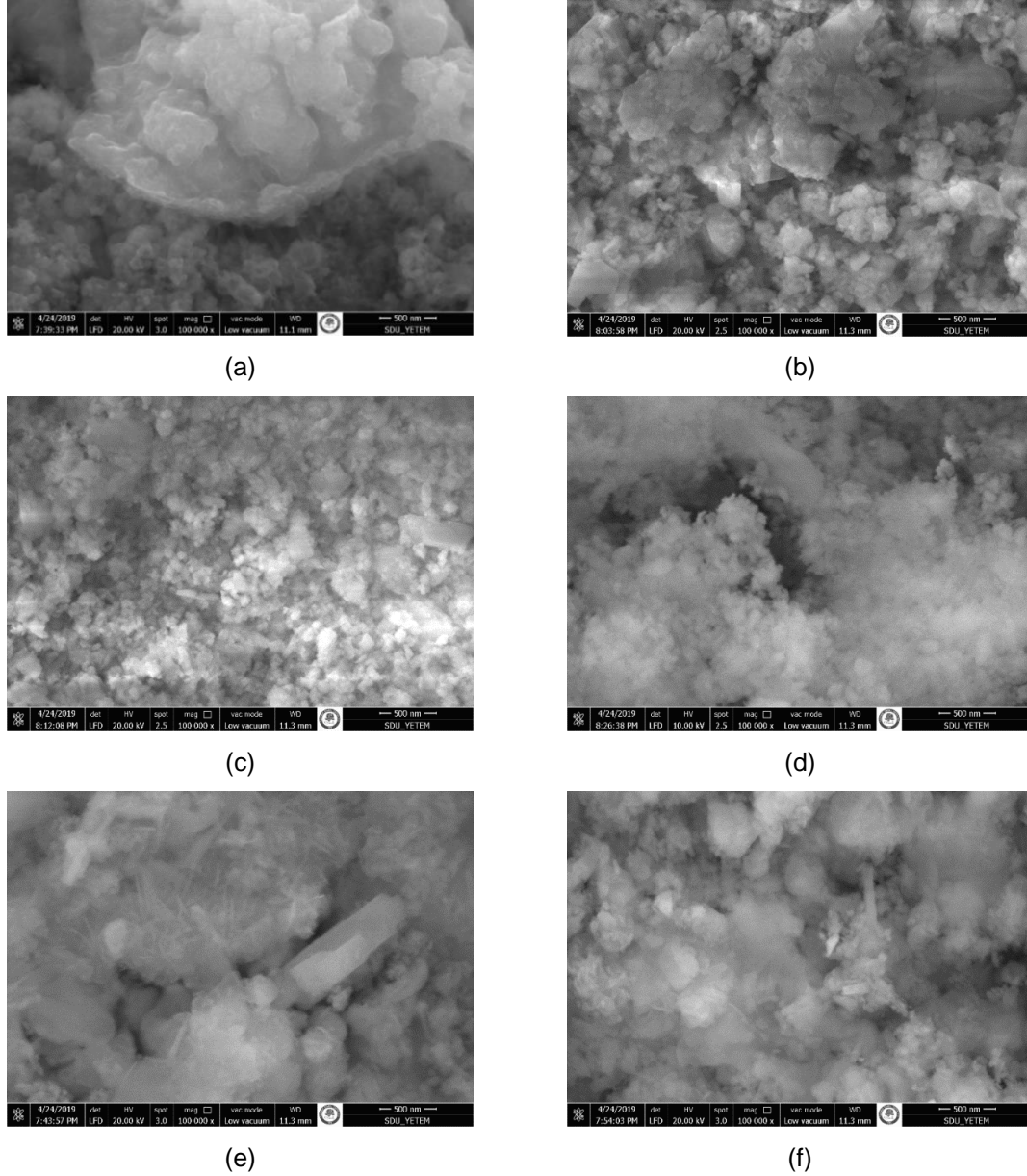
Şekil 5.8. WC kavanozda gerçekleşen öğütme süreleri ile parçacık boyut dağılımı grafikleri

Öğütülmemiş ve tungsten karbür öğütme ortamında 90, 210 ve 450 dakika sürelerle öğütülmüş olan $Al_2O_3-TiB_2$ toz karışımlarının D10, D50 ve D90 parçacık boyut değerleri Şekil 5.9’da verilmiştir. D10, D50 ve D90 değerlerine bakıldığında, 450 dakika öğütme süresinin, optimum öğütme süresi olduğu görülmektedir. 450 dakika öğütme süresinde, hacimce D10 (% 10 kümülatif değer) boyutunda nano boyutlu parçacıkların olduğu görülmüştür. 450 dakika öğütmedeki D10 değeri 44 nanometredir.



Şekil 5.9. WC kavanozda gerçekleşen öğütme süreleri ile oluşan ürünlerin D10, D50 ve D90 değerleri

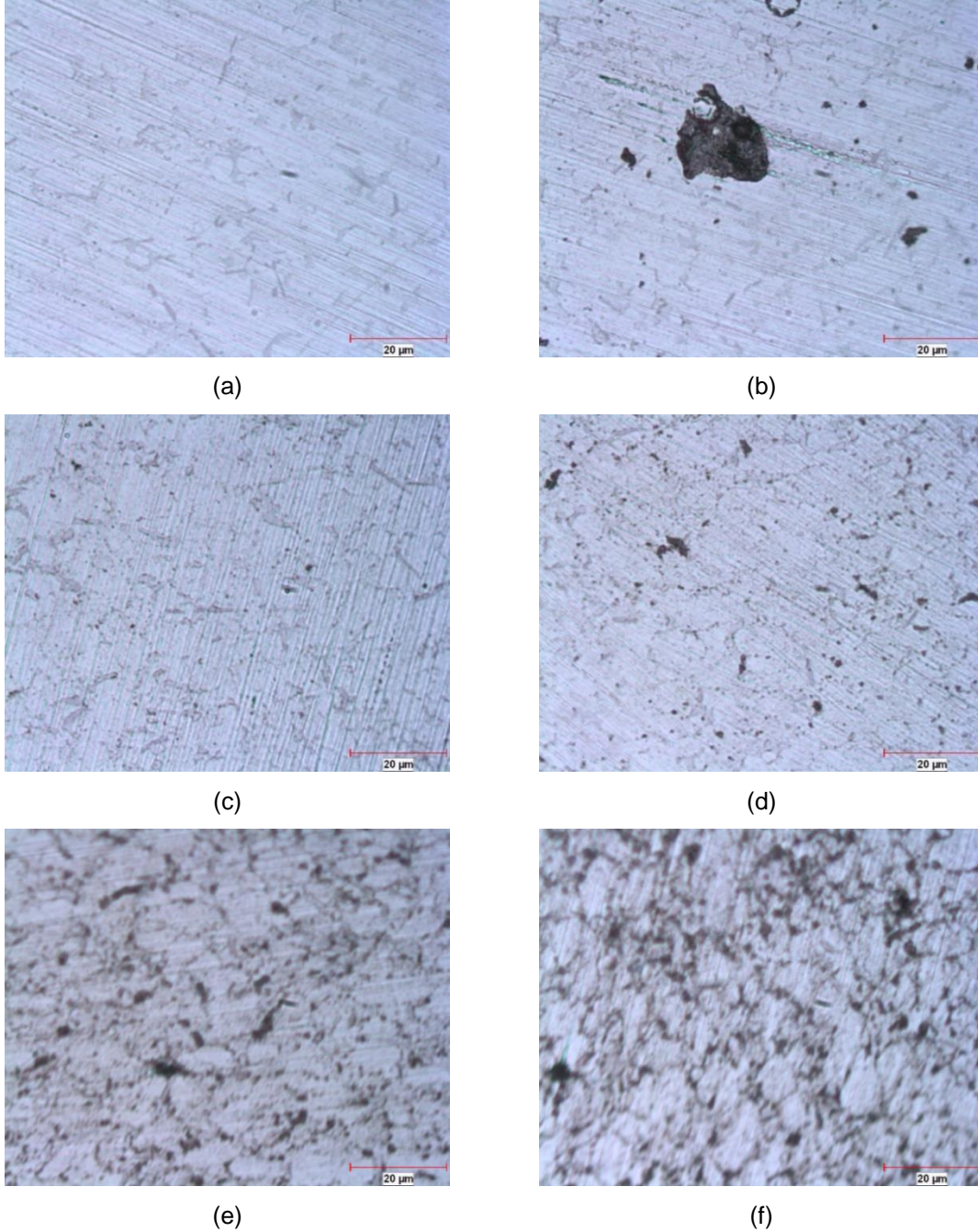
Şekil 5.10'da üretilen $Al_2O_3 - TiB_2$ tozlarının 100000X büyütmedeki SEM mikrografları verilmiştir. Yapılan SEM incelemelerinin sonuçları, parçacık boyut ölçümlerinin sonuçlarını teyit eder niteliktedir. Şekil 5.10a'da %60 NaCl içeren başlangıç karışımından, yanma senteziyle üretilmiş ve öğütülmemiş ürünün mikrografı bulunmaktadır. En büyük partiküller bu mikrografta görülmektedir. Yapılan SEM incelemelerinin sonuçları, parçacık boyut ölçümlerinin sonuçlarını teyit eder niteliktedir. Alümina öğütme ortamı kullanılarak 2, 12, 48 saat sürelerinde yapılan öğütme işlemleri sonucunda elde edilen ürünlerin mikrografları sırasıyla Şekil 5.10b, 5.10c ve 5.10d'de verilmiştir. Alümina ortamında elde edilen öğütme ürünlerinden, en küçük partiküllerin 12 saat öğütme işlemleri sonucunda elde edilen ürünler olduğu görülmüştür. Tungsten karbür kavanoz ve bilyalar kullanılarak, 90 dakika ve 450 dakika öğütme sürelerinde yapılan öğütme işlemleri sonucunda elde edilen ürünlerin mikrografları sırasıyla Şekil 5.10e ve 5.10f'de verilmektedir. Bu mikrograflar incelendiğinde, WC kavanozda 90 dakika öğütme ile elde görüntü ile öğütülmemiş üründen elde edilen görüntülerin benzer olduğu anlaşılmaktadır. WC kavanozda 450 dakika öğütme ile elde edilen ürünlerin boyutlarının, 90 dakika öğütme ile elde edilmiş ürünlerin boyutlarına daha küçük olduğu anlaşılmaktadır. $Al_2O_3-TiB_2$ toz karışımındaki küçük partikülleri görmemizi sağlayan 100000X büyütmedeki mikrograflar ile parçacık boyut ölçümlerinden elde edilen D10 değerleri ile uyumaktadır.



Şekil 5.10. Üretilen $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiB}_2$ tozlarının 100000X büyümedeki SEM mikrografları; **a)** öğütülmemiş; **b)** alümina kavanozda 2 saat öğütülmüş; **c)** alümina kavanozda 12 saat öğütülmüş; **d)** alümina kavanozda 48 saat öğütülmüş; **e)** WC kavanozda 90 dakika öğütülmüş; **f)** WC kavanozda 450 dakika öğütülmüş

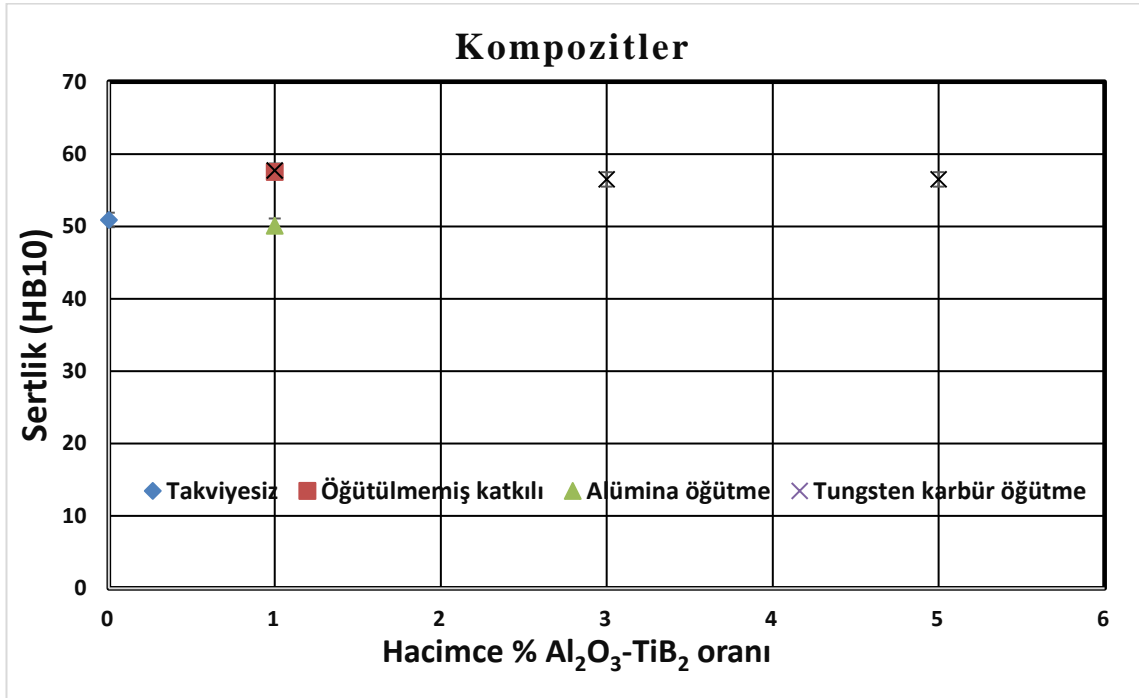
Üretilen Al_2O_3 , TiB_2 toz karışımları, alüminyum matrisli kompozitlerde takviye malzemesi olarak kullanılmıştır. Üretilen numunelerin 1000X büyümedeki optik mikrografları Şekil 5.11’de verilmiştir. Şekil 5.11a’da Katkısız Al_4Cu alaşımının mikrografına bakıldığında başarılı bir şekilde sinterlendiği görülmektedir. %1 öğütülmemiş Al_2O_3 - TiB_2 katkıli numunenin Şekil 5.11b’deki mikrografında katkı partikülleri koyu renkte görünmektedir. Bu mikrografta iri toprakların olduğu gözlemlenmiştir. Şekil 5.11c’de alümina kavanozda öğütülmüş takviyelerin %1 oranında katkılı olduğu numunenin görüntüsüne bakıldığında iri toprakların olmadığı görülmektedir. Şekil 5.11.d, Şekil 5.11.e, ve Şekil 5.11.f’de WC-Co kavanozda

öğütülen, $Al_2O_3-TiB_2$ partiküllerinin sırasıyla %1, %3 ve %5 oranında eklendiği kompozit numunelerin görüntüleri vardır. Artan oranlarla beraber görüntülerdeki koyu renk miktarının arttığı görülmektedir. Eklenen partiküller görüntülerde koyu renkte görülmektedir. Takviye partiküllerinin, alüminyum partiküllerinden daha küçük olmaları nedeniyle, alüminyum partiküllerinin tane sınırlarında bulunduğu görülmektedir.



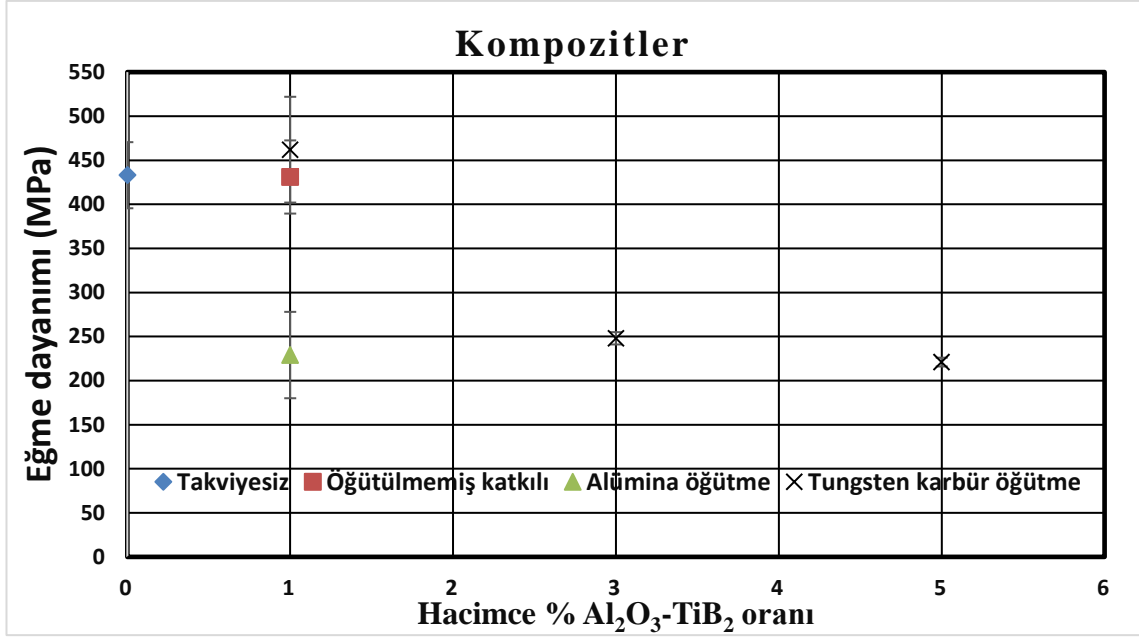
Şekil 5.11. Üretilen numunelerin 1000x büyütmedeki optik mikrografları; **a)** Katkısız numune ; **b)** öğütülmemiş % 1 katkılı ; **c)** alümina kavanozda öğütülmüş % 1 partikül takviyeli ; **d)** %1 tungsten karbür kavanozda öğütülmüş partikül takviyeli ; **e)** tungsten karbür kavanozda öğütülmüş % 3 partikül takviyeli ; **f)** tungsten karbür kavanozda öğütülmüş %5 partikül takviyeli

Üretilen numunelerin sertlik değerlerine bakıldığında $Al_2O_3-TiB_2$ takviyesinin bir miktar sertlik artışına neden olduğu görülmektedir. Şekil 5.12’de verilen değerlere bakıldığında, katkısız numunede 50 HB10 sertlik değerinin bazı katkılı numunelerde 60 HB10 değerine yaklaştığı görülmüştür. WC-Co ortamında öğütülen partiküllerin eklenmesi ile kompozitlerin sertlik değerinde artış meydana geldiği görülmüştür. Alümina ortamda öğütülen partiküllerin eklendiği numunenin, sertlik değerinde artış gözlemlenmemiştir.



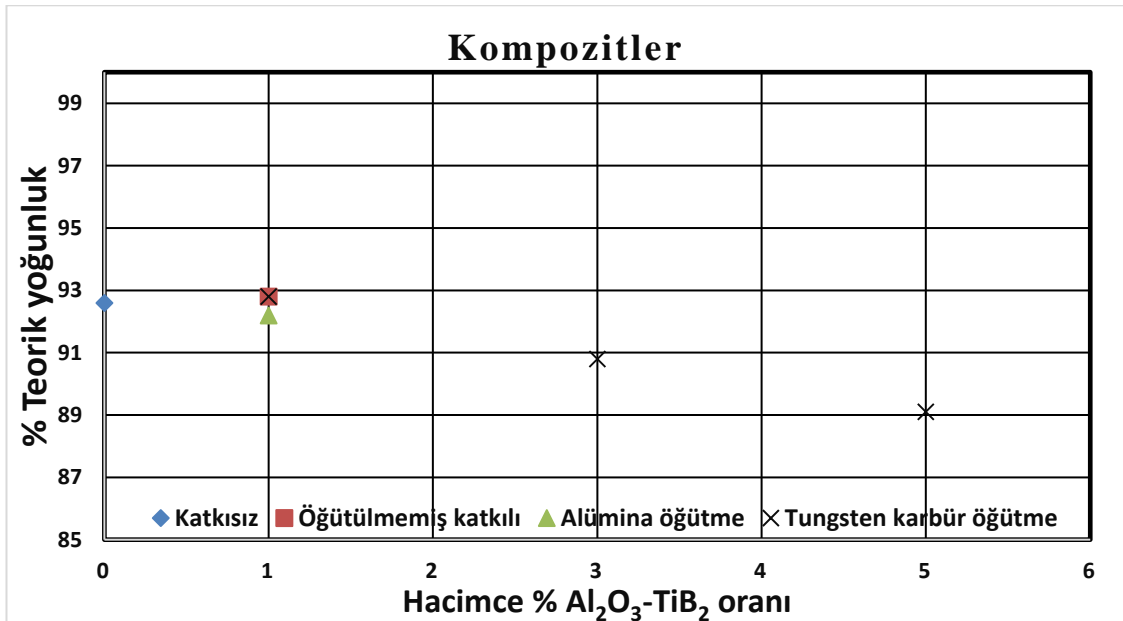
Şekil 5.12. Üretilen numunelerin sertlik değerleri

Üretilen numunelere yapılan üç nokta eğme testlerinin sonuçları, Şekil 5.13’te verilmiştir. Katkısız numunenin dayanım değeri 433 MPa olarak bulunmuştur. %1 öğütülmemiş takviyenin eklendiği kompozitin dayanımı katkısız numuneye çok yakın bir değer olduğu görülmüştür. Alümina ortamda öğütülmüş $Al_2O_3-TiB_2$ tozlarının % 1 oranında eklendiği numunenin dayanım değeri, takviyesiz parçaya kıyasla düşük olmuştur. En yüksek dayanım değerinin WC-Co kavanozda öğütülmüş $Al_2O_3-TiB_2$ partiküllerinin %1 oranında eklendiği kompozit numunede olduğu görülmüştür. WC-Co kavanozda öğütülen partiküllerin eklenme oranının artmasıyla, dayanım değerinin düştüğü görülmektedir. Bunun nedeni, takviye partiküllerinin, alüminyum partiküllerinden daha küçük olmaları nedeniyle, alüminyum partiküllerinin tane sınırlarında bulunması olabilir.



Şekil 5.13. Üretilen numunelerin üç nokta eğme dayanımı değerleri

Şekil 5.14'te üretilen numunelerin % teorik yoğunluk değerleri verilmiştir. Takviyesiz parçada, öğütülememiş takviyenin % 1 eklendiği ve her iki ortamda öğütülen katkı partiküllerinin %1 oranında eklendiği numunelerde yoğunluk en yüksek olmuştur. Bu numunelerin yoğunluk değerlerinin % 93 civarında olduğu görülmüştür. WC-Co kavanozda öğütülen numunelerde takviye oranının artmasıyla % teorik yoğunluk değerinin azaldığı görülmüştür. Bu azalma üç nokta eğme değerleriyle benzerlik göstermektedir. WC-Co kavanozda öğütülmüş takviyenin %5 oranında eklendiği numunenin % teorik yoğunluk değeri % 89 ile en düşük olmuştur. Takviye partiküllerinin artmasının, gözenek artışına neden olduğu sonucuna varılabilir.



Şekil 5.14. Üretilen numunelerin % teorik yoğunluk değerleri

Sonuç olarak bu çalışmada Al_2O_3 , TiB_2 toz karışımları, ucuz, oksit başlangıç malzemeleri kullanılarak başarıyla üretilmiştir. Oluşan partiküllerin sert topraklar içermesi nedeniyle iki farklı öğütme ortamında öğütme işlemleri gerçekleştirilmiştir. Toz karışımında bulunan TiB_2 partiküllerinin sertliğinin çok yüksek olması nedeniyle, artan öğütme süresi ile öğütme ortamından öğütülen toza bulaşma olduğu anlaşılmıştır.

Elde edilen partiküller kullanılarak, sıcak presleme yöntemiyle alüminyum matrisli kompozitler elde edilmiştir. Hacimce % 1 oranında takviye fazının eklenmesi ile kompozitlerin sertlik ve eğme dayanımında artış sağlanmıştır. Üretilmiş olan Al_2O_3 , TiB_2 takviyeli kompozitlerin aşınma direncinde, takviyesiz parçaya kıyasla artış beklenebilir. Sonraki çalışmalarda, öneri olarak kompozitlerin aşınma testleri üzerinde çalışılabileceği düşünülmüştür. Bununla birlikte yanma sentezinde, artan NaCl oranı ile ateşlenme sıcaklığı ve ürünlerin parçacık boyutunun önce düşmesinin, sonra tekrar artmasının fiziksel mekanizması ve nedeni incelenebilir. Kompozit üretiminde, öğütülmüş takviye tozlarının elenip, sınıflandırılıp kullanılması ve hacimce %1'in altında eklenmesinin etkisi incelenebilir. Daha iyi karışımın sağlanması için takviye partikülleri ile alüminyum tozunun birlikte öğütülmesi ve bu şekilde tane sınırlarında bulunan takviye partiküllerinin daha iyi dağıtılması düşünülebilir.

6. KAYNAKLAR

- Anonymous 1: <https://www.azom.com> [Son erişim tarihi: 01.05.2019].
- Alp, E. 2011. Düşük sıcaklıkta bor karbür üretimi ve karakterizasyonu. Yüksek lisans tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara, 85 s.
- Amosov, A.P. 2017. Composite Materials. Concise Encyclopedia of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. Elsevier, pp. 82-84.
- Aritman, İ. 2014. Soğuk izostatik presleme ile üretilen Al/SiC_p Metal matrisli kompozitlerde faktör etkileşiminin mekanik özelliklere etkisi ve karakterizasyon çalışmaları. Yüksek lisans tezi, Ege Üniversitesi, İzmir, 127 s.
- Balasubramanian, M. 2008. Composite Material and Proccesing. CRC press, New York, p.p. 6-7
- Balcı, Ö. and Ağaoğulları, D. 2016. Bor-Karbür Esaslı Kompozit Tozların Öğütme Destekli Karbotermik Redüksiyon Yöntemi ile Ekonomik Yoldan Ütümü. *TMMOB Metalurji ve Malzeme Mühendisleri Odası*, 178: 40-44.
- Başar, F.E. 2011. Alüminyum matrisli kompozitlerin basınçsız sinterleme ile üretimi ve karakterizasyonu. Yüksek lisans tezi, Akdeniz Üniveristesi, Antalya, 98 s.
- Baisane, V. P., Sable, Y. S., Dhobe, M. M., & Sonawane, P. M. 2015. Recent development and challenges in processing of ceramics reinforced Al matrix composite through stir casting process: A Review. *International Journal of Engineering and Applied Sciences*, 2(10).
- Bauri, R. And Yadav, D. 2017. Metal Matrix Compoistes by Friction Processing. Butterworth-Heinemann, Chapter 1, United Kingdom, p.p. 1-18
- Beşergil, B. 2016. Kompozitler. Gazi Kitabevi, Ankara, 730 s.
- Cengiz, M. 2016. B₄C esaslı kompozitlerin B₄C/Me başlangıç tozlarından hareketle spark plazma sinterleme (SPS) Yöntemiyle üretilmesi ve karakterizasyonu. Doktora tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 252 s.
- Chappell, P. J. 1989. Reinforcement-matrix Interface Effects in Metal Matrix Composites. (No. MRL-TN-562). MATERIALS RESEARCH LABS ASCOT VALE (AUSTRALIA).
- Chawla, K. K. 2006. Metal matrix composites. Materials Science and Technology. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. pp. 121-184
- Chou, T. W. and Takahashi, K. 1987. Non-linear elastic behaviour of flexible fibre composites. *Composites*, 18(1): 25-34.
- Chung, D.D.L. 2017. Composites with Carbon Fibers, Nanofibers and Nanotubes. Carbon composites (second edition), Elsevier, p.p. 532-562
- Dinwoodie, J. 1987. Automotive applications for MMCs based on short staple alumina fibers. SAE Technical Paper Series, Int Con Exp. Detroit, MI, February, pp. 23-27.
- Evans, A., Marchi, C.S. and Mortensen, A. 2003. Metal Matrix Composites in Industry: An Introduction and a Survey. Springer Science & Business Media, 423 p.

- German, R.M. 2005. Powder Metallurgy and Particulate Materilas Processing. Metal Powder Industries Federation, New Jersey, 528 p.
- Goyal, K. and Marwaha, K. 2016. Processing and Properties of Aluminium Matrix Composites: A Short Review. *European Journal of Advances in Engineering and Technology*, 3(8): 54-59
- Feng C.F. and Froyen L., 1997. In-situ synthesis of and Al₂O₃ and TiB₂ particulate mixture reinforced aluminium matrix composites, *Scripta Materialia*, 36, pp. 461-413.
- Güler, C. 2012. alüminyum matrisli SiC takviyeli kompozit malzemenin mekanik özelliklerinin incelenmesi. Yüksek lisans tezi, Trakya Üniveristesi, Edirne, 78 s.
- Idris, J. and Kabir, 2001. M.A. Powder Metallurgy Development For The Production Of Metal Matrix Composite, Processing and Fabrication of Advanced Materials VIII, pp. 921-931.
- Jr Harrigan, W.C. 1991. DWA Composite specialties. Academic press, Metal Matrix Composites, California, p.p. 1-3
- Jones, R.M. 1999. Mechanism of Composite Materials. Taylor&Francis Group, CRC press, Second Edition, New York,
- Kainer, K.U. 2006. Metal Matrix Composites: Custom-made Materials for Automotive and Aerospace Engineering. Wiley-VCH, Germany, 300p.
- Kalemtaş, A. 2016. İnfiltasyon Yöntemiyle Kompozit Üretiminde Etkili Olan Temel Değişkenler. *Putech & Composites*, Nisan Mayıs Haziran: 20-26.
- Kalemtaş, A. 2014. Metal Matrisli Kompozitlere Genel Bir Bakış. *Putech & Composites*, Ekim Kasım Aralık: 18-29.
- Kandpal, B. C. Kumar, J. & Singh, H. 2018. Manufacturing and technological challenges in Stir casting of metal matrix composites–A Review. *Materials Today: Proceedings*, 5(1): 5-10.
- Kim, J.J. and McMurtry, C.H. 1985. TiB₂ powder production for engineered ceramics, *Ceramic Engineering Science Proceedings*, 6, 1313-1320.
- Kumar, U. K. A. V. 2017. Method of stir casting of Aluminum metal matrix Composites: A review. *Materials Today: Proceedings*, 4(2): 1140-1146.
- Kurtuğlu, A. 2004. Aluminum oxide and titanium diboride reinforced metal matrix composite ana its mechanical properties. M.S. Thesis, Middle East Technical University, Ankara, 100 p.
- Liu, G. Chen, K. and Li, J. 2018. Combustion synthesis: An effective tool for preparing inorganic materials. *Scripta Materialia*, 157, 167-173.
- Ma, Z.Y. Li, J.H. Luo, M. Ning, X.G. Ln, Y.X. and Bi, J. 1994. In-situ formed Al₂O₃ and TiB₂ particulates mixture-reinforced aluminum composite, *Scripta Metallurgica et Materialia*, 31, pp. 635-639.
- Ma, Z.Y. and Tjong, S.C. 1997. In Situ Ceramic Particle-Reinforced Aluminum Matrix Composites Fabricated by Reaction Pressing in the TiO₂ (Ti)-Al-B (B₂O₃) Systems, *Metallurgical and Materials Transactions*, 28A pp, 1931-1942

- Munro, R. G. 2000. Material properties of titanium diboride. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 105(5): 709-720.
- Neil, N.A and Crowe, J.T. 1995. Silicon Carbide. *American Ceramic Society Bulletin*, 74, 150-154.
- Odabaş, Ö.C. 2017. Metalotermik yöntem ile NiB master alaşımlarının üretimi. Yüksek lisans tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 73 s.
- Patil, K.C. Aruna, S.T. and Mimani, T. 2002. Combustion synthesis: an update. *Current opinion in solid state and materials science*, 6(6), 507-512.
- Pawara, P.B. Wabalea, R.M. & Utpath, A.A. 2018. A Comprehensive Study of Aluminum Based Metal Matrix Composites: Challenges and Opportunities. *Materials Today: Proceedings*, 5(11): 23937-23944.
- Riley, F. L. 2000. Silicon nitride and related materials. *Journal of the American Ceramic Society*, 83(2), 245-265.
- Sapuan, S.M. 2017. Composite materials. *Composite Materials Concurrent Engineering Approach*. Elsevier, pp. 57-93.
- Soy, U. 2011. Metal Matriks Kompozitlerin Üretim Yöntemleri. *Metal Dünyası Dergisi*, 212: 116-123.
- Spohn, M.T. 1995. Boron Carbide. *American Ceramic Society Bulletin*, 74, 113-114.
- Sundaram, V. Logan K. V. and Speyer, R. F. 1997. Aluminothermic reaction path in the synthesis of a TiB₂ –Al₂O₃ composite, *Journal of Material Science*, 12, pp. 1681-1684
- Sur, G. Gökkaya, H. ve Nas, E. 2013. Sıcak Presleme Yöntemi Kullanılarak Kompozit Malzemelerin Üretilebilirliği Üzerine Bir Değerlendirme. *Karaelmas Fen ve Mühendislik Dergisi*, 3(2):56-65.
- Surappa, M. K. 2003. Aluminium matrix composites: Challenges and opportunities. *Sadhana*, 28(1-2), p.p. 319-334
- Şenel, M.C. Gürbüz, M. ve Koç, E. 2017. Grafen takviyeli alüminyum esaslı kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu. *Pamukkale Üniversitesi Bilim Dergisi*, 23(8): 974-978
- Topcu, İ. 2018. Alüminyum Matriksli Malzemelere KNT takviyesi ile geliştirilen Metal Matriksli (MMK) Kompozitlerin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi. *Academic Platform Journal of Engineering and Science*, 6-3, 164-167.
- Topuz, A 2012. Döküm ve toz metalürjisi yöntemleriyle üretilen AA 2014-Al₄C₃ metal matrisli kompozitlerin aşınma davranışlarının incelenmesi. Yüksek lisans tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara, 113 s.
- Turan. A 2014. Yerli hammaddelerden hareketle TiB₂ esaslı ileri teknoloji seramiklerin üretilmesi. Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 192 s
- Upadhyaya, G.S. 1998. Cemented Tungsten Carbides: production, properties and testing. William Andrew, 420 p.

- Weimer, A.W. 1997. Thermochemistry and kinetics, in Carbide, nitride and boride materials synthesis and processing, Chapman & Hall, London, pp. 79-114
- Vasiliev, V.V. and Morozov, E.V. 2018. Advanced Mechanics of Composite Materials and Structures. Elsevier, Fourt edition, p.p. xvii-xxv
- Varma, A., Rogachev, A., S, Mukasyan, A.S. and Hwang, S. 1998. Combustion synthesis of advanced materials: principles and applications. *In advances in chemical engineering* Academic Press (Vol. 24, p.p. 79-226
- Yeh, C.L. 2016. Combustion Synthesis: Principles and Applications. Reference Module in Materials Science and Materials Engineering. Elsevier, pp. 1-8.
- Yılmaz, H.S. 2004. Characterization Of Silicon Carbide Particulate Reinforced Squeeze Cast Aluminum 7075 Matrix Composite. M.S Thesis, Middle East Technical University, Ankara, 99 p.

ÖZGEÇMİŞ

SERTAÇ FERAT POLAT

sertaferatpolat@gmail.com



ÖĞRENİM BİLGİLERİ

Yüksek Lisans 2015-2019	Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Antalya
Lisans 2010-2015	Akdeniz Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Antalya