

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAGNEZYUM ALÜMİNAT ESASLI SERAMİK-METAL
KOMPOZİT ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

NURDAN ÇAPOĞLU
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GEBZE
2018

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MAGNEZYUM ALÜMİNAT ESASLI
SERAMİK-METAL KOMPOZİT ÜRETİMİ
VE KARAKTERİZASYONU

NURDAN ÇAPOĞLU
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMANI
DOÇ. DR. MEHMET TARAKÇI

GEBZE
2018

T.R.
GEBZE TECHNICAL UNIVERSITY
GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

**PRODUCTION AND CHARACTERIZATION
OF MAGNESIUM ALUMINATE BASED
CERAMIC-METAL COMPOSITE**

NURDAN APOĐLU
A THESIS SUBMITTED FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE
DEPARTMENT OF MATERIAL SCIENCE AND ENGINEERING

THESIS SUPERVISOR
ASSOC. PROF. DR. MEHMET TARAKI

GEBZE
2018

GTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 27 / 06 / 2018 tarih ve 2018 / 33 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 19 / 07 / 2018 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Nurdan ÇAPOĞLU'nun tez çalışması Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI) : Doç. Dr. Mehmet TARAKÇI

M. Tarakçı

ÜYE

: Doç. Dr. Yücel GENÇER

Y. Genç

ÜYE

: Prof. Dr. Sakin ZEYTİN

S. Zeytin

ONAY

Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun

...../...../..... tarih ve/..... sayılı kararı.

ÖZET

Bu tez çalışmasına, takviye malzemesi olarak belirlenen magnezyum alüminat spinel seramik malzemenin geleneksel seramik üretim tekniği ile tozunun üretilmesi ile başlandı. Daha sonra matris malzeme seçimi için çeşitli metal malzemeler ile bu seramik malzeme arasındaki ıslatma özelliğinin incelenmesi açısından ıslatma denemeleri yapıldı. Bu denemeler sonucunda uygun ıslatma kabiliyetinin $Mg_{33}Al_{67}$ alaşımında olduğu tespit edildi. Bu denemelerin ardından kompozit toz üretimine geçildi. Tozlar, alaşım miktarı %5, %10, %15, %25, %32,5, %40 ve %60 oranlarında olacak şekilde yüksek enerjili değirmende 300 rpm’de 2 saat karıştırılarak hazırlandı. Kompozit üretimi için kurulan entegre sıcak pres sisteminde 490°C ve 730°C çalışma sıcaklıklarında ve 0,6 MPa yük altında kompozit numuneleri üretilmiştir. Üretilen numunelerin, X-ışını kırınımı ile faz analizleri, Arşimet prensibi ile yoğunluk ölçümleri, Taramalı Elektron Mikroskobu ve optik mikroskop ile mikroyapı analizleri ve mikrosertlik cihazı ile sertlik ölçümleri yapılmıştır.

Yapılan faz analizleri sonucunda numunelerde genel olarak aynı fazların olduğu gözlenmiştir. Mikroyapı analizlerine bakıldığında, numunelerdeki alaşım miktarındaki artış matriste belirgin olarak tespit edilebilmektedir. Bu artış ile beraber matris malzemesi homojen bir dağılım ve bir süreklilik göstermektedir. Yoğunluk ve sertlik değerleri genel olarak alaşım miktarındaki artışla beraber artmaktadır. Alaşım miktarı arttıkça seramik parçacıklarının arasına giren sıvı metal miktarı artmakta ve bununla beraber yoğunluk artmaktadır. Üretim esnasında %40 ve %60 alaşım miktarına sahip numunelerde metal kaybı yaşandığı için yoğunlukta bir düşme söz konusu olmuştur.

Anahtar Kelimeler: Al-Mg Alaşım, Magnezyum Alüminat Spinel, Metal Matrisli Seramik Kompozit.

SUMMARY

To this study, it was started by producing the magnesium aluminate spinel (MgAl_2O_4) material powder which is determined to be the reinforcing material for the composite body by the traditional ceramic manufacturing technique. Following that in order to make a decision for choosing the matrix material for the composite the wetting experiments were carried out for investigating the wetting behaviour between various metals and this reinforcing ceramic material. At the end of these experiments, it was determined that the suitable wetting capability was obtained with the alloy having an alloy formulation of $\text{Mg}_{33}\text{Al}_{67}$. After these experiments the production of composite powder was initiated. Powders with having an alloying contents of 5%, 10%, 15%, 25%, 32,5%, 40% and 60% were prepared by mixing in a high energy mill for 2 hours with a rotating speed of 300 rpm. The composite specimens were obtained by using integrated hot press system which is especially designed for the composite production at working temperatures and pressure of 490°C and 730°C and 0.6 MPa, respectively. The phase analysis and density measurements of the prepared specimens were carried out by x-ray diffraction method and Archimedeian principle, respectively. The microstructures of composite specimens were investigated by employing both optical and scanning electron microscopy techniques. The hardness of specimens was determined by microhardness tester. At the end of phase's analysis study it was observed that generally the same phases developed in the microstructures of specimens. When the microstructure results were analysed it was possible to be able to clearly determine the increase in alloying contents in the matrix of specimens. Together with this increase, the matrix material shows homogeneous distribution and continuity in the microstructure. The density and hardness values generally increase with the increase in alloying contents. As alloying content increases the quantity of liquid metal that penetrates through ceramic particles also increases and as a result of this density improves too. During the preparation of specimens that would have an alloying content of either 40% or 60% obvious decrease in density came into question due to experiencing the metal loss.

Keywords: Al-Mg Alloy, Mg-Aluminate Spinel, Metal Matrix Ceramic Composite.

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimimde ve akademik hayatımda benden desteğini, bilgilerini, tecrübelerini ve yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen ve her zaman yol gösteren değerli danışmanım Doç. Dr. Mehmet TARAKÇI'ya,

Çalışmama katkıda bulunan saygıdeğer hocalarım Doç. Dr. Yücel GENÇER ve Prof. Dr. Ahmet ÇAPOĞLU'na,

Bütün çalışmalarım boyunca bana yardımcı olan araştırma görevlisi Yunus AZAKLI, Sezgin CENGİZ ve öğretim görevlisi Kerem Özgür GÜNDÜZ'e, laboratuvar arkadaşlarım Bilal GAYRETLİ, Tuba YILDIZ, Kadir KOÇAK ve ismini sayamadığım diğer çalışma arkadaşlarıma,

Laboratuvar çalışmalarımda yardım ettikleri için bölümümüz teknikeri Adem ŞEN ve Uzman Ahmet NAZIM'a,

Bugünlere gelmemi sağlayan, her zaman yanımda olan ve tüm bu çalışmalarım sırasında hiçbir zaman benden desteklerini esirgemeyen değerli aileme en içten teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	v
SUMMARY	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ	xiv
TABLOLAR DİZİNİ	xvi
1. GİRİŞ	1
1.1. Tezin Amacı, Katkısı ve İçeriği	1
2. TEORİK BİLGİ	2
2.1. Metal Matrisli Kompozitler	3
2.1.1. MMK Malzemelerde Kullanılan Matris Malzemeleri	5
2.1.1.1. Alüminyum ve Alaşımları	5
2.1.1.2. Magnezyum ve Alaşımları	5
2.1.1.3. Titanyum ve Alaşımları	6
2.1.2. MMK Malzemelerde Kullanılan Takviye Malzemeleri	7
2.1.2.1. Alüminyum Oksit	7
2.1.2.2. Titanyum Karbür	8
2.1.2.3. Silisyum Karbür	8
2.2. MMK Malzemelerin Üretim Yöntemleri	8
2.2.1. Katı Faz Üretim Teknikleri	10
2.2.1.1. Toz Metalurjisi Yöntemi	10
2.2.1.2. Difüzyon Bağı Yöntemi	13
2.2.2. Sıvı Faz Üretim Teknikleri	14
2.2.2.1. Sıvı Metal İnfiltrasyon Yöntemi	14
2.2.2.2. Sıkıştırma Döküm Yöntemi	15
2.3. Metal-Seramik ile İlgili Yapılan Çalışmalar	15
2.4. Magnezyum Alüminat Spinel	18
2.5. Spinel ile İlgili Yapılan Çalışmalar	21

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	25
3.1. Seramik Toz Üretimi	25
3.1.1. Hammaddelerin Öğütülmesi	25
3.1.2. Toz Boyutunun Ölçülmesi	26
3.1.3. Granül Hazırlama	26
3.1.4. Granül Ön Sinterleme Denemesi	27
3.1.5. Granül Karakterizasyonu	27
3.2. Seramik Malzemenin Karakteristik Özelliklerinin Belirlenmesi	28
3.2.1. Seramik Malzemenin Yoğunluk ve Sertliğinin Belirlenmesi	28
3.2.2. Seramik Malzemenin Mikroyapı İncelemesi	29
3.2.3. Seramik Malzemenin Isıl Genleşme Katsayısının Ölçümü	30
3.2.4. Islatma Davranışı İçin Pelet Üretimi	30
3.3. Islatma Denemesi	31
3.3.1. Islatma Denemeleri İçin Metal Toz Üretimi	31
3.3.2. Islatma Denemesi	31
3.3.3. Islatma Numunelerinin İncelenmesi	32
3.3.4. $Mg_{33}Al_{67}$ Alaşımının Üretimi ve Karakterizasyonu	33
3.4. Kompozit Üretimi	34
3.4.1. Toz Üretimi	35
3.4.2. Kompozit Toz Üretimi	35
3.4.3. Kompozit Malzeme Üretimi	36
3.4.4. Üretilen Kompozitin Karakterizasyonu	38
3.4.4.1. XRD Analizi	38
3.4.4.2. Yoğunluk Hesaplama	38
3.4.4.3. Sertlik Ölçümü	39
3.4.4.4. Numunelerin Kesitten İncelenmesi	39
4. SONUÇLAR	41
4.1. Seramik Malzemeye Ait Sonuçlar	41
4.1.1. Tane Boyutu Dağılımı	41
4.1.2. XRD Analizi	42
4.1.3. Yoğunluk ve Sertlik Ölçümü	42
4.1.4. Mikroyapı İncelemesi	43
4.1.5. Isıl Genleşme Katsayısı Ölçümü	44

4.2. Metal Malzemeye Ait Sonular	45
4.2.1. XRD Analizi	45
4.2.2. Yoęunluk ve Sertlik lümü	46
4.2.3. Isıl Genleşme Katsayısı lümü	46
4.3. Islatma Testi Sonuları	47
4.4. Kompozit Malzemeye Ait Sonular	51
4.4.1. Kompozit Tozuna Ait Sonular	51
4.4.1.1. XRD Analizi	51
4.4.1.2. SEM Grüntüleri	52
4.4.2. Kompozit Numunelerine Ait Sonular	53
4.4.2.1. XRD Analizi	53
4.4.2.2. Yoęunluk lümü	54
4.4.2.3. OM ile Mikroyapı İncelemesi	56
4.4.2.4. SEM ile Mikroyapı İncelemesi	69
4.4.2.5. SEM-EDS Analizleri	76
4.4.2.6. Sertlik lümü	84
5. YORUM	86
KAYNAKLAR	88
ÖZGEÇMİŞ	93

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler ve</u>	<u>Açıklamalar</u>
<u>Kısaltmalar</u>	
μm	: Mikrometre
$^{\circ}$	: Derece
β	: Beta
$^{\circ}\text{C}$	: Santigrat derece
% ağı	: Ağırlık yüzdesi
$\rho_{\text{sıvı}}$	: Sıvı yoğunluğu
Al	: Alüminyum
Al_2O_3	: Alüminyum oksit
B_4C	: Bor Karbür
BSE	: Geri yansımali elektron
C	: Karbon
Ca	: Kalsiyum
CaCO_3	: Kalsiyum karbonat
cm^3	: Santimetreküp
Co	: Kobalt
Cr	: Krom
Cu	: Bakır
d	: Kütlesel yoğunluk
dev/dk	: Devir/Dakika
dk	: Dakika
EDS	: Enerji ayırmalı x-ışınları analizi
FA	: Uçucu kül
Fe	: Demir
FSP	: Sürtünme karıştırma işlemi
g	: Gram
gf	: Gram kuvvet
GPa	: Gigapascal
H_3BO_3	: Borik asit
HB	: Brinell sertliği

HIP	: Sıcak izostatik pres
HP	: Sıcak pres
HV	: Vickers sertliği
Knoop	: Knoop sertliği
kV	: Kilovolt
mA	: Miliamper
Mg	: Magnezyum
MgAl ₂ O ₄	: Magnezyum alüminat spinel
MgO	: Magnezyum oksit
ml	: Mililitre
mm	: Milimetre
MMK	: Metal matrisli kompozit
Mn	: Mangan
Mo	: Molibden
MPa	: Megapascal
N	: Azot ya da nitrojen
Ni	: Nikel
O	: Oksijen
OM	: Optik mikroskop
Pb	: Kurşun
PMK	: Polimer matrisli kompozit
Si	: Silisyum
SiC	: Silisyum karbür
SiO ₂	: Silisyum dioksit
Sn	: Kalay
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
Ti	: Titanyum
TiC	: Titanyum karbür
TiO ₂	: Titanyum dioksit
TM	: Toz metalurjisi
V	: Vanadyum
Zn	: Çinko
W	: Tungsten

W	: Watt
W_A	: Doymuş numunenin sıvı içindeki asılı ağırlığı
W_D	: Numunenin doymuş ağırlığı
W_K	: Numunenin kuru ağırlığı
XRD	: X-ışını kırınım yöntemi

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Sekil No:</u>	<u>Sayfa</u>
2.1: MgO-Al ₂ O ₃ faz diyagramı.	20
4.1: Seramik sıvı çamuruna ait tane boyutu dağılım grafiği.	41
4.2: Farklı sıcaklıklarda 6 saat sinterlenmiş spinel numunelerine ait XRD kırınım indis desenleri.	42
4.3: 1375°C’de 6 saat sinterlenmiş spinel numunesine ait SEM görüntüleri a) 500X, b) 2000X ve c) 5000X büyütme.	43
4.4: 1375°C’de 6 saat sinterlenmiş spinel seramik numuneye ait ısıl genleşme-sıcaklık grafiği.	44
4.5: Mg ₃₃ Al ₆₇ alaşımına ait XRD grafiği.	45
4.6: Mg ₃₃ Al ₆₇ alaşımına ait ısıl genleşme-sıcaklık grafiği.	46
4.7: Metal ile seramik malzemenin ıslatma özelliğini gösteren farklı denemelerin 5X büyütmedeki OM ve 1000X büyütmedeki SEM görüntüleri a) A denemesi, b) B denemesi, c) C denemesi, d) D denemesi, e) E denemesi ve f) F denemesi.	49
4.8: Ağırlıkça %60 oranında alaşım içeren kompozit tozuna ait XRD grafiği.	51
4.9: Ağırlıkça %60 oranında alaşım içeren kompozit tozuna ait SEM görüntüleri a) 250X, b) 1000X ve c) 5000X.	52
4.10: 730°C’de üretilen farklı bileşimlere sahip kompozit numunelerine ait XRD deseni 1) KN-1.3, 2) KN-1.4, 3) KN-1.5, 4) KN-1.6 ve 5) KN-1.7.	53
4.11: 490°C’de üretilen farklı bileşimlere sahip kompozit numunelerine ait XRD deseni 1) KN-2.4, 2) KN-2.5, 3) KN-2.6 ve 4) KN-2.7.	54
4.12: KN-1.3 numunesine ait farklı büyütmelerde alınan OM görüntüleri a) 10X ve b) 50X.	58
4.13: KN-1.4 numunesine ait farklı büyütmelerde alınan OM görüntüleri a) 10X ve b) 50X.	59
4.14: KN-1.5 numunesine ait farklı büyütmelerde alınan OM görüntüleri a) 10X ve b) 50X.	60
4.15: KN-1.6 numunesine ait farklı büyütmelerde alınan OM görüntüleri a)	

10X ve b) 50X.	61
4.16: KN-1.7 numunesine ait farklı büyötmelerde alınan OM göröntüleri a) 10X ve b) 50X.	62
4.17: KN-2.4 numunesine ait farklı büyötmelerde alınan OM göröntüleri a) 10X ve b) 50X.	65
4.18: KN-2.5 numunesine ait farklı büyötmelerde alınan OM göröntüleri a) 10X ve b) 50X.	66
4.19: KN-2.6 numunesine ait farklı büyötmelerde alınan OM göröntüleri a) 10X ve b) 50X.	67
4.20: KN-2.7 numunesine ait farklı büyötmelerde alınan OM göröntüleri a) 10X ve b) 50X.	68
4.21: KN-1.3 numunesine ait SEM göröntüsü.	70
4.22: KN-1.4 numunesine ait SEM göröntüsü.	71
4.23: KN-1.5 numunesine ait SEM göröntüsü.	71
4.24: KN-1.6 numunesine ait SEM göröntüsü.	72
4.25: KN-1.7 numunesine ait SEM göröntüsü.	72
4.26: KN-2.4 numunesine ait SEM göröntüsü.	74
4.27: KN-2.5 numunesine ait SEM göröntüsü.	74
4.28: KN-2.6 numunesine ait SEM göröntüsü.	75
4.29: KN-2.7 numunesine ait SEM göröntüsü.	75
4.30: KN-1.7 numunesine ait haritalama EDS göröntüsü.	76
4.31: KN-1.7 numunesine ait çizgi EDS sonucu.	79
4.32: KN-2.7 numunesine ait haritalama EDS göröntüsü.	80
4.33: KN-2.7 numunesine ait çizgi EDS sonucu.	83
4.34: 730°C’de üretilen kompozit numunelerin sertliklerinin içerdikleri alaşım tozu miktarına bağı değışimi.	84
4.35: 490°C’de üretilen kompozit numunelerin sertliklerinin içerdikleri alaşım tozu miktarına bağı değışimi.	85

TABLÖLAR DİZİNİ

<u>Tablo No:</u>	<u>Sayfa</u>
3.1: Metal ile seramik malzeme arasındaki ısılatma özelliğini belirlemek için yapılan denemelerin şartları.	32
3.2: Kompozit malzeme üretim şartları.	37
3.3: Kompozit malzeme üretim şartları.	37
4.1: 1375°C’de 6 saat sinterlenmiş seramik numuneye ait ağırlık ölçümü, yoğunluk ve sertlik değerleri.	43
4.2: Mg ₃₃ Al ₆₇ alaşımına ait ağırlık ölçümü, yoğunluk ve sertlik değerleri.	46
4.3: 730°C’de üretilen kompozit numunelerine ait yoğunluk değerleri.	55
4.4: 490°C’de üretilen kompozit numunelerine ait yoğunluk değerleri.	56
4.5: KN-1.7 numunesinin metal ve seramik bölgelerine ait alan EDS analiz sonuçları.	77
4.6: KN-2.7 numunesinin metal ve seramik bölgelerine ait alan EDS analiz sonuçları.	81

1. GİRİŞ

Modern teknolojide, daha hafif aynı zamanda da daha dayanıklı malzemelere olan ihtiyaç gün geçtikçe artmaktadır. Bu yüzden, mühendisler özellikle kompozit malzemeler üzerine çalışmalarını yoğunlaştırmıştır. Kompozit malzemeler ile çok çeşitli ürünler elde edilebilmektedir. Tek bir malzeme türünde istenen bütün özelliklerin bir arada olması mümkün olmamaktadır. Bu durum kompozit malzemeler ile aşılabilmektedir. Günümüzde, kompozit malzemeler ile bir malzemedeki istenen farklı özellikler bir araya getirilerek çok farklı malzemeler üretilmektedir. Otomotiv ve uçak endüstrisinde kompozit malzemeler çokça kullanılmaktadır. Hafiflik sağlanarak yakıt tüketiminde azalma sağlanırken, mukavemet değeri artırılarak aşınmaya ve darbelere karşı daha dayanıklı araçları üretmek mümkün olmuştur. Kompozit malzemeler çok geniş bir kullanım alanına sahiptir. Spor malzemelerinde, tekstil sanayinde, tıp sektöründe ve elektrik alanında çok fazla kullanımları mevcuttur.

1.1. Tezin Amacı, Katkısı ve İçeriği

Literatürde pek çok metal matrisli seramik takviyeli kompozit çalışmaları yapılmıştır. Ama takviye malzemesi olarak spinel esaslı seramik kullanımına az rastlanılmıştır. Bu tez çalışması ile, literatürdeki mevcut eksiklik giderilmeye çalışıldı.

Takviye malzemesi olarak spinel esaslı malzeme, matris malzemesi olarak da farklı oranlarda Al-Mg alaşımı kullanılarak kompozit malzeme üretilerek mekanik özelliklerinin incelenmesi amaçlanmıştır. Literatürde yapılan çalışmalarda, spinel seramik malzeme daha çok başka seramik malzemeler ile kullanılarak kompozitler üretilmiştir. Spinel esaslı seramik malzeme kullanılarak Al ve alüminyum alaşımlı metalik malzeme ile olan kompozitler az da olsa çalışılmıştır.

Bu tezde, metal matrisli kompozitler ile ilgili genel bilgi verildikten sonra yapılan deneysel çalışmalar anlatılmıştır. Sonrasında deney esnasında yapılan testlere ve analizlere ait sonuçlar verilip bu sonuçlar yorumlanmıştır.

2. TEORİK BİLGİ

Birbirinden farklı en az iki malzemenin birbiri içerisinde çözünmeyecek şekilde birleştirilmesiyle elde edilen yeni malzemelere, kompozit malzemeler denir. Kompozit malzemelerde amaç, tek başına iken bileşenlerde yetersiz olan hafiflik, dayanım, esneklik gibi bazı özelliklerin geliştirilmesi ve bir araya getirilmesidir [1]. Ancak bazı özelliklerde iyileşme sağlanırken, bazılarının da kötüleşeceği her zaman göz önünde bulundurulmalıdır. İleri teknoloji uygulamalarında özel ve sıra dışı özelliklere her zaman ihtiyaç duyulmaktadır. Bu uygulamalar özellikle havacılık, sualtı, biyomühendislik ve taşımacılık endüstrilerinin ihtiyaçlarıdır. Mesela, uçak mühendisliğinde artan bir şekilde, düşük yoğunluğa sahip, yüksek mukavemeti olan, rijit, aşınmaya ve darbeye karşı dayanıklı ve aynı zamanda korozyona uğramayacak yapısal malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır. Bu özellikler, genellikle bir araya gelemeyecek malzeme özellik kombinasyonlarıdır. Tek bileşenli malzemelerde dayanımı yüksek olanların yoğunluğu nispeten daha yüksek iken, artan dayanım ya da rijitlikle genellikle tokluk düşer. Malzeme-özellik kombinasyonu ve aralıkları, kompozit malzemelerdeki gelişmeye bağlı olarak genişlemiş ve hala da genişlemeye devam etmektedir [2].

Kompozit malzemeler genelde iki bileşenden oluşur. Bu bileşenler, matris fazı ve takviye fazıdır. Matris fazı, genellikle takviye fazı olarak adlandırılan diğer fazı sarar ve sürekliliğini sağlar. Takviye fazı da matrisin dayanımını ve rijitliğini artırır. Kompozit malzemelerin sınıflandırılması genel olarak şu şekildedir [3]:

i. Matris malzemesine göre kompozit malzemeler

- Metal matris kompozitler
- Seramik matris kompozitler
- Polimer matris kompozitler

ii. Takviye malzemesine göre kompozit malzemeler

- Elyaf takviyeli kompozitler
- Parçacık takviyeli kompozitler
- Tabakalı kompozitler

2.1. Metal Matrisli Kompozitler

Metal matrisli kompozitler (MMK), matrisi sünek metal olan kompozitlerdir. Bu tür kompozit malzemeler, takviyesiz olan metallere göre daha yüksek ortam sıcaklıklarında kullanılabilir. Takviye işlemi ayrıca ısı iletkenliği, özgül dayanımı, özgül rijitliği, boyutsal kararlılığı, aşınma dayanımını ve sürünme direncini de arttırabilir. Metal matrisli kompozitlerde, metal matris yüksek tokluk ve dayanım sağlar. Aynı zamanda MMK'lerin yüksek sıcaklık özellikleri ve ısı kararlılıkları diğer kompozitlerden çok daha iyidir. Birçok ortamda korozyon dayanımları yüksektir. Biçimlendirilebilir özellikleri iyi olup kaynak ya da diğer yöntemlerle kolaylıkla birleştirilebilir olmaları onları diğer kompozitlerden üstün kılmaktadır [4]. Ancak metal matrisli kompozitler, yaygın olarak kullanılan polimer matrisli kompozitlere (PMK) göre daha pahalıdır ve bu nedenle kullanımları sınırlıdır [2].

Genel olarak MMK'lerin üretimi, birleştirme veya sentezleme ve şekillendirme olmak üzere iki adımdan oluşur. Metal matrisli kompozitler için pek çok birleştirme yöntemi vardır. Bunların bir kısmı oldukça karmaşık iken diğer bir kısmı da oldukça kolaydır. Örneğin, süreksiz elyafı MMK'ler standart metal şekillendirme yöntemleriyle (ekstrüzyon, dövme ve haddeleme gibi) şekillendirmeye uygundur [2].

MMK'ler son zamanlarda otomotiv üreticileri tarafından ürünlerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Örneğin, bazı motor parçaları, karbon elyaf ya da alümina ile mukavemeti artırılmış alüminyum alaşımlı MMK olarak üretilmektedir. Bu MMK parçalar hafif olduğu kadar aşınma ve ısı çarpılmaya da dayanıklıdır. Metal matrisli kompozitler, daha yüksek dönme hızı ve azaltılmış titreşim gürültüsü sağladığından kardan milinde, ekstrüzyondan çekilmiş denge çubuğunda, dövülmüş süspansiyon ve aktarma organlarında da kullanılmaktadır [2].

MMK'ler havacılık sektöründe de çokça tercih edilmektedir. Geliştirilmiş alüminyum alaşımı metal matrisli kompozitlere ait yapısal uygulama örnekleri arasında bor elyafın kullanıldığı uzay mekiği uyduları ve sürekli grafit elyafın kullanıldığı Hubble Uzay Teleskobu yer almaktadır [2].

Bazı Ni- ve Co- bazlı süper alaşımların, tungsten gibi refrakter metal elyafının takviye olarak kullanılmasıyla yüksek sıcaklıktaki sürünme ve kopma özellikleri artırılabilir. Bunun sonucunda yüksek sıcaklıkta çok iyi oksidasyon direnci ve darbe

dayanımı da elde edilebilir. Bu kompozitlerin kullanılmasıyla birlikte daha yüksek çalışma sıcaklığı ve daha iyi verime sahip türbin motorları tasarlanabilmektedir [2].

Günümüzde mevcut olan şartlarla üretilebilen metal matrisli kompozit malzemeler üç gruba ayrılmaktadır [5]. Bunlar:

i. Partikül Takviyeli MMK Malzemeler: Bağlayıcı matris içerisine, elastiklik modülün ve belli oranda da mukavemetin artması amacıyla partikül şeklindeki takviye malzemelerinin ilavesi ile oluşturulan MMK malzemelerdir.

Partikül takviyeli MMK malzemeler düşük maliyetlerinin yanında rijitlikte dikkat çekici bir gelişme sağlamakta ve neredeyse tamamen izotropik özellik gösterirler. Fakat mukavemetteki gelişme sınırlıdır. Ayrıca bu kompozitlerin zayıf yönleri, kopmadaki şekil değişiminin ve kırılma tokluğunun düşük olmasıdır.

ii. Whisker veya Kısa Fiber Takviyeli MMK Malzemeler: Bu tür kompozitler, partikül takviyeli metal matrisli kompozitlere göre daha yüksek mukavemet ve yük iletimi yeteneğine sahiptirler. Ancak partikül esaslı MMK'lere oranla daha pahalıdır.

iii. Sürekli Fiber Takviyeli MMK Malzemeler: Fiberin yüksek performanslı tüm özelliklerini taşıyan MMK malzemelerdir. Bu tür kompozit malzemeler elastiklik modül ve mukavemetin en iyi kombinasyonunu vermelerine karşın anizotropiklerdir. Asıl dezavantajları ise kullanılan fiberlerin ve kompozit üretim maliyetlerinin oldukça yüksek olmasından kaynaklanmaktadır.

Dolayısıyla belirtilen kompozit sistemlerinin her birinin kendine özgü avantajları ve dezavantajları söz konusudur.

Belli bir uygulama alanında kullanılmak üzere en uygun kompoziti elde edebilmek için metal matrisli kompozitin bileşenleri hakkında eksiksiz ve detaylı bilgiye sahip olmak gerekmektedir. Örneğin, bazı matris-takviye kombinasyonlarının yüksek sıcaklıkta reaksiyona girme eğilimi oldukça yüksektir. Bu durumda kompozit, ya üretimi sırasında oluşan yüksek sıcaklığın, ya da kullanımı sırasında yüksek sıcaklığın etkisiyle özelliklerini yitirebilir. Bu sorun genellikle, takviye eleman yüzeyinin koruyucu bir kaplama ile kaplanması ya da matris malzemesinin değiştirilmesi ile çözülür [2].

2.1.1. MMK Malzemelerde Kullanılan Matris Malzemeleri

Metal matrisli kompozit malzemeler için matris malzemesi olarak genellikle hafif metaller tercih edilir [6]. Genellikle matris malzemesi olarak Al, Mg, Ti, Cu, Ni ve Zn metalleri ve bunların alaşımları kullanılmaktadır. Metal matrisli kompozitlerde Al, Ti ve Mg alaşımlarının kullanımı çok yaygındır. Bu alaşımların tercih edilmelerinin en önemli nedenleri arasında sahip oldukları düşük yoğunluk ve ergime sıcaklıkları vardır. Aynı zamanda bu metal malzemeler birçok seramik takviye malzemelerini kolay ıslatabilmektedirler [5]. Matris malzemesi olarak, düşük yoğunluk ve ergime sıcaklığına sahip olan alüminyum ve alaşımları ilk sırayı almaktadır. Bunun dışında kullanım alanlarına göre; yüksek aşınma dayanımı ve düşük sürtünme için Al-Si alaşımları, düşük yoğunluk ve yüksek termal iletkenlik için Al-Mg ve Al-Cu alaşımları matris malzemesi olarak kullanılabilir. Matris malzemesi olarak alüminyum ve alaşımlarının dışında en çok titanyum ve magnezyum alaşımları, elektronik sistemlerde de genellikle bakır alaşımları kullanılmaktadır [6].

2.1.1.1. Alüminyum ve Alaşımları

Metal malzeme sınıfı içinde Al ve alaşımları, hem saf metal olarak hem de alaşım olarak en yaygın kullanılan malzeme gruplarından birisidir. Saf Al metalinin oksijene ilgisi çok yüksektir ve bu yüzden döküm kabiliyeti de kötüdür. Aynı zamanda saf Al metali düşük mekanik özelliklere sahiptir. Alüminyumun bu dezavantajları alaşımlama yapılarak ortadan kaldırılabilir. Alüminyum alaşımlarının yaygın olarak kullanılmasının nedenlerini şu şekilde sıralayabiliriz: 1) Dayanım/spesifik ağırlık oranının yüksek olması, 2) Elektrik iletkenliği/spesifik ağırlık oranının yüksek olması, 3) Atmosfere ve diğer ortamlara karşı korozyon direncinin iyi olması, 4) Plastik deformasyon kabiliyetinin iyi olmasıdır [5].

2.1.1.2. Magnezyum ve Alaşımları

Birçok endüstriyel uygulamalarda, hafif mühendislik malzemelerinin kullanımı gün geçtikçe artmaktadır. Yapısal uygulamalarda kullanılan en hafif metal

magnezyum metalidir ve sahip olduđu yoğunluk değeri $1,74 \text{ g/cm}^3$ 'tür. Magnezyum 650°C gibi düşük bir ergime sıcaklığına ve iyi kaynak kabiliyetine sahiptir. Aynı zamanda magnezyum metali yaygın olarak da bulunabilmektedir.

Magnezyum metali alüminyum metalinin sahip olduđu mukavemet değeri kadar yüksek bir mukavemete sahip değildir. Fakat magnezyuma alaşımlama yapıldığında mekanik özellikleri iyileşmektedir. Magnezyum alaşımları sahip oldukları yüksek özgül dayanımları, iyi dökülebilirlik özellikleri ve sahip oldukları yüksek sönümleme kapasiteleri sebebiyle uzay araçlarında, yüksek hızlı makine ve nakliye araçlarında kullanılırlar.

Ancak magnezyum alaşımları; oksijene karşı ilgisinin fazla olması, düşük elastik modüle ve yorulma direncine sahip olması ve yüksek sıcaklıkta sürünme dayanımlarının düşük olması gibi dezavantajlara sahip oldukları için daha az tercih edilirler.

Aşınma direnci düşük olan Mg ve Al gibi metalik alaşımlara, sert partikül takviyesi yapılarak ya da grafit gibi yağlayıcı partiküller eklenerek aşınma dirençleri yüksek metal matrisli kompozit malzemeler üretilebilir [5].

2.1.1.3. Titanyum ve Alaşımları

Metal matrisli kompozit malzemelerde matris elemanı olarak kullanılan bir diğer yaygın malzemede titanyum ve alaşımlarıdır. Titanyum metali, alüminyumdan daha rijit ve dayanıklı bir malzemedir. Özellikle çok iyi mukavemet/özgül ağırlık oranına sahip olması sebebiyle uçak ve uzay sanayinde kullanılmaktadır. Titanyumun ısı genleşme katsayısı oldukça düşüktür. Bu özelliğinden dolayı Ti alaşımları özellikle yüksek sıcaklık uygulamalarında oldukça iyi performans gösterirler. Aynı zamanda, titanyumun korozyona karşı dayanımı çok iyidir. Yüzeyinde ince bir TiO_2 tabakası oluşturarak, çok iyi korozyon direnci sağlar. Titanyum malzemesinin en büyük dezavantajı pahalı olmasıdır.

Titanyum alaşımları MMK'lerde matris olarak kullanıldığında, takviye elemanı ile iyi bir yapışma sağlamaktadır ve bu durumda ara yüzey mukavemetini artırıcı rol oynamaktadır. MMK malzemelerde en yaygın kullanılan titanyum alaşımları; Ti-6Al-4V, Ti-17Mo ve Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al alaşımlarıdır [5].

2.1.2. MMK Malzemelerde Kullanılan Takviye Malzemeleri

Kullanılacağı yere göre, genel olarak metal matrisli kompozitlerdeki takviye elemanından beklenen temel özellikler; yüksek elastik modül değeri ve dayanım, düşük yoğunluk, matris ile kimyasal uyumluluk, üretim kolaylığı ve yüksek sıcaklıkta dayanımını muhafaza etmesidir. Aynı zamanda ekonomik olması da beklenen temel özellikler arasındadır. Metal matrisli kompozitlerde yaygın olarak kullanılan takviye malzemeleri Al_2O_3 , SiC, TiC, bor ve karbondur [7]. Takviye elemanları; parçacık, sürekli ve süreksiz elyaf ve whisker şeklinde olup, hacimce oranları genellikle %10-60 arasındadır. Sürekli elyaf malzemesi olarak karbon, SiC, bor, Al_2O_3 ve refrakter metaller kullanılabilir. Diğer taraftan, başlıca süreksiz takviye malzemesi olarak, SiC whiskerler, kırılmış Al_2O_3 ve karbon elyafı, SiC ve Al_2O_3 parçacıkları sayılabilir [2].

Mukavemetin yüksek olması gerektiği uygulamalarda, genellikle kısa fiberli ya da whisker katkılı kompozitler kullanılır. Rijitlik ve mukavemet açısından en iyi kombinasyonu, anizotropik özelliklere ve yüksek maliyete sahip olan sürekli fiber katkılı metal matrisli kompozitler verir [6].

2.1.2.1. Alüminyum Oksit

Ergime sıcaklığı $2072^{\circ}C$ olan alümina düşük sıcaklıklarda kimyasal maddelere ve mekanik darbelerle karşı en dayanıklı malzemelerden birisidir. Alümina iyi kalsine edildiğinde asitlerde ve bazlarda çözünmez. $1700-1800^{\circ}C$ gibi yüksek sıcaklıklarda, alümina flor gazı haricindeki bütün gazlara karşı dirençlidir. Aynı zamanda alümina, oksitleyici ve redükleyici atmosferlerde $1900^{\circ}C$ 'ye kadar kullanıma elverişlidir [8,9].

Yüksek dayanıma ve düşük yoğunluğa sahip malzemeler elde etmek metal matrisli kompozitlerde gözetilen temel amaçlardandır. Bu amaca, kompozit yapısının içine katılan seramik takviye elemanları ile ulaşılır. Alüminanın sahip olduğu yüksek elastik modül değeri ve rijitlik aynı zamanda da yüksek sıcaklık dayanımı onun takviye elemanı olarak kullanılmasının en önemli nedenlerindendir. Metal matrisli kompozitlerde, takviye elemanı olarak alüminanın yaygın olarak kullanıldığı matris elemanları alüminyum ve alaşımlarıdır [5].

2.1.2.2. Titanyum Karbür

Kompozit malzemelerde takviye elemanı olarak kullanılan bir diğer malzeme olan TiC, yüksek sıcaklıklarda yüksek elastik modül değeri, yüksek mukavemet ve iyi sürünme dayanımı gibi mekanik özelliklerini koruyabildiği için tercih edilir. Fakat bu avantajlarının yanında TiC'in en büyük dezavantajı, sahip olduğu $4,93\text{g/cm}^3$ gibi yüksek bir yoğunluk değeri olmasıdır. Bu dezavantajı, TiC'in yaygın olarak kullanımının önünde büyük bir engel oluşturmaktadır. TiC takviye elemanı olarak kullanıldığında kompozit malzemelerin aşınmaya karşı dirençlerini arttırmaktadır [5].

2.1.2.3. Silisyum Karbür

Metal matrisli kompozit malzemelerde kullanılan bir başka seramik takviye malzemesi de silisyum karbürdür. SiC'in en önemli avantajı, maruz kaldığı yüksek sıcaklık şartları altında rijitlik ve mukavemet özelliklerini korumasıdır. Takviye malzemesi olarak kullanılan SiC duruma göre fiber, partikül ve whisker formlarında üretilmektedir. SiC kovalent bağlı bir malzeme olduğu için bu durum SiC fibere yüksek elastik modülü kazandırmaktadır. SiC malzemesinin oksidasyon direnci yüksektir ve ergimiş alüminyum içinde gösterdiği etki bor fiberlerden daha iyidir. Bu özelliğinin yanında SiC bor fiberlerden daha ekonomiktir. SiC fiberlerin termal genleşme katsayısı alüminaya göre daha düşüktür [5].

2.2. MMK Malzemelerin Üretim Yöntemleri

Metal matrisli kompozit malzemelerin, geleneksel malzemeler karşısında üstün mekanik özellikler sergilemesi, son yıllarda bu malzemelerin üretim teknikleri üzerinde daha yoğun çalışmalar yapılmasına yol açmıştır. Ama bu duruma karşılık, hala bu malzemelerin üretimleri yüksek maliyetlere sebep olmaktadır. Metal matrisli bir kompozit malzemenin üretim tekniği; üretilecek parçanın şekline, istenilen mekanik ve fiziksel özelliklere, matrise, takviye elemanı şekli ve türüne göre belirlenir. Her bir üretim yönteminin kendine has avantajları ve dezavantajları vardır. Ama tüm kompozit üretim yöntemleri, geleneksel malzeme üretim yöntemleri ile

karşılaştırıldığında matris ve takviye fazı arasındaki etkileşimler sebebi ile karmaşıklığıyla dikkat çekmektedir.

Metal matrisli kompozitlerin üretim tekniklerini genel olarak üçe ayırabiliriz [5]:

i. Katı faz üretim teknikleri

- Toz metalurjisi yöntemi
- Difüzyon bağı yöntemi

ii. Sıvı faz üretim teknikleri

- Sıvı metal infiltrasyon
- Sıkıştırma döküm
- Plazma püskürtme
- Sıvı metal karıştırma

iii. Diğer üretim teknikleri

- Rheocasting ve compocasting döküm teknikleri
- Vidalı ekstrüzyon
- In-Situ tekniği

Üretim yöntemi seçilirken, üretilecek ürün ya da yarı ürünün önceden belirlenen fiziksel ve mekanik özellikleri değerlendirilip, şu parametreler dikkate alınarak yöntem belirlemesi yapılır [5]:

- Çalışma sıcaklığı aralığı
- Takviye malzemesinin şekli
- Matris malzemesi ile takviye malzemesini uyumu
- Matris ve takviye malzemelerinin ek işlem gereksinimi
- Matris malzemesi ile takviye malzemesi arasında oluşabilecek reaksiyonlar
- Elde edilecek üründen istenen boyut tamlığı
- Takviyenin matris malzemesi içerisinde dağılımının homojen olması
- Matris-takviye ara yüzey bağının tam olarak sağlanabilmesi.

2.2.1. Katı Faz Üretim Teknikleri

Metal esaslı kompozitlerin yaygın kullanılan döküm, toz metalurjisi ve infiltrasyon gibi üretim yöntemleri vardır. En yaygın ve ucuz olan döküm tekniği ile belirli bir büyüklüğün altındaki seramik parçacıkları homojen olarak matris içinde karıştırılamamaktadır. Döküm işleminin gerçekleştirilebilmesi için gerekli olan akışkanlığı sağlayabilmek için karıştırılan takviye malzemesi oranı sınırlı kalmak zorundadır. Takviye malzemesinin matris içinde homojen dağılması ve topaklanmaların parçalanması için, erime sıcaklığının üzerinde bir sıcaklıkta uzun bir süre karıştırma işlemine devam etmek gerekir. Bu da takviye malzemesi ve matris malzemesi arasında istenmeyen reaksiyonların oluşmasına neden olmaktadır.

Toz metalurjisi tekniğinin pahalı olmasına karşılık bu yolla istenilen oranda ve istenilen büyüklükte tozların ara yüzeyde reaksiyon oluşturmaksızın karıştırılarak kompozit üretilmesi mümkün olmaktadır. Toz metalurjisi ile kompozit üretimi üzerinde birçok çalışmalar yapılmış ve bazı malzemelerin ticari olarak üretimi bu yöntemle gerçekleştirilmektedir [5].

2.2.1.1. Toz Metalurjisi Yöntemi

Metal matrisli kompozit malzemelerin üretiminde kullanılan en yaygın yöntemlerden biri toz metalurjisi tekniğidir. Seramik partiküllerin sıvı metal tarafından ıslatılmasındaki güçlük nedeniyle toz metalurjisi ile kompozit üretimi ilk geliştirilmiş tekniklerden birisidir. Bu teknikte genel olarak partikül veya whisker formunda takviye elemanları ile toz haldeki metal kullanılarak, metal matrisli kompozit malzeme oluşturulur. Yaygın kullanılan takviye elemanları SiC, grafit ve TiC, en çok kullanılan matris malzemeleri ise Al ve Ti'dir. Bugüne kadar toz metalurjisi ile yapılan birçok çalışma vardır. Matris malzemesi olarak alüminyum, takviye elemanı olarak ise ağırlıkça %10 oranında ayrı ayrı alümina, bor karbür ve silisyum karbür parçacıkları ile kompozit üretimi yapılmıştır. Bu çalışmada hazırlanan tozlar 700 MPa basınç altında preslendikten sonra 600°C sıcaklıkta argon atmosferi altında 1 saat sinterlenerek üretim yapılmıştır. Başka bir çalışmada da ağırlıkça %4 - %23 aralığında B₄C içeren %100 Al ve %50 Al + %50 Al₁₂Si matrisli kompozitler toz metalurjisi yöntemi ile başarıyla üretilmiştir. Bu çalışmada,

kompozit üretimi için hazırlanan tozlar preslendikten sonra 570°C’de farklı sinterleme sürelerinde sinterlenmiştir. Toz metalurjisi yöntemi ile kompozit kam üretimi üzerine çalışmalarda yapılmıştır. Matris malzemesi olarak AA7075 alüminyum alaşımı tozu, takviye elemanı olarak farklı hacim oranlarında (%5, %10, %15 ve %20) β -SiC parçacıkları, sinterlemeyi kolaylaştırmak ve yüzey gerilimini azaltmak için de Mg ve Pb saf metal tozları kullanılmıştır. Hazırlanan tozlar 300 MPa basınç altında soğuk preslenerek ön şekillendirmeden geçirilmiş ve ardından kuru N₂ gaz ortamında 600°C’de 65 dakika sinterlenmiştir [10-12].

Toz metalurjisi yönteminde genel olarak; istenilen forma sahip bir kalıp içerisinde preslenerek ön mukavemet kazandırılan tozlar daha sonra sinterlenerek mukavemetlendirilir. Bu üretim tekniğinde presleme iki şekilde yapılabilmektedir: 1) Sıcak presleme, 2) Soğuk presleme. Sıcak preslemede, presleme ve sinterleme işlemleri bir arada yapılır. Toz halindeki matris metali, whisker veya elyaf şeklindeki pekiştiriciler karıştırılarak preslerde şekillendirilirler. Soğuk preslemede ise önce presleme yapılarak ön şekil kazandırılır ardından sinterleme işlemi yapılır. Soğuk presleme uygulandığında boşluksuz, kompakt bir yapının elde edilmesi için yüksek basınç uygulanır bu da takviye malzemesinde hasara sebep olur. Bu sebeple sıcak presleme uygulaması tercih edilir [5].

Toz metalurjisi yöntemiyle metal matrisli kompozit malzeme üretiminde, matris ve takviye elemanlarının tozları öncelikle karıştırılır ve istenen şekli verebilecek bir kalıbın içine boşaltılır. Daha sonra bu toz karışımını sıkıştırabilmek amacıyla basınç uygulanır. Ardından toz parçacıkları arasındaki birleşmeyi kolaylaştırmak amacıyla sıkıştırılmış toz karışımı yeterli miktarda katı hal difüzyonu oluşturacak şekilde ergime noktasının altında bir sıcaklıkta sinterlenir. Örneğin bazı kompozit üretimlerinde sinterleme sıcaklıkları; Fe esaslıda 1120°C, alüminyum alaşımı esaslı olanda 620°C ve Ti esaslı olanda da 1300°C olarak seçilmiştir [13-15].

Toz presleme ve sinterlemenin ayrı ayrı yapıldığı soğuk presleme yönteminde elde edilen malzeme yoğunluğu çok iyi değildir. Bu nedenle artık günümüzde yaygın olarak sıcak presler (Hot Press-HP) kullanılmaktadır. Bu işlemde tozlar karıştırıldıktan sonra, toz sıkıştırma (presleme) ve sinterleme işlemi aynı anda yapılır. Bir başka deyişle, toz karışımı sıcak preslenir. Bu şekilde yoğunluk artarken, takviye-matris ara yüzey bağda önemli ölçüde kuvvetlenir. Sıcak presleme yöntemi ile; Al matrisli Al₂O₃ takviyeli kompozit 200 MPa basınç altında 550°C sıcaklıkta 2 saat süre ile sinterlenerek, Al matrisli B₄C parçacık takviyeli kompozit 550°C’de 500

MPa basınç altında sinterlenerek, Alumix-13 matrisli B₄C takviyeli metal matrisli kompozit 50 MPa basınç altında 610°C’de bir saat süreyle sinterlenerek üretilmektedir ve bunlar gibi daha birçok farklı çalışmalarda literatürde mevcuttur [16-19]. Sıcak presleme sonucunda üretilen parça ekstrüzyon, haddeleme ve dövme gibi ikincil işlemlerin ardından kullanıma hazır hale gelir.

Bir diğer alternatifte izostatik sıcak preslemedir (Hot Isostatic Press-HIP). Bu yöntem ise son şekle yakın, çok yüksek yoğunluklu malzeme üretimi için daha uygundur. Ancak oldukça pahalıdır [5].

Toz metalurjisi yöntemi ile üretilen parçaların genelde sıvı hal üretim yöntemleriyle üretilmiş parçalardan daha iyi mekanik özelliklere sahip oldukları bilinmektedir. Özellikle partikül takviyeli metal matrisli kompozitlerin üretiminde bu yöntemin tercih edilmesinin nedenleri (avantajları) şu şekilde sıralanabilir [5]:

- Toz metalurjisi (TM) ile üretilen metal matrisli kompozit malzemelerin üretimi daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilmektedir. Bunun sonucunda matris ve takviye elemanı arasında daha az etkileşim olmaktadır. Böylece mekanik özelliklerin azalmasına neden olan istenmeyen ara yüzey reaksiyonları en aza indirgenmiş olmaktadır.
- Takviye elemanının matris içinde homojen dağılımının sağlanabilmesi ancak TM yöntemiyle gerçekleştirilebilmektedir. Döküm metotlarında tam homojen olmayan parçacık dağılımı elde edildiğinden TM yöntemi tercih edilmektedir.
- Döküm tekniği yerine TM yöntemi kullanılarak parçacık veya whisker takviyeli kompozit üretimi hem daha kolay olmakta hem de daha homojen yoğunluklu kompozit parça üretilmektedir.
- Toz metalurjisi yöntemiyle partikül takviyeli metal matrisli kompozit üretiminde takviye partiküllerin kontrolü mümkün olduğundan, yapının kontrolü de mümkündür. Çünkü yapı içerisinde dağılmış partikül boyutları ile yapının mekanik özellikleri arasında direkt ilişki vardır.
- Yüksek takviye hacim oranının elde edilmesi mümkün olmaktadır. Bundan dolayı da yüksek modüllü, düşük termal genleşme katsayısına sahip kompozitler üretilmektedir.

Toz metalurjisi yönteminin üstünlüklerine rağmen bazı dezavantajları da mevcuttur [5]:

- Toz karıştırma işlemi sırasında, kısa fiber takviyesinin yapıldığı uygulamalarda kısa fiberler kırılabilir.
- Büyük parçalar için çok yüksek basınç gerektirmesi maliyeti artırır. Sıcak presleme sonrası genelde parçaya son şeklini vermek için ekstrüzyon, haddeleme veya dövme gibi ikincil işlem yapmak gereklidir.
- Bunlara ek olarak, toz kullanımı temizlik gerektirir. Aksi halde yabancı maddeler, artıklar vb. malzeme içine nüfuz ederek mekanik özellikler üzerine olumsuz etki yapabilmektedir.

2.2.1.2. Difüzyon Bağı Yöntemi

Difüzyon bağı oluşturma işlemi, katı halde kompozit malzeme üretim tekniklerinden en pratik olanlarından birisidir. Bu yöntem vakumda presleme yöntemi olarak da isimlendirilmektedir. Yöntemde, matris malzemesi metal folyo veya levha şeklinde kullanılmaktadır [5].

Difüzyon bağı yönteminde, takviye elemanları metal folyolar üzerine istenilen açıda ve miktarda yerleştirilebilmekte ve bu işlemler tamamlandıktan sonra ergime sıcaklığına yakın bir sıcaklık altında basılarak veya haddelenerek matris ile takviye arasında bir bağ oluşturulmak suretiyle kompozit malzeme üretilmektedir.

Üretilen kompozit malzemenin dayanımı difüzyon bağına bağlıdır. Bu işlemde difüzyon bağı oluşumu için matris malzemesi ve takviye yüzeylerinin çok temiz ve oksitsiz olması gerektiğinden kimyasal olarak temizleme işlemleri yapılmaktadır.

Difüzyon bağı oluşturma işleminde; sıvı halde üretim tekniğinde karşılaşılan problemlerden birisi olan takviye malzemelerinin bozulma veya ayrışmasına pek rastlanmamaktadır. Bunun sebebi, işlemlerin sıvı halde üretim tekniğine göre daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesidir.

Vakum altında yapılan haddelenerek difüzyon bağı oluşturma işlemi, gaz altında veya atmosfer basıncında yapılan işlemlerden daha verimli ve başarılıdır. Ancak yöntem oldukça pahalı bir yöntem olup sınırlı malzeme formu ve çeşidi ile gerçekleştirilmektedir.

Difüzyon bağı yönteminde matris malzemesi olarak Al ve Ti alaşımları, takviye malzemesi olarak da SiC, Al₂O₃, bor ile karbon gibi tek fiber veya fiber demetleri kullanılmaktadır [5].

2.2.2. Sıvı Faz Üretim Teknikleri

2.2.2.1. Sıvı Metal İnfiltrasyon Yöntemi

Metal matrisli kompozitlerin üretim yöntemleri arasında sıklıkla kullanılan bir tekniktir. Bu teknikte esas prensip, bir kap ya da tüp içerisine yerleştirilmiş fiberlerin arasına sıvı haldeki metal matrisin emdirilmesidir [5].

İlk işlem olarak istenilen profilde ön şekillendirme yapılmakta, fiberlerin yönlendirilmesi ve hacimsel oranı bu aşamada ayarlanmaktadır. Ön şekiller kalıba bir bağlayıcı ile tutturulduktan sonra kalıp içine ergimiş metal emdirilmekte ve katılaşmaya bırakılmaktadır.

Bu yöntemde ergimiş metalin emdirilmesi, fiber hacim oranının yüksek olduğu durumlarda biraz daha zor olmaktadır. Fiberler arası mesafenin az olduğu buna benzer durumlarda ergimiş metal ya basınç altında ya da vakumla emdirilmektedir. Böylece matrisin, fiberlerin arasına girmesiyle açığa çıkacak atık gazlarda yapı içinde sıkışmayarak dışarı atılmaktadır.

Bu üretim tekniği, hızlı ve yüksek üretim kapasitesine sahip olması ve son ürün şekline yakın üretim imkanı sağlaması gibi avantajları sayesinde metal matrisli kompozit malzeme üretiminde önemli bir yere sahiptir [5].

Sıvı metal infiltrasyon işlemi; yüksek basınç altında, koruyucu gaz atmosferi altında, atmosfer basıncında ya da vakum şartlarında yapılabilir. İşlemlerin vakum altında yapılması fiberlerin yüzey aktivitesini arttırdığından dolayı ergimiş metalin ıslatma kabiliyeti artmakta ve kompozitin kalitesini olumlu yönde etkilemektedir. Sıvı metal infiltrasyon tekniğinin uygulanması sırasında karşılaşılan bazı problemler yönteme sınırlamalar getirmektedir.

2.2.2.2. Sıkıştırma Döküm Yöntemi

Sıkıştırma döküm yöntemi; ön ısıtmaya tabi tutulmuş ve ön şekillendirmeden geçen seramik takviye malzemesinin, metal bir kalıp içine yerleştirilmesinden sonra hidrolik pres yardımıyla ergimiş metalin ön şekillenmiş seramiğe emdirilmesi ve pres ile yüksek basınç altında ergimiş metalin katılaştırılması işlemidir [5]. Kalıp ön ısıtma sıcaklığı, uygulanan basınç miktarı, sıkıştırma hızı ve takviye malzemeleri arasındaki boşluk sıkıştırma döküm yöntemi ile üretilen kompozit malzemelerinin kalitesini etkileyen işlem parametreleridir. Bu yöntemde 70-100 MPa'lık basınç uygulanması sonucunda katılma süresi çok kısa tutulmuş olur. Bu sayede matris ile takviye malzemesi ara yüzeyinde reaksiyon meydana gelmemiş olur bu durumun sonucunda boşluksuz ve yüksek dayanımlı kompozit malzemelerin elde edilmesi sağlanır. Bu yöntemle Al_2O_3 -Al, C-Mg, SiC_w -Al ve Si_3N_4 -Al gibi kompozit malzemeleri kolaylıkla üretilebilirler [5]. Bu yöntemin en büyük dezavantajının yüksek basınç gerektirmesinin ve parça boyutunda sınırlamaların olmasının yanında pratik kullanımda sıkıştırma döküm yöntemi kısa zamanda karmaşık şekilli metal matrisli kompozit parça üretimi içinde en elverişli yöntemdir.

2.3. Metal-Seramik ile İlgili Yapılan Çalışmalar

Orhan ve arkadaşları [20], gaz atomizasyon yöntemiyle üretilmiş Al tozunu matris, B_4C tozunu da takviye elemanı olarak kullanıp, ağırlıkça farklı oranlara sahip metal matrisli kompozit malzemeler üretmişlerdir. Takviye elemanı olarak kullanılan B_4C tozu kompozitte, ağırlıkça %10, 20 ve 30 olacak şekilde ayarlanmıştır. Kompozitlerin üretimi farklı ve basit bir üretim tekniği olan toz metalurjisi tekniği kullanılarak yapılmıştır. Kompozitlere soğuk izostatik presleme yapıldıktan sonra yapıdaki porozite miktarının minimum değere indirilmesi için sıcak presleme yapılmıştır. Sıcak presleme esnasında çalışma sıcaklığı olarak 500°C ve 550°C seçilmiştir. Üretilen kompozitler SEM altında incelenmiş ve kompozitlere mikrosertlik ölçümü yapılmıştır. Bu çalışma sonucunda, Al matrisli B_4C takviyeli kompozitin homojen bir dağılım göstererek üretilebildiği görülmüştür. Takviye oranının artması ile mikrosertlik artışı arasında bir doğru orantı olduğu tespit

edilmiştir. Takviye oranının %30 olduğu kompozitin ortalama sertliğinin diğer kompozitlere oranla daha fazla olduğunu rapor etmişlerdir.

Ekinci [9] yüksek lisans çalışmasında, toz metalurjisi üretim yöntemini kullanarak, %5, %10 ve %15 oranlarında Al_2O_3 içeren Al matrisli toz-metal kompozit malzeme üretmiştir. Al- Al_2O_3 karışım tozlar değişik sürelerde (1, 2, 3 ve 4 saat) yüksek enerjili atritör değirmende yapılan karıştırma ile elde edilmiştir. Elde edilen karışım tozlardan 800 MPa presleme basıncı altında numuneler üretilmiştir. Presleme sonrasında numuneler 650°C’de 4 saat süreyle argon gazı ortamında tüp fırında sinterlenmiştir. Sinterlenmiş numunelerin yoğunluk, sertlik ve çapraz kırılma mukavemetleri ölçülerek mekanik özellikler incelenmiştir. Aynı zamanda mikroyapı incelemesi için mikroskop altında incelemeler de yapılmıştır. Bu çalışma sonunda Ekinci, atritör değirmende karıştırma süresinin artmasıyla Al_2O_3 ’ün Al matris içinde daha homojen olarak dağıldığını rapor etmiştir. Ayrıca karıştırma süresinin artması ile yoğunluk, kırılma mukavemeti ve sertlik değerlerinde iyileşme olduğunu da belirtmiştir.

Koçer [21] yüksek lisans çalışmasında, basınçlı infiltrasyon yöntemi ile %37 hacim oranında Al_2O_3 ve %24 oranında SiC partikülleri ile takviye edilmiş, matrisinde %0-8 oranında Mg içeren Al matrisli kompozitler üretmiş ve bu kompozitlerin mikroyapı incelemeleri, mekanik deneyleri ve metal-metal, metal-abrasif aşınma deneylerini yapmıştır. Basınçlı infiltrasyon yöntemiyle üretilmiş olan saf Al matrisli kompozitlerde, takviye elemanlarının etrafında yoğunlaşmış %17 düzeyinde porozite bulunduğu ama matrisin Mg ile alaşımlandırılması ile porozite miktarının azaldığı tespit edilmiştir. %8 Mg ile alaşımlandırılmış matrise sahip kompozitin porozite oranının %5 düzeyine düştüğü rapor edilmiştir. Kompozitlerin matris sertliklerinin artan Mg miktarı ile arttığı da söylenmiştir. Çalışmada yapılan darbe ve basma deneyleri sonuçlarına göre matrisin artan Mg içeriği ile kompozitlerin darbe direnci ve sünekliğinin azalmış olduğu mukavemetin arttığı da rapor edilmiştir. Metal-metal aşınma deneyleri ve metal-abrasif aşınma deneyleri, matrisin Mg içeriğindeki artış ile kompozitin aşınma direncinin arttığını ortaya koymuştur.

Çolak ve Turhan [22] çalışmalarında, toz metalurjisi yöntemi ile ürettikleri Al-Si/ B_4C kompozit malzemenin mikroyapı ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Çalışmalarında, Al-%7Si toz karışımı içerisine ağırlıkça %5, %10, %15 ve %20 oranında B_4C ilave ederek toz karışımlarını hazırlamışlardır. Hazırlanan toz

karışımları, 450 MPa basınç altında soğuk presleme işlemine tabi tutulmuş ve argon atmosferi altında 590°C’de sinterlenerek üretilmiştir. Üretilen numunelerin mikroyapıları ve sertlik değerleri incelenmiştir. SEM incelemelerinde tüm numunelerde matris içindeki takviye dağılımının iyi olduğu görülmüştür. Numunelerde artan B₄C takviye oranı ile sertlik değerlerinde artış olduğu gözlenmiştir.

Deniz [23] doktora tezi çalışmasında, alüminyum alaşımı (443) matrisli ve Al₂O₃ partikül takviyeli kompozit üretimi yapmıştır. Kompozitler %5, %10 ve %15 takviye hacim oranlarında olacak şekilde Al₂O₃ ilavesi ile hazırlanarak üretilmiştir. Bu kompozitlerin üretiminde ergiyik karıştırma metodu kullanılmıştır. Kompozit üretiminde, ergiyik 800°C’de karıştırılarak içerisine 500°C’de ön ısıtılmaya tabi tutulmuş Al₂O₃ ilaveleri yapılmıştır ve son olarak döküm yapılarak numuneler üretilmiştir. Daha sonrasında üretilen numunelere mekanik özelliklerinin belirlenmesi için testler yapılmıştır. Artan takviye miktarı ile numunelerin çekme mukavemeti, eğme mukavemeti, aşınma dayanımı, sertlik değerleri, yoğunluk değerleri ve elastik modül değerleri artış gösterirken darbe dayanımı değerlerinde düşüş gözlenmiştir.

Chandrashekar ve arkadaşları [24], sıvı metal karıştırma döküm yöntemi ile kompozit üretmişlerdir. Kompozit üretiminde matris malzemesi olarak AlMg4.5 alüminyum alaşımı ve takviye malzemesi olarak da nano boyutlu Al₂O₃ partikülleri kullanılmıştır. Kompozitler, takviye malzemesi yapıda ağırlıkça %2, %4, %6 ve %8 olacak şekilde üretilmiştir. Üretim için ergiyik karıştırma sıcaklığı 900°C olarak ayarlanmış ve bu ergiyik içerisine önceden 500°C’de ön ısıtmaya tabi tutulmuş nano boyutlu Al₂O₃ partikülleri katılmıştır. Sonrasında döküm ile numuneler elde edilmiştir. Üretilen numunelere mekanik özellikleri ve korozyon davranışını tespit etmek için testler yapılmıştır. Takviye malzemesinde %6’ya kadar olan değerlerde sertlik artarken %8 oranında düşüş gözlenmiştir. Çekme mukavemetinde de aynı şekilde %6’ya kadar artış gözlenirken daha sonraki ilave miktarında düşüş elde edilmiştir. Üretilen numunelerden %6 oranında nano Al₂O₃ içeren numune aynı zamanda en iyi korozyon direncini sergileyen numune olmuştur.

Dinaharan ve Akinlabi [25], sürtünme karıştırma işlemi (Friction Stir Processing-FSP) ile çeşitli düşük maliyetli metal malzemeleri kullanarak kompozit üretimi üzerine çalışmıştır. Çalışmalarında takviye malzemesi olarak uçucu kül (fly ash-FA) seçilmiş ve alüminyum alaşımı (AA6061), magnezyum alaşımı (AZ31) ve

saf bakır malzemelerini de matris malzemesi olarak seçip üretim yapmışlardır. Seçilen matris malzemelerinin her biri ile FA takviyeli kompozitler başarılı bir şekilde üretilmiştir. Üretilen numunelerin mikroyapıları ve mikrosertlik değerleri belirlenmiştir. Mikroyapı görüntüleri, matris malzemesinin ne olduğuna bakmaksızın kompozitlerde kullanılan takviye malzemesinin homojen bir dağılım sergilediğini göstermiştir. Bütün kompozitlerin mikrosertlik değerleri FA partiküllerinin birleşmesiyle artış göstermiştir. FSP metodunun, kullanılan metal matris malzemesi ne olursa olsun FA takviyeli kompozit üretimi için uygun bir üretim metodu olduğu anlaşılmıştır.

Gireesh ve arkadaşları [26], iki ayrı kompozit üretimi üzerine çalışmışlardır. Her iki kompozitte de matris malzemesi olarak saf alüminyum metali kullanılmıştır. Takviye malzemesi olarak kompozitlerden birinde fly ash kullanılırken birinde de aloe vera tozu kullanılmıştır. Kompozitler ergiyik karıştırma yöntemi ile üretilmiştir. Bu yöntemde öncelikle matris malzemesi olan alüminyum ergitilmiştir. Daha sonra ergimiş metal içerisinde önceden ısıtılmış fly ash ilave edilmiş ve aynı anda da karıştırmaya devam edilmiştir. Hazır olan karışım kalıplara dökülerek kompozit üretimi sağlanmıştır. Aynı üretim şekli aloe vera tozu takviyeli kompozit için de uygulanmıştır. Üretilen kompozitlere mekanik özelliklerinin belirlenmesi için çeşitli testler yapılmıştır. Yapılan testler sonucunda aloe vera takviyeli kompozitin yoğunluğunun fly ash takviyeli kompozite göre daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Aloe vera takviyeli kompozitin çekme mukavemet değeri daha yüksek elde edilmiştir. Aynı şekilde aloe vera takviyeli kompozitin Brinell sertlik değeri 33,8 HB ölçülürken fly ash takviyeli kompozitin sertlik değeri 28,2 HB olarak ölçülmüştür. Bu çalışma sonucunda, ergiyik karıştırma yöntemi ile alüminyum matrisli aloe vera takviyeli kompozitin başarılı bir şekilde üretilbileceği görülmüştür. Bu takviye malzemesi ile hem daha yüksek mekanik özellikler elde edilmiş hem de çevre dostu ve düşük maliyetli bir malzeme kullanılmıştır.

2.4. Magnezyum Alüminat Spinel

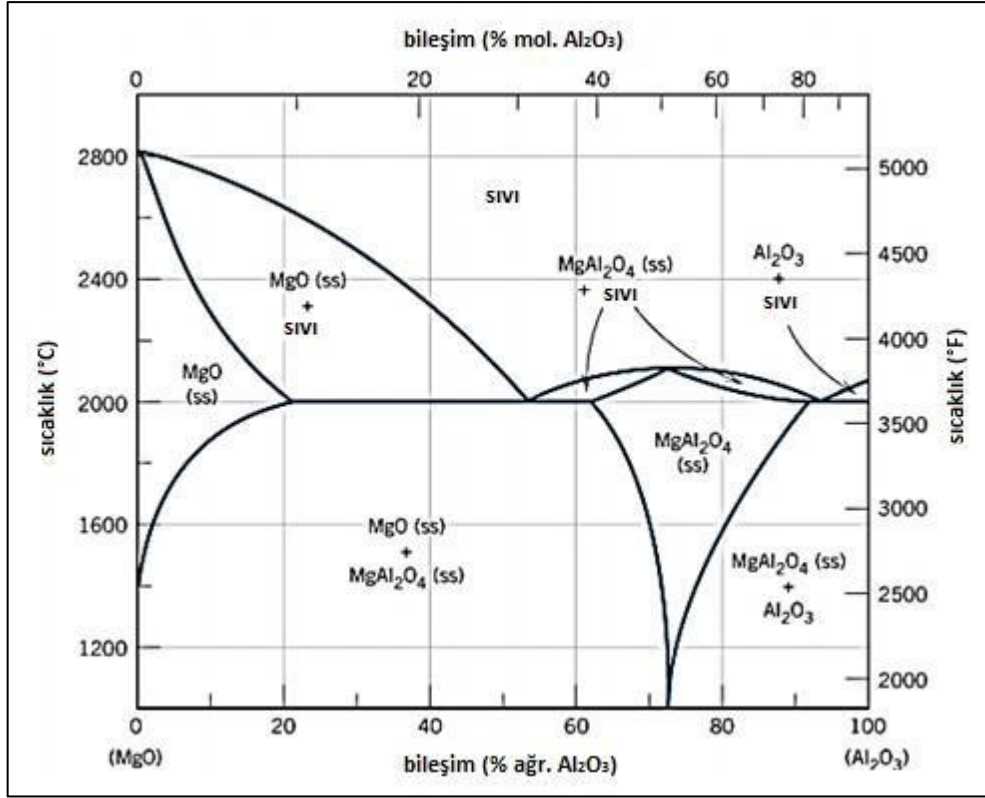
Magnezyum alüminat spinel malzeme 1970'li yılların ortalarında Japonlar tarafından refrakter sektöründe kullanılmak için geliştirilmiştir. Kullanım yerine göre değişik bileşimlerde olmak üzere sentetik olarak üretilen spinel ürünler operasyonel

streslere karşı yüksek direnç gösterirler. Özellikle döner fırınlarda magnezit-krom ve dolomit refrakterlere göre yüksek stres direnci sahibidirler ve aynı zamanda alkalilere karşı dirençleri de oldukça yüksektir. Özellikle termal genleşmeyi karşılama ve çatlak gelişimine karşı durma açısından spinel süper bir malzemedir. Spinelin yüksek termal iletkenliğe sahip olması ve pahalı bir malzeme olması kullanılışını engellememiştir. Spinel, genellikle yüksek saflığa sahip magnezyum oksit kaynağı ile yüksek saflıktaki alüminanın karıştırılıp sinterlenmesiyle elde edilir [27]. Spinel, refrakter malzeme olarak yaygın kullanılan bir seramik malzemesidir. Aynı zamanda spinel, MgO kökenli refrakter malzemelerinin önemli bir bileşenidir [28].

Magnezyum alüminat spinel ($MgAl_2O_4$), genel formülü AB_2O_4 olan spinel grubunun bir üyesidir. Spinel grubu, alüminatlar ($XO.nAl_2O_3$), ferritler ($XO.nFe_2O_3$) ve kromitler ($XO.nCr_2O_3$) olmak üzere üçe ayrılır. Burada X: Mg^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} gibi iki değerlikli metal iyonlarını temsil etmektedir. Magnezyum alüminat, spinel grubunun en sık görülen üyesi olduğu için kısaca bu grubun adıyla anılır [29].

Spinel yüzey merkezli kübik kristal kafes yapısına sahiptir. Spinelin polikristalin yapısı optik izotropiktir. Polimorfik dönüşüm göstermez. Bu nedenle sıcaklığa bağlı faz dönüşümü de söz konusu değildir [29].

Spinelin oluşturan $MgO-Al_2O_3$ 'e ait faz diyagramı Şekil 2.1'de verilmiştir [29]. Bu faz diyagramına göre spinelin tek bir bileşik olarak oluştuğu bölge ve bu bölgenin bileşim oranının sıcaklıkla değiştiği görülmektedir. Faz diyagramına bakıldığında, MgO 'nun ergime sıcaklığının $2800^{\circ}C$ ve Al_2O_3 'ün ergime sıcaklığının da $2020^{\circ}C$ olduğu görülmektedir. $MgAl_2O_4$ 'ün stokiometrik bileşimi %28,32 MgO ve %71,68 Al_2O_3 olup ergime sıcaklığı $2135^{\circ}C$ 'dir [30].



Şekil 2.1: MgO-Al₂O₃ faz diyagramı.

Spinelin sahip olduğu bazı mekanik özellikler [31]:

- Ergime sıcaklığı: 2135°C,
- Sertlik: 16 GPa/1398 Knoop,
- Yoğunluk: 3,58 g/cm³,
- Çekme Mukavemeti: 110 MPa
- Basma Mukavemeti: 2.69 GPa
- Dört Nokta Eğme Mukavemeti: 103 MPa
- Elastik Modül: 273 GPa
- Bulk Modül: 192 GPa
- Isıl Genleşme Katsayısı: 30-1400°C - $9 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$

Spinel düşük yoğunluğu, yüksek stabilitesi, iyi mekanik mukavemeti, mükemmel kimyasal direnci ve radyasyon zararlarına direnci gibi özellikleri ile seramik endüstrisinde tercih edilir. Spinel, yüksek ergime sıcaklığına sahiptir ve aynı zamanda asit ve alkalilere karşı dirençli bir seramik malzemedir [28]. Spinelin

sertliđi oldukça yksektir, bu zelliđinin yanında sahip olduđu grece dşk yođunluđu, dşk ısı genleşme katsayısı, yksek kimyasal inertliđi ve ısı şok direnci zellikleri spineli ileri teknolojik alıřmalarda aranan bir malzeme yapmaktadır [29].

2.5. Spinel ile İlgili Yapılan alıřmalar

Spinel ile hem metal matrisli seramik takviyeli kompozit retim alıřmaları hem de seramik matrisli seramik takviyeli kompozit retim alıřmaları mevcuttur.

Yakın gemiř yıllarda saf metaller ve alařımlar ile kıyaslandığında yksek spesifik mukavemet deđerleri, sper derecedeki ısı zellikleri ve iyi derecedeki ařınma zellikleri nedeniyle metal matris kompozitlerin (MMK) fabrikasyonu ve uygulaması nemli miktarda dikkatleri zerine ekmiřtir [32-34].

Ađırlıktan tasarrufun ve yksek mukavemet deđerinin elde edilmesinin temel dřnce [35] olduđu kompozit retimi iin matris malzemesi olarak saf metaller yerine alařımlar aday matris malzemesi olarak kullanılmıřlardır.

ok farklı trdeki alminyum alařımları iinde orta mukavemet deđerinin elde edilmesi iin matris malzemesi olarak kullanılan en yaygın alařımların bir tanesi de sper derecedeki mekanik zelliklerinden, kolay řekillendirilebilme ve korozyon direncinden dolayı 6061 serisi alminyum alařımıdır [36-38]. 6061 serisi alminyum alařımı matrisli kompozitler; dşk yođunluk deđer, stn mekanik zellikleri ve ařınmaya karřı gsterdikleri diren nedeniyle uzay ve otomotiv endstrisi tarafından nemli derecede dikkati zerlerine ekerler.

Daha nce gerekleřtirilen alıřmalara gre seramik paracıkları, fiberler gibi takviyelerin ilave edilmesi kompozitlerin tm zelliklerini geliřtirebildiđi [39, 40] ve ayrıca yařlanma kinetiđi zerine farklı etkiye [41] sahip olduđu aıka ifade edilebilir.

Alminyum alařımı matrisli kompozitlerin retimi zerine bilinen yaygın metotların ođu ex-situ proseslerdir [42-44] yani; takviye edici bileřenler dıřarda oluřturulduktan sonra matrise karıřtırma sırasında ilave edilen trdedir. Kaınılmaz olarak ex-situ proses; takviyelendiricilerin matris fazı ierisinde homojen olmayan dađılımı, matris ve takviye fazları arasında zayıf ara yzey bađı ve takviyelendiricilerin yapısal hasara uđraması [45] gibi yapısal problemlere neden

olur. Sonuç olarak, kompozitin tüm özelliklerini geliştirmek üzere yapılan takviyelendirmelerin tüm potansiyeli değerlendirilemez. Dolayısıyla, daha iyi özelliklerin başarılabilmesi adına kompozitler için yeni üretim yöntemlerinin geliştirilmesine ihtiyaç vardır.

Takviye edici bileşenlerin dışarda oluşturulmasından sonra matrise karıştırılması şeklindeki ex-situ üretim yöntemleri ile karşılaştırıldığında matris ile takviyelendirici fazlar arasındaki iyi derecede ıslatabilirlik davranışı, takviye fazın homojen dağılması ve daha düşük üretim maliyetleri gibi nedenlerden ötürü alaşım matrisli kompozitlerin proses sırasında, in-situ olarak yani; takviyelendirmelerin üretim aşaması sırasında sentezlenmesi veya matris içinde büyümesi yöntemi, üzerine önemli derecede ilgiyi çekmiştir [46-48].

Magnezyum alüminat ($MgAl_2O_4$) spinel fiberleri; iyi derecede mekanik mukavemet, ısıl şok direnci, üstün kimyasal tepkimesizlik gibi özellikleri ile yeni bir malzeme çeşidi olma kimliğini taşımakta ve metalurji, elektronik ve kimyasal endüstrilerinde uygulama sahası bulmaktadır [49, 50].

Schweinfest et al. arkadaşları $MgAl_2O_4$ (100)/Al(100) düzlemleri arasındaki ara yüzeydeki uyumsuzluğun sadece %0.25 [51] gibi görece küçük miktarda olduğunu ve bunun da iki ara yüzey arasında iyi bir birleşme olacağı anlamına geldiğini rapor etmişlerdir.

Dolayısıyla, magnezyum alüminat spinel fiberler alüminyum matrisi için uygun bir takviyelendirici olabilir. Ancak, fiberlerin ex-situ metotlarında matris içerisinde homojen şekilde dağıtılması zor olduğundan takviyelendiricilerin alüminyum matris fazı içinde homojen dağılımının elde edilmesi kompozit üretimi için zorlu bir görev olmuştur.

Yang Zhou ve arkadaşları [52] yaptıkları bir çalışmada proses sırasında oluşturulan, in-situ $MgAl_2O_4$ spinel fiberleri ile takviyelendirilen 6061 serisi alüminyum alaşımı matrisli kompozitlerini üretmiş ve bu kompozitlere çözündürme ve 160–210°C arasındaki sıcaklıklarda yaşlandırma sertleşmesi işlemi uygulamışlardır.

Bu çalışmada kompozitlerin mikroyapısı ve mekanik özellikleri incelenmiş ve proses sırasında oluşturulan, in-situ $MgAl_2O_4$ spinel fiberlerin kompozitin yaşlanma davranışı üzerine olan etkileri de araştırılmıştır.

Sonuçlar fiberlerin matris fazı ile iyi bir ara yüzey bağlanması yaparak homojen bir dağılım oluşturduğunu göstermiştir. Sertlik ve maksimum çekme

mukavemet deęerinin fiber miktarının artmasına baęlı olarak artarken süneklik aynı zamanda azalmıřtır. Kompozitlerin özellikleri, en yüksek sertlik deęeri olan 195 HV ve maksimum çekme mukavemet deęeri olan 400 MPa deęerine 190°C’de 30 dakika yařlandırıldıktan sonra ulařmıřtır. 6061 serisi alüminyum alařımı ile karřılařtırıldıęında fiberlerin varlıęı üretim sırasında oluřan yüksek yoğunluktaki dislokasyonlar nedeniyle kompozitin yařlanma kinetięini hızlandırabilmiřtir.

Yang Zhou ve arkadaşlarının önceki çalışmalarında $MgAl_2O_4$ spinel fiberlerin alüminyum matris içinde saf Al, Mg ve borik asitten (H_3BO_3) oluřan karıřımının soęuk preslenmesini takiben sinterleme iřlemi sırasında in-situ olarak geliřtirilmesini konu alan yeni bir metodu rapor etmiřlerdir [53, 54].

Al- $MgAl_2O_4$ metal matris kompozitlerin in-situ olarak üretilmesi üzerine Sreekumar ve arkadaşları [55] da bir çalışma gerekleřtirmiřlerdir. Bu çalışmada kompozit SiO_2 ilavesi ve ultrasonik uygulanması yardımı ile bařarıyla üretilebilmiřtir. $MgAl_2O_4$ spinel paracıkları ve bunların kümelenmeleri tanelerin kuřattıęı bölgede tane sınırlarında ve dentritler arası bölgelerde belirlenmiřtir.

Kompozitler; aynı řartlar altında dökülen referans alařımları ile kıyaslandıęında tane boyutunda 2 ile 5 kat arası bir düşüř göstermiřtir. Ayrıca, kompozitler akma geriliminde %10, maksimum çekme gerilmesi deęerinde de %15 artıř gösterirken referans alařımı ile benzer süneklilik davranıřı sergilemiřtir. Mekanik özelliklerin iyileřtirilmesinin arkasındaki etkin mekanizmaların ısıl genleřme katsayısı uyumsuzluęu ile tane sınırı mukavemetlendirmesi olduęu ileri sürölmüřtür.

Önen [28] yüksek lisans çalışmasında, farklı oranlarda alüminyum titanat katkısı yapılarak alüminyum titanat/ spinel seramik kompozitleri toz metalurjisi yöntemiyle üretilmiřtir. Çalışmada, katkısız, aęırlıka %5 ve %10 alüminyum titanat katkılı SAT (Spinel - Alüminyum Titanat) karıřımları hazırlanmıřtır. Daha sonra karıřımlar tek yönlü presle 100 MPa yük altında preslenmiřtir. Preslenen numuneler normal atmosferde 1700°C’de 2 saat sinterlenmiřtir. Sinterlenmiř numunelerin mikroyapısal analizi SEM ile yapılmıřtır. Seramiklerin faz analizleri EDS ve XRD kullanılarak yapılmıřtır. SAT numunelerinin ısıl davranıř analizleri DSC kullanılarak yapılmıřtır. Termal genleřme katsayısı dilatometre ile ölçölmüřtür ve termal řok direnci suda soęutma ve mikrosertlik yöntemleriyle yapılmıřtır. Alüminyum titanat katkısıyla görece yoğunluk artmıřtır. Termal řoka uğramıř seramiklerin sertlik deęerleri düşmüřtür ama alüminyum titanat katkısı arttıka bu düşüř azalmıřtır.

Spinel seramiklere alüminyum titanat katkısı termal özellikleri iyileştirdiği rapor edilmiştir.

Çakır [30] doktora çalışmasında, yerli hammadde kullanılarak sinter spinel üretmiştir. Üretilen spinelin yoğunluk ve açık porozite ölçümleri gerçekleştirilmiş, mineralojik ve faz analizleri X-ışınları difraktometresi (XRD), mikroyapı incelemesi ise taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılmıştır. İkinci olarak da çimento döner fırınlarının sinter bölgesinde kullanılan ve yurt dışından temin edilen refrakterlere alternatif refrakter tuğla üretilmiştir. Üretilen refrakterlere çeşitli testler uygulanmış ve korozyon davranışları incelenmiş ve bu özellikleri etkileyen parametreler araştırılmıştır. Refrakter numunelerin SEM incelemeleri yapılmıştır. Tamamen yerli hammaddeler kullanılarak çimento döner fırınlarının sinter bölgesi için uygun $\text{MgO-MgAl}_2\text{O}_4$ refrakter üretilmiştir. Sinterlemeden sonra bütün numunelerde oluşan ana fazlar MgAl_2O_4 ve MgO olarak rapor edilmiştir. Kalsinasyon ve sinterleme işlemleri sonrası numunelerin yoğunluk ve porozite değerleri incelendiğinde kalsinasyon sıcaklığının artması ile yoğunluk değerlerinin arttığı belirlenmiştir. Üretilen refrakterlerin, genel olarak elastik modül değerleri düşük olarak belirtilmiştir.

Araştırılan bu çalışmalar sonucunda, literatürdeki metal matrisli spinel takviyeli kompozit çalışmalarındaki eksikliğin giderilmesi ve spinel üretimi için yeni bir bakış açısı kazandırılmak istenmiştir. Bu çalışmada, takviye malzemesi olarak kullanılan spinel esaslı seramik ticari olarak elde edilmiş sentetik bir malzeme değildir. Bunun aksine doğal hammaddeler kullanarak daha az maliyetle spinel üretimi gerçekleştirilmiştir.

Literatürde yapılan çalışmalarda, spinel seramik malzeme daha çok başka seramik malzemeler ile kullanılarak kompozitler üretilmiştir. Spinel esaslı seramik malzeme kullanılarak Al ve alüminyum alaşımlı metalik malzeme ile olan kompozitler az da olsa son yıllarda çalışılmıştır. Bizim çalışmamızda, takviye malzemesi olarak spinel esaslı seramik malzeme, matris malzemesi olarak da farklı oranlarda Al-Mg alaşımı kullanılarak kompozit üretimi başarı ile gerçekleştirilmiştir.

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmaya, ilk olarak oluşturulacak kompozit malzemenin seramik bileşeni olan magnezyum alüminat spinelinin ($MgAl_2O_4$) şamot olarak üretimi ile başlandı. Magnezyum alüminat spinel seramik malzeme üretiminin ardından üretilen bu malzeme için çeşitli karakterizasyon çalışmaları yapıldı. Daha sonra kompozitin matris fazını oluşturacak metal malzeme olarak planlanan $Mg_{33}Al_{67}$ alaşımının üretimi gerçekleştirildi. Her iki malzeme üretimi gerçekleştikten sonra kompozit malzeme üretiminin gerçekleştirilmesi için deneysel çalışmalar yapıldı. Üretilen kompozit malzemeleri karakterize etmek için farklı testler yapıldı.

Bu bölümde başlangıç malzemelerinin üretiminden son ürünün karakterizasyonuna kadar olan bütün aşamaların detayları hakkında açıklayıcı bilgiler verilecektir.

3.1. Seramik Toz Üretimi

Bu alt başlık altında, magnezyum alüminat spinel (spinel) seramiğinin elde edilmesi için başlangıç hammaddelerinden granül oluşumuna kadar olan süreç sırayla anlatılacaktır.

3.1.1. Hammaddelerin Öğütülmesi

Tasarlanan spinel kompozisyonunu verecek olan doğal hammaddeler; magnezyum kili, Al_2O_3 , $CaCO_3$ ve MgO olarak belirlendi. Isıl işlem sonrasında, toplam 300 g spinel şamot tozu elde edilecek şekilde kompozisyon bileşimini oluşturan hammaddeler $\pm 0,1$ hassasiyetli terazi kullanılarak tartıldıktan sonra alümina esaslı değirmen potuna konuldu. Gerekli miktarda bilye ve yaklaşık olarak 600 ml saf su da ölçülerek pota ilave edildi ve potun kapağı sızdırmaz şekilde kapatılarak değirmen düzeneğine kondu ve 48 saat süresince 20 dev/dk'da döndürüldü.

3.1.2. Toz Boyutunun Ölçülmesi

Öğütme ve karıştırma işleminin tamamlanmasından sonra değirmenden alınan potun kapağı açılıp içindeki seramik çamuru bir elek vasıtasıyla bilyelerden ayrılarak plastik kap içerisine alındı. Ayrılan bilyeler üzerindeki ve pot içindeki hammadde çamuru su ile temizlenerek plastik kaba aktarıldı. Öğütme işlemi sonrasında çamuru oluşturan hammaddelerin ulaştığı tane boyut dağılımının analizi için Malvern Instruments marka ve Scirocco 2000 model lazerli ölçüm cihazı kullanıldı. Tane boyut dağılım ölçümünün gerçekleştirilmesi için plastik kapta bulunan sıvı çamurdan pipet yardımı ile bir miktar, yaklaşık 3 cc sıvı çamur alındı. Alınan bu çamur cihazın sulu ölçüm besleme haznesine damlatıldı. Bu metot, sulu ortamda yüzen taneciklerin lazer ışınlarına tabi tutulması, bu ışınların tanecikler ile etkileşime girmesi ve etkileşime olan cevaplarına göre boyutların analiz edilmesinden meydana gelmektedir. Elde edilen tane boyut dağılım sonuçları, cihaza bağlı bir bilgisayardaki yazılım vasıtasıyla grafik haline dönüştürülmektedir.

3.1.3. Granül Hazırlama

Tane boyut analizi için numune alındıktan sonra sıvı çamur 100°C'deki WTB Binder marka etüve kondu ve kuruması için 2 gün beklendi. Kuruyan çamur etüvden alındı ve granülasyon işlemine başlandı. Bunun için bir bütün halinde olan kurutulmuş kütle alümina esaslı tokmak ile kırıldı. Ardından spatula ile ezilerek daha küçük boyuta getirildi. İyi bir granülasyon işlemi yani; toz tanecikleri arasında adhezyon kuvvetlerin gelişmesi için tozu spatula ile ezerken su püskürterek toz nemlendirildi. Granül tane boyutunun geniş bir aralıkta olması için 250 µm'lik ve 600 µm'lik çelik elekler kullanıldı. Bütün toz 250 µm-600 µm arasındaki granüller haline gelene kadar spatula ile ezme ve ardından eleme işlemine devam edildi. Granülleme işlemi tamamlanınca spinel tozunun neminin kaybolmaması için hazırlanan granüller kilitli poşette saklandı.

3.1.4. Granül Ön Sinterleme Denemesi

Hazırlanan granüllerin ısıtma işlemi sırasında maksimum yoğunluğa ulaşacağı sinterleme sıcaklığı ve süresinin belirlenmesi için hazırlanan granüller üzerinden farklı sinterleme sıcaklıklarında ve sürelerinde ön denemeler yapıldı. Bunun için hazırlanan granüllerden dört farklı sıcaklık denemesi için 10'ar gram toz tartıldı. Ardından tozlar küçük alümina potalara konarak Nabertherm HT 16/18 marka kutu fırında, 180°C/saat ısıtma ve soğutma hızında ve maksimum sıcaklıkta 6 saat bekleme şeklindeki pişirme rejiminde sinterlendi. Bu ön sıcaklık çalışması için 1300°C, 1325°C, 1350°C ve 1375°C'lerinde sinterleme denemeleri yapıldı. Sinterlenen bu tozlar kalıptan çıkarıldı ve ufalanıp öğütülerek toz formuna getirildiler.

3.1.5. Granül Karakterizasyonu

Granül ön sinterlemesi yapılan tozların mikroyapısında oluşan fazları tespit etmek için x-ışını kırınım (XRD) analizi yapıldı. Bu analiz için, dört farklı sıcaklığa ait tozlardan gereken miktar alınıp agat havanda alümina tokmakla iyice öğütüldü. Dört farklı sıcaklıkta sinterlenen tozlar, RigakuTM Dmax 2200 marka XRD cihazı kullanılarak 40 kV voltaj ve 40 mA akım çalışma şartlarında bakır K_α radyasyonu ile 5° ile 70° arasında 1 derece/dakika tarama hızında analiz edildi. Numunelerden elde edilen kırınım indis desenlerinin çözülmesi ve cihaza bağlı bilgisayardaki veri tabanı ile karşılaştırılmasıyla dört farklı sıcaklıkta sinterlenen numunelerin mikroyapılarında gelişen fazların neler olduğu belirlendi.

Mikroyapıda gelişen fazların kristal boyutlarının belirlenmesi ve morfolojisinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak görüntülü analizi için, uygun numune elde etmek üzere bir miktar granül epoksi-sertleştirici karışımı içerisine gömüldü. Epoksi esaslı numune kalıbı; 6 gram reçine, 0,75 gram sertleştirici karışımı ile hazırlandı. Numunenin sertleştikten sonra kalıptan rahatlıkla çıkmasının sağlanması için iç yüzeyine vazelin sürülen plastik kalıbın içine seramik tozları kondu ve üzerine hazırlanan epoksi-sertleştirici karışımı döküldü. Epoksi kalıbın donması için 24 saat beklendi. Plastik kalıptan çıkarılan numuneler kaba ve ince zımpara ile sırasıyla zımparalandı ve son aşamada 4000 zımpara ile parlatıldı.

Parlatılan numunelerin yüzeyleri taramalı elektron mikroskopunda inceleme için iletkenliğin sağlanması amaçlı altın ile kaplandı. Hazırlanan numuneler üzerinden granüllerin sinterlenmiş haldeki yoğunluk kazanım derecesi, granül içerisindeki porozite durumu ve oluşan fazların mikroyapıdaki dağılımını görüntülemek için Philips XL 30SFEG marka SEM cihazı kullanıldı. Bu inceleme sırasında hem ikincil elektron modunda mikroyapı görüntüleri alındı hem de EDAX marka elementel analiz dedektörü ile elementel (EDS) analiz yapıldı.

Yapılan bu analizler sonucunda en yoğun ve kristalinin en büyük olduğunu düşündüğümüz numune görece yoğun olan 1375°C sıcaklıktaki numunedir.

3.2. Seramik Malzemenin Karakteristik Özelliklerinin Belirlenmesi

Bu alt başlık altında, granüllerin kullanılması ile üretilen numuneler üzerinden pişmiş seramik (şamot) elde edilmesi ve bu bünyenin özelliklerinin belirlenmesi detaylarıyla anlatılacaktır. Ayrıca, seramik ile metal arasındaki ıslatma davranışını gözlemlemek için hazırlanan pelet şekilli numunelerin üretiminden de bahsedilecektir.

3.2.1. Seramik Malzemenin Yoğunluk ve Sertliğinin Belirlenmesi

Seramik malzemenin sinterleme sırasında ulaştığı yoğunluk değerinin belirlenmesi için 75 x 7 mm boyutlarında ve yaklaşık 4 mm kalınlığında olan dikdörtgen prizması şeklindeki numuneler, 6 gram tozun çelik kalıp içinde 30 MPa basınç altında manuel hidrolik pres kullanılmasıyla şekillendirildiler. Numuneler, granül karakterizasyonu sonucunda ideal olarak öngörülen sinterleme sıcaklığında 6 saat süresince sinterlendiler. Sinterlenmiş numunelerin yoğunluk ölçümü Arşimet prensibinden faydalanılarak yapıldı. Bu yoğunluk ölçüm metodu için öncelikle seramik numunenin kuru ağırlığı hassas terazi ile ölçüldü. Daha sonra numune saf su dolu beher içerisine konup vakuma alındı. Yarım saat kadar vakum altında bekleyen numune desikatörden çıkarıldı. Arşimet yoğunluk kiti kullanılarak numunenin askıdaki ağırlığı ölçüldü. Sonrasında numunenin yağ ağırlığı hassas terazi ile ölçüldü. Ölçülen bu üç ağırlık, aşağıdaki formülde ilgili yerlerine konarak numunenin kütleli yoğunluk hesabı yapıldı.

$$d = [W_K / (W_D - W_A)] \times \rho_{sivi} \quad (3.1)$$

Formüldeki

- d: kütleli yoğunluk,
- W_K : numunenin kuru ağırlığı,
- W_D : numunenin su ya da sıvı emdirilmiş (doymuş) ağırlığı,
- W_A : su ya da sıvı emdirilmiş numunenin su içindeki asılı ağırlığı ve
- ρ_{sivi} : kullanılan sıvının (genellikle su) yoğunluğudur.

Yoğunluk ölçümü yapılan numune, kuruması için etüve kondu. Etüvde kurutulan numune üzerinden sertlik ölçümünün yapılabilmesi için bir yüzeyi kaba ve ince zımparalar ile zımparalandıktan sonra 4000 zımpara ile parlatıldı. Parlatılan numune üzerinden sertlik ölçümü, Instron Wolpert Testor 2100 marka vickers mikro sertlik cihazı kullanılarak yapıldı. Bu cihazdaki elmas piramit uç ile numune yüzeyi üzerine 1000 gf yük uygulanması ile numunenin farklı bölgelerinden sertlik izleri elde edildi. Elde edilen sertlik izlerinin boyutlarının bilgisayardaki yazılım aracılığı ile ölçülmesi ve ilgili eşitliğe aktararak hesaplamaların yapılması ile sertlik değerleri elde edildi. Farklı bölgelerden elde edilen sertlik değerlerinin ortalaması alınarak vickers sertlik değeri hesaplandı.

3.2.2. Seramik Malzemenin Mikroyapı İncelemesi

Spinel seramik çubuk üzerinden yoğunluk ve sertlik ölçümü yapıldıktan sonra aynı numune üzerinden mikroyapı incelemesi de yapıldı. Sertlik ölçümü için yüzeyi parlatılan numuneye mikroyapı incelemesi yapılabilmesi için termal dağlama yapıldı. Termal dağlama için numune Nabertherm HT 16/18 marka kutu fırına yerleştirildi ve fırının sıcaklığı; oda sıcaklığından 1225°C'ye kadar dakikada 3°C/dk ısıtma hızı ile arttırıldı ve bu sıcaklıkta 1 saat bekletildi. Akabinde fırın otomatik olarak kapatıldı ve kendi halinde oda sıcaklığına kadar soğuması beklenildi. Termal dağlama yapılan numunede kristal morfolojisinin SEM'de incelenmesi için numune yüzeyi altın ile kaplandı. Daha sonra Philips marka XL 30SFEG model cihazı kullanılarak

mikroyapı görüntüleri alındı ve EDAX marka elementel analiz dedektörü ile element dağılım (EDS) analizi yapıldı.

3.2.3. Seramik Malzemenin Isıl Genleşme Katsayısının Ölçümü

Sinterlenen spinel esaslı seramiğin sıcaklığa bağlı olarak sergilediği ısı genleşme davranışının ortaya konabilmesi için öncelikle 75 x 7 x 8 mm boyutlarında ve dikdörtgen prizması şeklindeki numune; 8 gram granülün çelik kalıba yerleştirilmesi ve 30 MPa basınç altında manuel hidrolik preste preslenmesi ile hazırlandı. Bu numune, granül karakterizasyonu sonucunda ideal olarak öngörülen sinterleme sıcaklığında (1375°C) 6 saat süresince sinterlendi. Sinterlenen ısı genleşme çubuğu ölçüm cihazının gerektirdiği, son boyu 25 mm, çapı 6mm ve iki ucu birbirine paralel olacak şekilde zımparalanarak silindir hale getirildi. Daha sonra çubuk ultrasonik banyoda distile su ile yıkama işlemini takiben WTB Binder marka etüvde 100°C’de kurutuldu. Kurutulan çubuk ısı genleşme davranışının belirlenmesi ve belirli sıcaklık aralıklarında genleşme katsayısının hesaplanması için Netzsch DIL402 PC marka cihazda oda sıcaklığı ile 800°C arasında 10°C/dakika ısıtma hızı ile test edildi. Testin tamamlanmasından sonra ölçüm sırasında elde edilen ve cihaza bağlı bilgisayara aktarılan veriler bir yazılım aracılığı ile grafik haline dönüştürülmekte ve bu grafik üzerinden belirli sıcaklık aralıkları için (eğrinin eğiminden) ısı genleşme katsayısı hesaplanabilmektedir.

3.2.4. Islatma Davranışı İçin Pelet Üretimi

Seramik malzeme ile metal malzeme arasındaki ıslatma davranışını inceleyebilmek için pelet şeklinde 30 adet numune hazırlandı. Her bir pelet; şamot çalışması için hazırlanan granüllerden 6 gram tartılıp, 31,5 mm iç çapa sahip yuvarlak şekilli çelik kalıp içine yerleştirilmesi ve manuel hidrolik preste, 30 MPa basınç altında preslenmesi ile şekillendirildi. Hazırlanan peletler ideal olarak öngörülen sinterleme sıcaklığında (1375°C) 6saat süresince sinterlendi. Sinterleme sonrasında peletlerin iki yüzeyi 600 numaralı zımpara kullanılarak düzleştirildi ve belirli derecede pürüzlülük düzeyi elde edilmiş oldu.

3.3. Islatma Denemesi

Kompozit üretimine geçilmeden önce seramik ile metal malzeme arasındaki ıslatma davranışını gözlemlemek için ön denemeler yapıldı. Bu denemeler için pelet şeklinde üretilen ve sinterlenen seramik malzeme yüzeyine belirli miktarda metal tozları yerleştirildi ve birlikte belirli bir ısı işlem uygulandı. Denemeler esnasında en uygun ıslatma davranışını sergileyecek metalin belirlenmesi için birden fazla metal ile çalışıldı.

3.3.1. Islatma Denemeleri İçin Metal Toz Üretimi

Islatma denemeleri için Al, Mg metali ile $Mg_{33}Al_{67}$, NiTi ve $MgCu_2$ alaşım tozlarının kullanılmasına karar verildi. Bu metallerin tozlarını elde etmek için her bir metal ve alaşımdan blok halinde külçeler hazırlandı. Bu külçeler bir mengeneyle sıkıştırılarak metal testeresi ile kesme işlemi uygulayarak metal tozları elde edildi. Tozlar 500 µm aralığa sahip elekten geçirilerek daha kaba parçacıklardan arındırıldı. Metal tozları, ıslatma deneme çalışmalarının yapılmasına kadar atmosferik şartlar altında oksitlenmemesi için kilitli poşette saklandı.

3.3.2. Islatma Denemesi

Seramik malzeme ile metal malzeme arasındaki ıslatma davranışını tespit edebilmek için iki adet sinterlenmiş peletin arasına yaklaşık 5 gram metal tozu konarak oluşturulan sandviç yapının üzerine sabit kalmasını sağlayacak şekilde bir metalik kütle (507 gram) konarak Ambrell EASYHEAT marka indüksiyon ısıtma sistemine yerleştirildi. İndüksiyon fırındaki ısı işlemler argon gazı ile kontrollü atmosfer sağlanarak gerçekleştirildi. Isıl işlemler esnasında, indüksiyon ısıtma sisteminde güç 3100 W'a kadar çıkarılıp 10 dakika bu güçte beklenildi ve 10 dakika sonunda güç yavaş yavaş düşürülerek sıfırlandı. Sistem soğuduktan sonra numuneler sistemden çıkarıldı. Metal malzeme ile seramik malzeme arasındaki ıslatma davranışını gösteren denemelerin şartları Tablo 3.1'de verilmiştir. Bu denemeler sırasında ulaşılan en yüksek sıcaklık sistemden 1000°C olarak okundu.

Tablo 3.1: Metal ile seramik malzeme arasındaki ıslatma özelliğini belirlemek için yapılan denemelerin şartları.

Deneme Adı	Metal	Seramik
A	NiTi	MgAl ₂ O ₄
B	NiTi + %30 Mg ₃₃ Al ₆₇	MgAl ₂ O ₄
C	NiTi + %30 Al	MgAl ₂ O ₄
D	NiTi + %30 MgCu ₂	MgAl ₂ O ₄
E	NiTi + %30 Mg	MgAl ₂ O ₄
F	Mg ₃₃ Al ₆₇	MgAl ₂ O ₄

3.3.3. Islatma Numunelerinin İncelenmesi

Gerçekleştirilen ıslatma denemeleri sonucunda bir bütün olarak elde edilen numuneler Struers marka Minitom model hassas kesici ile ortadan ikiye kesildi. Kesilen numunelerin bir parçası, 18 gram reçine 2,25 gram sertleştirici karışımı kullanılarak hazırlanan epoksi kalıba alındı. Metal ile seramik arasındaki ıslatma durumunun kesit alanından analiz yapılması için epoksi kalıptaki numuneler kaba ve ince zımpara ile sırasıyla zımparalandı. Ardından 4000 zımpara ile parlatıldı. Parlatılan numuneler, önce Nikon marka Eclipse LV150 model optik mikroskop altında 5X, 10X, 20X ve 50X büyütmelerde mikroyapı görüntüsü alınarak incelendi.

Optik mikroskop altında incelemesi tamamlanan numunelerin yüzeyi taramalı elektron mikroskop (SEM) ile de incelenebilmesi için altın ile kaplandı. Altın kaplanan numuneler Philips marka ve XL 30SFEG model SEM cihazı kullanılarak incelendi. Bu incelemelerde çeşitli büyütmelerde mikroyapı görüntüleri alındı. Ayrıca, EDAX marka elementel analiz dedektörü ile kimyasal analiz yapılarak oluşan reaksiyonların durumu incelendi.

Elde edilen mikroyapı görüntülerinin incelenmesi ve analizlerin değerlendirilmesi sonucunda sadece Mg₃₃Al₆₇ tozu kullanılarak kompozit çalışması yapılmasına karar verildi.

3.3.4. Mg₃₃Al₆₇ Alařımının Üretimi ve Karakterizasyonu

Toz metalurjisi yöntemi ile metal matrisli kompozit üretimi için karar verilen Mg₃₃Al₆₇ alařımının; toz halinde elde edilebilmesinde ilk ařama olarak alařım blok külçe formunda üretildi. Bunun için 230 gram alařım elde edilecek şekilde gerekli hesaplama yapıldıktan sonra Mg ve Al metalleri belirlenen miktarlarda tartıldı. Grafit potaya yerleřtirilen metal parçaları indüksiyon fırınında alařım ergime sıcaklıęı olan 450°C sıcaklık civarında açık atmosferde ergitildi. Tamamen ergiyen metal, bakır bloklardan yapılan kalıba dökülerek metal külçe blok elde edildi.

Blok halinde üretilen bu alařıma çeřitli karakterizasyonlar uygulandı. Öncelikle, bu külçeden 2 mm-2 mm boyutlarında kare bir parça kesildi. Bu parçanın bir yüzeyi sırasıyla 180, 320, 600 ve 800 zımpara ile zımparalandı. Akabinde, aynı numune 1200 zımpara ile parlatıldı. Parlatılan numune yüzeyinden Rigaku™ marka Dmax 2200 model cihazda 40 kV voltaj ve 40 mA akım řartlarında bakır K_α radyasyon kaynaęı kullanılarak XRD analizi gerçekteřtirildi. Numune yüzeyi 10° ile 100° arasında 2 derece/dakika hızında taranarak elde edilen veriler cihaza baęlı bilgisayara aktarıldı. Bilgisayardaki yazılımın kullanılması ile referans verileri karřılařtırma yapılarak alařımın mikroyapısında mevcut olan fazlar belirlendi.

Mg₃₃Al₆₇ alařımı için de ısı genleřme davranıřı ve katsayısı belirleme testi yapıldı. Bunun için alařım bloęundan 27 mm uzunluęunda ve 7 mm eninde kare kesitli bir parça kesildi. Daha sonra bu dikdörtgen parça 320 numaralı zımpara ile zımparalanarak silindir řekline getirildi. Son çapı 6 mm, boyu 25 mm ve her iki ucu da birbirine paralel olacak řekilde zımparalandıktan sonra numune, Netzsch marka DIL 402 PC model ısı genleřme ölçüm cihazına yerleřtirildi ve oda sıcaklıęından 400°C'ye kadar 10°C/dk ısıtma hızı ile ölçüm gerçekteřtirildi. Ölçümün tamamlanmasından sonra ölçüm sırasında elde edilen ve cihaza baęlı bilgisayara aktarılan veriler bir yazılım aracılıęı ile grafik haline dönüřtürüldü ve bu grafik üzerinden belirli sıcaklık aralıkları için (eęrinin eęiminden) ısı genleřme katsayısı hesaplandı.

Üzerinden XRD analizi yapılan Mg₃₃Al₆₇ numune parçası ile yoğunluk ölçümü de gerçekteřtirildi. Yoğunluk ölçümü için Arřimet prensibinden faydalanıldı. Bu yoğunluk ölçüm metodu için öncelikle metal numunenin kuru aęırlıęı hassas terazi ile ölçüldü. Daha sonra numune saf su dolu beher içerisine konup vakuma alındı.

Yarım saat kadar vakumda bekleyen numune desikatörden çıkartıldı. Arşimet yoğunluk kiti kullanılarak numunenin askıdaki ağırlığı ölçüldü. Sonrasında numunenin yaş ağırlığı hassas terazi ile ölçüldü. Ölçülen bu üç ağırlık aşağıdaki formülde kullanılarak kütleli yoğunluk hesabı yapıldı.

$$d = [W_K / (W_D - W_A)] \times \rho_{sıvı} \quad (3.2)$$

Formüldeki

- d: kütleli yoğunluk,
- W_K : numunenin kuru ağırlığı,
- W_D : numunenin su ya da sıvı emdirilmiş (doymuş) ağırlığı,
- W_A : su ya da sıvı emdirilmiş numunenin su içindeki asılı ağırlığı ve
- $\rho_{sıvı}$: kullanılan sıvının (genellikle su) yoğunluğudur.

Yoğunluk ölçümü yapılan numune, kuruması için etüve kondu. Etüvde kurutulan numunenin parlatılmış yüzeyinden sertlik ölçümü, Instron Wolpert Testor 2100 marka vickers mikro sertlik cihazında yapıldı. Burada numuneye elmas piramit uç ile 1000 gf yük uygulanarak numunenin farklı bölgelerinden sertlik izleri elde edildi. Elde edilen sertlik izlerinin boyutları bilgisayardaki yazılım vasıtasıyla ölçülerek sertlik değerleri hesaplandı. Bu sertlik değerlerinin ortalaması alınarak ortalama bir vickers sertlik değeri belirlendi.

3.4. Kompozit Üretimi

Matris malzemesi $Mg_{33}Al_{67}$ alaşımı ve takviye malzemesi de spinel esaslı seramik olan kompozitin üretimi toz metalurjisi yöntemi esas alınarak gerçekleştirildi. Bu bölümde, kompozit üretimi için gerekli seramik ve metal tozlarının üretiminden ve elde edilen kompozit malzemenin karakterizasyonuna kadar olan süreç detaylı bir şekilde açıklanacaktır.

3.4.1. Toz Üretimi

Kompozit üretimi toz metalurjisi yöntemi ile yapılacağı için çalışmaya öncelikle tozların üretimi ile başlandı. Bu bölümde hem seramik tozunun hem de metal tozunun elde edilmesi açıklanmıştır.

Kompozit malzeme için takviye malzemesi olarak seçilen spinel esaslı seramik malzeme Bölüm 3.1’de açıklanan hammaddeler kullanılarak tekrar hazırlandı. Granül halinde hazırlanan seramik karışımı, alümina pota içerisine dökülerek Nabertherm HT 16/18 marka kutu fırında 1375°C’de 6 saat süresince sinterlenerek şamot halinde elde edildi. Bu ısıtıl işlem sonucunda yığın halinde bir kütle oluşturan şamot malzemesi kolaylıkla ufalandı ve bireysel granüller şeklinde kaba toz olarak elde edildi. Bu tozun tane boyutu çok kaba olduğu için seramik tozları değirmende kuru olarak öğütüldü. Bunun için alümina esaslı değirmen potuna 1375°C’de sinterlenen seramik tozları ve alümina bilyeler kondu. Bu şekilde kuru olarak 20 rpm’de belli aralıklarla durdurularak değirmende döndürüldü. Aralıklarla alınan seramik tozu 45 µm’lik ve 90 µm’lik eleklerden geçirildi. Metal seramik kompozitinde iyi bir tanecik paketlenmesinin sağlanması için, iki farklı tane boyut aralığında toz elde edilmesine çalışıldı. Bunun için öğütme işlemi sonrası eleme sonucunda seramik tozları 45-90 µm arasında olan tozlar ile 45 µm altı olan tozlar ayrı ayrı paketlenildi. Kalan 90 µm üzeri olan tozlar bu boyutlara gelene kadar tekrar değirmen potuna konarak değirmende öğütülmeye devam edildi. Bu şekilde iki farklı aralıkta tane boyut dağılımlarına sahip tozlar elde edildi.

Bölüm 3.3.4’te açıklandığı şekliyle elde edilen $Mg_{33}Al_{67}$ alaşım külçesi, dış yüzeyindeki kalıntılardan arındırılması için 180 numaralı zımpara ile zımparalanarak temizlendi. Sonra bu külçe mengeneyle sıkıştırıldı. Sıkıştırılan bu külçeden, el testeresi kullanılarak kazıma ile tozlar elde edildi. Elde edilen metal tozları belli bir tane boyutunun altında olması için 500 µm’lik elekten geçirildi.

3.4.2. Kompozit Toz Üretimi

Hazırlanan seramik ve alaşım tozları kullanılarak toplamda 20 gram olacak şekilde kompozit karışımları hazırlandı. Bu kompozit karışımları; 7 farklı oranda alaşım ve seramik tozları içerecek şekilde üretildi. Bu karışımlar, sırasıyla ağırlıkça

%5, %10, %15, %25, %32,5, %40 ve % 60 oranında alaşım tozu içerecek şekilde ayarlandı. Kompozit karışımında kullanılan seramik tozunun da iki farklı tane boyut dağılımına sahip tozlardan oluşması yani; tane boyutu 45-90 μm arasında olanların ağırlıkça %70 oranında ve 45 μm altı olan tozların da ağırlıkça %30 oranında kompozit karışımına dahil edilmesi sağlandı. Bu oranlara göre seramik ve alaşım tozları tartıldı. Tartılan tozlar ve tungsten esaslı bilyeler Retsch E_{max} marka yüksek enerjili değirmen potlarına yerleştirildi. Tozlar değirmende 300 rpm hızla 2 saat süreyle döndürüldü. Değirmenden alınan tozlar daha sonra ısıtılma işlemde kullanılmak üzere kilitli poşetlere kondu.

3.4.3. Kompozit Malzeme Üretimi

Karışım halinde hazırlanan tozlar ile kompozit üretimi sıcak pres yöntemi ile yapıldı. Bunun için indüksiyon ısıtma sistemi ile entegre bir pres sistemi kullanıldı. Sıcak preste numune basabilmek için öncelikle pres kalıbı yapıldı. Bunun için 25 mm iç çapa sahip çelik borular hazırlandı. Bu boru içine tozları koyup iki ucundan sıkıştırabilmek için de çelik çubuktan iki tane disk hazırlandı. Hazırlanan boru içine alt tabanı oluşturmak üzere diskin biri yerleştirildi. Sonra diskin üzerine yaklaşık 6 gram kadar kompozit karışım tozu kondu ve diğer diskte bu tozun üzerine yerleştirildi. Bu numune-kalıp düzeneği indüksiyon ısıtma sistemi içerisine yerleştirildi. Sistemin çevresine de kontrollü atmosfer elde etmek üzere kuvars cam tüp geçirildi ve ortamdan 100 cc/dk argon akışı gerçekleştirildi.

Sonrasında hazırlanan bu sistemde, 7 farklı orandaki kompozit tozlarının hepsinden bir seri numune 730°C’de preslendi. Bunun için indüksiyon güç kaynağında 730°C’yi sağlayacak parametreler kullanıldı. Bu parametreler ile 2 dakika içerisinde bu sıcaklığa çıkıldı. Daha sonra güç 400 W’a düşürülerek 8 dakika beklendi ve 8. dakikada numune-kalıp sistemine 0,6 MPa’lık yük uygulanmaya başlandı. Prosesin 13. dakikasında güç tamamen kapatıldı. Bundan sonra sistem kendi kendine soğumaya bırakıldı.

Hazırlanan bütün kompozit tozlarından bir seri numune de 490°C’de preslendi. Bunun için indüksiyon güç kaynağında 490°C’yi sağlayacak parametreler kullanıldı. Bu parametreler ile 2 dakika içerisinde bu sıcaklığa çıkıldı. Daha sonra güç 40 W’a düşürülerek 8 dakika beklendi ve 8. dakikada numune-kalıp sistemine 0,6 MPa’lık

yük uygulanmaya başlandı. Prosesin 13. dakikasında güç tamamen kapatıldı. Bundan sonra sistem kendi kendine soğumaya bırakıldı.

Tablo 3.2 ve Tablo 3.3'te, çalışılan iki sıcaklık değerinde sıcak pres altında elde edilen numunelerin üretim şartları verilmiştir. KN-1.1 ve KN-1.2 kodlu numunelerin üretimi başarısız olduğu için tabloda yer almamışlardır.

Tablo 3.2: Kompozit malzeme üretim şartları.

Numune Adı	Bileşim (%)		Presleme Sıcaklığı (°C)
	MgAl ₂ O ₄	Mg ₃₃ Al ₆₇	
KN-1.3	85,0	15,0	730
KN-1.4	75,0	25,0	730
KN-1.5	67,5	32,5	730
KN-1.6	60,0	40,0	730
KN-1.7	40,0	60,0	730

KN-2.1, KN-2.2 ve KN-2.3 kodlu numunelerin üretimi başarısız olduğu için tabloda yer almamışlardır.

Tablo 3.3: Kompozit malzeme üretim şartları.

Numune Adı	Bileşim (%)		Presleme Sıcaklığı (°C)
	MgAl ₂ O ₄	Mg ₃₃ Al ₆₇	
KN-2.4	75,0	25,0	490
KN-2.5	67,5	32,5	490
KN-2.6	60,0	40,0	490
KN-2.7	40,0	60,0	490

3.4.4. Üretilen Kompozitin Karakterizasyonu

İki farklı sıcaklık değerinde üretilen bütün numuneler için aynı analizler gerçekleştirilmiştir. Her numune için XRD faz analizi, kütleli yoğunluk hesaplama, ortalama sertlik değeri belirleme ve mikroyapı incelemesi yapılmıştır. Bu analizlerin detayları ayrı başlıklar altında aşağıda açıklanmıştır.

3.4.4.1. XRD Analizi

Elde edilen metal matris spinel esaslı seramik takviyeli kompozit numunelere XRD analizi uygulanmadan önce numune yüzeyleri analiz için hazırlandı. Bunun için numunelerin yüzeylerinin oksitlerden ve empüritelere arındırılması için sırasıyla 180, 320, 600 ve 1200 numaralı zımpara kullanılarak zımparalandı. Zımparalanan numuneler, alkol içeren behere konarak 15 saniye ultrasonik banyoda tutularak temizlendi. Ardından numuneler iyice kurutuldu. Numunelerin faz analizi için RigakuTM Dmax 2200 marka XRD cihazında 10°-100° arasında 1°/dk hızla taranarak kırınım indis desenleri elde edildi.

3.4.4.2. Yoğunluk Hesaplama

Parlatılmış yüzeyleri üzerinden XRD analizi gerçekleştirilen numunelerin kütleli yoğunluk değerleri belirlendi. Yoğunluk hesaplamasında Arşimet prensibinden yararlanıldı. Bu yöntem için öncelikle numunelerin kuruyken hassas terazi ile kuru ağırlıkları ölçüldü. Kuru ağırlıkları ölçülen numuneler ayrı ayrı saf su dolu beherlere kondu. Sonra bu beherler desikatöre yerleştirildi ve vakuma alınması için 30 dakika beklendi. Desikatörden çıkarılan numuneler teker teker, hassas terazi üzerine kurulmuş olan Arşimet yoğunluk kitine alındı ve burada askıdaki ağırlıkları tartıldı. Askıdaki ağırlıkları tartıldıktan sonra tekrar saf su dolu behere kondu. Bütün numunelerin askıdaki ağırlıkları tartıldıktan sonra numunelerin yaş ağırlıkları ölçüldü. Bunun için de saf suda bekleyen numuneler nemli peçeteye alındı ve üzerindeki su hafifçe alındıktan sonra hassas terazide tartıldı. Ölçülen bu üç ağırlık aşağıdaki formülde kullanılarak kütleli yoğunluk değerleri hesaplandı.

$$d = [W_K / (W_D - W_A)] \times \rho_{sivi} \quad (3.3)$$

Formüldeki

- d: kütleli yoğunluk,
- W_K : numunenin kuru ağırlığı,
- W_D : numunenin su ya da sıvı emdirilmiş (doymuş) ağırlığı,
- W_A : su ya da sıvı emdirilmiş numunenin su içindeki asılı ağırlığı ve
- ρ_{sivi} : kullanılan sıvının (genellikle su) yoğunluğudur.

3.4.4.3. Sertlik Ölçümü

Kompozit numunelerin kütleli yoğunluk değeri belirlendikten sonra numuneler; Struers Minitom marka hassas kesici ile ortadan ikiye ayrılarak kesit yüzeyleri elde edildi. Kesim esnasında ıslanan numunelerin bir parçaları kurutulmak üzere 100°C'deki etüve kondu ve bir gün süreyle bekletildi. Etüvden çıkarılan numuneler, 18 gram reçine 2,25 gram sertleştirici karışımı kullanılarak hazırlanan epoksi kalıba alındı. Kalıplar 730°C ve 490°C'de hazırlanan kompozit numuneler şeklinde iki ayrı grup olarak hazırlandı. Kesit alanından analiz yapılabilmesi için kalıptan çıkarılan numuneler kaba ve ince zımpara ile sırasıyla zımparalandı. Ardından 4000 zımpara ile parlatıldı. Parlatılan numuneler üzerinden sertlik ölçümü; Instron Wolpert Testor 2100 marka vickers mikro sertlik cihazında gerçekleştirildi. Burada, numune yüzeyinin farklı bölgelerinde elmas piramit ucun 1000 gf yük uygulaması ile sertlik izleri oluşturuldu. Elde edilen sertlik izlerinin boyutları cihaza bağlı bilgisayardaki yazılım vasıtası ile ölçülerek sertlik değeri hesaplandı. Bu sertlik değeri ortalaması alınarak her bir kompozit numunesi için ortalama bir vickers sertlik değeri elde edildi.

3.4.4.4. Numunelerin Kesitten İncelenmesi

Sertlikleri ölçülen numunelerin mikroyapısı öncelikle Nikon Eclipse LV150 marka optik mikroskopta incelendi. Numunelerin iyi görüntü elde edilebilen bölgelerinden 5X, 10X, 20X ve 50X büyütmelede mikroyapı görüntüleri alındı.

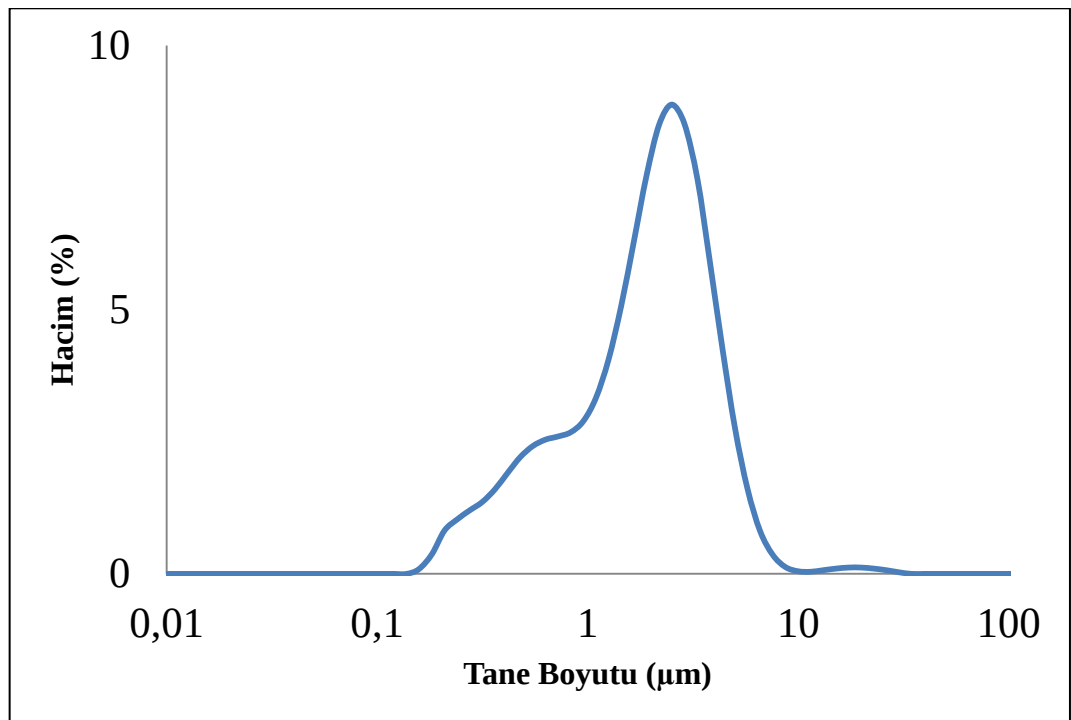
Optik mikroskopta görüntü alındıktan sonra aynı numuneler SEM’de incelenmek üzere yüzeyleri altın ile kaplandı. Altın ile kaplanan numuneler SEM’de incelendi ve farklı büyütme değerlerinde mikroyapı görüntüleri elde edildi. Mikroyapı görüntüleri elde edildikten sonra EDAX marka elementel analiz dedektörü ile elementel haritalama, alan EDS ve çizgi EDS analizleri yapıldı. Alan EDS için hem metal bölge hem de seramik bölge olmak üzere iki alan seçildi. Çizgi EDS için de metal bölgeden başlayarak seramik bölgeye kadar uzanan bir çizgi çekilerek elementel analiz yapıldı.

4. SONUÇLAR

4.1. Seramik Malzemeye Ait Sonuçlar

4.1.1. Tane Boyutu Dağılımı

Öğütme işleminden sonra elde edilen sıvı çamur ile yapılan tane boyutu analizinin sonucu Şekil 4.1’de verilmiştir.

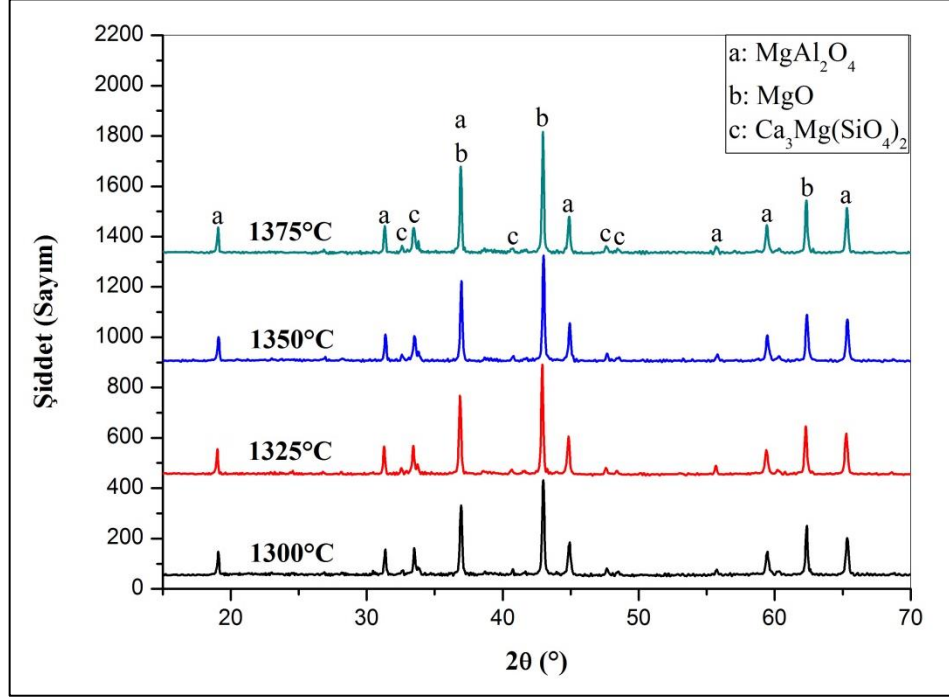


Şekil 4.1: Seramik sıvı çamuruna ait tane boyutu dağılım grafiği.

Şekil 4.1’de verilen seramik sıvı çamuruna ait tane boyutu analizi sonuç grafiği incelendiğinde, seramik tozunda tane boyutunun 0,158-30,2 µm arasındaki boyutlara sahip tozlar olduğu görülmektedir. Ortalama öğütülmüş toz tane boyutu ise 1,9µm’dir. Tane boyut dağılım grafiği bimodal bir dağılım sergilemektedir.

4.1.2. XRD Analizi

Farklı sıcaklıklarda 6 saat süresince sinterlenmiş spinel numunelerine ait XRD kırınım indis desenleri ve çözümleri birlikte Şekil 4.2’de verilmiştir.



Şekil 4.2: Farklı sıcaklıklarda 6 saat sinterlenmiş spinel numunelerine ait XRD kırınım indis desenleri.

Şekil 4.2’de verilen 4 farklı sıcaklıkta sinterlenmiş kütleli spinel seramik numunelerine ait XRD kırınım indis desenleri incelendiğinde; 1300°C’den 1375°C’ye kadar 25°C arttırılan 4 farklı sıcaklıkta 6 saat sinterleme sonucunda oluşan fazların tipinde herhangi bir değişiklik görülmemiştir. Bütün sıcaklıklarda oluşan fazlar ve bu fazlara ait piklerin şiddetleri yaklaşık aynıdır. Bu fazlar ise, MgAl₂O₄, MgO ve Ca₃Mg(SiO₄)₂ fazlarıdır. Yapıda önemli miktarda MgAl₂O₄ ve MgO fazlarının var olduğu görülmektedir. MgAl₂O₄’e ait piklerin şiddetleri Ca₃Mg(SiO₄)₂ fazının pikleri ile karşılaştırıldığında daha yüksektir.

4.1.3. Yoğunluk ve Sertlik Ölçümü

Deneyisel çalışmalar kısmında açıklandığı üzere yoğunluk ve sertlik ölçümleri için mikroyapı karakterizasyon sonuçları esas alınarak sadece bir sinterleme

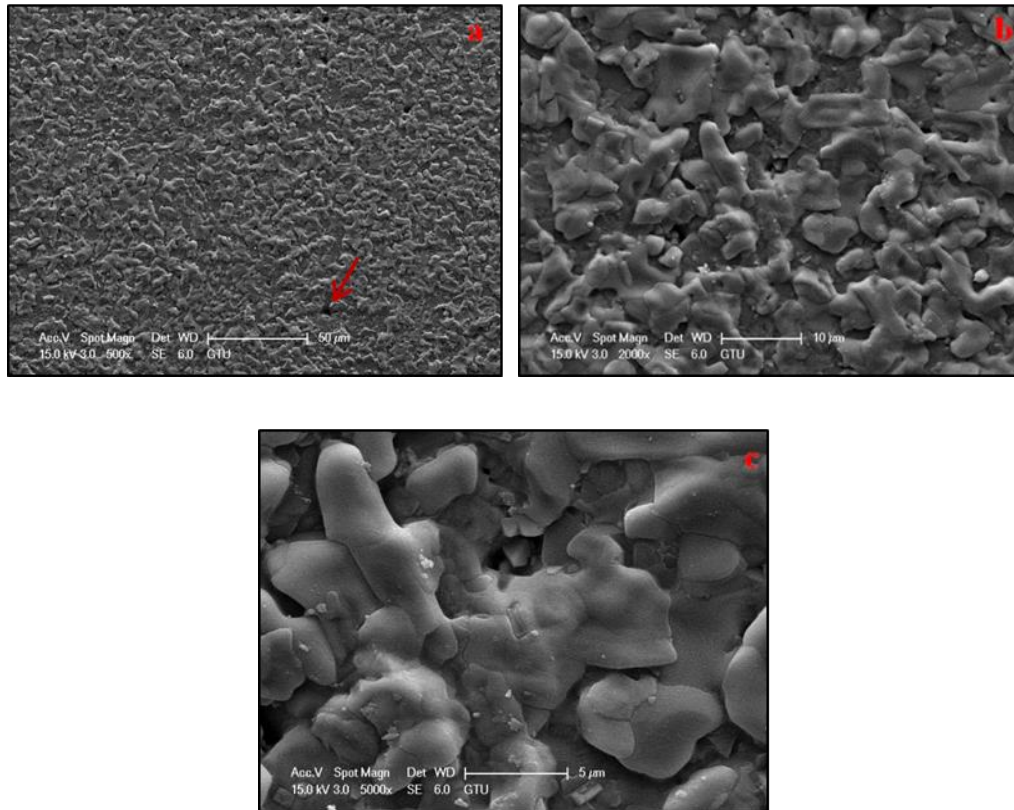
sıcaklığındaki numuneler kullanılmıştır. Karar verilen 1375°C’de 6 saat sinterlenmiş magnezyum alüminat spinel numunesine ait ağırlık ölçümü ve hesaplanan yoğunluk değeri Tablo 4.1’de verilmiştir. Bu tabloda aynı zamanda, deneysel çalışmalarda belirtildiği gibi ölçülmüş 7 adet sertlik değerinin aritmetik ortalaması da verilmiştir.

Tablo 4.1: 1375°C’de 6 saat sinterlenmiş seramik numuneye ait ağırlık ölçümü, yoğunluk ve sertlik değerleri.

Kuru Ağırlık (g)	Yaş Ağırlık (g)	Askıdaki Ağırlık (g)	Yaş ve Kuru Ağırlık Farkı (g)	Yoğunluk (g/cm ³)	Sertlik (HV)
1,8679	1,8708	1,3271	0,0029	3,4355	1020 ± 45

4.1.4. Mikroyapı İncelemesi

Termal dağlama yapılmış 1375°C’de 6 saat sinterlenen spinel seramiğine ait farklı büyütme ölçeklerindeki SEM görüntüleri Şekil 4.3’te verilmiştir.

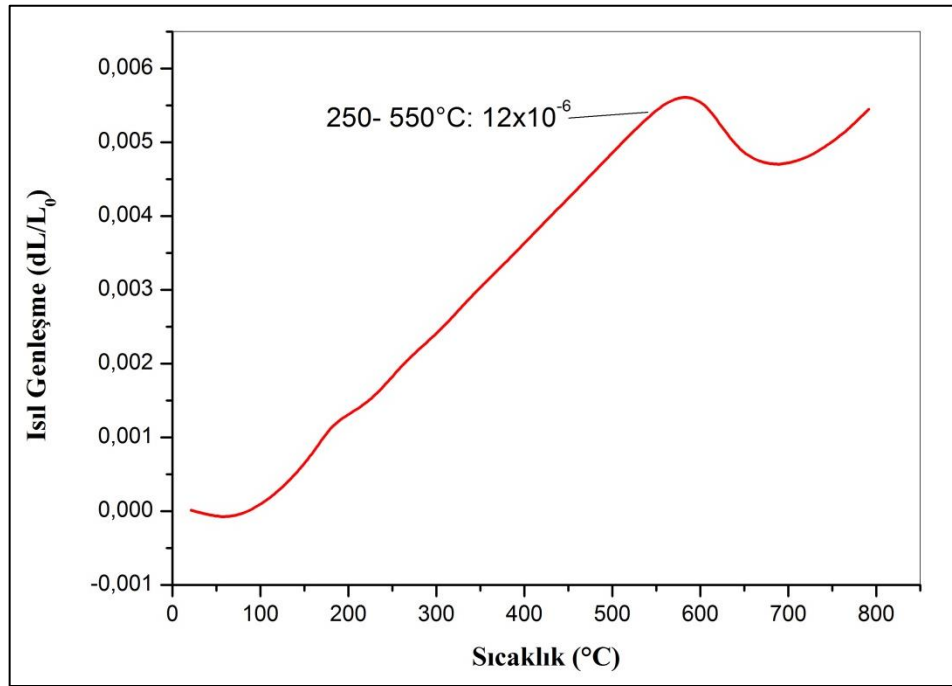


Şekil 4.3: 1375°C’de 6 saat sinterlenmiş spinel numunesine ait SEM görüntüleri a) 500X, b) 2000X ve c) 5000X büyütme.

Şekil 4.3'te verilen mikroyapı görüntüleri incelendiğinde yüksek oranda kristalin faza sahip bir seramik mikroyapısı görülmektedir. Ayrıca seramik malzeme mikroyapısındaki kristaller şekilsiz bir yapıda olup boyutlarının da 20 µm altında olduğu anlaşılmaktadır. Şekil 4.3-a'ya bakıldığında mikroyapıda az sayıda da olsa küçük boyutlu gözeneklerin mevcudiyeti görülmektedir.

4.1.5. Isıl Genleşme Katsayısı Ölçümü

1375°C'de 6 saat sinterlenmiş spinel esaslı seramik numunesine ait ısı genleşme-sıcaklık davranış grafiği Şekil 4.4'te verilmiştir.



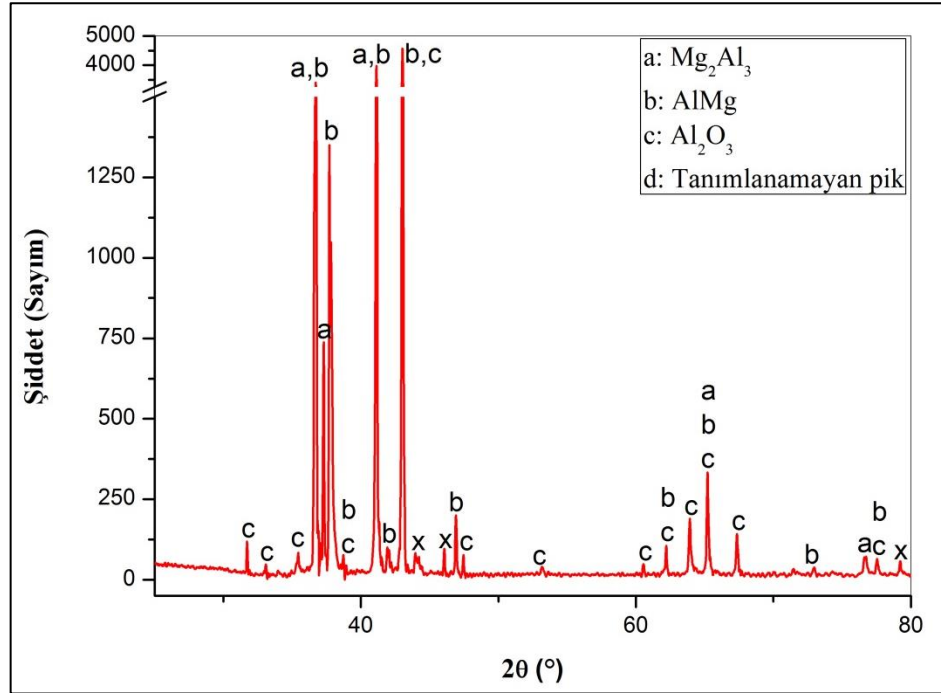
Şekil 4.4: 1375°C'de 6 saat sinterlenmiş spinel seramik numuneye ait ısı genleşme-sıcaklık grafiği.

Şekil 4.4'te verilen doğal hammaddelerden üretilen spinel esaslı seramiğe ait ısı genleşme eğrisi, 180°C ile 550°C arası lineer bir davranış sergilemiştir. Eğrinin eğiminden 250°C ile 550°C arası lineer genleşme katsayısı $12 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ olarak hesaplanmıştır. Artan sıcaklıkla birlikte 550-650°C sıcaklıklar arasında dönüşüm görülmektedir. Sıcaklığın 700°C üzerine çıkması ile birlikte ısı genleşme katsayısı bir miktar azalarak $11 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ olarak ölçülmüştür.

4.2. Metal Malzemeye Ait Sonuçlar

4.2.1. XRD Analizi

Üretilen $Mg_{33}Al_{67}$ alaşım numunesine ait XRD kırınım indis deseni Şekil 4.5'te verilmiştir.



Şekil 4.5: $Mg_{33}Al_{67}$ alaşımına ait XRD grafiği.

Şekil 4.5'te verilen ergitilmiş dökülmüş olarak elde edilen kütleli formdaki $Mg_{33}Al_{67}$ alaşımına ait XRD kırınım indis deseni incelendiğinde; numune bünyesinde Mg_2Al_3 , AlMg ve Al_2O_3 fazlarının olduğu görülmektedir. Yapıda önemli miktarda AlMg ve Al_2O_3 fazlarının var olduğu görülmektedir. Mg_2Al_3 ve AlMg fazlarının bulunduğu piklerin şiddetleri oldukça yüksektir. Yapıda tanımlanamayan faza ait pikler görülmektedir. Bazı piklerin şiddetlerinin diğerlerine göre çok yüksek olmasından dolayı malzemede katılaşma sırasında kısmi yönlenmenin olduğunu söylemek mümkündür.

4.2.2. Yoğunluk ve Sertlik Ölçümü

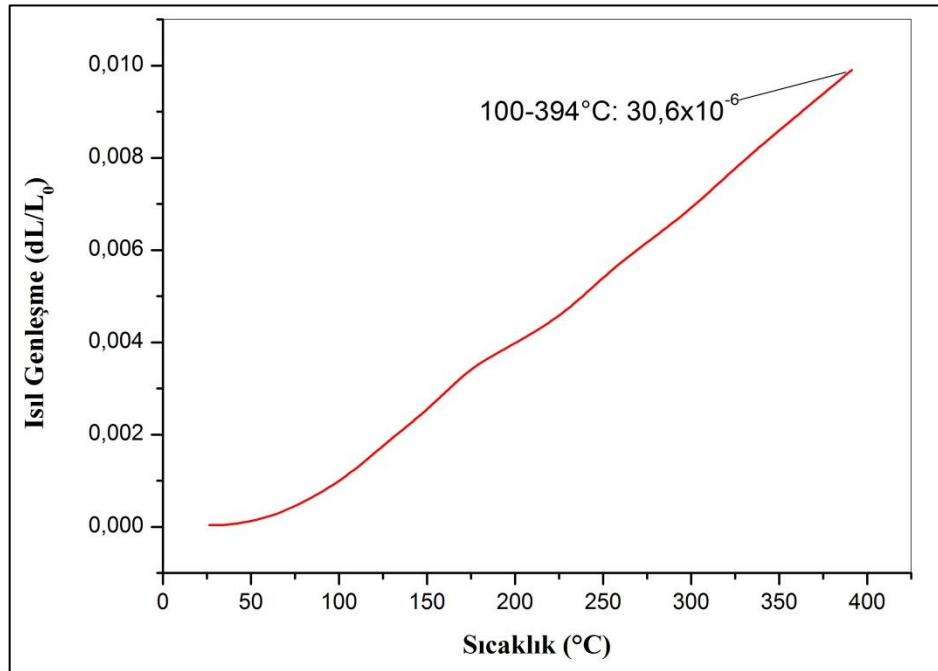
Mg₃₃Al₆₇ alaşımına ait ağırlık ölçümü ve hesaplanan yoğunluk değeri Tablo 4.2’de verilmiştir. Saf magnezyum ve alüminyumun yoğunlukları sırasıyla 1,74 ve 2,7 g/cm³’tür. Ancak hazırlanan alaşımın yoğunluğu ise 2,19 g/cm³ olarak ölçülmüştür. Bu tabloda aynı zamanda, deneysel çalışmalarda belirtildiği gibi ölçülmüş 6 adet sertlik değerinin aritmetik ortalaması alınarak alaşım sertlik değeri 219 HV olarak belirlenmiştir.

Tablo 4.2: Mg₃₃Al₆₇ alaşımına ait ağırlık ölçümü, yoğunluk ve sertlik değerleri.

Kuru Ağırlık (g)	Yaş Ağırlık (g)	Askıdaki Ağırlık (g)	Yaş ve Kuru Ağırlık Farkı (g)	Yoğunluk (g/cm ³)	Sertlik (HV)
4,2863	4,2972	2,3436	0,0109	2,1941	219 ± 6

4.2.3. Isıl Genleşme Katsayısı Ölçümü

Üretilen Mg₃₃Al₆₇ alaşımına ait ısı genleşme-sıcaklık davranış grafiği Şekil 4.6’da verilmiştir.



Şekil 4.6: Mg₃₃Al₆₇ alaşımına ait ısı genleşme-sıcaklık grafiği.

Şekil 4.6’da verilen, üretilen $Mg_{33}Al_{67}$ alaşımına ait ısı genleşme eğrisinde 200°C civarında lineerlikten çok hafif bir sapma vardır. Bundan sonra 400°C’ye kadar eğrinin eğiminde değişiklik yoktur. 100°C ile 394°C arası için lineer genleşme katsayısı eğrinin eğiminden $30,6 \times 10^{-6} / ^\circ C$ olarak hesaplanmıştır.

4.3. Islatma Testi Sonuçları

Farklı metal malzemeler ile spinel esaslı seramik malzemenin arasındaki ıslatma özelliğinin gözlemlenmesi için yapılan ıslatma testlerine ait 5X büyütmedeki optik mikroskop (OM) ve 1000X büyütmedeki taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri Şekil 4.7’de verilmiştir.

Deneme şartları ve malzeme bileşimi Tablo 3.1’de verilen deneme numunelerinin, Şekil 4.7’de verilen mikroyapılarına bakıldığında OM görüntülerinde alt ve üst kısımdaki malzeme seramik malzemedir. İki seramik malzeme arasında parlak olarak görülen malzeme metal fazıdır.

A denemesine ait numunenin mikroyapısı incelendiğinde metal malzemenin seramik yüzeylerini çok iyi ıslatmadığı görülmektedir. Aynı zamanda, iki seramik yüzey arasının da metal açısından büyük oranda boş kaldığı da görülmektedir. Seramik malzemeye çok ince bir şekilde tutunma görülmektedir. SEM görüntüsünde de aynı durum görülmektedir. Seramik yüzeye metalin kısmen tutunduğu ve boşlukların olduğu görülmektedir.

B denemesine ait numunenin mikroyapısı incelendiğinde metalin seramik yüzeyine kısmen tutunduğu görülmektedir. Ama iki seramik yüzeyinin arası mükemmel bir şekilde metal ile dolmamıştır. Bu alanda metal açısından bir süreklilik yoktur. OM’de derinliğine çözünürlük iyi olmadığı için parlatılmış kısımlarda sadece aynı seviyede olanlar çok iyi görülmektedir. Bu açıdan değerlendirilince, SEM görüntülerinin daha tatminkâr olduğu görülmektedir. SEM görüntülerine bakıldığında da metal malzemenin seramik yüzeyini kısmen ıslattığı ve metaller arasında boşluk olduğu görülmektedir.

C denemesine ait numunenin mikroyapısı incelendiğinde metal malzeme seramik yüzeyini kısmen ıslatmıştır. Metal açısından bir yoğunluk kazanımı söz konusu değildir. Sadece bölgesel olarak kısmen yoğunluk kazanan alanlar vardır. Seramik malzemelerin arasını mükemmel bir şekilde doldurduğunu söylemek

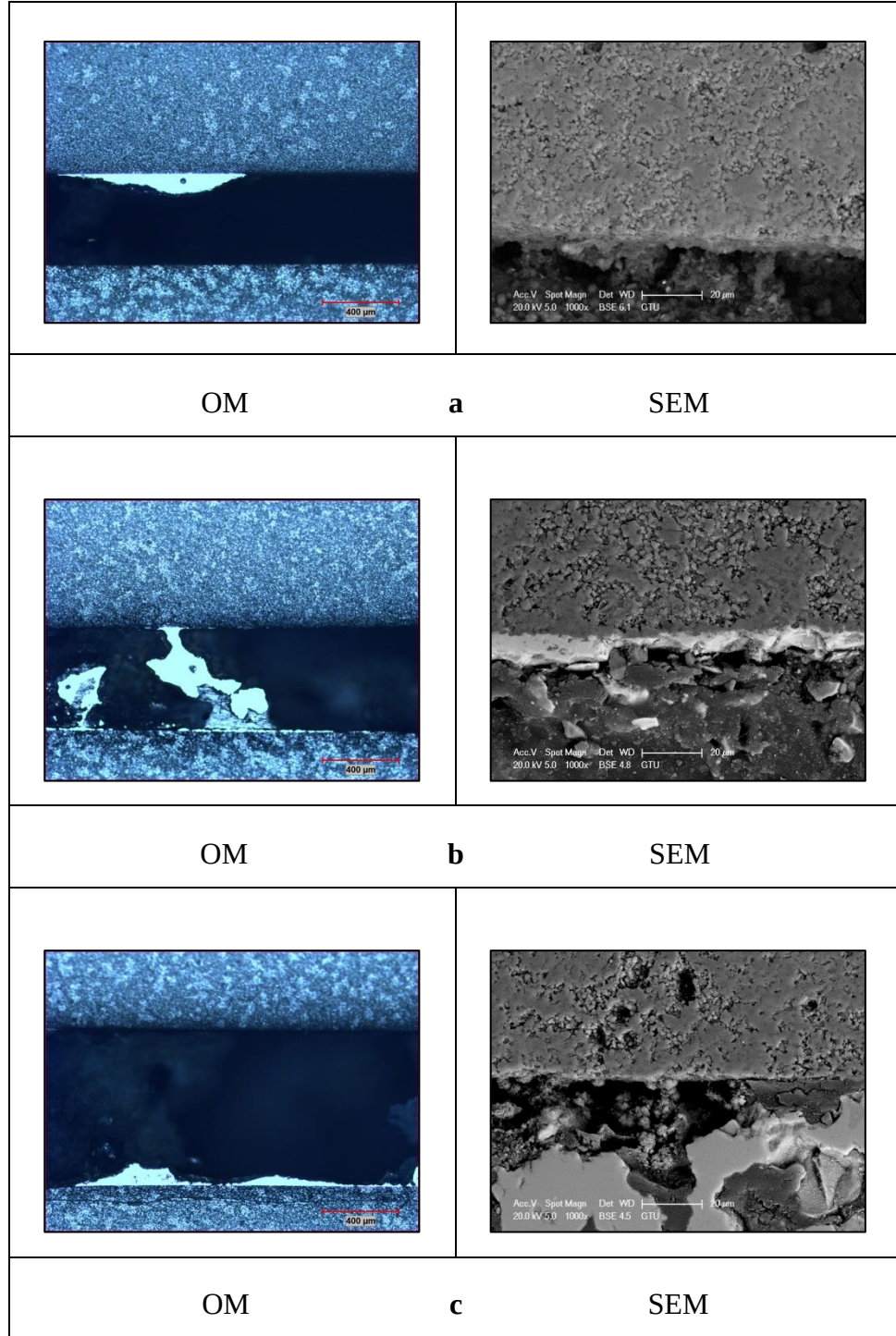
mümkün değildir. Bu durum SEM görüntülerinde de görülmektedir. Seramik malzeme arasına konan metal tozunun tam manasıyla sinterlenmediği görülmektedir.

D denemesine ait numunenin mikroyapısı incelendiğinde metalin seramiği ıslatması daha iyidir. Ama bu numunede de ıslatma kısmen gerçekleşmiştir. İki yüzey arasında kalan metal içerisinde büyük bir boşluk vardır ve bu durum metalin sürekliliğini ortadan kaldırmaktadır. Dolayısıyla, aradaki malzemenin sürekliliğini koruyarak seramiği iyi şekilde ıslattığının ifade edilmesi mümkün değildir. SEM görüntüsüne bakıldığında da metalin seramiğe tutunmasının iyi olduğu görülmektedir. Ama metal malzemenin kendi içinde sinterlenmesinin iyi olmadığı burada da görülmektedir.

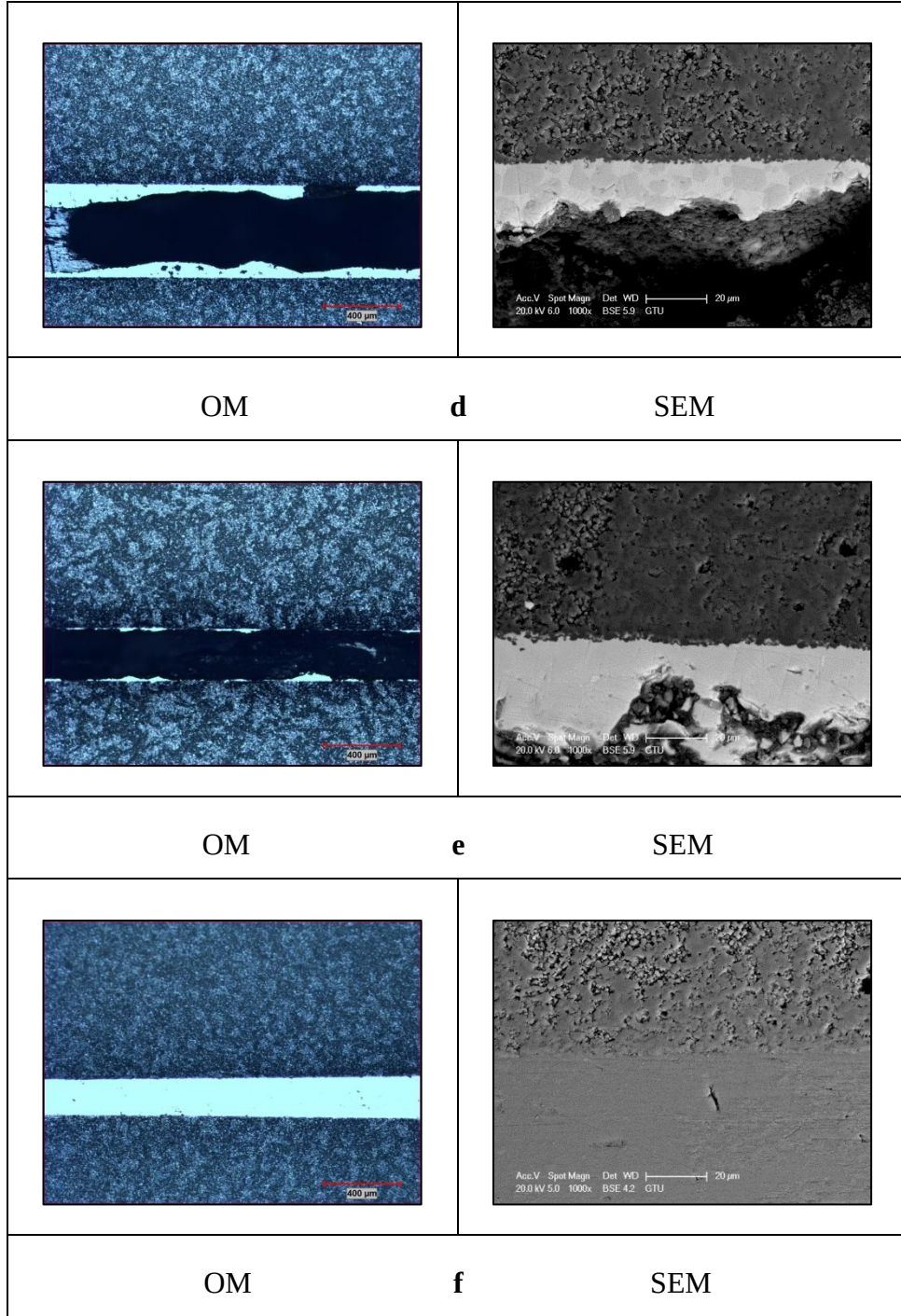
E denemesine ait numunenin mikroyapısı incelendiğinde de metal malzeme seramik yüzeylerini yer yer ıslatıp tutunmuştur. Ama metal malzemede gevşek yapıda bölgeler vardır. Metal malzeme seramiklerin arasını doldurması açısından çok kötüdür ve süreklilik yoktur. SEM görüntüsüne bakıldığında da bu durum görülmektedir. Metalin seramiğe tutunduğu bölgede ıslatma iyi ama metal içerisinde bir devamlılık söz konusu değildir.

F denemesine ait numunenin mikroyapısı incelendiğinde metal malzemenin seramik yüzeylerini çok iyi bir şekilde ıslattığı görülmektedir. Metal gayet iyi bir şekilde seramiklerin arasını doldurmuştur. Bu metal malzemesinin ıslatması da devamlılığı da çok iyi durumdadır. Ve metal malzeme içerisinde herhangi bir şekilde yüksek oranda gözenekte yoktur. SEM görüntüsünde de ıslatmanın ve sürekliliğin çok iyi olduğu görülmektedir.

Şekil 4.7'ye bakıldığında en iyi ıslatma özelliği gösteren metalin F denemesinde elde edilen metal olduğu görülmektedir. Bu denemede hem iyi bir ıslatma hem de metal fazda bir süreklilik söz konusu olduğu görülmektedir.



Şekil 4.7: Metal ile seramik malzemenin ıslatma özelliğini gösteren farklı denemelerin 5X büyütmedeki OM ve 1000X büyütmedeki SEM görüntüleri a) A denemesi, b) B denemesi, c) C denemesi, d) D denemesi, e) E denemesi ve f) F denemesi.



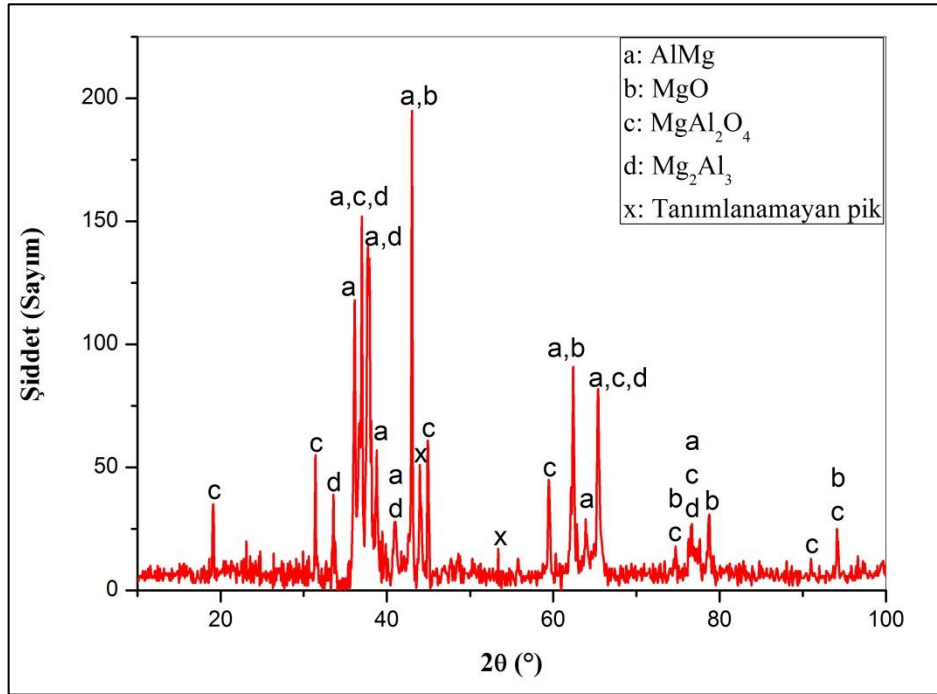
Şekil 4.7: Devam.

4.4. Kompozit Malzemeye Ait Sonuçlar

4.4.1. Kompozit Tozuna Ait Sonuçlar

4.4.1.1. XRD Analizi

Şekil 4.8’de yüksek enerjili değirmende 300 rpm’de 2 saat boyunca karıştırılan ağırlıkça %60 oranında alaşım içeren kompozit tozuna ait XRD kırınım indis deseni verilmiştir.

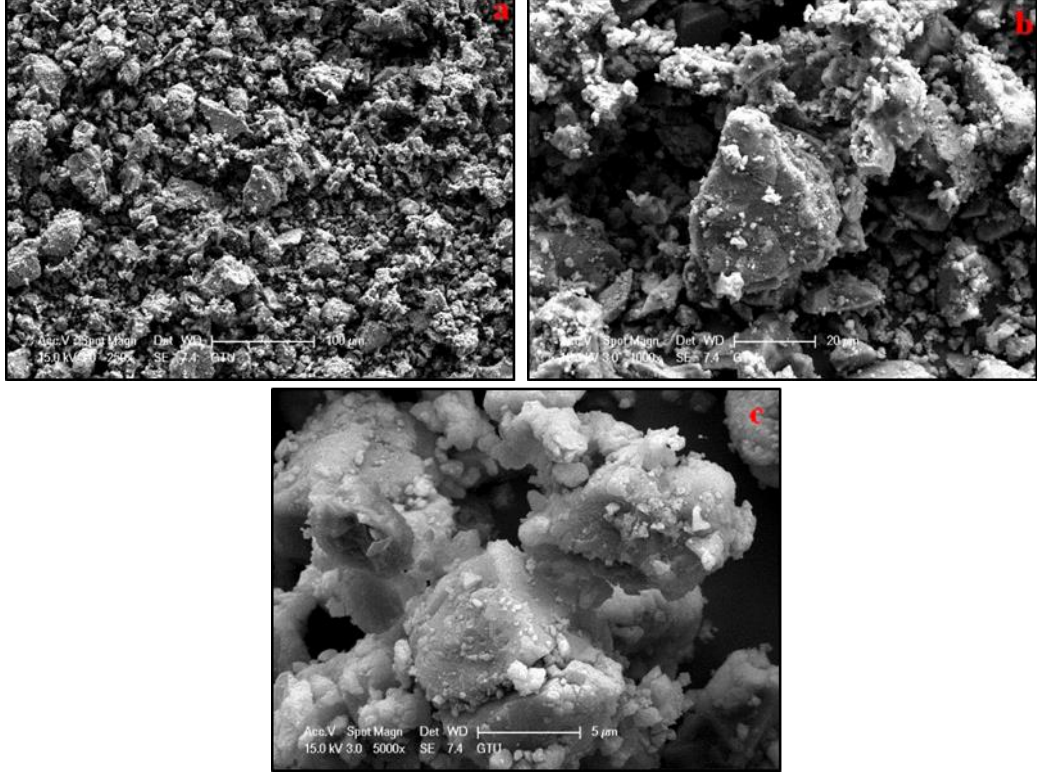


Şekil 4.8: Ağırlıkça %60 oranında alaşım içeren kompozit tozuna ait XRD grafiği.

Şekil 4.8’de verilen ağırlıkça %60 oranında alaşım içeren kompozit tozuna ait XRD kırınım indis deseni incelendiğinde; numunede MgO, MgAl₂O₄, AlMg ve Mg₂Al₃ fazlarının olduğu görülmüştür. Yapıda önemli miktarda AlMg, MgO ve MgAl₂O₄ fazları vardır. AlMg’ye ait piklerin şiddetleri MgAl₂O₄ fazının pikleri ile karşılaştırıldığında daha yüksektir. Ayrıca XRD deseninde 45° ve 55°’de tanımlanamayan bir pik bulunmaktadır.

4.4.1.2. SEM Görüntüleri

Şekil 4.9’da yüksek enerjili değirmende 300 rpm’de 2 saat boyunca karıştırılan ağırlıkça %60 oranında alaşım içeren kompozit tozunun farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri verilmiştir.



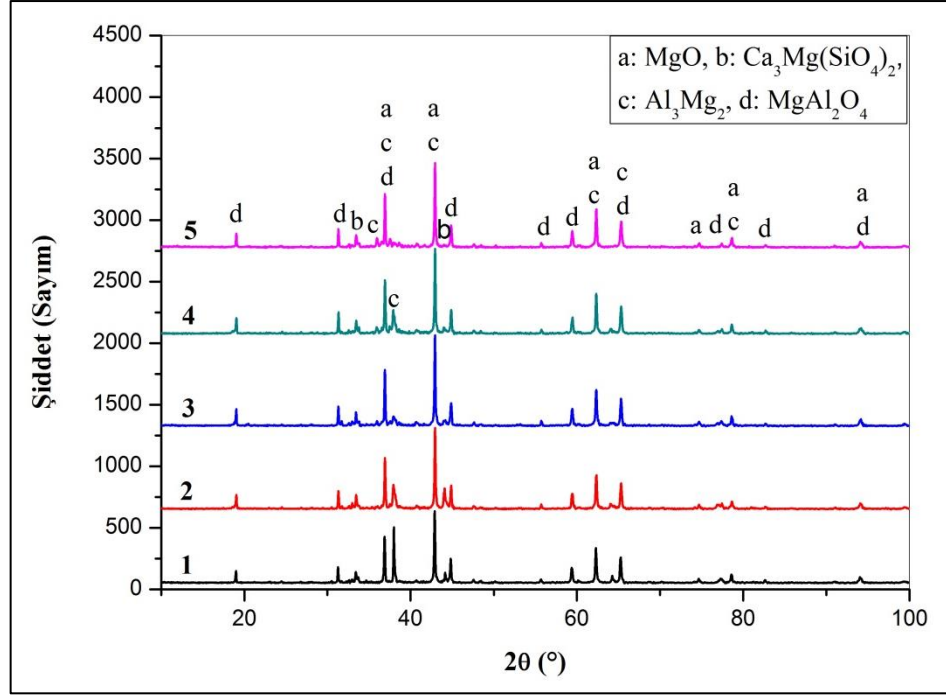
Şekil 4.9: Ağırlıkça %60 oranında alaşım içeren kompozit tozuna ait SEM görüntüleri a) 250X, b) 1000X ve c) 5000X.

Şekil 4.9’da verilen SEM görüntülerine bakıldığında, tozların ortalama tane boyutlarının 100 µm altında olduğu görülmektedir. Metal ve seramik tozları gayet iyi bir şekilde yayılıp homojen bir dağılım sergilemişlerdir. Yapıda iri boyutlu topaklanma görülmemektedir ancak mikroskobik boyutta topaklanma söz konusudur. Küçük boyutlu metal tozları seramik tozlarının etrafına iyi yapışmış vaziyettedir. Yani, metal tozu ile seramik tozunun gayet homojen bir şekilde karıştırılmış olduğu görülmektedir. Tozların çok mükemmel şekilde dağılmış olduğu söylenemese de göreceli olarak homojen bir şekilde karıştırıldığı ifade edilebilir. Metal tozları seramik tozlarına gayet iyi şekilde sıvanmıştır.

4.4.2. Kompozit Numunelerine Ait Sonuçlar

4.4.2.1. XRD Analizi

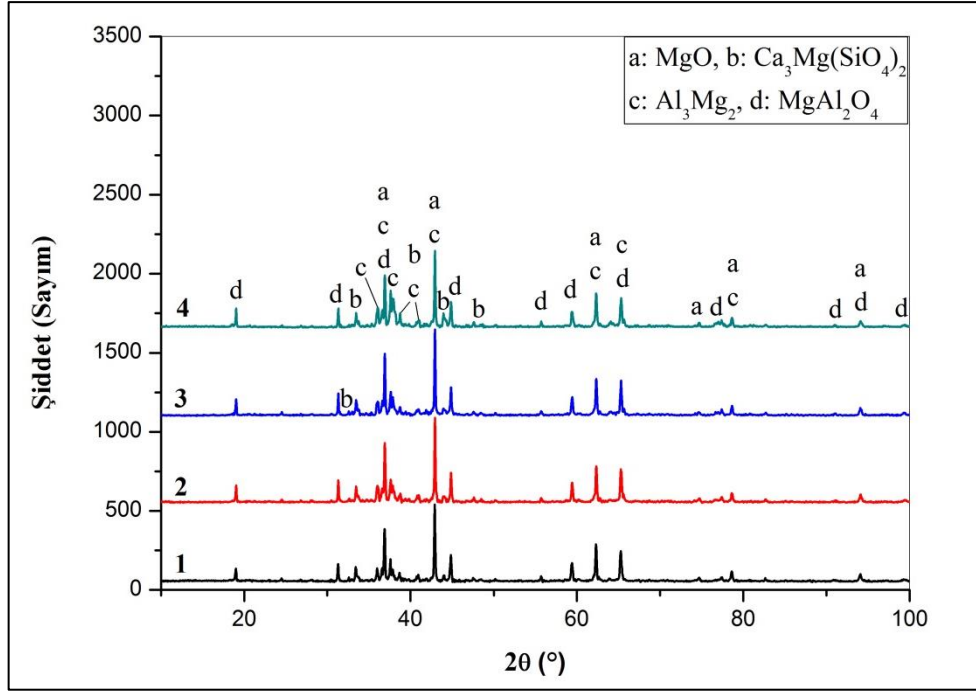
Şekil 4.10'da 730°C'de üretilen bütün kompozit numunelerine ait XRD kırınım indis desenleri ve çözümlemeleri verilmiştir.



Şekil 4.10: 730°C'de üretilen farklı bileşimlere sahip kompozit numunelerine ait XRD deseni 1) KN-1.3, 2) KN-1.4, 3) KN-1.5, 4) KN-1.6 ve 5) KN-1.7.

Şekil 4.10'da KN-1.3, KN-1.4, KN-1.5, KN-1.6 ve KN-1.7 kodlu numunelere ait XRD kırınım indis desenleri verilmiştir. Pikler incelendiğinde; MgO, $\text{Ca}_3\text{Mg}(\text{SiO}_4)_2$, Al_3Mg_2 ve MgAl_2O_4 fazlarının olduğu görülmektedir. Genel olarak bakıldığında, oluşan fazların tipinde fazla bir değişiklik görülmemiştir. Yapıda önemli miktarda MgAl_2O_4 ve MgO fazlarının var olduğu görülmektedir. En yüksek şiddete sahip piklerin MgO, Al_3Mg_2 ve MgAl_2O_4 fazlarına ait olduğu görülmektedir.

Şekil 4.11'de 490°C'de üretilen bütün kompozit numunelerine ait XRD kırınım indis desenleri ve çözümlemeleri verilmiştir.



Şekil 4.11: 490°C’de üretilen farklı bileşimlere sahip kompozit numunelerine ait XRD deseni 1) KN-2.4, 2) KN-2.5, 3) KN-2.6 ve 4) KN-2.7.

Şekil 4.11’de KN-2.4, KN-2.5, KN-2.6 ve KN-2.7 kodlu numunelere ait XRD kırınım indis desenleri verilmiştir. Pikler incelendiğinde; MgO, $\text{Ca}_3\text{Mg}(\text{SiO}_4)_2$, Al_3Mg_2 ve MgAl_2O_4 fazlarının olduğu görülmektedir. Piklere genel olarak bakıldığında, oluşan fazların tipinde çok fazla değişim görülmemiştir. Yapıda önemli miktarda MgAl_2O_4 ve MgO fazlarının var olduğu görülmektedir. En yüksek şiddete sahip piklerin MgO, Al_3Mg_2 ve MgAl_2O_4 fazlarına ait olduğu anlaşılmaktadır.

4.4.2.2. Yoğunluk Ölçümü

730°C sıcaklıkta üretilen kompozit numunelerine ait ölçülen yoğunluk değerleri, kompozitlerin teorik yoğunlukları ve yoğunluk kazanım oranları Tablo 4.3’te listelenmiştir.

Tablo 4.3: 730°C’de üretilen kompozit numunelerine ait yoğunluk değerleri.

Numune Adı	Kuru Ağırlık (g)	Yaş Ağırlık (g)	Kompozit Yoğunluğu (g/cm ³)	Kompozit Teorik Yoğunluğu (g/cm ³)	Yoğunluk Kazanımı (%)
KN-1.3	3,0642	3,4404	2,18	3,25	67,0
KN-1.4	4,4319	4,7718	2,36	3,13	75,0
KN-1.5	3,3840	3,5535	2,59	3,03	86,0
KN-1.6	4,6249	4,8239	2,57	2,94	87,0
KN-1.7	2,4582	2,6007	2,49	2,69	93,0

Tablo 4.3’te listelenen numunelerdeki alaşım miktarı arttıkça kompozit yoğunluğunun KN-1.6’ya kadar arttığı bundan sonra bir düşüş olduğu görülmektedir. Kompozit yoğunluğu 2,18-2,59 g/cm³ arasında değişmektedir. En yüksek değer; KN-1.5 numunesinde 2,59 g/cm³ olarak elde edilirken en düşük değer KN-1.3 numunesinde 2,18 g/cm³ olarak elde edilmiştir. Ayrıca, KN-1.3 numunesinden sonra metal miktarı artmasına rağmen 2,59 g/cm³’lük yoğunluk değeri %40 metal içeren numunede elde edilmiştir. Ancak, KN-1.7’de ise daha düşük bir yoğunluk değeri elde edilmiştir. Metal açısından en fakir numune olan KN-1.3 kodlu numune %15 metal içermektedir. Bu kompozitin hesaplanan teorik yoğunluğu 3,25 g/cm³ iken %60 metal içeren KN-1.7’nin hesaplanan teorik yoğunluğunun ise 2,69 g/cm³ olması gerekmektedir. Ölçülen yoğunluk değeri KN-1.7 için 2,49 g/cm³ iken hesaplanan teorik yoğunluğu ise 2,69 g/cm³’tür. Arada 0,20 g/cm³’lük bir yoğunluk farkı bulunmaktadır. Yoğunluk kazanım oranının belirlenmesi için kompozit yoğunluğunun teorik yoğunluğa oranlanması ile en yüksek oranın %93 ile KN-1.7 numunesine ait olduğu görülmektedir.

490°C sıcaklıkta üretilen kompozit numunelerine ait ölçülen yoğunluk değerleri, kompozitlerin teorik yoğunlukları ve yoğunluk kazanım oranları Tablo 4.4’te listelenmiştir.

Tablo 4.4: 490°C’de üretilen kompozit numunelerine ait yoğunluk değerleri.

Numune Adı	Kuru Ağırlık (g)	Yaş Ağırlık (g)	Kompozit Yoğunluğu (g/cm ³)	Kompozit Teorik Yoğunluğu (g/cm ³)	Yoğunluk Kazanımı (%)
KN-2.4	1,5121	1,6394	2,37	3,13	76,0
KN-2.5	2,9747	3,1772	2,44	3,03	81,0
KN-2.6	3,3562	3,5102	2,56	2,94	87,0
KN-2.7	3,9881	4,0946	2,58	2,69	96,0

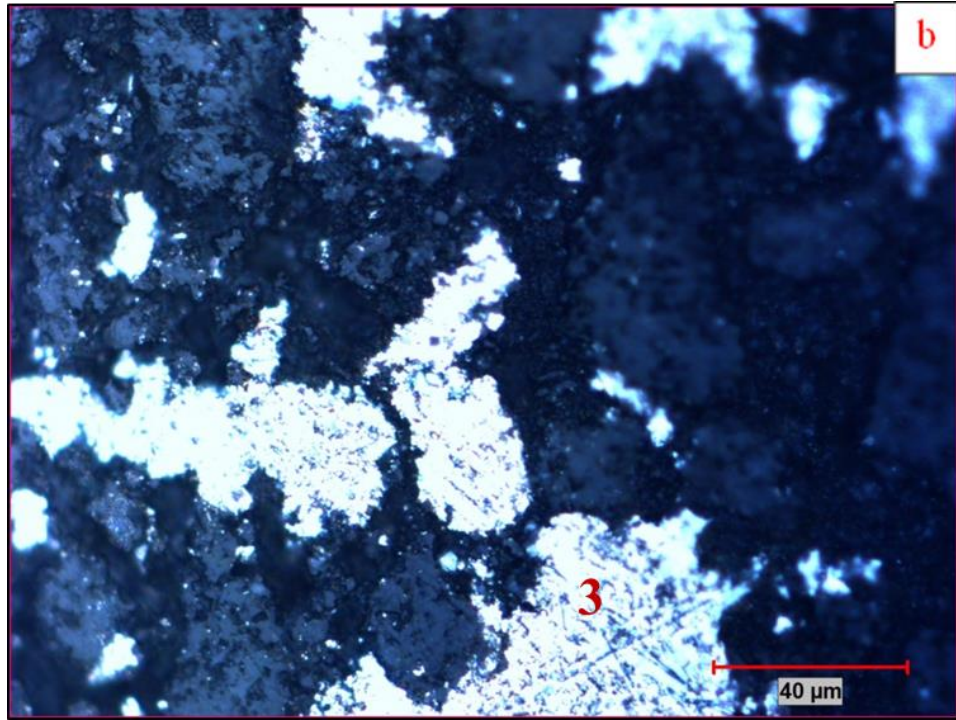
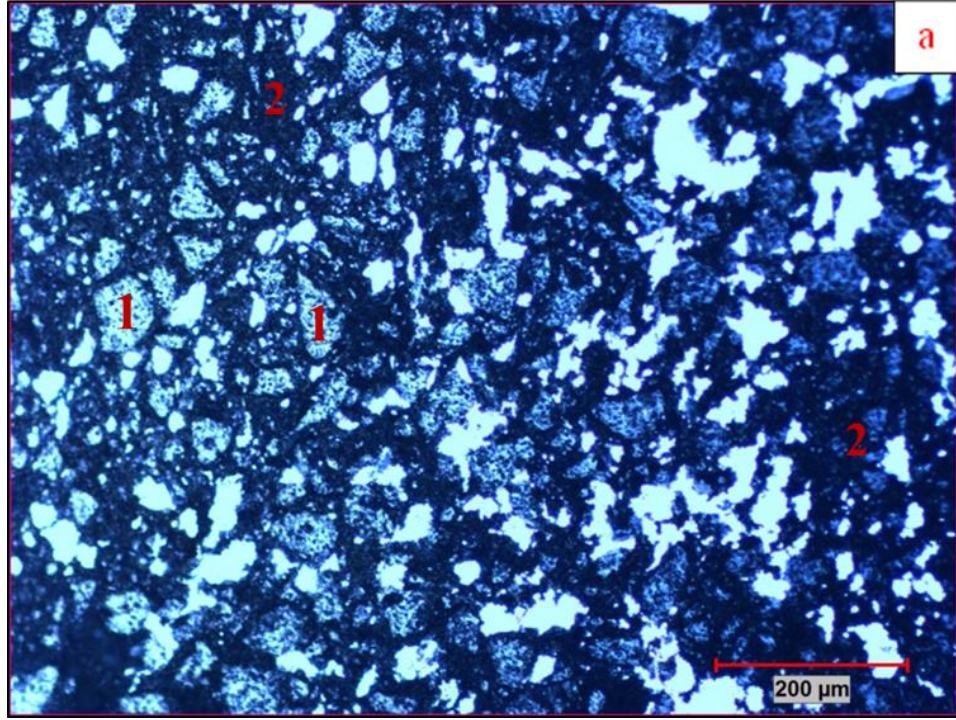
Tablo 4.4’te listelenen numunelerdeki alaşım miktarı arttıkça kompozit yoğunluğunun bu artışa paralel olarak arttığı görülmektedir. Kompozitlerin ölçülen yoğunluğu 2,37-2,58 g/cm³ arasında değişmektedir. En yüksek değer; KN-2.7 numunesinde 2,58 g/cm³ olarak elde edilirken en düşük değer KN-2.4 numunesinde 2,37 g/cm³ olarak elde edilmiştir. Metal açısından en fakir numune olan KN-2.4 kodlu numune %25 metal içermektedir. Bu kompozitin hesaplanan teorik yoğunluğu 3,13 g/cm³ iken %60 metal içeren KN-2.7’nin teorik yoğunluğu da 2,69 g/cm³ olması gerekmektedir. Ölçülen yoğunluk değeri KN-2.7 için 2,58 g/cm³ iken hesaplanan teorik yoğunluğu da 2,69 g/cm³’tür. Arada 0,11 g/cm³’lük bir yoğunluk farkı bulunmaktadır. Yoğunluk kazanım oranının belirlenmesi için kompozit yoğunluğunun teorik yoğunluğa oranlanması ile en yüksek oranın %96 ile KN-2.7 numunesine ait olduğu görülmektedir.

4.4.2.3. OM ile Mikroyapı İncelemesi

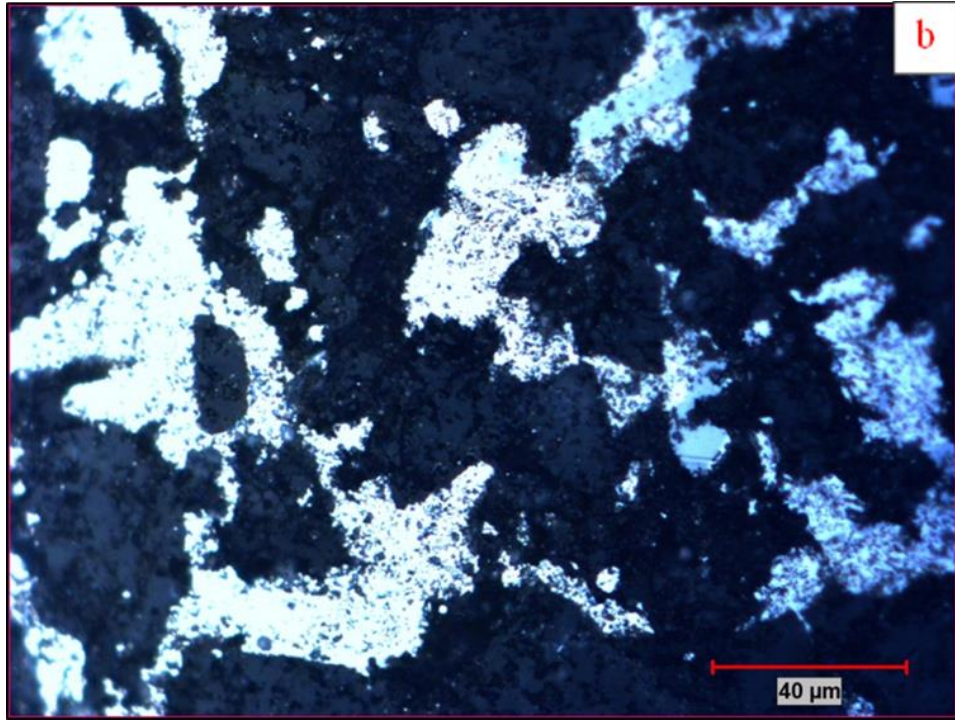
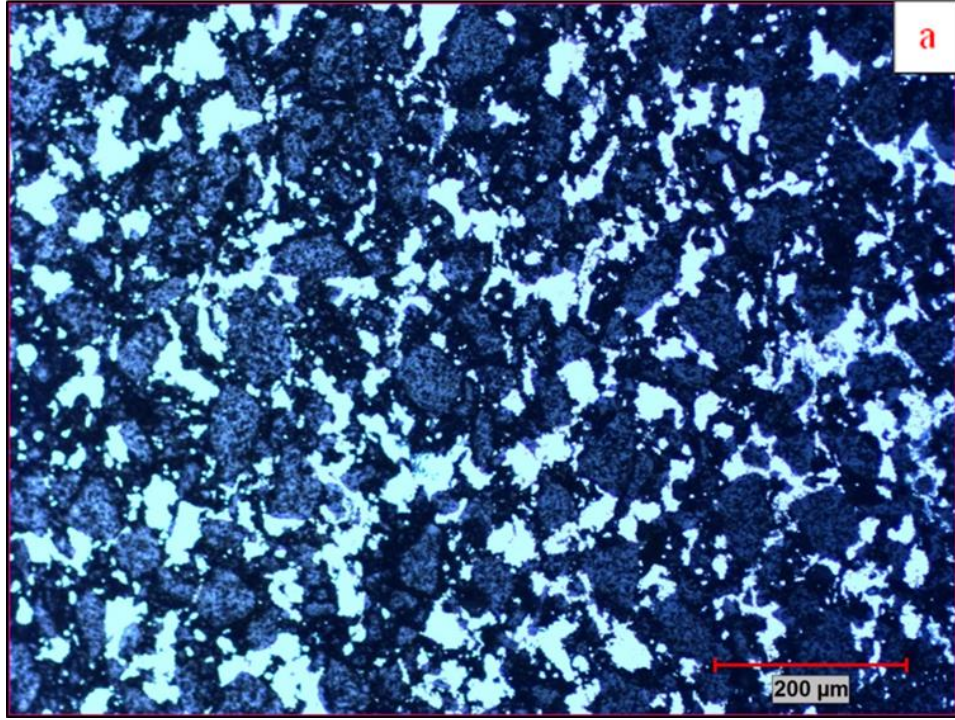
Bu bölümde, 730°C ve 490°C sıcaklıklarda üretilen kompozit numunelerin optik mikroskop (OM) ile inceleme sonuçları verilmektedir. 730°C’de üretilen kompozit numunelerinin optik mikroskop ile alınmış mikroyapı görüntüleri Şekil 4.12-4.16’da verilmiştir.

Şekil 4.12-4.16’da verilen görüntülerin hepsi OM ile 10X ve 50X büyütme oranlarında alınan görüntülerdir. Bu görüntülere bakıldığında, genel olarak siyah bölge, koyu bölge ve açık bölge olmak üzere 3 farklı bölge görülmektedir. Açık bölgelerde çok parlak olarak görülen bölgeler metal malzemeye ait bölgelerdir. Koyu bölgeler ise seramik malzemeye ait bölgelerdir. Seramik malzeme içinde siyah

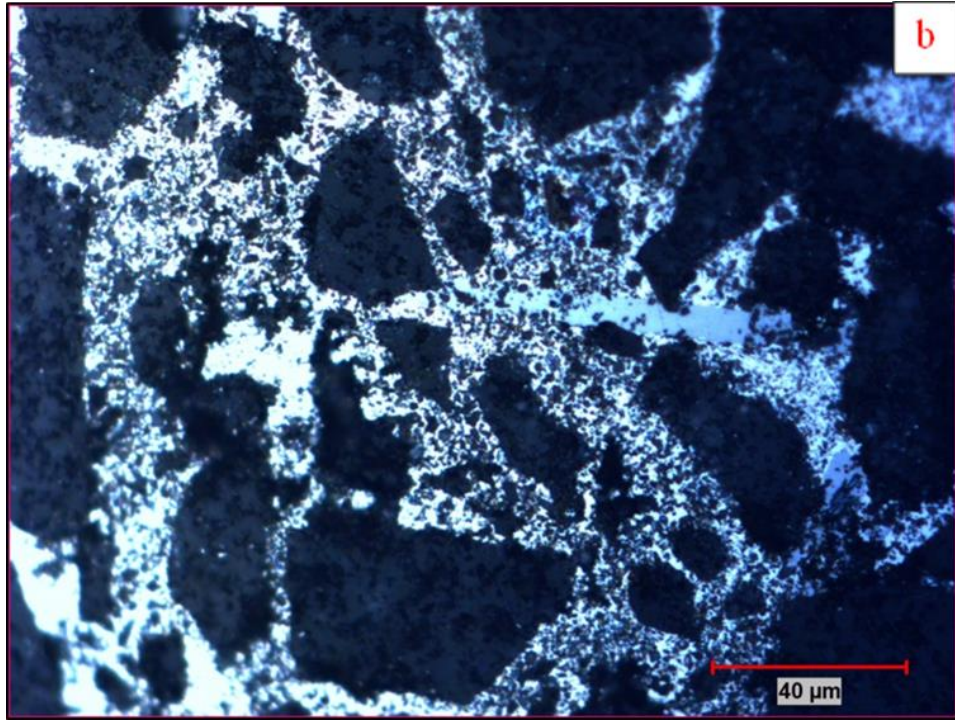
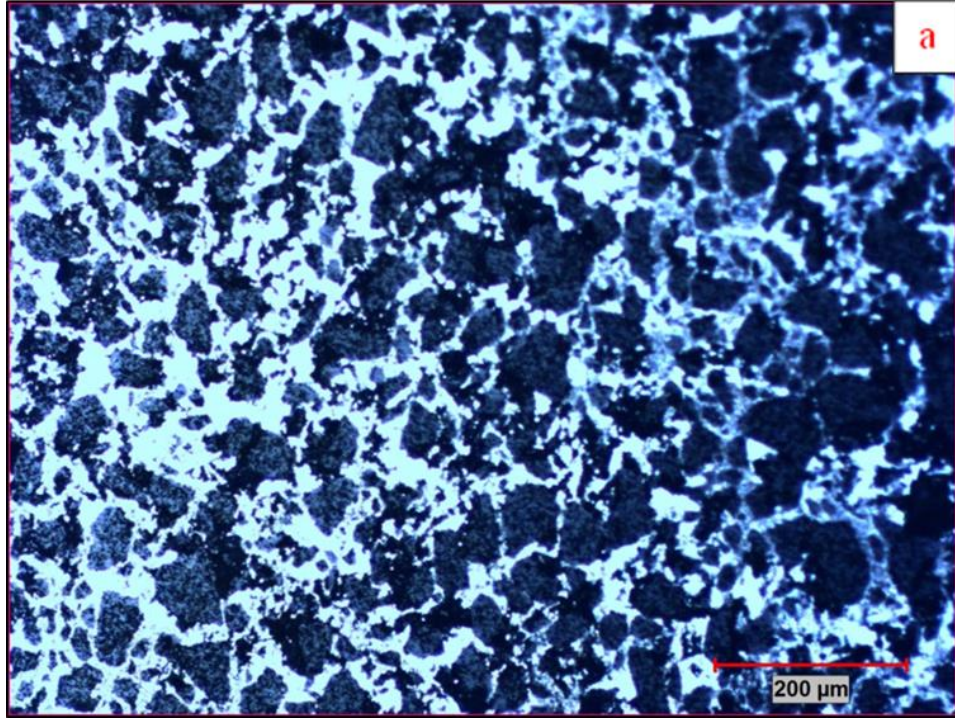
bölgeler mevcuttur ve bu siyah bölgeler seramiğin bünyesindeki gözeneklere aittir. Bu bölgelerin dışında siyah olan bölgeler kompozit içerisindeki gözeneklere aittir. Bu bölgelerin hepsi bütün mikroyapı görüntülerini temsilen Şekil 4.12’de verilen mikroyapı görüntülerinde belirtilmiştir. Şekil 4.12-a’da 1 ile gösterilen bölgeler seramik bölgede bulunan siyah bölgeleri yani seramiğin bünyesinde var olan gözenekleri temsil eder. Yine Şekil 4.12-a’da 2 ile gösterilen bölgeler seramik ile metal arasında, metal tarafından doldurulmamış boş bölgeleri yani kompozitteki gözenekleri temsil eder. Şekil 4.12-b’de 3 ile gösterilen bölgeler metal matris içerisindeki siyah noktaları temsil eder. Bu siyah noktalar gözenek değil, metal matris içerisine dağılmış çok küçük boyutlu seramik parçacıklarıdır. Numunelerdeki alaşım tozu miktarı arttıkça metal matris faz miktarı artmaktadır ve matriste bir süreklilik ve aynı zamanda homojen bir dağılım oluşmaya başlamaktadır. Alaşım tozunun az olduğu numunelerde metal malzeme, sürekli bir matris olarak davranmamaktadır. Metal matris fazının yeterli miktarda olmadığı numunelerde metal seramik partiküllerinin etrafını tam mükemmel sarmamış ve bu yüzden gözenekli bir yapı oluştuğu görülmektedir. Ama bu durum alaşım miktarının artmasıyla yok olmaktadır. Alaşım miktarının artmasından dolayı seramik parçacıklar arasındaki boşluklar ergimiş metal ile dolarak gözenek miktarı azalmakta ve daha yoğun bir yapı oluşmaya başlamaktadır. Bu durum KN-1.5 numunesinden sonra açıkça görülmektedir. Bu numunede artık matris faz bir süreklilik gösterip her bir seramik partiküllerinin etrafını iyice çevrelemekte ve siyah bölgeler azalmaktadır. En az alaşım tozu miktarına sahip KN-1.3 numunesinde zımparalama esnasında dökülmeler olduğu numune hazırlama sırasında gözlemlenmiş olup mikroyapı incelenmesinde de görülmektedir. KN-1.7 numunesi alaşım miktarı en yüksek numune olduğu için siyah bölgeler, yani gözenekler yok denebilecek kadar azalmıştır. Bu sayede, oldukça yoğun bir yapı oluştuğu gözlenmektedir. Genel olarak görüntülere bakıldığında seramik ile metal ara yüzeyinde iyi bir ıslatma olduğu da görülmektedir.



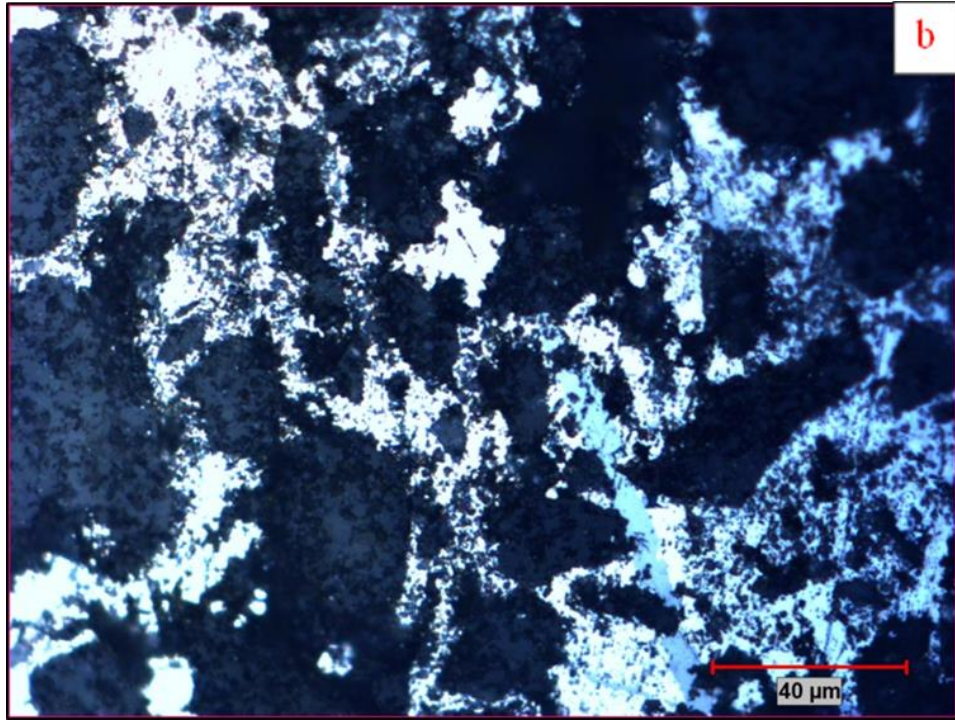
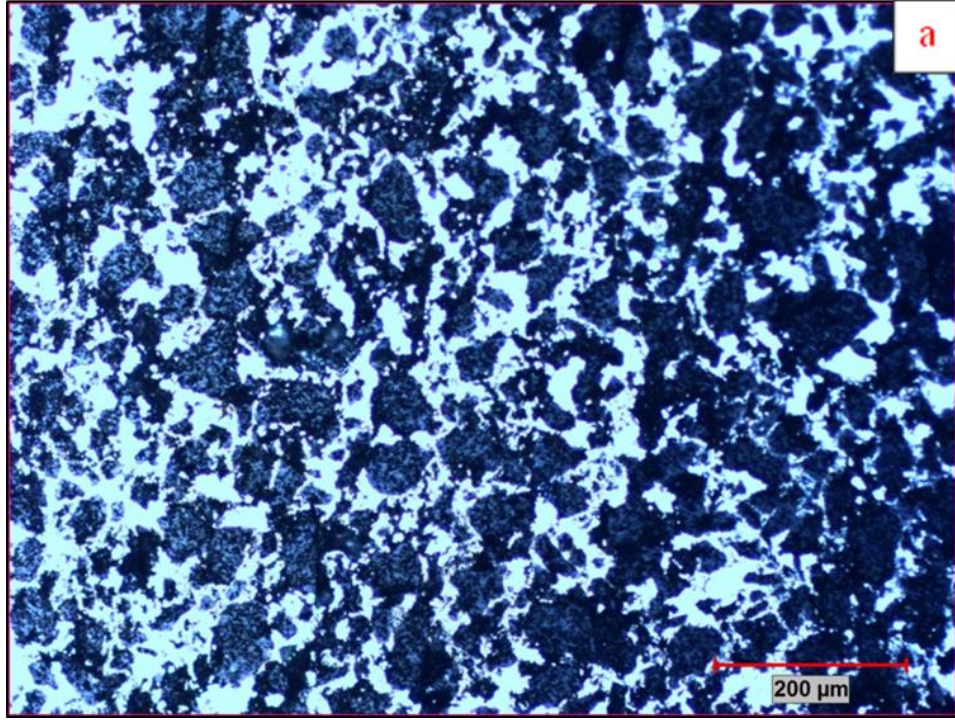
Şekil 4.12: KN-1.3 numunesine ait farklı büyütmelelerde alınan OM görüntüleri a) 10X ve b) 50X.



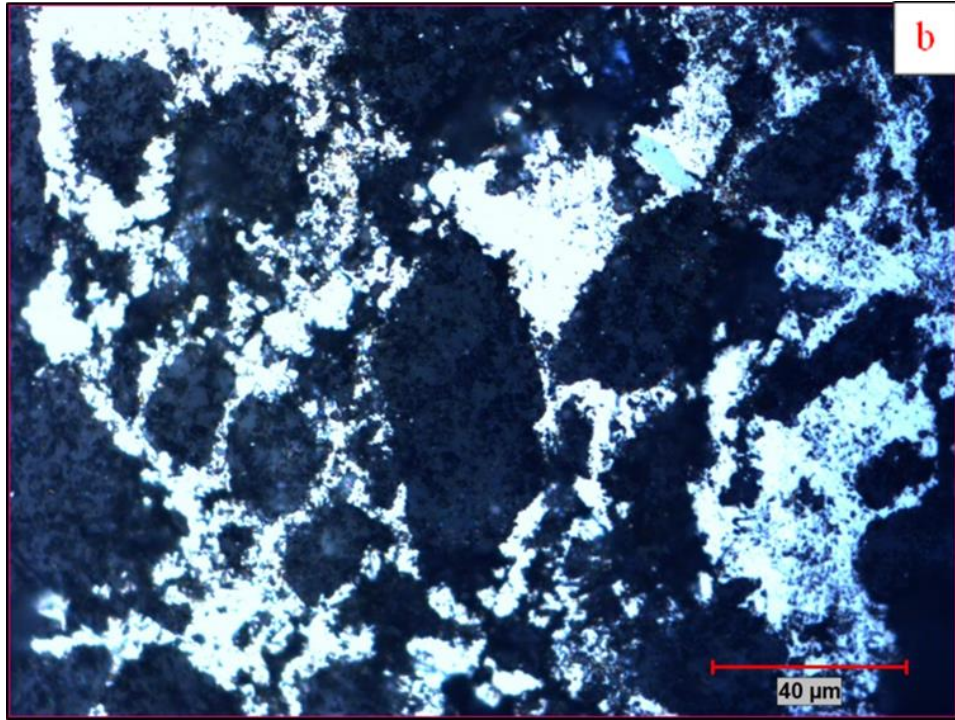
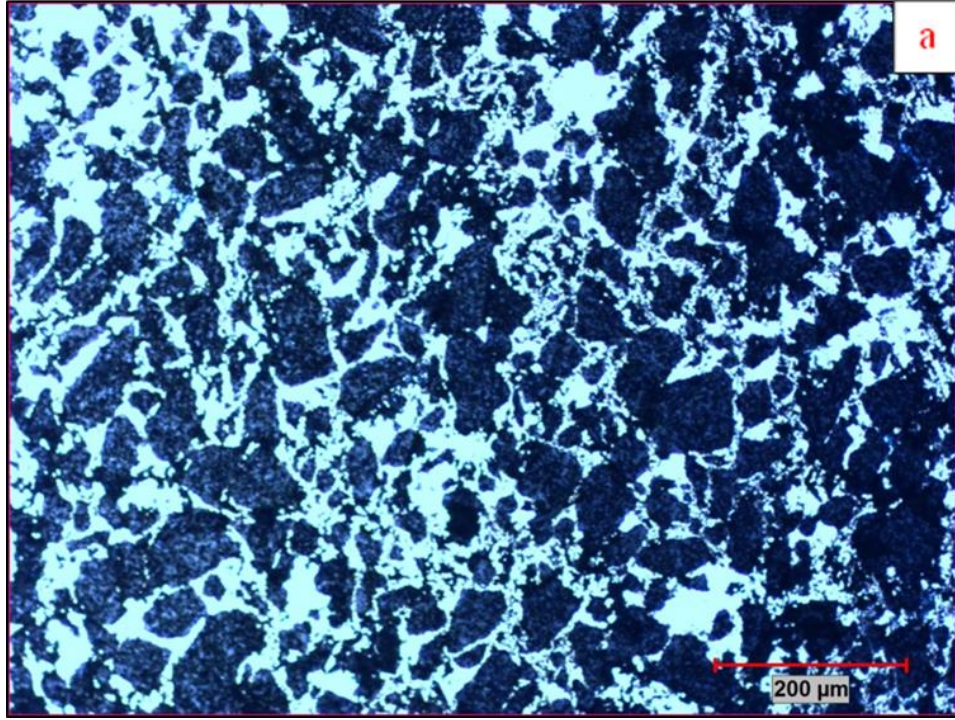
Şekil 4.13: KN-1.4 numunesine ait farklı büyütmelerde alınan OM görüntüleri a) 10X ve b) 50X.



Şekil 4.14: KN-1.5 numunesine ait farklı büyütmelelerde alınan OM görüntüleri a) 10X ve b) 50X.



Şekil 4.15: KN-1.6 numunesine ait farklı büyötmelerde alınan OM göröüntüleri a) 10X ve b) 50X.



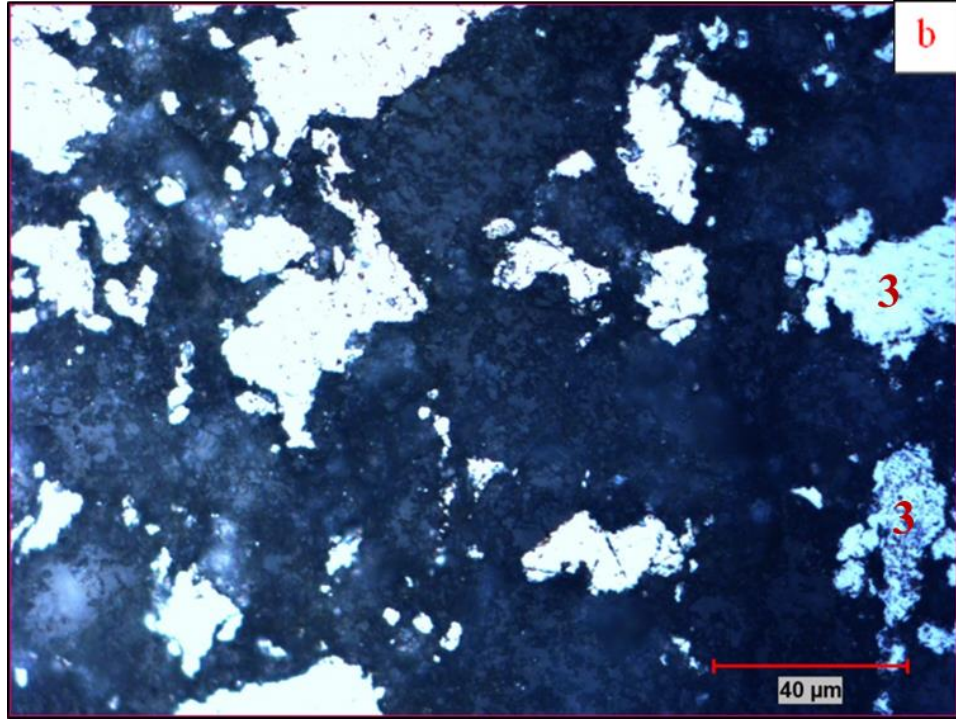
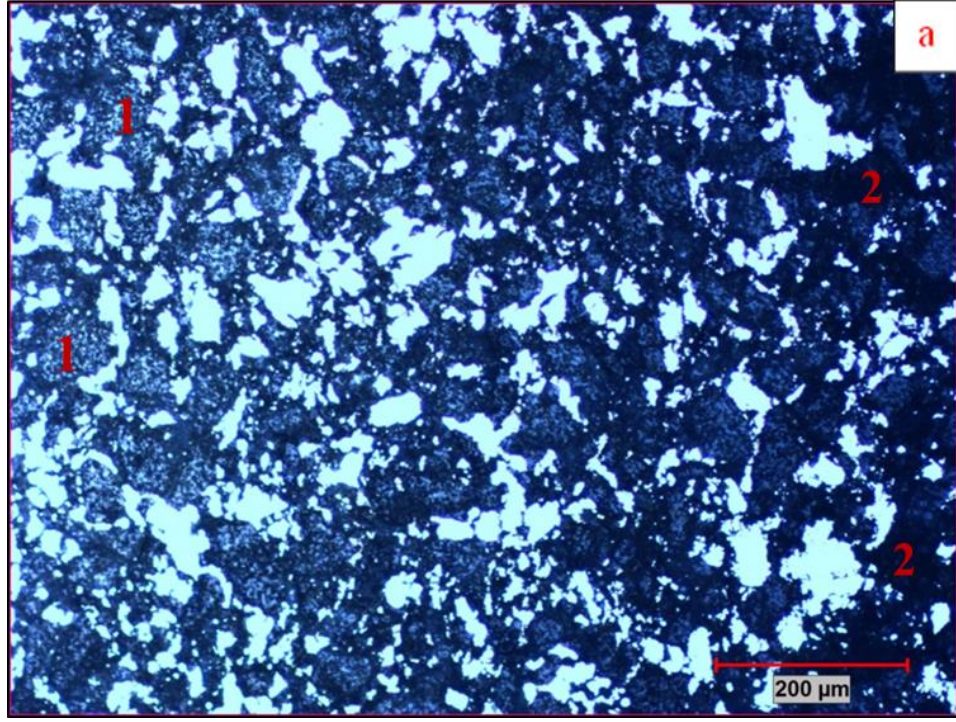
Şekil 4.16: KN-1.7 numunesine ait farklı büyütmelerde alınan OM görüntüleri a) 10X ve b) 50X.

Yukarıda da belirtildiği gibi, Şekil 4.12-4.16'daki farklı numunelere ait görüntüler incelendiğinde alaşım tozu miktarı arttıkça kompozit içerisindeki metal matris fazı miktarı da artmaktadır. Buna paralel olarak matris fazında bir süreklilik ve homojen bir dağılım söz konusudur. Bu sayede daha yoğun bir yapı oluşmaktadır. Seramik ile metal ara yüzeyinde iyi bir ıslatma olduğu görülmektedir. Görüntülere bakıldığında seramik tozlarının geometrisinin tam küresel olmadığı düzensiz bir şekle ve yüzeye sahip oldukları görülmektedir. Seramik parçacıkların gözenekli bir yapısı vardır. Seramik tozu hem 150 µm boyutunda kaba taneleri, hem de 5 µm boyutunda çok ince taneleri içermektedir.

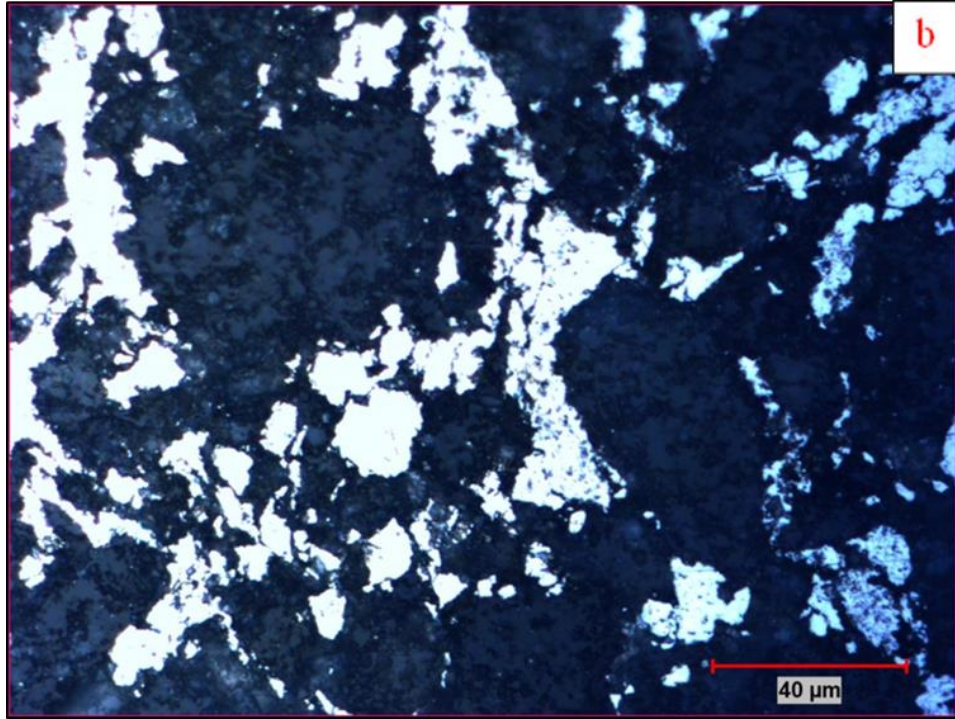
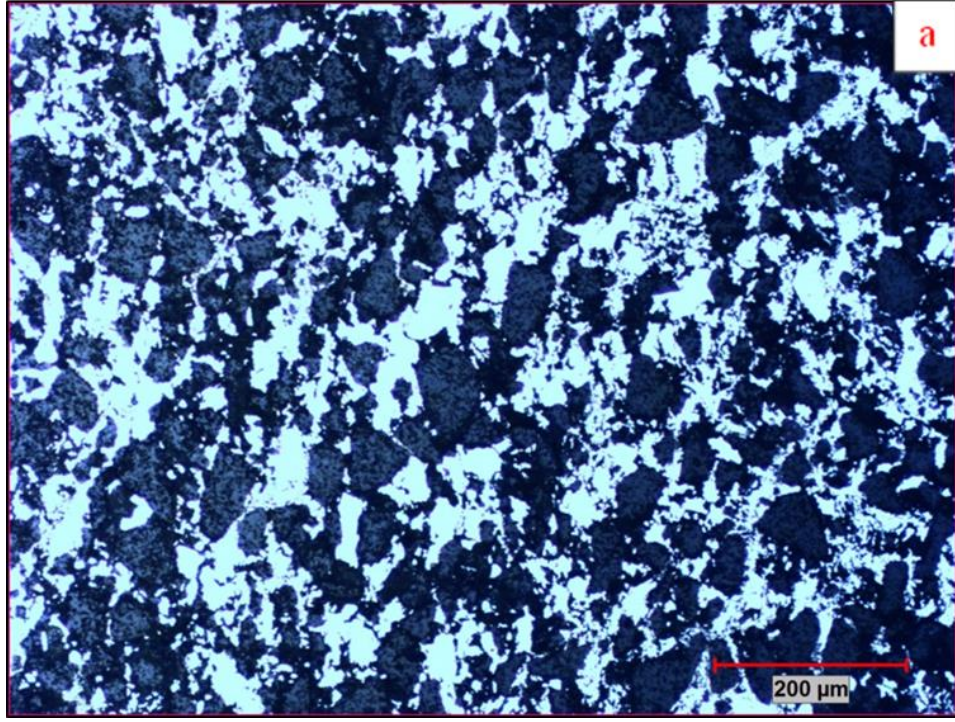
490°C'de üretilen kompozit numunelerinin optik mikroskop (OM) ile alınmış mikroyapı görüntüleri Şekil 4.17-4.20'de verilmiştir.

Şekil 4.17-4.20'de verilen görüntülerin hepsi OM ile 10X ve 50X büyütmelerde alınan görüntülerdir. Bu görüntülere bakıldığında, genel olarak siyah bölge, koyu bölge ve açık bölge olmak üzere 3 farklı bölge görülmektedir. Açık bölgelerde çok parlak olarak görülen bölgeler metal malzemeye ait bölgelerdir. Koyu bölgeler ise seramik malzemeye ait bölgelerdir. Seramik malzeme içinde siyah bölgeler mevcuttur ve bu siyah bölgeler seramiğin bünyesindeki gözeneklere aittir. Bu bölgelerin dışında siyah olan bölgeler kompozit içerisindeki gözeneklere aittir. Bu bölgelerin hepsi bütün mikroyapı görüntülerini temsilen Şekil 4.17'de verilen mikroyapı görüntülerinde belirtilmiştir. Şekil 4.17-a'da 1 ile gösterilen bölgeler seramik bölgede bulunan siyah bölgeleri yani seramiğin bünyesinde var olan gözenekleri temsil eder. Yine Şekil 4.17-a'da 2 ile gösterilen bölgeler seramik ile metal arasında, metal tarafından doldurulmamış boş bölgeleri yani kompozitteki gözenekleri temsil eder. Şekil 4.17-b'de 3 ile gösterilen bölgeler metal matris içerisindeki siyah noktaları temsil eder. Bu siyah noktalar gözenek değil, metal matris içerisine dağılmış çok küçük boyutlu seramik parçacıklarıdır. Numunelerdeki alaşım tozu miktarı arttıkça metal matris faz miktarı artmaktadır ve matriste bir süreklilik ve aynı zamanda homojen bir dağılım oluşmaya başlamaktadır. Alaşım tozunun az olduğu numunelerde metal malzeme, sürekli bir matris olarak davranmamaktadır. Metal matris fazının yeterli miktarda olmadığı numunelerde metal, seramik partiküllerinin etrafını tam mükemmel sarmamış ve bu yüzden gözenekli bir yapı oluştuğu görülmektedir. En az alaşım tozu miktarına sahip KN-2.4 numunesine ait mikroyapı incelendiğinde bol gözeneklerin yoğun olarak toplandığı bölgeler görülmektedir. Ama bu durum alaşım miktarının artmasıyla yok olmaktadır.

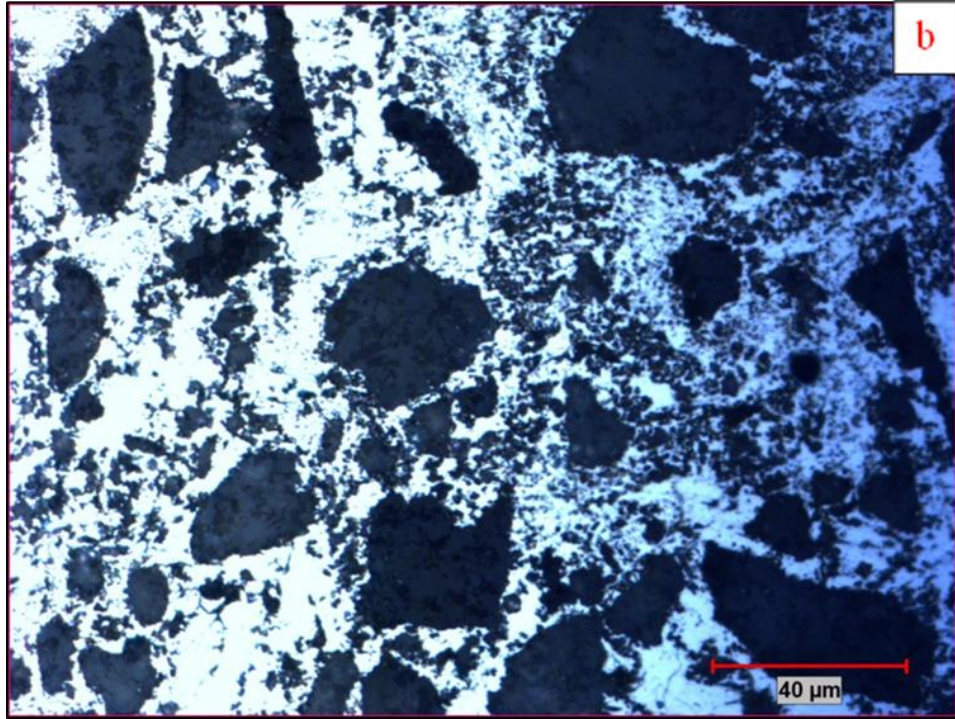
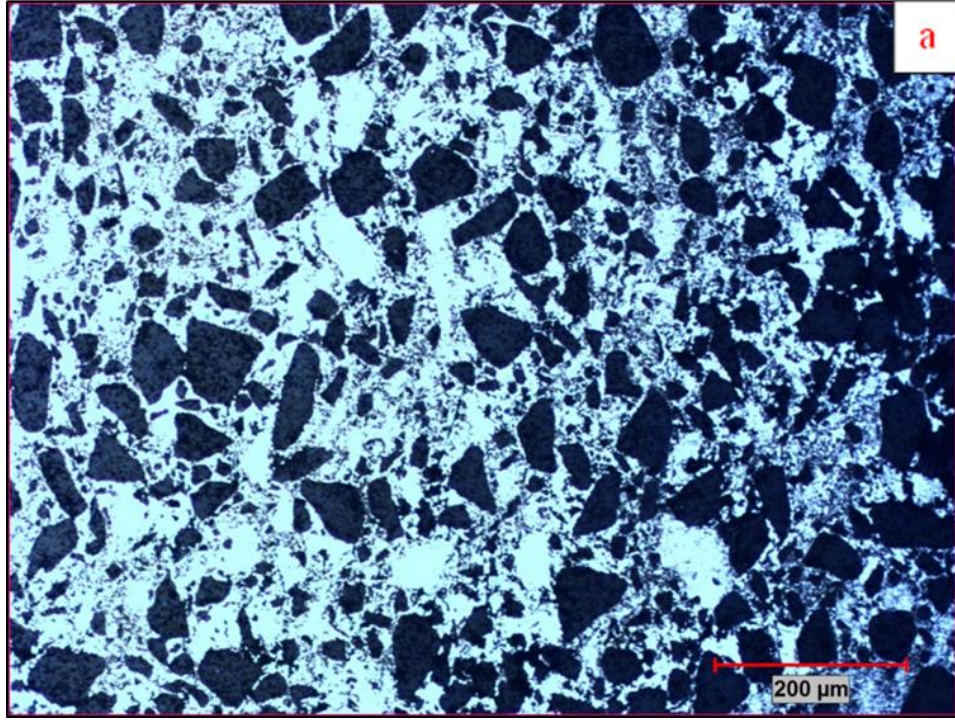
Alařım miktarının artmasından dolayı seramik paracıklar arasındaki boşluklar ergimiř metal ile dolarak gözenek miktarı azalmakta ve daha yoğun bir yapı oluřmaya bařlamaktadır. Bu durum KN-2.5 numunesinden sonra açıka görölmektedir. Bu numunede artık matris faz bir süreklilik gösterip pek ok seramik partiköllerinin etrafını iyice evrelemekte ve siyah bölgeler azalmaktadır. Metal fazının seramik toz paracıklarının arasına girdiėi bölgede iyi bir ıslatma olduėu da görölmektedir. Metal matris ierisinde ok küük tane boyutuna sahip seramik partiköllerinin de olduėu görölmektedir. KN-2.6 numunesinde seramik paracıklarının arasına metal fazı gayet iyi řekilde daėılmıştır. Metal malzeme seramik paracıklarının etrafını gayet iyi bir řekilde sarmıştır ve metal matris fazının seramik fazı ok iyi ıslattıėı görölmektedir. KN-2.7 numunesi alařım tozu miktarı en yüksek numune olduėu iin metal matriste ok iyi bir süreklilik vardır ve bunun sonucunda metal bütün seramik paracıklarının arasına nüfuz etmiştir. Dolayısıyla numune yapısında gözle görölebilecek boyutta gözenek yoktur ve gayet yoğun bir yapı oluřmuřtur. Genel olarak görüntölere bakıldığında alařım tozu miktarının artmasıyla, seramik paracıkları metal tarafından ok iyi sarılmış ve ıslatma ok iyi gerekleşmiştir.



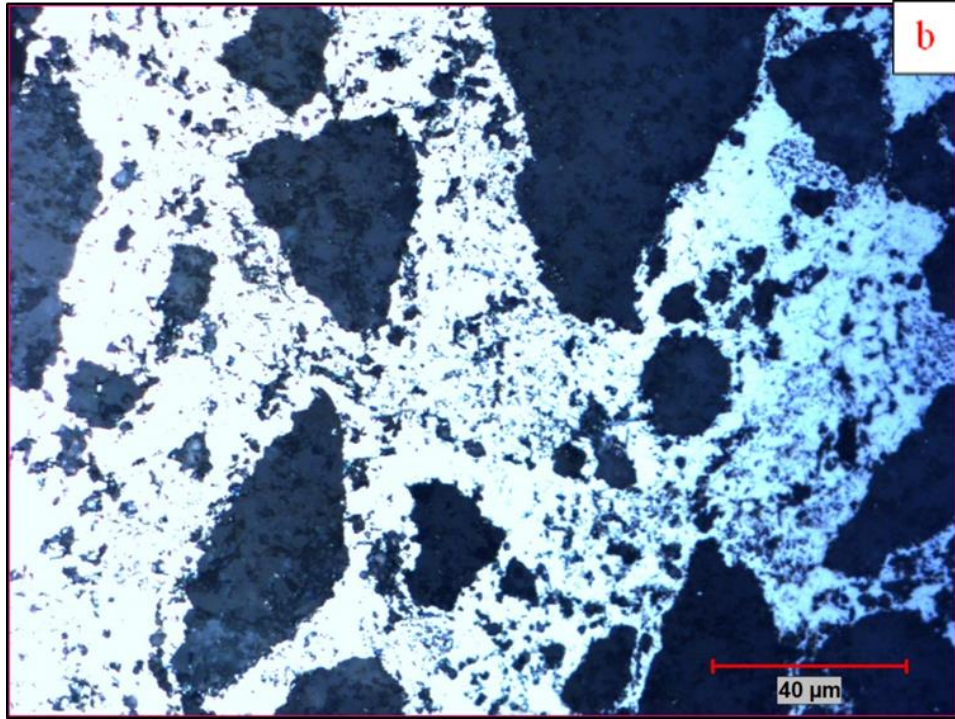
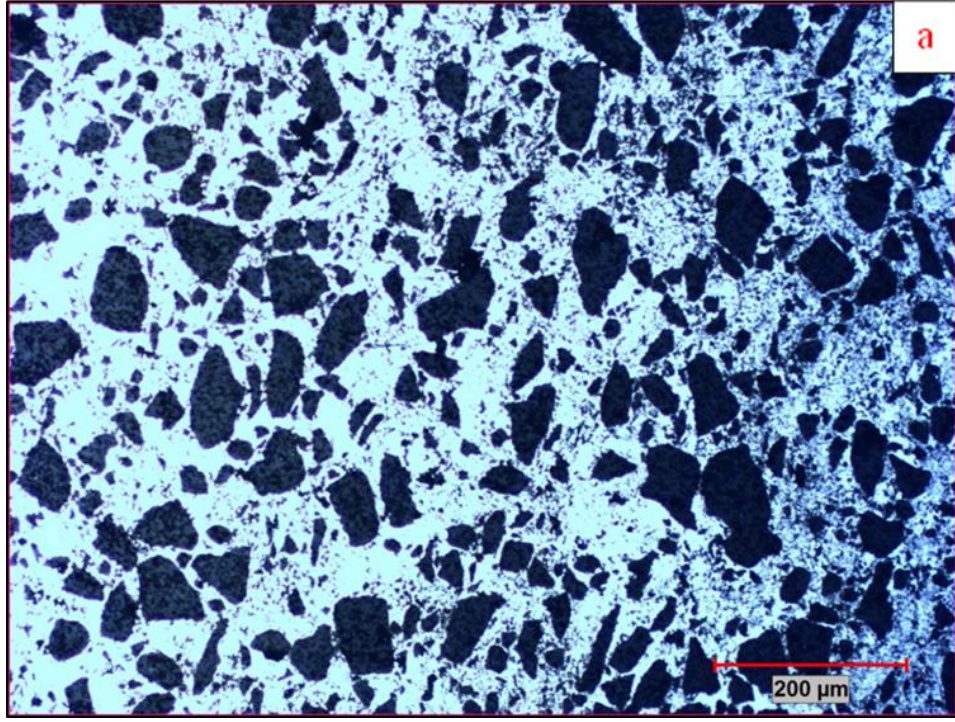
Şekil 4.17: KN-2.4 numunesine ait farklı büyütmelerde alınan OM görüntüleri a) 10X ve b) 50X.



Şekil 4.18: KN-2.5 numunesine ait farklı büyötmelerde alınan OM göröntüleri a) 10X ve b) 50X.



Şekil 4.19: KN-2.6 numunesine ait farklı büyütmelelerde alınan OM görüntüleri a) 10X ve b) 50X.



Şekil 4.20: KN-2.7 numunesine ait farklı büyütmelelerde alınan OM görüntüleri a) 10X ve b) 50X.

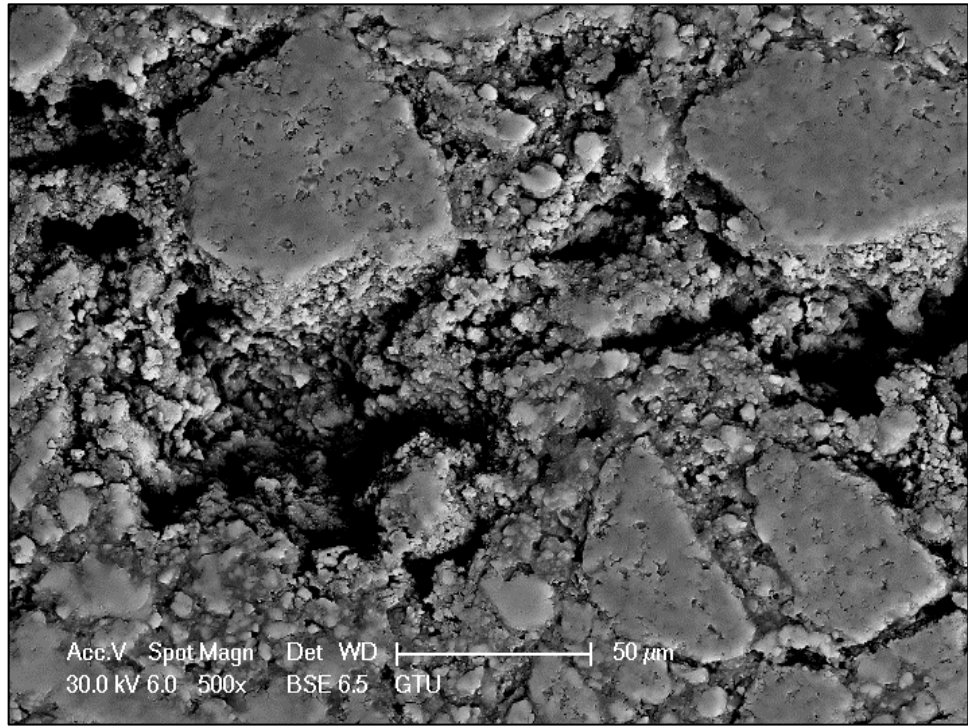
Yukarıda da belirtildiği gibi, Şekil 4.17-4.20'deki mikroyapı görüntüleri incelendiğinde alaşım tozu miktarı arttıkça mikroyapıdaki metal matris fazının da arttığı görülmektedir. Buna paralel olarak matris fazında bir süreklilik ve homojen bir dağılım söz konusudur. Alaşım tozu miktarı arttıkça seramik parçacıklarının arasındaki gözenekler metal fazı ile dolarak daha yoğun bir yapı oluşmaktadır. Seramik ile metal ara yüzeyinde iyi bir ıslatma olduğu görülmektedir. Görüntülere bakıldığında seramik tozlarının geometrisinin tam küresel olmadığı, yani düzensiz bir şekle ve yüzeye sahip oldukları görülmektedir. İlave olarak, seramik parçacıkların gözenekli bir yapısı vardır. Seramik tozlarında, hem 150 µm boyutunda kaba taneler, hem de 5 µm boyutunda çok ince taneler vardır.

4.4.2.4. SEM ile Mikroyapı İncelemesi

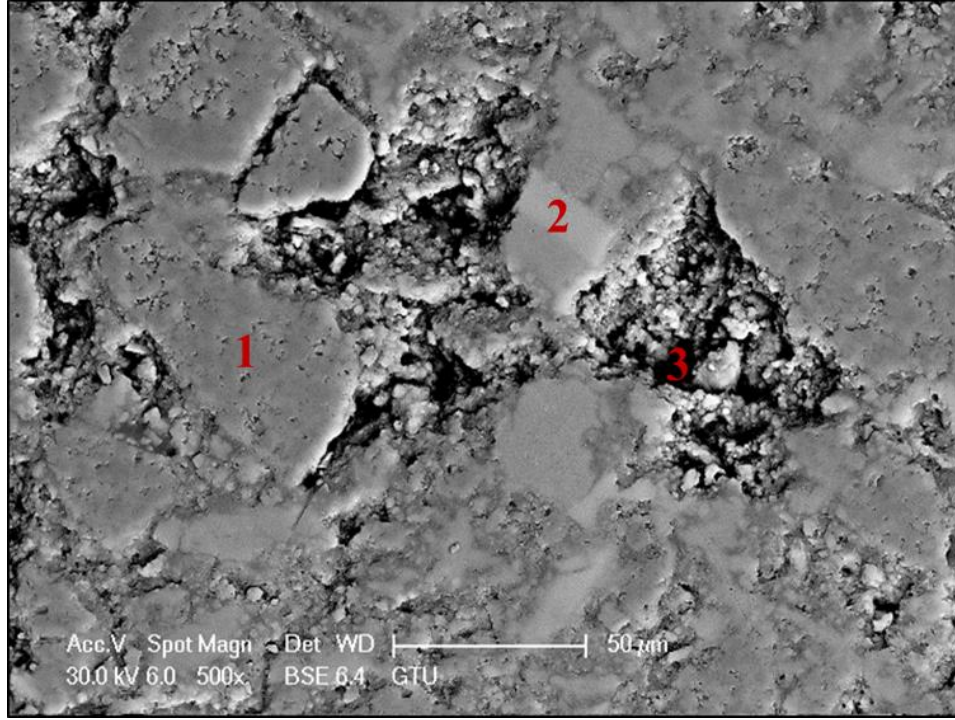
Bu bölümde, 730°C ve 490°C sıcaklıklarda üretilen kompozit numunelerin SEM ile inceleme sonuçları verilmektedir. Şekil 4.21-4.25'te 730°C'de üretilen kompozit numunelerine ait SEM ile çekilmiş mikroyapı görüntüleri verilmiştir. Genel olarak görüntülere bakıldığında, OM ile çekilmiş görüntülerde metal ve seramik bölgelerini ayırmak mümkün iken SEM görüntülerinde bu ayırım net yapılamamakta fakat gözeneklilik durumu daha net görülmektedir.

Şekil 4.21-4.25'te verilen görüntülerin hepsi geri yansımali elektron (BSE) modunda 500X büyütmede çekilmiş SEM görüntüleridir. Bu görüntüler incelendiğinde, genel olarak yapıda gözenekli olan ve gözenekli olmayan olmak üzere iki bölgenin mevcut olduğu görülmektedir. Çok küçük boyutlu gözeneklerin olduğu bölgeler seramik malzemeye ait bölgeler ve gözenekli olmayan veya çok az gözenekli olan bölgeler de metal fazına ait bölgelerdir. Seramik bölgeler içindeki daha koyu siyah bölgeler seramik bünyenin gözeneklerini ve seramik parçacıkların etrafındaki daha koyu siyah bölgeler de numune hazırlama sırasında dökülmüş parçacıkları temsil etmektedir. Bu bölgelerin hepsi bütün mikroyapı görüntülerini temsilen Şekil 4.22'de verilen mikroyapı görüntülerinde belirtilmiştir. Şekil 4.22'de 1 ile gösterilen bölge seramik bölgesini temsil eder. Yine Şekil 4.22'de 2 ile gösterilen bölge metal bölgesini temsil eder. Aynı görüntüde 3 ile gösterilen bölge de dökülmüş parçacıkların olduğu yeri temsil eder.

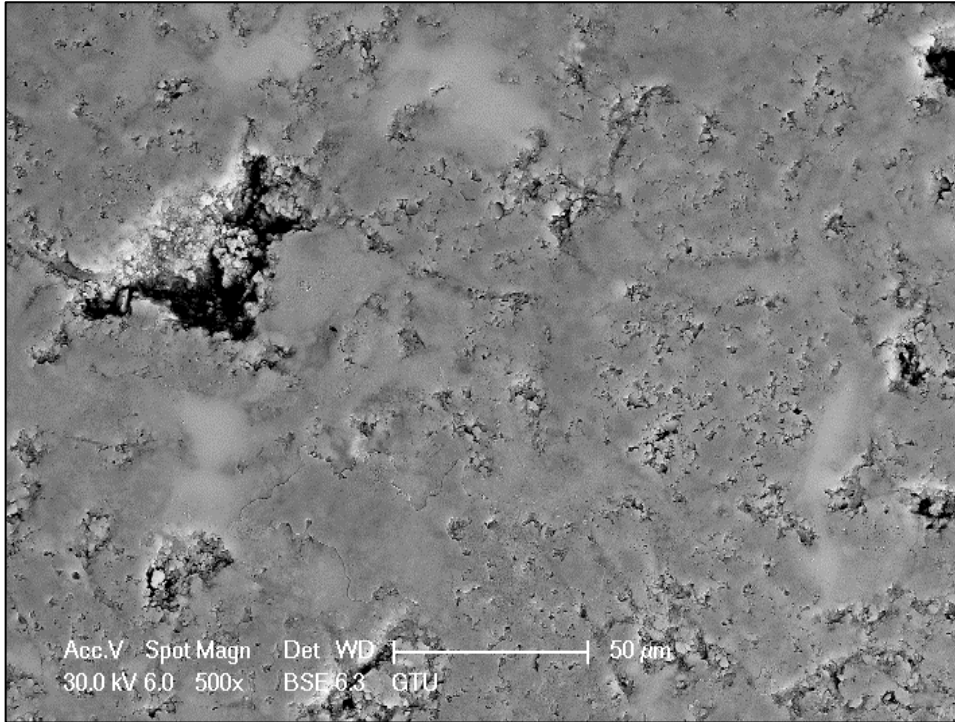
Şekil 4.21’de verilen KN-1.3 numunesi alaşım tozu miktarının en az olduğu numune olduğu için mikroyapıda yüksek oranda gözenek olduğu görülmektedir. Numunelerdeki alaşım tozu miktarı arttıkça matris miktarı da artmaktadır ve bu durum SEM görüntülerinde açıkça görülmektedir. Metal matris fazı miktarı arttıkça matris, seramik parçacıklarının arasında gayet iyi bir şekilde dağılmıştır. Artan matris ile birlikte dökülmüş parçacıklar ve yapıdaki gözenek miktarı aynı zamanda da boyutları azalmaktadır. Yapıdaki gözenek miktarı KN-1.4 numunesinden sonra gözle görülür bir şekilde azalmaktadır. Görüntülere bakıldığında, seramik parçacıklar ile metal matris faz arasında çok iyi bir yapışma olduğu görülmektedir.



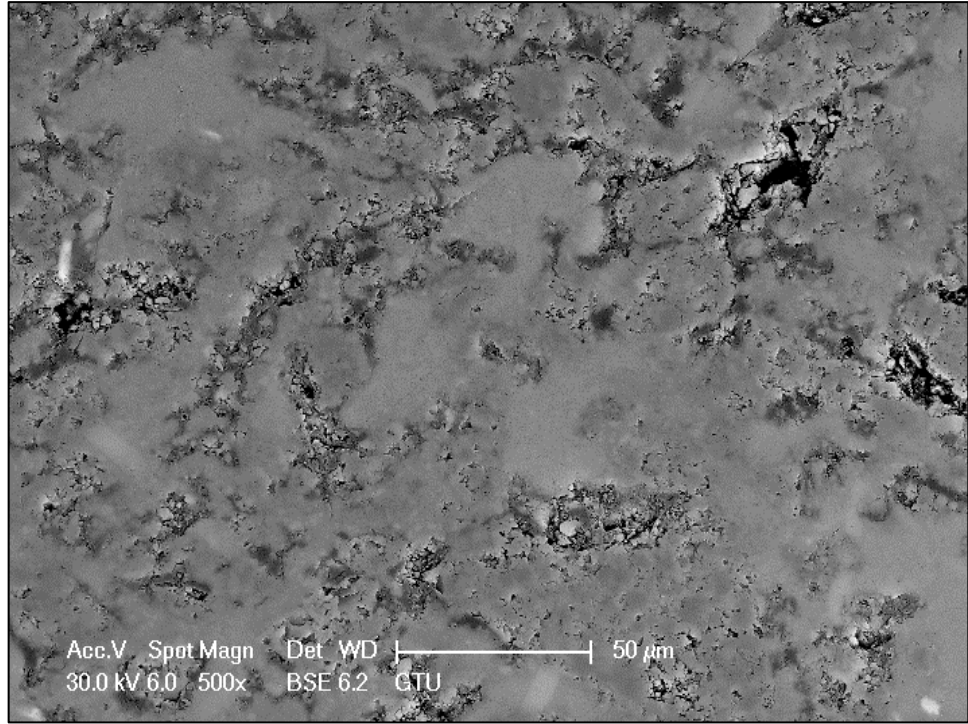
Şekil 4.21: KN-1.3 numunesine ait SEM görüntüsü.



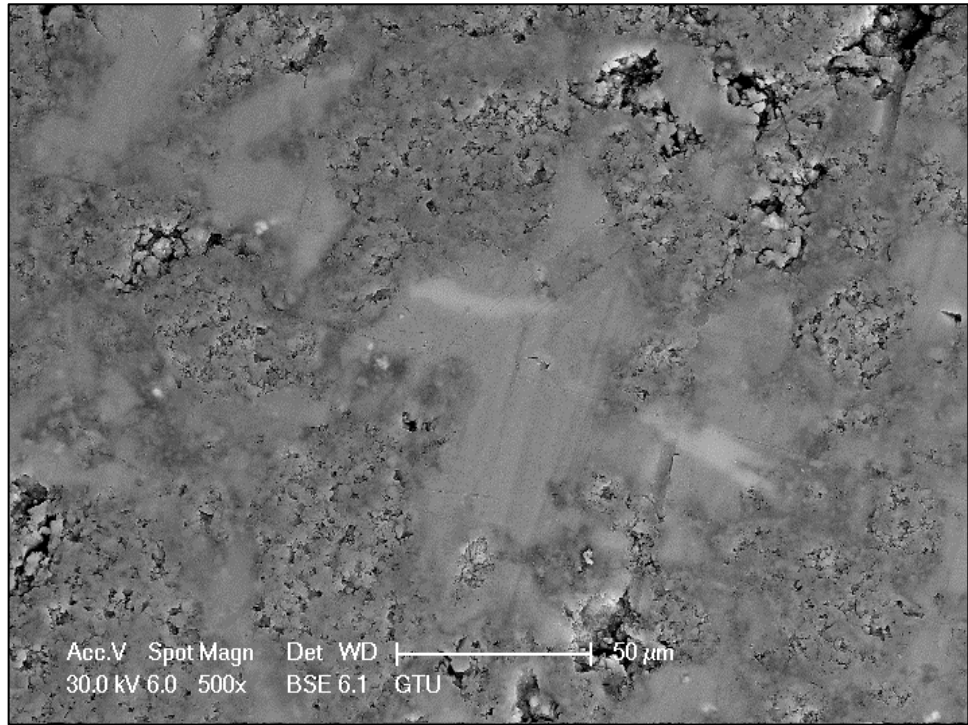
Şekil 4.22: KN-1.4 numunesine ait SEM görüntüsü.



Şekil 4.23: KN-1.5 numunesine ait SEM görüntüsü.



Şekil 4.24: KN-1.6 numunesine ait SEM görüntüsü.

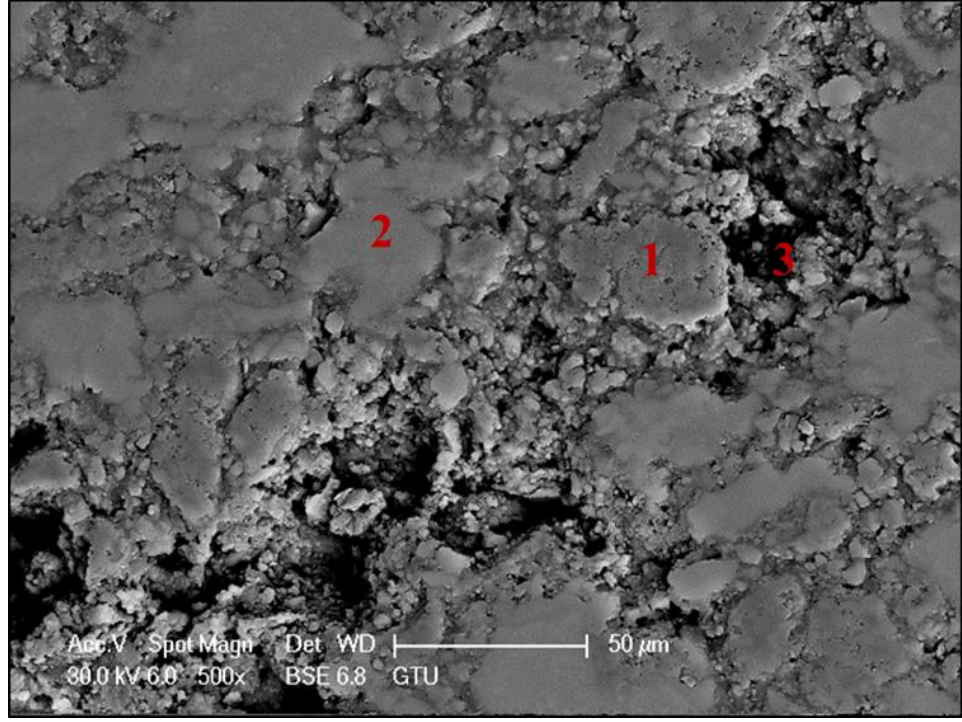


Şekil 4.25: KN-1.7 numunesine ait SEM görüntüsü.

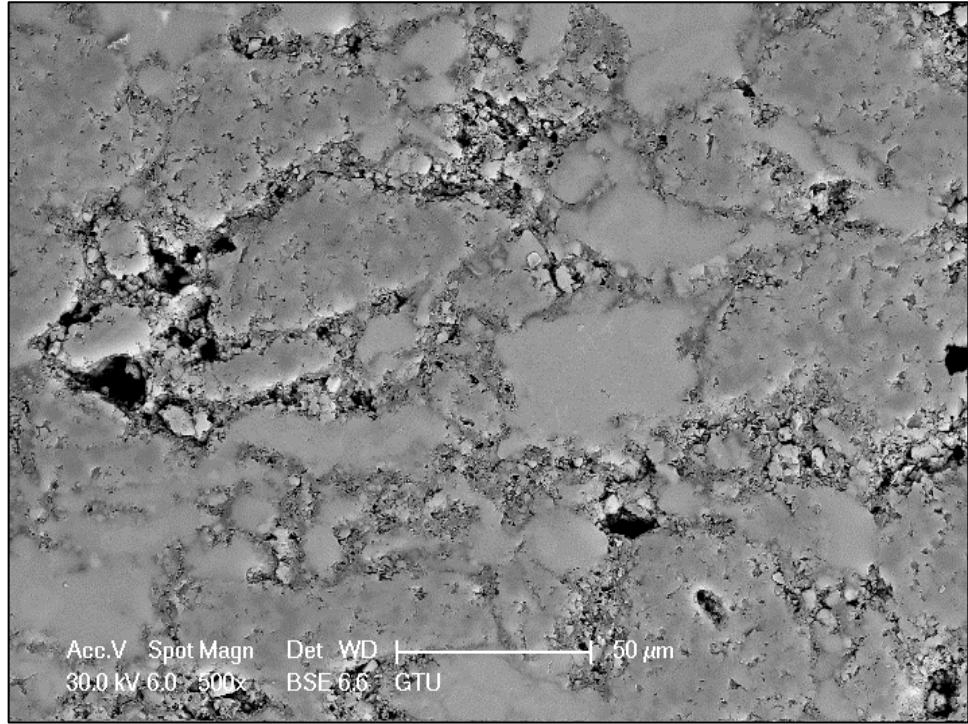
Şekil 4.26-4.29'da 490°C'de üretilen kompozit numunelerine ait SEM ile çekilmiş mikroyapı görüntüleri verilmiştir. Genel olarak görüntülere bakıldığında, OM ile çekilmiş görüntülerde metal ve seramik bölgeleri ayırmak mümkün iken SEM görüntülerinde bu ayırım net yapılamamakta, fakat gözeneklilik durumu daha net görülmektedir.

Şekil 4.26-4.29'da verilen görüntülerin hepsi geri yansımali elektron (BSE) modunda 500X büyütmede çekilmiş SEM görüntüleridir. Bu görüntüler incelendiğinde, genel olarak yapıda gözenekli olan ve gözenekli olmayan olmak üzere iki bölgenin mevcut olduğu görülmektedir. Çok küçük boyutlu gözeneklerin olduğu bölgeler seramik malzemeye ait bölgeler ve gözenekli olmayan veya çok az gözenekli olan bölgeler de metal fazına ait bölgelerdir. Seramik bölgeler içindeki daha koyu siyah bölgeler seramik bünyenin gözeneklerini ve seramik parçacıkların etrafındaki daha koyu siyah bölgeler de numune hazırlama sırasında dökülmüş parçacıkları temsil etmektedir. Bu bölgelerin hepsi bütün mikroyapı görüntülerini temsilen Şekil 4.26'da verilen mikroyapı görüntülerinde belirtilmiştir. Şekil 4.26'da 1 ile gösterilen bölge seramik bölgesini temsil eder. Yine Şekil 4.26'da 2 ile gösterilen bölge metal bölgesini temsil eder. Aynı görüntüde 3 ile gösterilen bölge de dökülmüş parçacıkların olduğu yeri temsil eder.

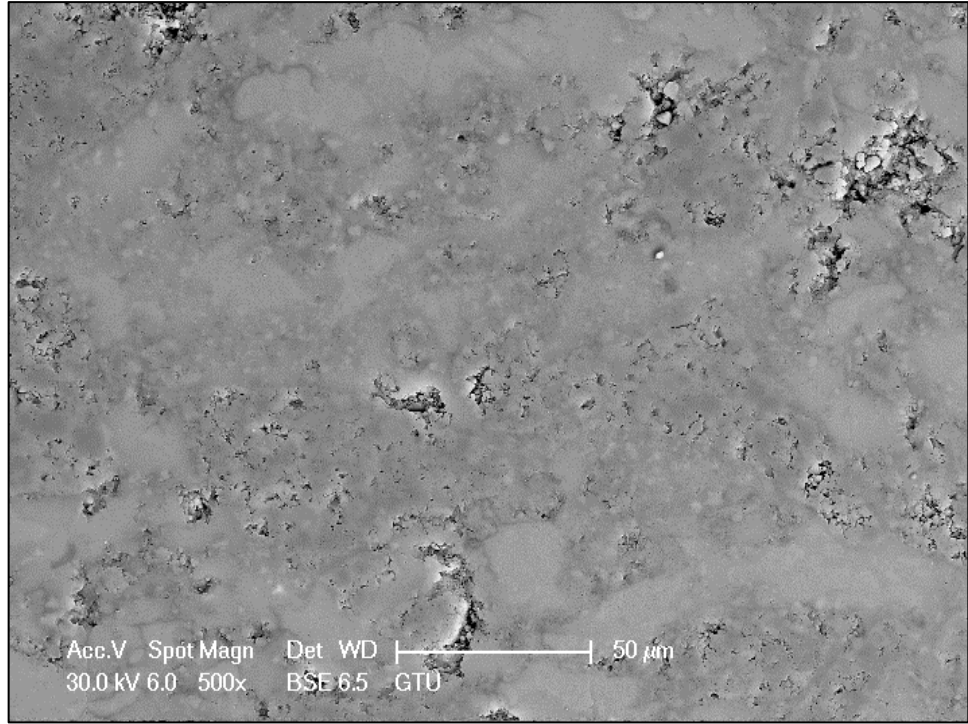
Şekil 4.26'da verilen KN-2.4 numunesi alaşım tozu miktarının en az olduğu numune olduğu için mikroyapıda yüksek oranda gözenek olduğu görülmektedir. Numunelerdeki alaşım tozu miktarı arttıkça matris miktarı da artmaktadır ve bu durum SEM görüntülerinde açıkça görülmektedir. Metal matris fazı miktarı arttıkça matris, seramik parçacıklarının arasına gayet iyi bir şekilde dağılmış ve sürekli bir faz haline gelmiştir. Bu durum KN-2.6 ve KN-2.7 numunelerinde çok iyi görülmektedir. Artan matris ile birlikte dökülmüş parçacıklar ve yapıdaki gözenek miktarı aynı zamanda da boyutları azalmaktadır. Yapıdaki gözenek miktarı KN-2.4 numunesinden sonra gözle görülür bir şekilde azalmaktadır. Görüntülere bakıldığında, seramik/metal ara yüzeyinde çok iyi bir ıslatma ve bunun sonucu olarak da iyi bir yapışma gerçekleştiği görülmektedir.



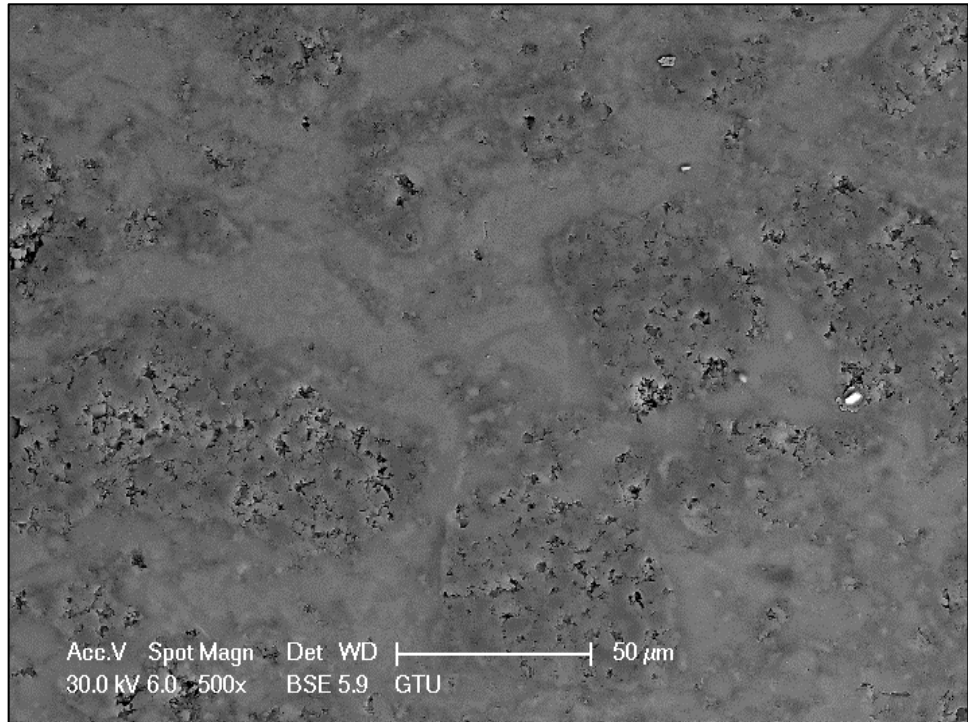
Şekil 4.26: KN-2.4 numunesine ait SEM görüntüsü.



Şekil 4.27: KN-2.5 numunesine ait SEM görüntüsü.



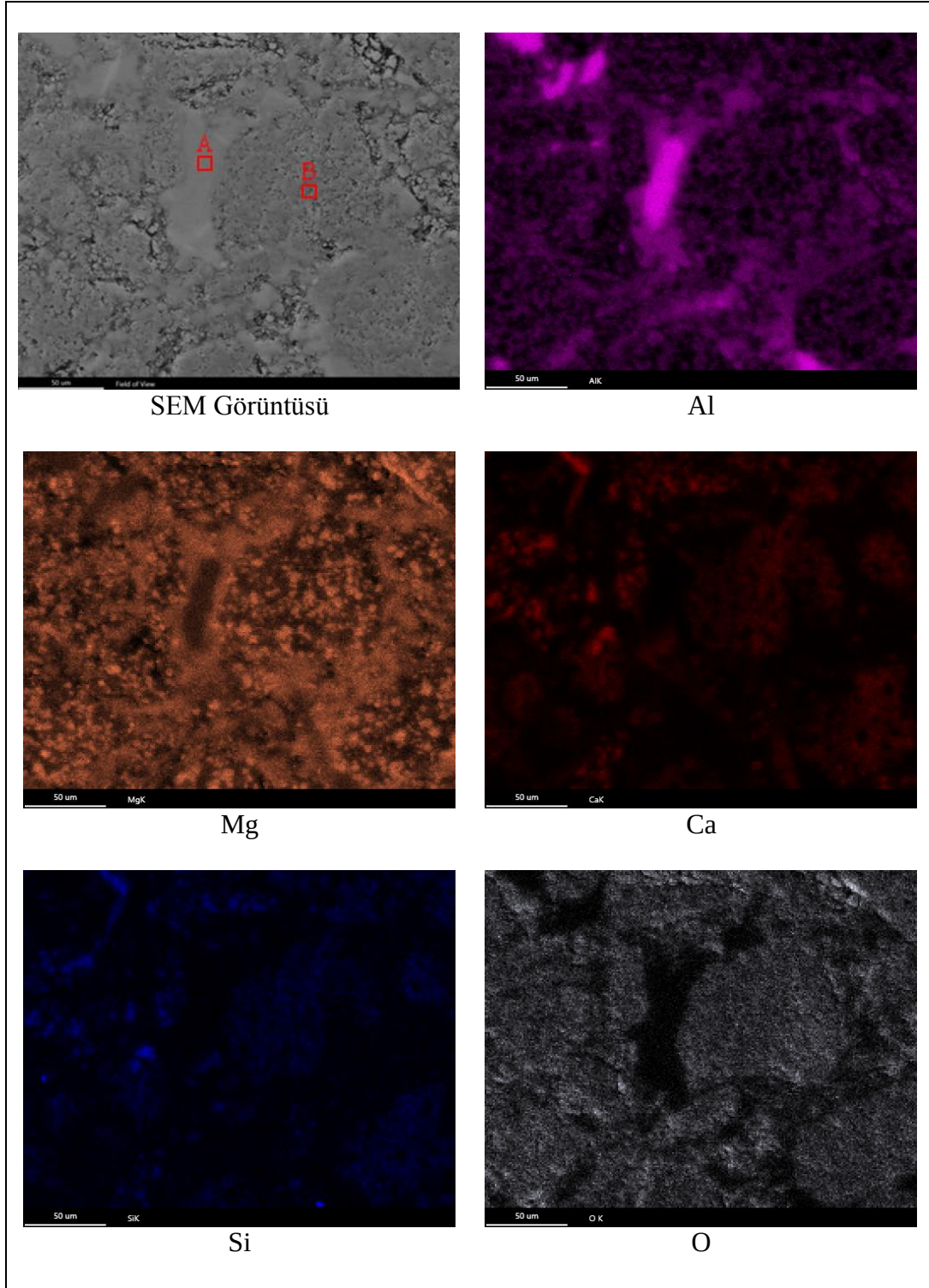
Şekil 4.28: KN-2.6 numunesine ait SEM görüntüsü.



Şekil 4.29: KN-2.7 numunesine ait SEM görüntüsü.

4.4.2.5. SEM-EDS Analizleri

Şekil 4.30’da KN-1.7 numunesine ait SEM’de yapılan haritalama EDS sonucu ve analizin yapıldığı bölgenin SEM görüntüsü verilmiştir.



Şekil 4.30: KN-1.7 numunesine ait haritalama EDS görüntüsü.

KN-1.7 numunesinin Şekil 4.30’da verilen SEM görüntüsünde ‘A’ (metal) ve ‘B’ (seramik) olarak işaretlenen bölgelerinden yapılan SEM-EDS analizi sonuçları Tablo 4.5’te verilmiştir.

Tablo 4.5: KN-1.7 numunesinin metal ve seramik bölgelerine ait alan EDS analiz sonuçları.

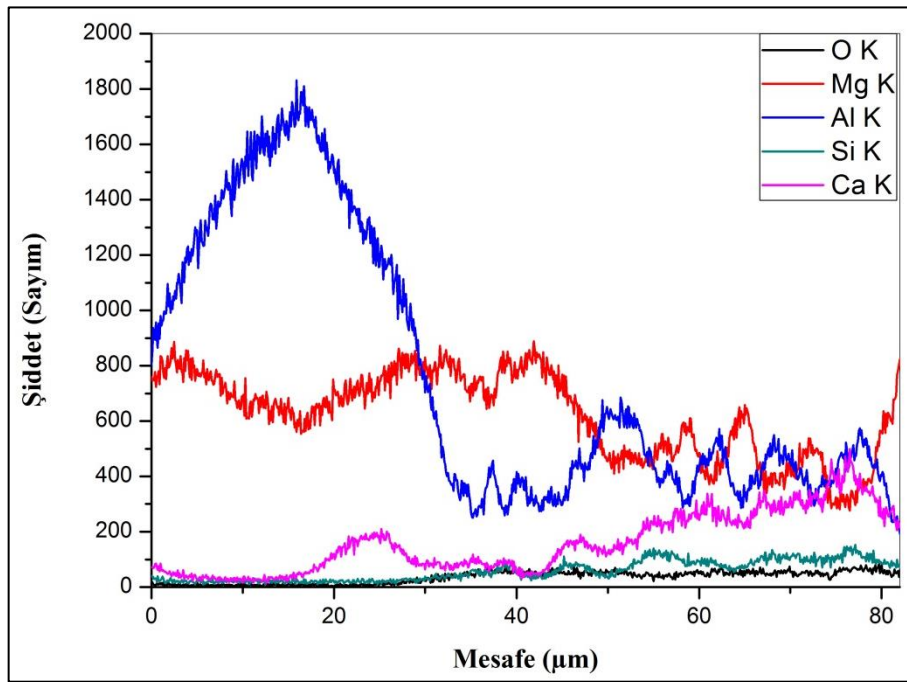
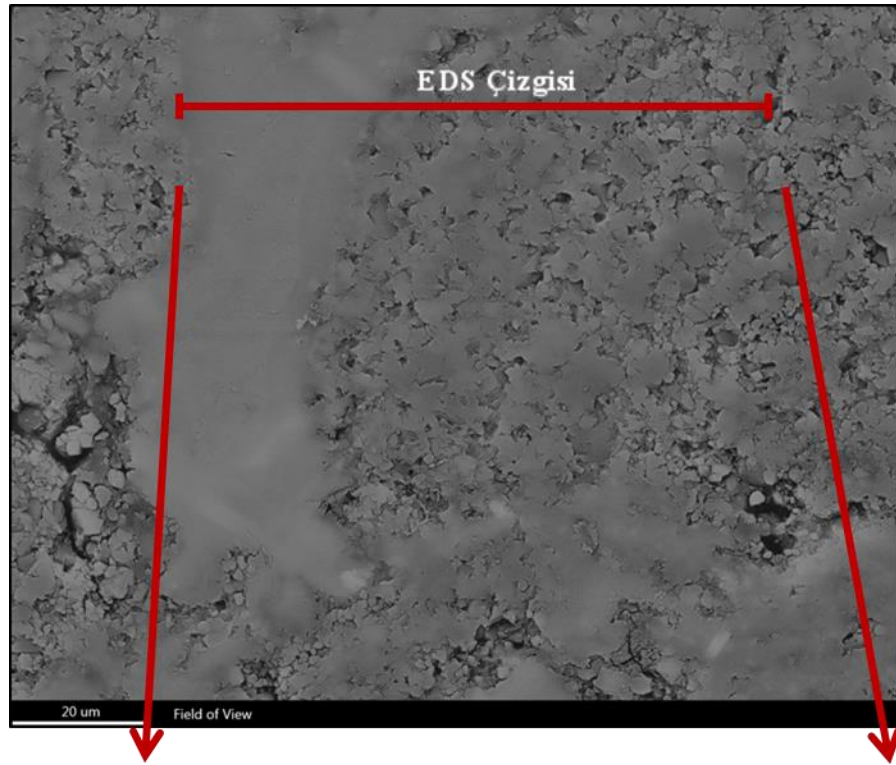
Element (ağ%) / Bölge	A	B
O	0,94	22,89
Mg	21,2	26,47
Al	76,42	28,01
Ca	1,44	13,54
Si	-	9,09

Tablo 4.5’te verilen KN-1.7 numunesine ait tabloda metal ve seramik bölgelerde var olan elementler ve bu elementlerin ağırlık yüzdeleri verilmiştir. A bölgesi metal matrisi temsil etmektedir. Bu bölgenin, yüksek oranda Al, Mg, çok az miktarda Ca ve ihmal edilecek düzeyde O elementlerini içerdiği görülmektedir. Yani bu bölgede, metal matris olan $Mg_{33}Al_{67}$ alaşımına ait elementler vardır. Bölgede çok az miktarda oksijenin bulunması alaşım hazırlama sırasında oksidasyondan kaynaklanabileceği gibi metal matris içerisindeki küçük seramik fazlarından da kaynaklanabilir. Ca elementinin bu bölgede olması, analiz sırasında etraftan alınan sinyal veya metal matris içerisinde bulunan çok küçük seramik parçacıklardan kaynaklanabilir. B bölgesi seramik bölgeyi temsil etmektedir. Tabloya bakıldığında, seramik takviye malzemesi olan spinel ($MgAl_2O_4$) esaslı seramiğe ait elementlerin varlığı görülmektedir. Ancak, üretilen spinel fazı saf olarak üretilmeyip doğal hammadde kullanılarak üretildiği için yapıda oldukça yüksek oranda Ca ve Si elementleri de mevcuttur.

Tabloda verilen alan EDS sonuçlarının Şekil 4.30’da verilen haritalama EDS sonuçları ile örtüştüğü görülmektedir. Haritalama analizi görüntülerine bakıldığında,

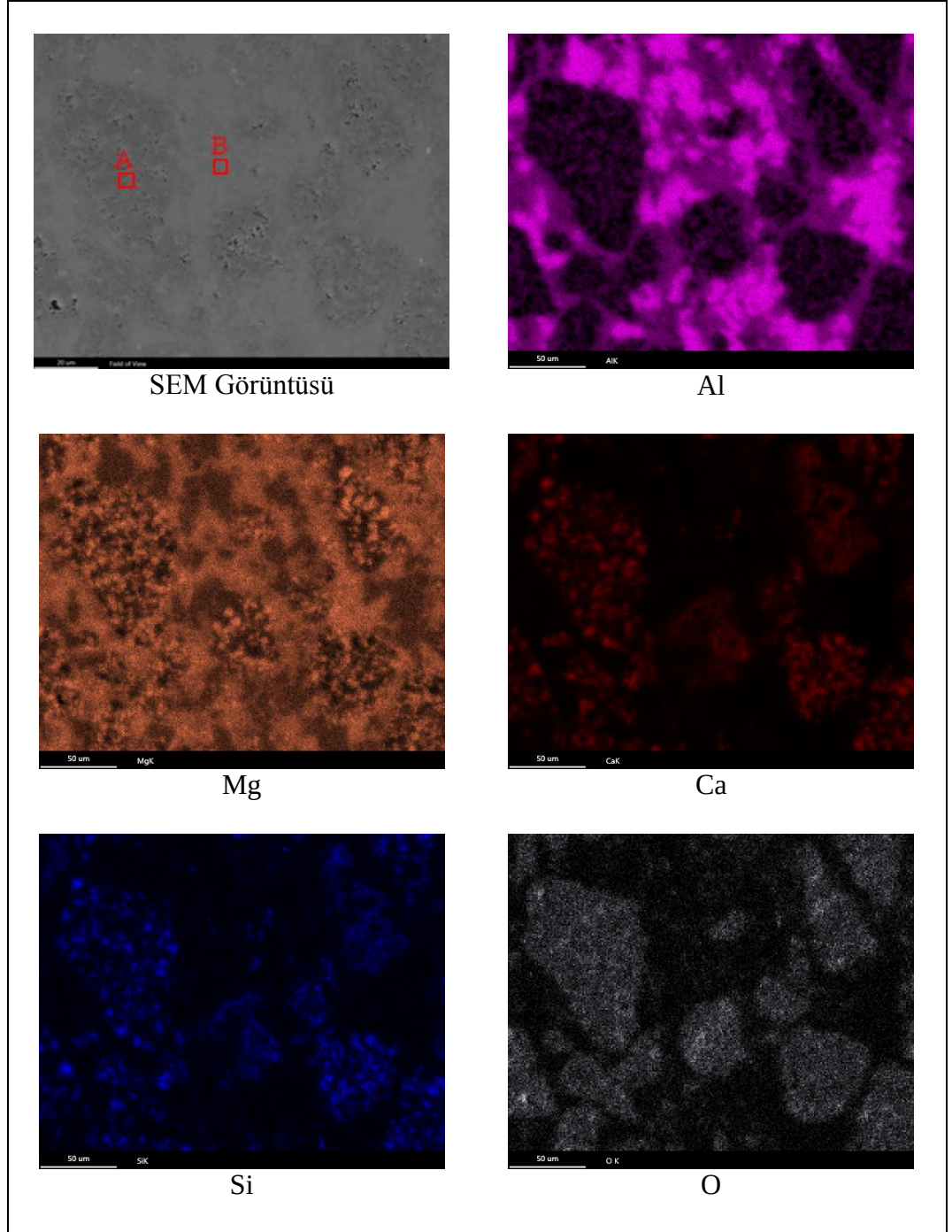
hem A bölgesinde hem de B bölgesinde Mg elementi açısından zengin bölgeler olduğu görülmektedir. Mg elementi seramik bölge içinde çok homojen dağılmamıştır. Bazı bölgelerde Mg elementinin fazla olduğu, bazı bölgelerde ise çok fazla olmadığı görülmektedir. Metal bölgeye bakıldığında Mg elementi yüksek miktarda değildir. Al elementi açısından bakarsak, bu elementte her iki bölgede mevcuttur. Ancak, metal bölgede çok daha yoğun olduğu görülmektedir. Hatta metal bölge içinde de Al homojen dağılmayıp bazı metal bölgelerinde çok yoğun olarak yer almıştır. Seramik bölge içerisinde homojen bir dağılım olduğu görülmektedir. Si, Ca ve O elementleri daha çok seramik bölgede yoğun olarak bulunmaktadır. Bu elementler genel olarak homojen bir dağılım sergilemişlerdir. Ama Si ve Ca elementlerinin bazı küçük bölgelerde biraz daha yoğunlaştığı görülmektedir.

Şekil 4.31’de KN-1.7 numunesine ait çizgi SEM-EDS analizi sonucu ve çizgi analizinin gerçekleştirildiği bölgeyi gösteren SEM mikroyapı görüntüsü verilmiştir. Mikroyapı görüntüsünde analiz için çekilmiş olan EDS çizgisi metal fazından seramik fazına doğru çekilmiştir. İşaretlenen bu çizgi boyunca mesafeye bağlı yapılan SEM-EDS elementel analiz sonucu, SEM görüntüsünün altında grafik olarak verilmiştir. Grafikte, mesafeye bağlı olarak yapıda bulunan elementlerin miktarlarında önemli değişiklikler görülmektedir. Metal matriste Al ve Mg elementleri çok yüksek miktardadır ve bunların yanında çok düşük miktarda da Si ve Ca elementleri vardır. Metal bölgesinden seramik bölgesine geçerken Al miktarında yüksek bir düşüş vardır. Mg elementinde fazla bir düşüş yoktur. Si, Ca ve O elementlerinin miktarı seramik bölgede genel olarak artış göstermektedir. Ancak, özellikle seramik bölge içerisindeki Al, Mg, Si ve Ca elementlerinin miktarları bölgesel olarak farklılıklar göstermektedir.



Şekil 4.31: KN-1.7 numunesine ait çizgi EDS sonucu.

Şekil 4.32’de KN-2.7 numunesine ait SEM’de yapılan haritalama EDS analizi sonucu ve analizin yapıldığı bölgenin SEM görüntüsü verilmiştir.



Şekil 4.32: KN-2.7 numunesine ait haritalama EDS görüntüsü.

Tablo 4.6’da KN-2.7 numunesine ait SEM’de yapılan alan EDS analizinin sonuçları verilmiştir.

Tablo 4.6: KN-2.7 numunesinin metal ve seramik bölgelerine ait alan EDS analiz sonuçları.

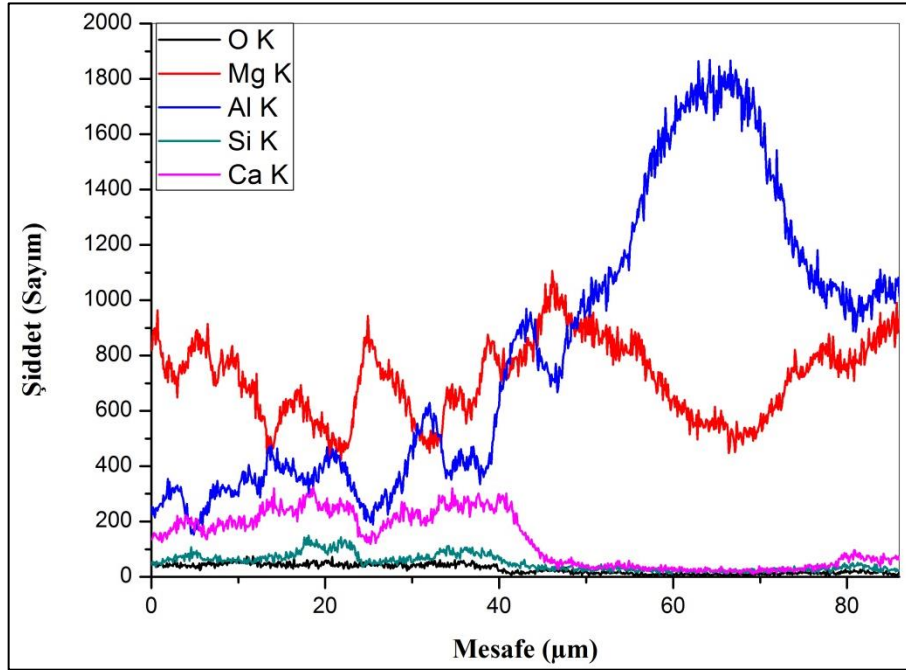
Element (ağ%) / Bölge	A	B
O	21,01	3,11
Mg	32,66	24,09
Al	27,75	71,72
Ca	10,07	1,09
Si	8,51	-

Tablo 4.6’da, Şekil 4.32’de verilen KN-2.7 numunesine ait SEM görüntüsünde ‘A’ ve ‘B’ bölgelerinin SEM-EDS ile yapılan analiz sonuçları verilmektedir. A bölgesi kimyasal analiz sonuçlarından da anlaşılabacağı gibi seramik malzemeyi temsil etmektedir. Tabloda, bu A bölgesine ait sütuna bakıldığında, seramik takviye malzemesi olan spinel ($MgAl_2O_4$) esaslı seramiğe ait elementlerin mevcut olduğu görülmektedir. Fakat üretilen spinel fazı saf olarak üretilmeyip doğal hammadde kullanıldığı için yapıda Ca ve Si elementleri de mevcuttur. B bölgesi ise metal matris bölgesini temsil etmektedir. Tabloda, bu bölgeye ait analiz sonuçlarına bakıldığında yüksek oranda Al ve Mg ve çok az miktarda O elementleri görülmektedir. B bölgesinde Si hiç bulunmamakta ve Ca elementi ise oldukça düşük miktarda bulunmaktadır. Az miktarda Ca elementinin olması ise matris faz içerisinde bulunan çok az miktardaki seramik parçacıklardan kaynaklanmaktadır.

Tabloda verilen alan EDS sonuçlarının Şekil 4.32’de verilen haritalama EDS sonuçları ile örtüştüğü görülmektedir. Haritalama analizi görüntülerine bakıldığında, hem A bölgesinde hem de B bölgesinde Mg elementi açısından zengin bölgeler olduğu görülmektedir. Mg elementi seramik bölge içinde çok homojen dağılmamıştır. Bazı bölgelerde Mg’nin daha fazla olduğu bazı bölgelerde de çok

fazla olmadığı görülmektedir. Metal bölgeye bakıldığında, Mg elementi çok yüksek miktarda değildir. Al elementi açısından bakarsak bu elementte hem metal bölgesinde hem de seramik bölgesinde vardır. Ancak, metal bölgede çok daha yoğun olduğu görülmektedir. Hatta metal bölge içinde de Al homojen dağılmayıp bazı metal bölgelerinde çok yoğun olarak yer almıştır. Seramik bölge içerisinde Al elementi açısından homojen bir dağılım olduğu görülmektedir. Si, Ca ve O elementleri daha çok seramik bölgede yoğun olarak bulunmaktadır. Bu elementler genel olarak homojen bir dağılım sergilemişlerdir. Fakat Si ve Ca elementlerinin bazı küçük bölgelerde biraz daha yoğunlaştığı görülmektedir.

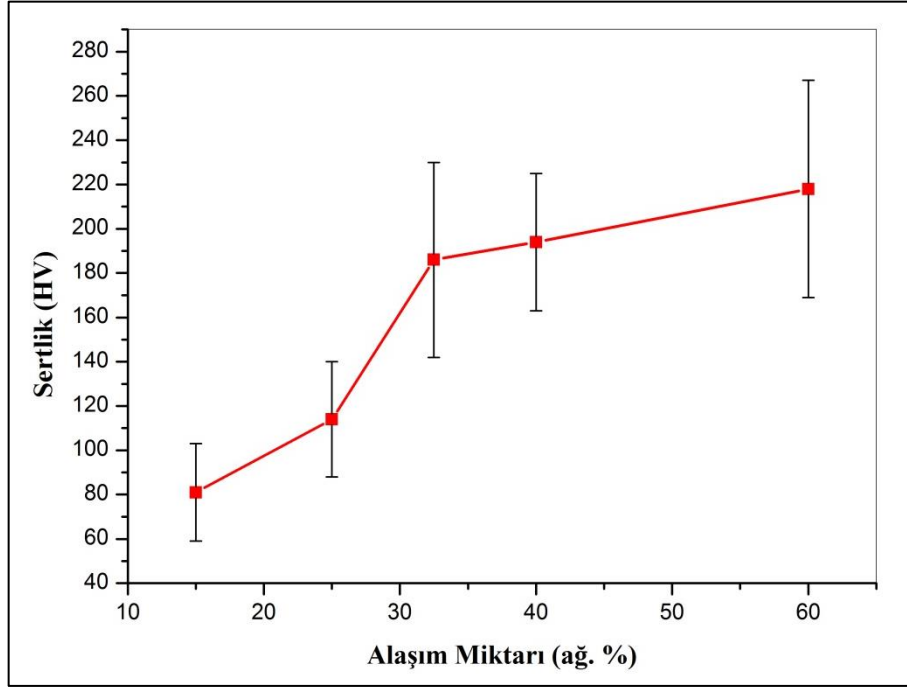
Şekil 4.33'te KN-2.7 numunesine ait çizgi EDS sonucu ve analizin yapıldığı yeri gösteren SEM mikroyapı görüntüsü verilmiştir. Mikroyapı görüntüsündeki bu çizgi seramik fazından metal fazına doğru çekilmiştir ve bu çizgi boyunca elementel analiz yapılmıştır. Mikroyapı görüntüsünün altında, mesafeye bağlı olarak yapılan bu elementel analiz sonucu grafik halinde verilmiştir. Grafik incelendiğinde seramik bölgesinde Al, Mg, Si, Ca ve O elementlerinin hepsinin var olduğu görülmektedir. En yüksek miktarda Mg bulunmaktadır ve bunu Al ve Ca elementleri takip etmektedir. Seramik yapısında Si ve O elementleri düşük miktardadır. Seramik bölgesi içerisinde mevcut elementlerin miktarları sabit kalmamakta yani bölgesel olarak değişkenlik göstermektedir. Seramik bölgesinden metal bölgesine geçerken Al miktarında ani bir artış olmaktadır. Mg elementinin miktarında seramik bölge ile karşılaştırıldığında fazla bir artış olmamış ve seramik bölgede olduğu gibi bazı bölgelerde daha az Mg olduğu görülmektedir. Si, Ca ve O elementlerinin mesafeye bağlı miktarı metal bölgede çok ani bir şekilde düşmüştür. Metal matriste içerisinde beklendiği gibi, Al ve Mg elementleri çok yüksek miktardadır ve bunların yanında yok denecek kadar az miktarda Si, Ca ve O elementleri bulunmaktadır.



Şekil 4.33: KN-2.7 numunesine ait çizgi EDS sonucu.

4.4.2.6. Sertlik Ölçümü

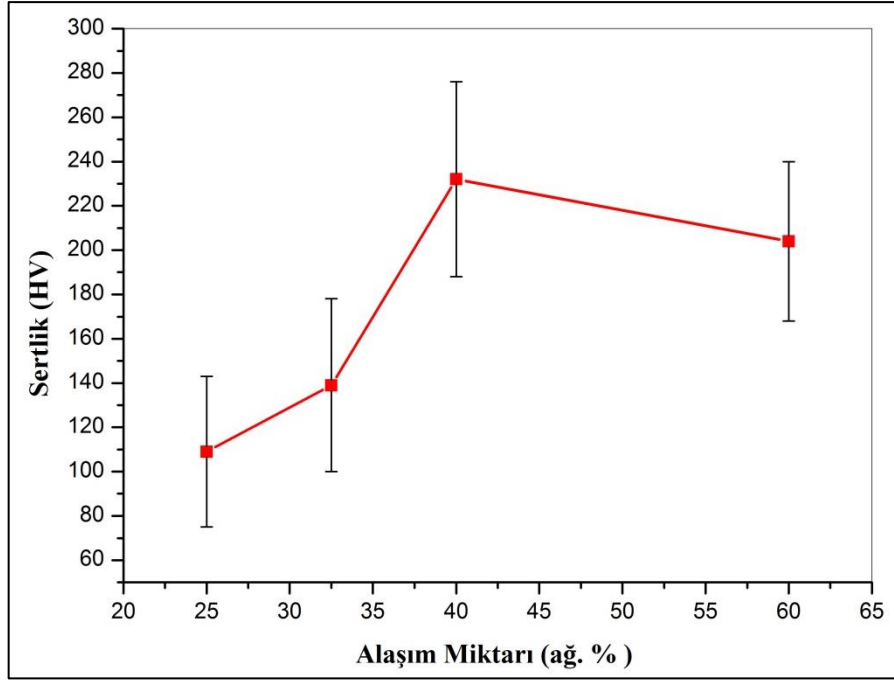
Şekil 4.34'te 730°C'de üretilen kompozit numunelerin sertlik değişimi kompozit içerisindeki alaşım tozu miktarına bağlı olarak verilmiştir. Aynı grafik üzerinde, sertlik değerleri standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.



Şekil 4.34: 730°C'de üretilen kompozit numunelerin sertliklerinin içerdikleri alaşım tozu miktarına bağlı değişimi.

Grafiğe bakıldığında, 730°C'de üretilen kompozit numunelerinin bünyesindeki alaşım miktarı arttıkça Vickers sertlik değerinin de bu artışa paralel olarak arttığı görülmektedir. Numunelerin ölçülen sertlik değerleri, KN-1.3, KN-1.4, KN-1.5, KN-1.6 ve KN-1.7 numuneleri için sırasıyla 81 HV, 114 HV, 186 HV, 194 HV ve 218 HV'dir. Metal matris ve seramik fazların sertlik değerleri arasında çok büyük farklar olduğu için ölçülen değerler oldukça fazla saçılmıştır.

Şekil 4.35'te 490°C'de üretilen kompozit numunelerin sertlik değişimi kompozit içerisindeki alaşım tozu miktarına bağlı olarak verilmiştir. Aynı grafik üzerinde, sertlik değerleri standart sapmaları ile birlikte verilmiştir.



Şekil 4.35: 490°C’de üretilen kompozit numunelerin sertliklerinin içerdikleri alaşım tozu miktarına bağlı değişimi.

Grafiğe bakıldığında, 490°C’de üretilen kompozit numunelerinin bünyesindeki alaşım tozu miktarı arttıkça Vickers sertlik değerinde de genel olarak bir artış olduğu görülmektedir. Fakat bu durum %40 alaşım tozu içeren numuneye kadar geçerlidir. %40 alaşım tozu içeren numuneden sonra sertlikte bir düşüş gözlenmiştir. Numunelerin ölçülen sertlik değerleri sırasıyla, KN-2.4, KN-2.5, KN-2.6 ve KN-2.7 için 109 HV, 139 HV, 232 HV ve 204 HV’dir. %60 alaşım tozu içeren numunenin sertliği düşmüş olmasına rağmen ölçülen sertlik değerlerindeki saçılım göz önünde bulundurulduğunda, %40 alaşım tozu içeren numunenin sertlik değerine çok yakın bir değerdir.

5. YORUM

Bu tez çalışmasında, takviye malzemesi olarak $MgAl_2O_4$, matris malzemesi olarak da Al-Mg alaşımı kullanılarak metal matrisli kompozit üretimi başarı ile gerçekleştirilmiştir. Kompozit üretiminde alaşım miktarı değişken olarak seçilmiş ve ağırlık yüzdesi cinsinden %5, 10, 15, 25, 32,5, 40 ve 60 oranlarında alaşım tozu kullanılarak kompozitler hazırlanmıştır. Üretilen kompozit malzemelerin mekanik özelliklerinin belirlenmesi için bazı testler yapılmış ve mikroyapı incelemeleri için optik mikroskop ve SEM’de görüntüler alınmıştır. Elde edilen test sonuçlarına bakıldığında, genel olarak artan alaşım tozu miktarı ile mekanik özelliklerin artmakta olduğu görülmektedir.

Takviye malzemesi olarak seçilen ve bu doğrultuda doğal hammaddelerden üretilen $MgAl_2O_4$ için farklı sıcaklıklarda yapılan ön sinterleme denemesi sonucunda spinel numunelerine XRD analizi yapılmış ve analiz sonuçları incelendiğinde; farklı sıcaklıklara ($1300^{\circ}C$, $1325^{\circ}C$, $1350^{\circ}C$ ve $1375^{\circ}C$) ait numunelerin piklerine bakıldığında herhangi bir değişiklik olmadığı görülmektedir. Dolayısıyla üretilen $MgAl_2O_4$ için sıcaklık değişiminin herhangi bir faz değişimine etki etmediği ifade edilebilir.

Hem $730^{\circ}C$ hem de $490^{\circ}C$ sıcaklıklarda üretilen kompozit numunelerinde MgO , $Ca_3Mg(SiO_4)_2$, Al_3Mg_2 ve $MgAl_2O_4$ fazlarının oluştuğu görülmektedir. Burada oluşan MgO ve $Ca_3Mg(SiO_4)_2$ fazları doğal hammaddeler kullanılarak üretilen spinelden kaynaklanmaktadır. Spinel üretiminde sadece MgO ve Al_2O_3 kullanılmadığı için bu iki fazın varlığı da XRD sonucunda çıkmıştır.

$730^{\circ}C$ ’de üretilen kompozit numunelerinin yoğunluk değerlerine bakıldığında, yoğunluk değeri KN-1.3 numunesinden KN-1.5 numunesine kadar artış gösterirken KN-1.6 ve KN-1.7 numunelerinde düşüş yaşanmıştır. Bu düşüşün sebebi, kompozit numune üretimi esnasındaki metal kaybindan kaynaklandığı öngörülmektedir. $490^{\circ}C$ ’de üretilen kompozitlerin yoğunluklarında böyle bir düşüş gözlenmemiştir. Bu kompozitlerin üretiminde metal kaybı yaşanmamıştır. Çünkü bu sıcaklıkta alaşım fazla sıvılaşmamış ve bunun sonucunda da dışarıya metal kusması yaşanmamıştır.

Hem $730^{\circ}C$ hem de $490^{\circ}C$ sıcaklıklarında üretilen kompozitlerdeki, düşük alaşım tozu içeren numunelerde yeterince metal matris oluşmadığı için numune hazırlama esnasında gevşek tozlar dökülmektedir. Bu durum OM ile çekilmiş

mikroyapı görüntülerinde görülmektedir. Yeterince matrisin olmamasıyla kompozitler yoğunluk kazanamamıştır. Bunun sonucunda dökülmeler gerçekleşmiştir. Alaşım tozu miktarı arttıkça metal matris miktarı artmış ve sürekli bir yapı olarak her bir seramik parçacığının etrafını iyice sarmıştır. Böylece numunelerde yoğunluk kazanımı olmuştur.

Hem SEM ile alınan görüntülerde hem de OM ile alınan görüntülerde seramik malzeme ile metal malzeme arasında iyi bir ıslatma olduğu görülmektedir. Büyük gözeneklerin ya da dökülmelerin sebebi kötü bir ıslatma olması değildir aksine iyi bir ıslatma vardır. Dökülmelerin sebebi yetersiz metal matrisinden kaynaklanmaktadır. Zaten bu durum alaşım tozu miktarının artmasıyla azalmakta ve yoğun yapılar oluşarak dökülmeler yok olmaktadır.

730°C’de de 490°C’de de üretilen kompozitlerin SEM-EDS analiz sonuçlarında O, Mg, Al, Ca ve Si elementleri tespit edilmiştir. Ca ve Si elementleri spinel üretiminde kullanılan doğal hammaddelerden kaynaklanmaktadır. Hem seramik bölgelerde hem de metal bölgelerde elementler bazı bölgelerde daha fazla yoğunlaşmıştır. Bunun sebebi de seramik bölgeler için, yine doğal hammaddeler kullanımının sonucunda oluşan MgO ve $\text{Ca}_3\text{Mg}(\text{SiO}_4)_2$ fazlarının varlığıdır. Metal bölgelerde de, hazırlanan alaşım içerisinde Al ve Mg metallerinin homojen dağılmamasındandır. Metal bölgelerde O varlığı hem alaşım hazırlama esnasında oksidasyon olması hem de analiz esnasında seramik parçacıklardan sinyal gelmesinden kaynaklanmaktadır. Yine metal bölgede Ca elementinin görülmesi de ya metal etrafındaki ya da seramik yüzeyine çok ince metal sıvanması sonucu alttaki seramik parçacıklarından sinyal alınmasıdır.

730°C’de üretilen kompozitlerden KN-1.3 ve KN-1.4 numunelerinde sertliğin düşük olmasının sebebi sinterlemenin iyi olmamasından yani metal fazı az ve sürekli bir ağ yapı şeklinde olmadığı için yeterince yoğunluk kazanamamasından kaynaklanmaktadır. Bu durum 490°C’de üretilen metal fazı az olan numuneler içinde geçerlidir. 490°C’de üretilen kompozit numunelerinin sertlik sonuçları KN-2.4’ten KN-2.6’ya kadar artış gösterirken KN-2.7 numunesinde en yüksek alaşım miktarı olmasına rağmen sertlik değeri düşmektedir. Bu düşüşün sebebi, buradaki çalışma sıcaklığı düşük olduğu için sinterleme kalitesi düşük olabilir. Aynı zamanda sertlik deneyi esnasında yapılan bir hatadan kaynaklanabilir. Her iki sıcaklık numunelerinde de sertlik için uygulanan yük ile numune aşırı deforme edilememiştir. Sertlik izinin alındığı bölge de iyi seçilmiş bir bölge olmayabilir.

KAYNAKLAR

- [1] Zor M., (2018), “Kompozit Malzemelerle İlgili Genel Bilgiler”, Kompozit Malzeme Mekaniği-Ders Notları, Dokuz Eylül Üniversitesi.
- [2] Callister W., Rethwisch D., (2013), “Malzeme Bilimi ve Mühendisliği”, 8. Baskıdan Çeviri, Nobel Yayınevi.
- [3] Web 1, (2018), <http://korcanfirat.com/wp-content/uploads/Kompozit-Malzemeler-Sunumu.pdf>, (Erişim Tarihi: 20.06.2018).
- [4] Aran A., “Metal Matrisli Kompozit Malzemeler”, Ders Notu, İstanbul Teknik Üniversitesi.
- [5] Onat A., (2015), “Kompozit Malzemeler Ders Notu”, Sakarya Meslek Yüksekokulu, Sakarya Üniversitesi.
- [6] Akdoğan A., (2008), “Metal Matrisli Kompozit Malzemeler ve Üretim Yöntemleri”, Ders Notu, Yıldız Teknik Üniversitesi.
- [7] (2001), “ASM Handbook-Composites”, ASM International.
- [8] Web 2, (2018), <http://www.kuark.org/2014/09/alumina-teknolojisi-ve-uretimi/>, (Erişim Tarihi: 20.06.2018).
- [9] Ekinci V.Ş., (2007), “Alümina Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompozit Malzeme Üretimi ve Mekanik Özelliklerinin Araştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi.
- [10] Karabulut H., (2011), “Toz Metalurjisi Yöntemiyle Al_2O_3 , SiC ve B_4C Takviyeli Al Matrisli Kompozit Üretiminde Mekanik Aşınma Süresinin Kompozit Özelliklerine Etkisi”, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi.
- [11] Akın G., (2006), “Toz Metalurjisi Yöntemiyle Alüminyum Matrisli Bor Karbür Takviyeli Kompozitlerin Üretilmesi ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi.
- [12] Arslan Z., Şimşir M., Onurlubaşgil T.Y., Karaca B., Akkan H., (2015), “Toz Metalurjisi Yöntemi ile Kompozit Kam Üretimi ve Karakterizasyonu”, Uluslar Arası Katılımlı III. Ege Kompozit Malzemeler Sempozyumu, Kuşadası Türkiye, 05-07 Kasım 2015.
- [13] Ay M., Haşçalık A., (2005), “Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretilen Fe-C-Mo-FeCr Kompozitinin Abrasiv Aşınma Davranışının İncelenmesi”, Sigma Journal of Engineering and Natural Sciences, 2005/1, 133-140.

- [14] Kalaycıoğlu A.S., (2010), “SiC Tane Katkılı Alüminyum Kompozitlerin Toz Metalurjisi İle Üretimi ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi.
- [15] Karaduman B., (2010), “Titanyum Matrisli Titanyum Karbür Takviyeli Kompozit Üretimi ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi.
- [16] Arık H., Semerci P., Kırmızı G., (2017), “Sıcak Presleme ile Alüminyum Matrisli ve Al₂O₃ Takviyeli Toz Metal Kompozit Malzeme Üretimi ve Aşınma Davranışının Araştırılması”, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, Part C, 5(4):87-97 (2017).
- [17] Nazik C., (2013), “Alüminyum Matrisli B₄C Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi.
- [18] Arık H., Kırmızı G., Özçatalbaş Y., (2017), “TM Yöntemiyle Alumix13-B₄C MMK Malzeme Üretimi ve Mekanik Özelliklerinin Araştırılması”, The Journal of International Manufacturing and Production Technologies.
- [19] Önal M., Gavgalı M., (2015), “In Situ Alüminyum Metal Matrisli Kompozitler ve Sıcak Presleme ile Üretimleri”, Ordu Üniv. Bil. Tek. Derg., Cilt:5, Sayı:2, 63-73.
- [20] Orhan A., Gür A.K., Çalığülü U., (2007), “Al Matrisli B₄C Takviyeli Kompozitlerin Sıcak Presleme Yöntemiyle Üretimi”, Teknolojik Araştırmalar: Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi, 2007 (4) 8-13.
- [21] Koçer T., (2002), “Basınçlı İnfiltrasyon Yöntemiyle Üretilen Al₂O₃ ve SiC Partikül Takviyeli Al-Mg Metal Matrisli Kompozitlerin Aşınma Davranışlarının İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi.
- [22] Çolak N.Y., Turhan H., (2016), “Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretilen Al-Si/B₄C Kompozit Malzemenin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerinin araştırılması”, Fırat Üniv. Müh. Bil. Dergisi, 28 (2), 259-266.
- [23] Deniz S., (2000), “Al₂O₃ Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompozit Üretimi, Mekanik ve Fiziksel Özellikleri ile Mikroyapı Karakterizasyonu”, Doktora Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi.
- [24] Chandrashekar A., Ajaykumar B.S., Reddappa H.N., (2018), “Mechanical, Structural and Corrosion Behaviour of AlMg4.5/Nano Al₂O₃ Metal Matrix Composites”, Materials Today: Proceedings, 5 (2018), 2811-2817.
- [25] Dinaharan I., Akinlabi E.T., (2018), “Low Cost Metal Matrix Composites Based On Aluminum, Magnesium and Copper Reinforced with Fly Ash Prepared Using Friction Stir Processing”, Composites Communications, 9 (2018), 22-26.

- [26] Hima Gireesh Ch., Durga Prasad K.G., Ramji K., Vinay P.V., (2018), “Mechanical Characterization of Aluminium Metal Matrix Composite Reinforced with Aloe Vera Powder”, *Materials Today: Proceedings*, 5 (2018), 3289-3297.
- [27] Üstünbaş S., İnel İ., Albayrak M., (1997), “Refrakterlerin Parlayan Yıldızı: Spinel”, 2. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu, İzmir Türkiye, 16-17 Ekim 1997.
- [28] Önen U., (2013), “Alüminyum Titanat/Spinel Seramik Kompozitlerin Üretilmesi ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, Cumhuriyet Üniversitesi.
- [29] Sarıdaş S., (2016), “Spark Plazma Sinterleme Yöntemi ile Işık Geçirgenliğine Sahip Magnezyum Alüminat Spinel Seramiklerinin Üretimi ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi.
- [30] Çakır A., (2014), “Yerli Hammadde Kullanımı ile Çimento Döner Fırınları İçin Manyezit-Spinel Refrakter Geliştirilmesi”, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi.
- [31] Ganesh I., (2013), “A Review On Magnesium Aluminate ($MgAl_2O_4$) Spinel: Synthesis, Processing and Applications”, *International Materials Reviews*, 58:2, 63-112.
- [32] Gudlur P., Forness A., Lentz J., Radovic M., Muliana A., (2012), “Thermal and Mechanical Properties of Al/Al_2O_3 Composites At Elevated Temperatures”, *Materials Science and Engineering: A*, 531 (2012) 18-27.
- [33] Li H.J., Li Z.J., Qi L.H., Oy H., (2009), “Effect of Extrusion On The Thermal Expansion Behavior of $Al_{18}B_4O_{33}$ Whisker-Mg Composites”, *Scripta Materialia*, 61:5 (2009) 512-515.
- [34] Wang Y., Rainforth W.M., Jones H., Lieblisch M., (2001), “Dry Wear Behaviour and Its Relation To Microstructure of Novel 6092 Aluminium Alloy- Ni_3Al Powder Metallurgy Composite”, *Wear*, 251:1-12 (2001) 1421-1432.
- [35] Web3.(2018). <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/adma.200601381>, (Erişim Tarihi: 14.09.2018).
- [36] Web 4, (2018), <https://www.scopus.com/home.uri>, (Erişim Tarihi: 14.09.2018).
- [37] Wang L., Wang L.D., Fei W.D., (2011), “Fractal Analysis of Fracture Surfaces in Aluminum Borate Whisker-Reinforced Aluminum Alloy 6061 Composite”, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 21:3 (2011) 461–466.
- [38] Gurcan A.B., Baker T.N., (1995), “Wear Behaviour of AA6061 Aluminium Alloy and Its Composites”, *Wear*, 188:1-2 (1995) 185–191.

- [39] Ahmed A., Neely A.J., Shankar K., Nolan P., Moricca S., Eddowes T., (2010), "Synthesis, Tensile Testing, and Microstructural Characterization of Nanometric SiC Particulate-Reinforced Al 7075 Matrix Composites", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41:6 (2010) 1582–1591.
- [40] Abdullah M., Ahmad J., Mehmood M., Mujtaba U.H., Maekawa H., (2011), "Synthesis of Al₂O₃ Whisker-Reinforced Yttria-Stabilized-Zirconia (YSZ) Nanocomposites Through In Situ Formation of Alumina Whiskers", *Ceramics International*, 37:7 (2011), 2621–2624.
- [41] Rodrigo P., Poza P., Utrilla V., Ureña A., (2009), "Effect of Reinforcement Geometry on Precipitation Kinetics of Powder Metallurgy AA2009/SiC Composites", *Journal of Alloys and Compounds*, 479:1-2 (2009), 451–456.
- [42] Wang Z.W., Song M., Sun C., Xiao D.H., He Y.H., (2010), "Effect of Extrusion and Particle Volume Fraction on The Mechanical Properties of SiC Reinforced Al-Cu Alloy Composites", *Materials Science and Engineering:A*, 527:24-25 (2010), 6537–6542.
- [43] Guo J., Yuan X., (2009), "The Aging Behavior of SiC/Gr/6013Al Composite in T4 and T6 Treatments", *Materials Science and Engineering:A*, 499:1-2 (2009), 212–214.
- [44] Jin P., Xiao B.L., Wang Q.Z., Ma Z.Y., Liu Y., Li S., (2011), "Effect of Solution Temperature on Aging Behavior and Properties of SiC_p/Al-Cu-Mg Composites", *Materials Science and Engineering:A*, 528:3 (2011), 1504–1511.
- [45] Geng L., Guan L.N., Lue K.M., (2010), "Effects of Whisker Surface Treatment on Microstructure and Properties of Al₁₈B₄O_{33w}/6061Al Composites", *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 20:3 (2010), 349–354.
- [46] Web 5, (2018), <https://www.hanser-elibrary.com/doi/abs/10.3139/120.110227>, (Erişim Tarihi:14.09.2018).
- [47] Web 6, (2018), <https://www.cambridge.org/core/journals/journal-of-materials-research/article/in-situ-fabrication-and-mechanical-properties-of-alaln-composite-by-hot-extrusion-of-partially-nitrided-aa6061-powder/02DB0076DC869D4E025472692D287BC2>, (Erişim Tarihi:14.09.18).
- [48] Yu Z., Zhao N., Liu E., Shi C., Du X., Wang J., (2011), "Low-Temperature Synthesis of Aluminum Borate Nanowhiskers on The Surface of Aluminum Powder Promoted by Ball-Milling Pretreatment", *Powder Technology*, 212:2 (2011), 310–315.
- [49] Aksel C., Warren P.D., Riley F.L., (2004), "Magnesia-Spinel Microcomposites", *Journal of European Ceramic Society*, 24:10-11 (2004), 3119–3128.

- [50] Bonnefont G., Fantozzi G., Trombert S., Bonneau L., (2012), “Fine-Grained Transparent MgAl_2O_4 Spinel Obtained by Spark Plasma Sintering of Commercially Available Nanopowders”, *Ceramics International*, 38:1 (2012), 131–140.
- [51] Sreekumar V.M., Pillai R.M., Pai B.C., Chakraborty M., (2008), “Evolution of MgAl_2O_4 Crystals in Al-Mg-SiO₂ Composites”, *Applied Physics*, 90:4 (2008), 745–752.
- [52] Zhou Y., Zhao N., Shi C., Liu E., Du X., He C., (2014), “In-Situ Processing and Aging Behaviors of MgAl_2O_4 Spinel Whisker Reinforced 6061Al Composite”, *Materials Science and Engineering A*, 598 (2014) 114-121.
- [53] Yu Z., Zhao N., Liu E., Shi C., Du X., Wang J., (2012), “Fabrication of Aluminum Matrix Composites With Enhanced Mechanical Properties Reinforced by In Situ Generated MgAl_2O_4 Whiskers”, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43:4 (2012), 631–634.
- [54] Zhou Y., Yu Z., Zhao N., Shi C., Liu E., Du X., He C., (2013), “Microstructure and Properties of In Situ Generated MgAl_2O_4 Spinel Whisker Reinforced Aluminum Matrix Composites”, *Materials and Design*, 46 (2013), 724–730.
- [55] Sreekumar V.M., Hari Babu N., Eskin D.G., Fan Z., (2015), “Structure-Property Analysis of In-Situ Al-Mg Al_2O_4 Metal Matrix Composites Synthesized Using Ultrasonic Cavitation”, *Materials Science and Engineering A*, 628 (2015) 30-40.

ÖZGEÇMİŞ

Nurdan ÇAPOĞLU 1991 yılında İngiltere Sheffield’da doğdu. 2010 yılında Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Mühendislik Fakültesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünde lisans eğitimine başladı. 2015 yılında Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünden bölüm birinciliği ile mezun oldu. Aynı yıl Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalında yüksek lisans eğitimine başladı.