

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

**NİKEL PARTİKÜL TAKVİYELİ ALUMİNA SERAMİK  
KOMPOZİTLERİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Met. ve Malz. Müh. Tuba ÇEREZCİ**

**Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME MÜH.**

**Tez Danışmanı : Prof. Dr. Cuma BİNDAL**

**Haziran 2008**

T.C.  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

NİKEL PARTİKÜL TAKVİYELİ ALUMİNA SERAMİK  
KOMPOZİTLERİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ


Met. ve Malz. Müh. Tuba ÇEREZCİ

Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME MÜH.

Bu tez 05 / 06 /2008 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.

  
Prof Dr. Eşref AVCI  
Jüri Başkanı

Prof.Dr.Cuma BİNDAL  
Üye

  
Prof.Dr.H.Murat TÜTÜNCÜ  
Üye

## ÖNSÖZ

Tezimin her aşamasında değerli fikir ve görüşleriyle beni yönlendiren hocam sayın Prof. Dr. Cuma BİNDAL'a; Boğaziçi Üniversitesi Biomedikal Enstitüsü'nde almış olduğum yüksek lisans dersleri ile farklı bir bilimsel perspektif ve araştırma ruhu kazanmamda büyük payı olan saygıdeğer hocam Prof. Dr. A.Hikmet ÜÇİŞİK'a şükranlarımı sunarım.

Öneri, bilgi ve tecrübelerinden tezimin her adımında faydalandığım değerli hocalarım Prof. Dr. Sakin ZEYTİN ve Yrd. Doç. Dr. Mediha İPEK'e yakın ilgi ve paylaşımlarından ötürü teşekkürü borç bilirim.

Yardım ve alakalarından ötürü Prof.Dr. Ömer Faruk EMRULLAHOĞLU'na Yrd. Doç. Dr. Özkan ÖZDEMİR'e ve Kim. Müh. Mehmet Sarıhan'a teşekkürlerimi sunarım.

Deneysel çalışmalarım süresince beni yüreklendiren oda arkadaşım Arş. Gör. F. Gözde ÇELEBİ EFE'ye, tezime yaptıkları katkılarından ötürü Arş. Gör. Mak. Yük. Müh. Seçil EKŞİ, İbrahim ALTINSOY ve Harun GÜL'e, ayrıca Mahmut Gökhan BİNDAL'a teşekkür ederim.

Özverili yardımları dolayısıyla Labaratuar teknik sorumlusu Ersan DEMİR'e ve Uzman Fuat Kayış'a teşekkür ederim.

Çalışmanın ve pozitif düşünmenin insanı her zaman başarıya götüreceğini öğreten ve bu konuda beni motive eden sevgili anne ve babama; tezimin hazırlanmasında bana sürekli yardımcı ve destek olan nişanlım Arş. Gör. Elektr. Yük. Müh. Şuayb YENER'e sonsuz sevgi ve teşekkürlerimi sunarım.

## İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ .....	ii
İÇİNDEKİLER .....	iii
ŞİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ .....	vi
ŞEKİLLER LİSTESİ .....	vii
TABLolar LİSTESİ .....	xi
ÖZET.....	xii
SUMMARY .....	xiii

### BÖLÜM 1.

GİRİŞ.....	1
------------	---

### BÖLÜM 2.

SERAMİK VE KOMPOZİT MALZEMELER .....	3
2.1. Seramik Malzemeler .....	3
2.2. Kompozit Malzemeler .....	5
2.2.1. Kompozit malzemeler tanımı, bileşenleri ve sınıflandırılması .....	5
2.2.2. Seramik matrisli kompozitler (SMK).....	10
2.2.3. Seramik matrisli kompozit üretimi.....	11
2.2.4. Seramik matrisli kompozitlerin yoğunlaştırılması .....	12
2.2.5. Seramik matrisli kompozitlerin kullanım alanları.....	19

### BÖLÜM 3.

ALUMİNA (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) VE NİKEL .....	21
3.1. Mineral Kaynakları.....	23
3.2. Dünya’da ve Türkiye’de Alumina Üretimi .....	26
3.3. Aluminanın Özellikleri .....	30

3.3.1. Ticari alumina sınıfları .....	32
3.4. Nikel .....	33

#### BÖLÜM 4.

KIRILMA TOKLUĞU .....	38
4.1. Seramik Malzemelerde Kırılma Tokluğunun Belirlenmesi.....	43
4.2. Seramiklerde Toklaştırma Yöntemleri .....	47
4.2.1. Çatlak saptırma.....	47
4.2.2. Takviye yolu ile toklaştırma.....	49
4.2.3. Mikroçatlak oluşumu.....	50
4.2.4. Dönüşüm toklaştırması.....	51

#### BÖLÜM 5.

DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....	53
5.1. Deney Programı .....	53
5.2. Deneysel Çalışmada İzlenen Yol.....	54
5.3. Toz Karışımlarının Hazırlanması .....	55
5.4. Tozların Şekillendirilmesi .....	55
5.5. Sinterleme .....	56
5.5.1. Sinterlenen numunelerin karakterizasyonu .....	56

#### BÖLÜM 6.

DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEMELER .....	59
6.1. Sinterlenmiş Numunelerin Karakterizasyonu.....	59
6.1.1. Pişme küçülmesi.....	59
6.1.2. Yoğunluk.....	61
6.1.3. Sertlik .....	62
6.1.4. Kırılma tokluğu .....	64
6.1.5. Optik incelemeler .....	65
6.1.6. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) .....	73
6.1.7. X-Işınları difraksiyonu (XRD).....	85

BÖLÜM 7.

SONUÇLAR VE ÖNERİLER .....	94
7.1. Sonuçlar .....	94
7.2. Öneriler .....	97
KAYNAKLAR .....	98
ÖZGEÇMİŞ .....	103

## SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

a	: Sertlik diagonal uzunluğu
A <sub>1</sub>	: %1 Ni ilaveli alumina
A <sub>3</sub>	: %3 Ni ilaveli alumina
A <sub>5</sub>	: %5 Ni ilaveli alumina
A <sub>7</sub>	: %7 Ni ilaveli alumina
c	: Çatlak uzunluğu yarısı
d	: Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )
E	: Elastik modül (GPa)
HK	: Knoop sertliği
HV	: Vickers sertliği
K	: Kübik
K <sub>1c</sub>	: Kırılma tokluğu (MPa.m <sup>1/2</sup> )
m	: Monolitik
SMK	: Seramik Matrisli Kompozit
T	: Sıcaklık (°C)
α	: Termal genleşme katsayısı (1/°C)
v	: Poisson oranı

## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Takviye şekline göre kompozit tipleri .....	6
Şekil 2.2. Kompozit performansına etki eden bazı faktörler.....	7
Şekil 2.3. Monolitik seramikle fiber takviyeli seramik kompozitin mukavemet karşılaştırılması .....	10
Şekil 2.4. Rastgele dizilmiş seramik matrisli kompozit.....	13
Şekil 2.5. Sol-Jel Nextel 610 fiber takviyeli alüminyum oksit matris kompozit mikroyapısı.....	14
Şekil 2.6. CG Polysilazane polimerinden hazırlanan Nikalon fiber kompozit mikroyapısı.....	16
Şekil 2.7. Şematik DIMOX Prosesi: (a) başlangıç bileşenleri, (b) potayla aynı şekildeki nihai ürün .....	17
Şekil 2.8. Kimyasal buhar infiltrasyon prosesiyle üretilen tipik bir kompozit mikroyapısı.....	18
Şekil 2.9. F18 uçağının F414 motoruna ait 12 parça SMK kanatçık ve sızdırmaz kapaklı egzoz borusu. Sızdırmaz alanlar üzerindeki beyaz bölgeler mekanik bağlayıcılar için ilave ZrO <sub>2</sub> kaplanmadır.....	19
Şekil 3.1. Sıcaklığa bağlı olarak oluşabilecek alumina polimorfları .....	26
Şekil 3.2. Bayer Prosesi.....	27
Şekil 3.3. Aluminaların üretim prosesi ve çeşitleri .....	29
Şekil 3.4. Hafif altın rengine sahip nikel görünümü .....	34
Şekil 4.1. Kırılma Tokluğu MPa√m.....	38
Şekil 4.2. Vickers sertlik ölçümünde kullanılan uç ve izlerin şematik resmi .....	44
Şekil 4.3. Knoop sertlik ölçümünde kullanılan uç ve izlerin şematik resmi.....	44
Şekil 4.4. Vickers indentasyon sonrası oluşan; (a) radyal-medyan veya “yarı-disk” çatlakları, (b) radyal Palmqvist çatlakları .....	46
Şekil 4.5. (a) Tane sınırındaki çatlak saptırma mekanizması, (b) Çubuk şekilli partiküllerin etrafında çatlak önü saptırması, (c) Takviye elemanlarının	



köprüleşme mekanizması (arayüzey bağımsız), (d) Takviye elemanlarının köprüleşme mekanizması (bağlı) .....	48
Şekil 4.6. Fiber takviyeli seramik kompozitlerde çatlak köprüleşmesi [40].	49
Şekil 4.7. Çatlağın gerilme alanında yarı kararlı ZrO <sub>2</sub> partiküllerinin gerilme kaynaklı dönüşümü .....	51
Şekil 5.1. Deney akış şeması .....	53
Şekil 5.2. Tozların preslemesinde kullanılan kalıbın şematik resmi; a) kalıp, b) kesiti ve c) preslenmiş numune .....	56
Şekil 6.1. Sinterleme sıcaklığına bağlı test numunelerinin makro görüntüleri .....	59
Şekil 6.2. Numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı % pişme küçülmesinin değişimi .....	61
Şekil 6.3. Numunelerin sinterleme sıcaklığına bağlı relatif yoğunluk değişimi .....	62
Şekil 6.4. Numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı sertlik değişimi .....	63
Şekil 6.5. 10 kg yük uygulanması sonucu kompozitte oluşan çatlaklara partikül takviyesinin etkisi .....	64
Şekil 6.6. Numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı kırılma tokluğu değerleri değişimi .....	65
Şekil 6.7. 1400°C'de 1 saat süresince sinterlenen % 1, 3, 5 ve 7 Ni içeren Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> seramik kompozitler .....	66
Şekil 6.8. 1425°C'de 1 saat süresince sinterlenen % 1, 3, 5 ve 7 Ni içeren Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> seramik kompozitler .....	67
Şekil 6.9. 1440°C'de 1 saat süresince sinterlenen % 1, 3, 5 ve 7 Ni içeren Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> seramik kompozitler .....	68
Şekil 6.10. 1400, 1425 ve 1440 °C'de 1 saat süresince sinterlenmiş ağırlıkça % 1 Ni içeren Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompoziti .....	69
Şekil 6.11. 1400, 1425 ve 1440 °C'de 1 saat süresince sinterlenmiş ağırlıkça % 3 Ni içeren Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompoziti .....	70
Şekil 6.12. 1400, 1425 ve 1440 °C'de 1 saat süresince sinterlenmiş ağırlıkça % 5 Ni içeren Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompoziti .....	71
Şekil 6.13. 1400, 1425 ve 1440 °C'de 1 saat süresince sinterlenmiş ağırlıkça % 7 Ni içeren Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> kompoziti .....	72
Şekil 6.14. 1400°C'de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>1</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a) SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS	

spektrumu.....	73
Şekil 6.15. 1400°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>3</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a) SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.....	74
Şekil 6.16. 1400°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>5</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a) SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.....	75
Şekil 6.17. 1400°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>7</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a) SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.....	76
Şekil 6.18. 1425°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>1</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a) SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.....	77
Şekil 6.19. 1425°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>3</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a) SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.....	78
Şekil 6.20. 1425°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>5</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a)SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.....	79
Şekil 6.21. 1425°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>7</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a)SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.....	80
Şekil 6.22.1440°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>1</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a)SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.....	81
Şekil 6.23. 1440°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>3</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a)SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.....	82
Şekil 6.24. 1440°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>5</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a)SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.....	83
Şekil 6.25. 1440°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>7</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a)SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS	

spektrumu.....	84
Şekil 6.26. 1400 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>1</sub> kompozitine ait X ışınları paterni.....	85
Şekil 6.27. 1400 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>3</sub> kompozitine ait X ışınları paterni.....	86
Şekil 6.28. 1400 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>5</sub> kompozitine ait X ışınları paterni.....	86
Şekil 6.29. 1400 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>7</sub> kompozitine ait X ışınları paterni.....	87
Şekil 6.30. 1400 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>1</sub> , A <sub>3</sub> , A <sub>5</sub> ve A <sub>7</sub> kompozitlerine ait X ışınları paterni .....	87
Şekil 6.31. 1425 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>1</sub> kompozitine ait X ışınları paterni.....	88
Şekil 6.32. 1425 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>3</sub> kompozitine ait X ışınları paterni.....	89
Şekil 6.33. 1425 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>5</sub> kompozitine ait X ışınları paterni.....	89
Şekil 6.34. 1425 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>7</sub> kompozitine ait X ışınları paterni.....	90
Şekil 6.35. 1425°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>1</sub> , A <sub>3</sub> , A <sub>5</sub> ve A <sub>7</sub> kompozitlerine ait X ışınları paterni .....	90
Şekil 6.36. 1440 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>1</sub> kompozitine ait X ışınları paterni.....	91
Şekil 6.37. 1440 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>3</sub> kompozitine ait X ışınları paterni.....	92
Şekil 6.38. 1440 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>5</sub> kompozitine ait X ışınları paterni.....	92
Şekil 6.39. 1440 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>7</sub> kompozitine ait X ışınları paterni.....	93
Şekil 6.40. 1440°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A <sub>1</sub> , A <sub>3</sub> , A <sub>5</sub> ve A <sub>7</sub> kompozitlerine ait X ışınları paterni .....	93

## TABLolar LİSTESİ

Tablo 2.1. Bazı seramik malzemelerin özellikleri.....	5
Tablo 3.1. Çeşitli tip aluminaların fiziksel özellikleri.....	22
Tablo 3.2. Korund ve geçiş aluminaların yapısal özellikleri.....	24
Tablo 3.3. Oksit ve hidroksitlerin özellikleri .....	25
Tablo 3.4. Dünya boksit rezervi ve alüminyum üretimi değerlerinin kıtalara göre dağılımı .....	28
Tablo 3.5. Yüksek saflıktaki alüminanın özellikleri .....	31
Tablo 3.6. % 85,0-99,7 saflıkta aluminaların fiziksel ve mekanik özellikleri .....	32
Tablo 3.7. Nikelin kullanım alanları .....	33
Tablo 3.8. Saf nikelin özellikleri.....	35
Tablo 3.9. Bazı önemli ticari saflık esaslı nikel alaşımlarının kimyasal bileşimleri ve uygulama alanları .....	36
Tablo 4.1. Seramik ve bazı diğer malzemelerin oda sıcaklığında kırılma toklukları	39
Tablo 5.1. Hazırlanan karışımların % ağırlık oranları .....	55
Tablo 6.1. Sinterleme sıcaklığına bağlı pişme küçülmesi % değerleri .....	60
Tablo 6.2. Sinterlenmiş numunelerin % relatif yoğunlukları.....	61
Tablo 6.3. Sinterlenmiş numunelerin sertlik değerleri, HV .....	63
Tablo 6.4. Sinterlenmiş numunelerin kırılma tokluğu değerleri, MPa.m <sup>1/2</sup> .....	64

## ÖZET

Anahtar Kelimeler: Alumina, Alumina-Ni, Seramik Matrisli Kompozit, Kırılma Tokluğu, Sertlik, Sinterleme

Bu çalışmada, nikel takviyeli alumina seramik matrisli kompozitler üretilmesi ve bu seramik kompozitlerin fiziksel, mekanik ve mikroyapı özelliklerinin incelenmesi hedeflenmiştir.

İlk olarak, 0,3 µm tane boyutundaki alumina tozu, % 1, 3, 5 ve 7 oranlarında 3-7 µm tane boyutuna sahip nikel tozuyla karıştırıldıktan sonra 2'şer gramlık kütleler alınıp her biri 170 MPa basınç altında tek yönde sıkıştırılarak kompaktlanmıştır. Yoğun ve sıkı bir görünüm alan numuneler daha sonra 1400, 1425 ve 1440 °C sıcaklıklarda 1 saat süresince grafit tozu içerisinde sinterlenmiştir.

Üretilen numuneler üzerinde pişme küçülmesi, relatif yoğunluk, sertlik, kırılma tokluğu deneyleri, XRD ile faz analizi, optik mikroskop ve SEM ile mikroyapı incelemeleri yapılmıştır.

Sinterlenen numuneler incelendiğinde sıcaklığın artışıyla pişme küçülmesi ve relatif yoğunluğun arttığı, yoğunluk artışına nikel takviye miktarının da etkili olduğu belirlenmiştir. Nikel takviyesinin artışıyla kırılma tokluğu değerlerinin arttığı görülmüş bunun nedeninin metalik nikel partiküllerinin, oluşan çatlakları köprüleyici etkisinden kaynaklandığı saptanmıştır. Setliğin ise nikel artışıyla kısmen azaldığı elde edilen sonuçlardan bir diğeridir. XRD'den alınan sonuçlara göre sinterleme adımında kullanılan grafit atmosferi sayesinde nikelin oksitlenmediği görülmüştür. EDS analizi de X-ışınlarından alınan sonuçları destekleyici nitelikte olup kompozitlerin oksitsiz Ni ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fazlarından ibaret olduğunu göstermiştir. Bu genel değerlendirmelerin literatür çalışmalarıyla uyumlu olduğu tespit edilmiştir.

# **CHARACTERIZATION AND SYNTHESIS OF NICKEL PARTICULATE REINFORCED ALUMINA CERAMIC COMPOSITES**

## **SUMMARY**

Keywords: Alumina, Alumina-Ni, Ceramic Matrix Composites, Fracture Toughness, Hardness, Sintering

The aims of this study are to process of Ni reinforced alumina ceramic composites and to search of these composites microstructural, physical and mechanical properties.

Firstly, 0,3  $\mu\text{m}$  grain sized  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mixed with 1, 3, 5 and 7 % weight nickel powder which grain size is 3-7  $\mu\text{m}$ , then two grams masses were taken and each of them these masses pressed under a uniaxial pressure of 170 MPa. The samples with an appearance dense and compact sintered at 1400, 1425 and 1440°C for 1 hour in graphite powder.

Composite bodies are tested against firing shrinkage, relative density, hardness, fracture toughness, phase analysis by XRD and microstructural analysis by optical microscope and SEM.

When sintering samples observed it is determined that firing shrinkage and relative density increased as sintering temperature increased. Besides this, Ni content is also effective on relative density. The more Ni content leads the higher fracture toughness because of crack bridging effect of metallic Ni particles and the lower hardness scales. According to XRD results, it has been detected the non oxide Ni body thanks to the graphite atmosphere used in sintering stage. And EDS analysis has also supported the X-ray results and showed the body has non oxide Ni and  $\text{Al}_2\text{O}_3$  phases. It has been determined that these results are suitable with literature survey.

## BÖLÜM 1. GİRİŞ

Alumina, yüksek sıcaklıklardaki korozyon direnci, yüksek aşınma direnci, aşınmaya karşı dayanımlı oluşu, yüksek sertliği, iyi biouyumluluk karakterli bir seramik olması dolayısıyla çok geniş kullanım alanına sahiptir [1-4]. Yine mükemmel kimyasal kararlılık ve düşük maliyetli olması bakımından alumina, mühendislik seramikleri arasında en ümit verici olanıdır. Bu olumlu ve tercih edilir özelliklerinin aksine seramiklerin başlıca dezavantajlarından bir tanesi düşük kırılma tokluklarından ötürü kırılma ve gevrek olmalarıdır [5,6]. Aluminanın bu istenmeyen özelliğinin iyileştirilmesi amacıyla ikinci bir faz ile takviye edilerek kompozit oluşturulması düşünülebilir.

Seramiklerin kırılma tokluğunun artırılmasına yönelik yapılan yeni çalışmalardan biri seramik matrisli kompozitler oluşturmaktır. Partikül, fiber, whisker gibi ilave takviye malzemeleri seramik bir matrisin içerisine gömülme suretiyle seramiklerin 1 ila 5 MPa.m<sup>1/2</sup> değerleri arasında olan kırılma tokluklarını 6 ila 20 MPa.m<sup>1/2</sup> değerlerine yükseltilebilir. Kırılma tokluğundaki bu artış ilerleyen çatlak ile takviye partikül arasındaki etkileşimden kaynaklanır. Çatlak başlangıcı beklenen bir durum olarak matris fazında meydana gelir ancak buna karşın çatlak ilerlemesi takviye faz tarafından geciktirilir veya engellenir [7,8].

Seramik matrisli kompozitlerdeki toklaştırma mekanizmaları; çatlak saptırma, kalıntı gerilme etkisi, dönüşüm toklaşması, sünek partiküllerle köprü etkisi oluşturma, fiber, whisker takviyesi gibidir. Seramik bir matris içerisine sünek (metalik) bir faz ilave etmek ise bu mekanizmaların birçoğunu içine alan etkili bir yöntemdir [9-11].

Daha önce yapılan alumina- metal kompozit çalışmalarında aluminaya, Cr, Ni, Cu, Fe, W, TiC, Al gibi takviye fazlar ilave edilmiş ve toklukta 2-3 kat daha fazla artış sağlanmıştır [12].

Metalik faz takviyesiyle aluminanın tane boyutunun küçültülebildiği veya kırılma davranışının iyileştirildiği, sünek bir takviye elemanının plastik bir deformasyon alanı oluşturarak seramiklerin istenmeyen kırılma, gevreklik gibi olumsuz özelliklerini azalttığı, metalik bir fazın monolitik aluminaya oranla daha iyi bir termal iletkenlik ve daha yüksek bir termal şok dayanımı kazandırdığı, mekanik, magnetik ve elektriksel özelliklerini iyileştirdiğine çok sayıda çalışmada yer verilmiştir [13-21].

Bu çalışmada, seramik malzemeye takviye olarak nikel metalik malzemesi tercih edilmiştir. Aluminanın çok yüksek ergime sıcaklığı (2015°C) bir diğer takviye elemanı ile beraber sinterlenmesinde optimum bir sıcaklığın elde edilmesi şartını doğurur. Bu nedenden ötürü ergime sıcaklığı yüksek (1453°C) bir metal olan nikel takviye elemanı olarak tercih edilmiştir. Ancak nikelin oksitlenmeden sinterlenmesi için yapılan çalışmalarda indirgeyici bir hidrojen atmosferine başvurulduğu bilinen bir gerçektir.

Bu çalışmada, aluminanın ağırlıkça farklı oranlarda hazır nikel tozuyla karıştırılıp hidrojen atmosferi kullanılmaksızın grafit ortamında, farklı sıcaklıklarda, basınçsız sinterleme işleminin gerçekleştirilmesi ve pişmiş ürünlerin karakterizasyonu hedeflenmiştir.



## **BÖLÜM 2. SERAMİK VE KOMPOZİT MALZEMELER**

### **2.1. Seramik Malzemeler**

Seramikler; ısı, bazen de ısı ve basınç bir arada uygulanarak şekillendirilen, en az bir metal ve metaldışı elementel katının kombinasyonundan oluşan malzemelerdir [22]. Doğada kayaların dış etkilere karşı parçalanması sonucu oluşan kaolen, kil vb. maddelerin yüksek sıcaklıkta pişirilmesi ile elde edilirler. Bunlar farklı şekilde silikatlar, aluminatlar ile birlikte metal oksitlerinden oluşurlar. Genelde bunlar ya iyonik veya iyonik + kovalent bağ karışımına sahip oldukları için çok kararlıdır. Bu nedenle de çok sert, gevrek ve yüksek sıcaklığa dayanıklıdır. Seramik malzemeler endüstriyel fırınlar, tuğla, betondan elektronik ve optik araçlarda kullanılan yeni malzemelere kadar geniş bir alanı kapsarlar [23].

Seramikler, yüksek kimyasal direnç, yüksek ergime noktası, aşırı derecede sertlik, düşük elektriksel iletkenlik, düşük termal genişleme, iyi termal kararlılık, iyi sürünme direnci, yüksek elastik modül, yüksek basma direnci gibi üstün ve önemli özelliklere sahiptir [24].

Seramiklerin özellikleri, diğer malzemelerde olduğu gibi atomlar arasındaki bağa, mikro ve makro yapılarına bağlıdır [25]. Seramikler düşük yoğunluklu, çok dayanıklı ve sert olmasına rağmen aşırı derecede gevreklerdir. Bunlar genellikle termal ve kimyasal etkilere karşı dirençlidirler. Ancak yüksek ergime sıcaklık dereceleri ve sertlikleri işlenmesini zorlaştırır ve yalıtıkdır. Kırılgan oluşları bunları potansiyel olarak güvensiz yapar. Metallerle karşılaştırıldığında seramikler, çok gevrek olduklarından plastik olarak akamazlar. Seramiklerin yüksek elastisiteye sahip olmamaları ve aynı zamanda plastik deformasyon göstermemeleri nedeniyle, yüklemelerle ve keskin partiküller ile yüzeye etki yapılması durumunda bölgesel olarak gerilme yoğunlaşması meydana gelmektedir. Bu gerilmeler çekme gerilmesi

şeklinde olursa, çok hızlı bir şekilde çatlak mikro çatlak oluşumuna neden olurlar. Bu yüzden çekme dayanımları düşüktür. Basma dayanımları ise çok yüksektir [26].

Seramik malzemelerin kırılma tokluğu, metaller ve mühendislik plastikleriyle karşılaştırıldığında oldukça düşük seviyelerdedir. İleri teknolojik seramik malzemelerin kırılma tokluğu  $1-12 \text{ MPa.m}^{1/2}$  arasında değişirken, seramik kompozitlerin kırılma tokluğu  $20 \text{ MPa.m}^{1/2}$ 'a kadar çıkmaktadır. Seramik malzemelerin kırılma tokluklarını iyileştirilmesi amacıyla yapılan düzenlemelerde, seramiklerin aşınma direncinde bir miktar düşme olmuş, buna karşın mikro çatlak oluşumu bariz şekilde engellenmiştir. Burada, bölgesel yüklemeler, termal şok ve gerilmeler karşısında çatlak oluşumuna karşı direnç sertlikteki azalmayla dengelenmektedir [27].

Yirminci yüzyılın son çeyreğinde yapılan ilerlemelerin ışığında seramik malzemeleri iki sınıfta kategorize etmek mümkündür:

- a) Geleneksel ve konvansiyonel seramikler: Bu tür seramikler genellikle monolitik formdadırlar. Bunlar tuğla, kiremit, fayans ve çeşitli sanat objelerini içerir.
- b) İleri ve yüksek performans seramikleri: Çoğunlukla üretimi için sofistike kimyasal üretim metotları kullanılan seramik malzemelerin ileri bir sınıfını sunar. Yüksek kalite ve saflıktadırlar. Bu yüksek performans seramikleri; oksitleri, nitrürleri ve silisyum, alüminyum, titanyum ve zirkonyumun karbürlerini içerir [28].

Tablo 2.1 bazı önemli yüksek performans seramik malzemelerini göstermektedir. Bu ileri seramikler sıcaklığa, kimyasallara ve aşınmaya direnç gösterirler. Bu önemli karakteristikler onların basit ve ekonomik yolla üretimini zor kılar. Bu sınıftaki yüksek performans seramikleri çoğunlukla seramik matrisli kompozit yapımında kullanılırlar.

Tablo 2.1. Bazı seramik malzemelerin özellikleri [28]

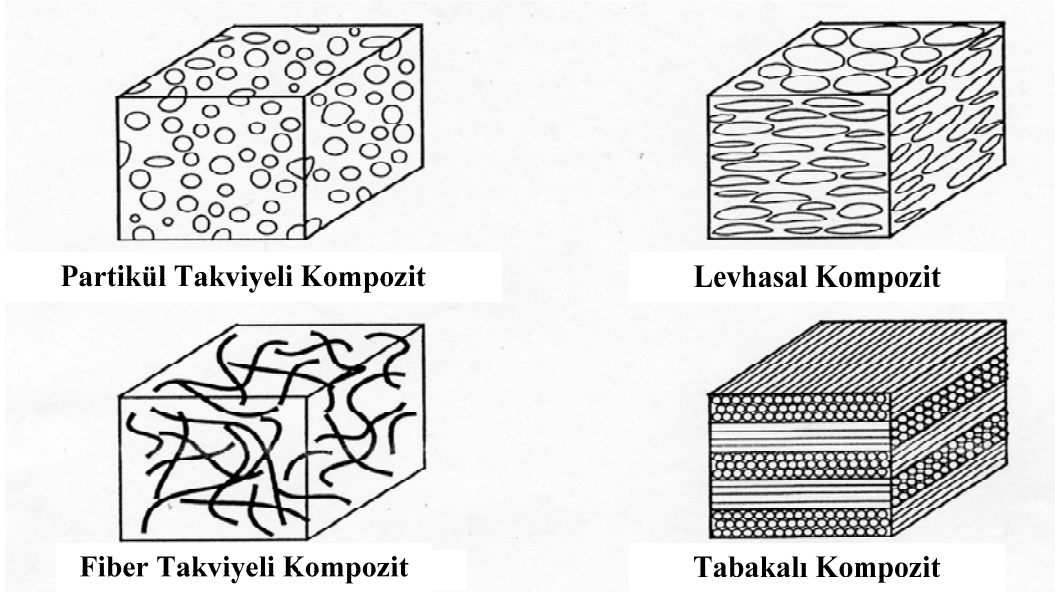
Malzeme	Elastik Modül (GPa) E	Poisson Oranı $\nu$	Termal Genleşme Katsayısı ( $10^{-6} K^{-1}$ ) $\alpha$
SiC	420	0.22	4
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	380	0.25	8
Kordierit (2Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .MgO.5SiO <sub>2</sub> )	130	0.25	2
Müllit (3Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .2SiO <sub>2</sub> )	215	0.25	4

Monolitik yüksek performans seramikleri; yüksek dayanım ve sertlik, mükemmel yüksek sıcaklık kapasitesi, kimyasal inertlik, aşınma dayanımı ve düşük yoğunluk gibi istenen malzeme özelliklerini bir araya getirirler. Fakat bunlar çekme ve darbe yükü altında, metallere benzemeksizin hiç plastisite göstermezler ve mekanik ve termal yük (termal şok) altında katastrofobik hasarla karşı karşıya kalırlar. Bu durumu metaller tolere edebilir ancak seramikler tolere edemez ifadesiyle yorumlayabiliriz. Metallerin bağışlayıcı doğası içerisindeki dislokasyonların hareketliliğinden kaynaklanmaktadır bu özellik onlara kırılmadan öne plastik olarak deforme olabilme kabiliyeti kazandırır [28].

## 2.2. Kompozit Malzemeler

### 2.2.1. Kompozit malzemeler tanımı, bileşenleri ve sınıflandırılması

Kompozitler, fazların zayıf özelliklerini düzelterek, tek başlarına olduğundan daha iyi özellikler göstermeleri amacıyla bir araya getirilen çok fazlı malzemelerdir [29,58]. Kompozitlere donatılı veya pekiştirilmiş malzemeler de denir [58]. Bir kompozit malzeme sürekli bir faz içinde dağılmış fazları kimyasal ve/veya fiziksel olarak sınırlayan bir malzemedir. Kompozit malzeme genellikle kendisini oluşturan malzemenin her ikisinden daha iyi veya farklı karakteristiğe sahiptir. Matris fazı sürekli fazdır, takviye fazı ise dağılmış fazdır ve partikül, kısa fiberler, sürekli fiberler, tabakalı veya levha halinde olurlar. Şekil 2.1 katkı malzemesine göre sınıflandırılmış kompozit tiplerini göstermektedir.



Şekil 2.1. Takviye şekline göre kompozit tipleri [7]

Bir malzemenin kompozit sayılabilmesi için:

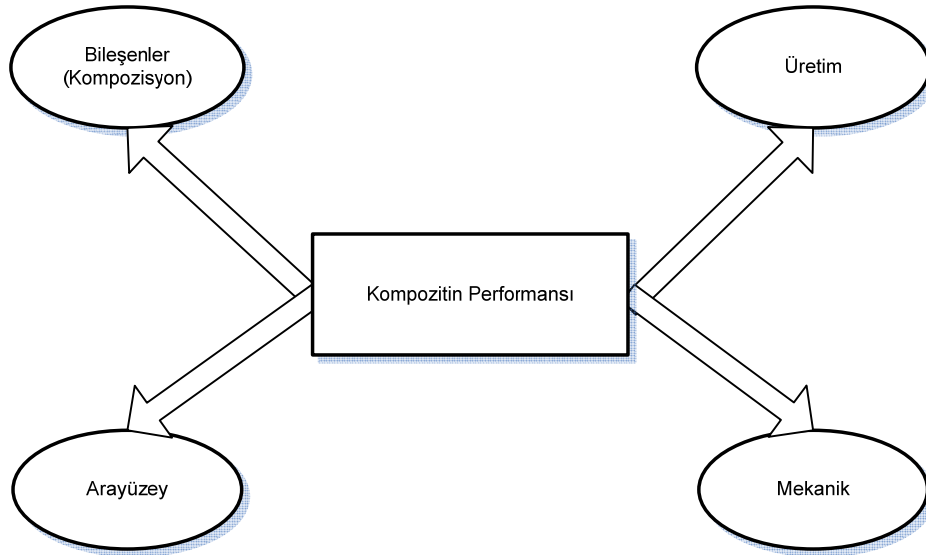
- İnsan tarafından üretilmelidir
- Farklı bileşenlerle beraber kimyasal olarak birbirinden farklı en az iki malzeme kombinasyonundan meydana gelmelidir.
- Kompozit malzemeyi oluşturan ayrı malzemeler üç boyutlu olarak birleşmelidirler.
- Kompozit, kendisini meydana getiren bileşenlerin tek başlarına sahip olamayacakları özellikleri göstermelidir [30].

Kompozit malzemelerin avantaj ve dezavantajları ise aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir;

Avantajları: Hafiftirler, esneklikleri yüksektir, korozyona karşı dayanıklıdırlar, düşük rezistans ve termal iletkenliğe sahiptirler, yorulma dayanımı yüksektir, yapısal zayıflıkları düşürerek üretim maliyetini düşürmektedir.

Dezavantajları: Matrisin ve takviye malzemesinin çözücülerden kolay etkilenmesi, sıcaklık değişimlerinden etkilenmeleri, çapraz bağlanma tepkimeleriyle zaman içinde bozunabilmeleridir. Ayrıca hammadde ve fabrikasyon fiyatları yüksek olmasıdır [31,59].

Kompoziti oluşturan tek bileşenlerin seçimi, onların sentezi ve kimyasal kompozisyonu, kompozitin üretim yöntemi, kompozitin nihai performansına önemli ölçüde etki eder. Bunların yanı sıra göz ardı edilemeyecek değerlendirilmesi gereken en önemli durum ise katkı malzemesi ve matris arasındaki ara yüzeydir. Şekil 2.2, kompozitin nihai özelliklerini etkileyen faktörleri göstermektedir.



Şekil 2.2. Kompozit performansına etki eden bazı faktörler

Matristeki malzeme karakteristiğine bakarak da kompozitleri aşağıdaki gibi sınıflandırmak mümkündür [31].

- polimer matrisli kompozitler (PMK),
- metal matrisli kompozitler (MMK),
- nano kompozitler
- seramik matrisli kompozitler (SMK)

Metal matrisli kompozit malzemeler (MMK):

Metal matrisli kompozitler 1970'li yıllardan sonra yaygınlaşmıştır. Hafif metaller, kompozitler için matris malzemesi olarak çok cazip olmaktadır. Bunlar plastiklerden daha yüksek elastik modül, dayanım ve tokluğa sahip olup yüksek sıcaklıklarda özellikleri de daha iyidir. Ancak metal matrisli kompozit üretimi daha zordur. Bunlar her elyafla iyi ara yüzey bağı oluşturmazlar [31,59].

Günümüzde üç çeşit metal matrisli kompozit bulunmaktadır. Bunlar; parça halinde güçlendirilmiş MMK, kısa fiber veya whisker ile güçlendirilmiş MMK, sürekli fiber ya da levha halinde güçlendirilmiş MMK'lerdir. Metal matrisli kompozitlerde birçok metal veya metal alaşımları kullanılmaktadır. Bunların kullanım yerleri ve amaca uygun kullanımları kompozit hazırlamada önemli bir yer tutmaktadır. Metal matrisler şu şekilde verilebilir;

- Alüminyum ve alaşımları; düşük yoğunluk, yüksek mukavemete sahiptir.
- Titanyum ve alaşımları; düşük yoğunluk, yüksek korozyon direncine sahiptir.
- Magnezyum ve alaşımları; çok hafif metallerdir.
- Bakır ve alaşımları; kübik yapıdadır ve yüksek iletkenliğe sahiptirler.
- İntermetalik bileşikler; yüksek mukavemet, yüksek oksidasyon direncine sahiptirler.

Polimer matrisli kompozit malzemeler (PMK):

Polimerler, monomer denilen kimyasal birimlerden meydana gelen zincir şeklinde bir yapıya sahip sentetik malzemelerdir. Polimerler, hafif olması ve kolay işlenebilmelerinden dolayı geniş bir kullanım alanına sahiptirler. Kompozit malzemelerde polimer matris olarak kullanılan genelde üç tip polimer mevcut olup bunlar;

Termosetler; Tekrar ısıtılarak yumuşatılamaz. Epoksi ve polyester elyaf takviyeli kompozitlerde yaygın olarak kullanılır. Bunların fiziksel ve mekanik özellikleri, molekül büyüklüğüne, yoğunluğuna ve çapraz bağın uzunluğuna bağlıdır.

Termoplastikler; Oda sıcaklığında katı malzeme olarak adlandırılır. Isıtılırsa yumuşar, sıcaklık arttıkça viskozitesi düşer. Bu özelliklerinden dolayı bunlarla yapılan ürünler daha ekonomik ve daha kolay işlenebilir.

Elastomerler; Termoset polimeri gibi çapraz bağlı olan uzun zincir moleküllerinden oluşur. Bunlar çok düşük gerilmelere maruz kaldığı zaman büyük elastik deformasyona uğrama özelliği olan polimerler kompozitlerdir [31].

Nano kompozitler:

Nano boyutlara geldiğinde kuantum gibi farklı fizik kuralları işlemeye başlamaktadır. Kompozit malzemeler genel olarak bir matris ve bir dolgu malzemesinden meydana gelmektedir. Bir bileşiği oluşturan matris ve dolgu elemanı nanometre ölçülerinde ise sentez sonucu elde edilen bileşiğe nanokompozit adı verilir.

Seramik matrisli kompozit malzemeler (SMK):

Seramik malzemeler farklı bileşimlerde kristal ve cam yapıları içermekte ve genellikle gözenek ihtiva etmektedir. Bu farklı yapı bileşenlerinin miktarı ve dağılımları seramik malzemelerin özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. İleri teknoloji seramikleri başlıca şunlardır [31];

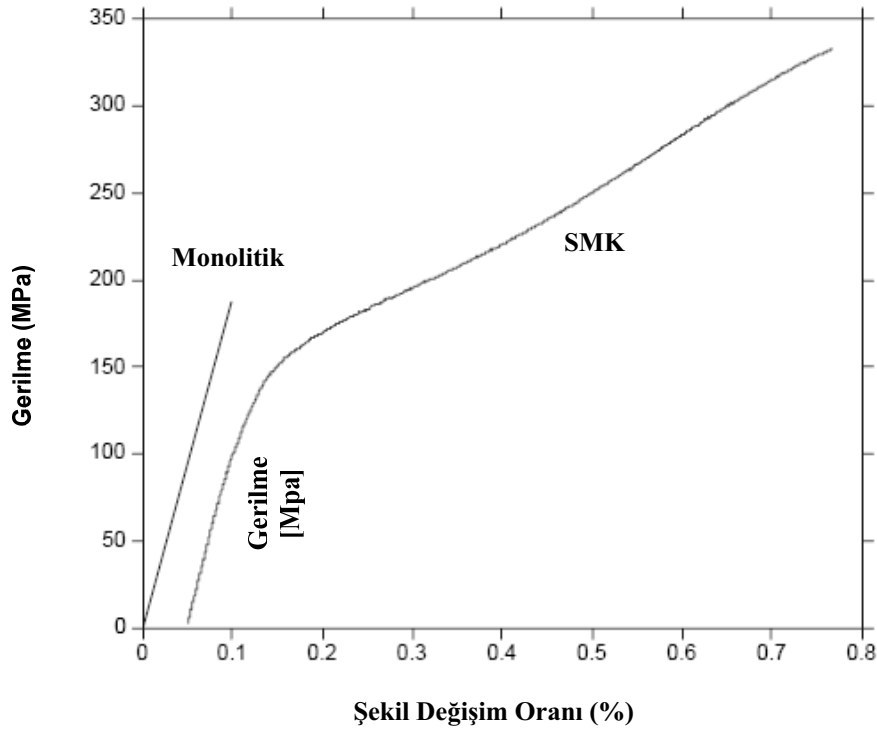
- Oksitler; Alumina ( $Al_2O_3$ ), zirkonya ( $ZrO_2$ ), magnezya ( $MgO$ )...
- Karbürler; SiC, ZrC, WC...
- Nitrürler; BN, AlN, TiN, ZrN...
- Sülfürler; CdS, ZnS....
- Silisitler;  $Mo_2Si$ ,  $WSi_2$
- Borürler;  $TiB_2$ ,  $ZrB_2$ ..
- Diğerleri; Fosfürler (BP)

Matristeki takviye de polimerik, metalik veya seramik olabilmektedir. Kompozit alanına giren en yeni tür ise seramik matrisli kompozitlerdir [28].

### 2.2.2. Seramik matrisli kompozitler (SMK)

Seramiklerin önde gelen olumsuz özelliklerinden olan kırılmalıkların gidermek amacıyla öne sürülen mekanizmalardan bir tanesi seramiğe takviye bir faz eklenerek oluşturulan seramik matrisli kompozitlerdir. Bununla birlikte bu ikinci faz ilavesiyle seramiğin üretimi zorlaşmakta ve yoğunluğu düşme eğilimi içerisine girmektedir. Mevcut birçok çalışma takviye fazın mevcudiyetiyle doğan heterojenliğin azalmasını amaçlamaktadır.

Seramik matrisli kompozit malzemeler, seramik bir matrisin ve bir takviye elemanın veya agregat bir fazın özelliklerini bir araya getirirler. Dikkatli bir şekilde üretimi yapıldığında, mukavemet ve tokluk gibi malzeme özelliklerini, takviyesiz seramiklere oranla artırdığı belirlenmiştir [32]. Şekil 2.3 monolitik seramikle seramik matrisli bir kompoziti mukavemet yönünden karşılaştırmasını göstermektedir.



Şekil 2.3. Monolitik seramikle fiber takviyeli seramik kompozitin mukavemet karşılaştırılması [33]



Kompozit performansı, matris ve takviye faz arasındaki fiziko-kimyasal ilişkiye ve arayüze bağlıdır. Seramik matrisli kompozitlerden olan  $ZrO_2$  toklaştırılmış  $Al_2O_3$  (ZTA),  $Al_2O_3-TiC$  ve  $Al_2O_3-SiC$ , aşınma, yatak ve pompa uygulamalarında, kesici takımlarda kullanılmaktadır. Bununla birlikte, ısı motorları, ısı değiştiricileri, kaplamalar ve tıbbi ürünler alanındaki tasarlanmış uygulamalar, seramik matrisli kompozitler üzerine olan araştırmaların süratle devamını kararlı kılar. Seramik matrisli kompozitler hala, genel olarak, araştırma ve geliştirme alanında olan konulardandır [32].

### **2.2.3. Seramik matrisli kompozit üretimi**

#### **2.2.3.1. Partikül, levha, whisker ve kısa fiber takviyeli seramik matrisli kompozitlerin üretimi**

Partikül, levha, whisker ve kısa fiber takviyeli seramik matrisli kompozitlerin üretimi sürekli fiber takviyeli kompozitlerin üretiminden daha kolaydır ve takviyesiz seramiklerde kullanılan tekniklerin birçoğu kullanılabilir. Buradaki zorluklar homojen bir dağılımın sağlanmasının amaçlandığı karıştırma adımında ve tam bir yoğunluk sağlamanın hedeflendiği fırınlama aşamasında ortaya çıkmaktadır [32].

Partikül emprütelerinin mukavemet artış sınırını ortadan kaldırmak, aglomerasyonu önlemek, istenilen boyut fraksiyonlarını sınırlayabilmek için, matris partiküllerinin ve takviye malzemesinin bir ön üretime tabi tutulması gerekebilmektedir. Kontrollü pH süspansiyonlarının çöktürülmesi bu yöntemde sıklıkla kullanılmaktadır. Fiberler ve partiküller gibi iki farklı bileşeni bir süspansiyon içinde karıştırırken yüzey kimyalarını yüklü çift tabaka yoluyla kontrol etmek gerekmektedir. İyi dağılmış süspansiyonlar elektrostatik itme kuvvetleri büyükken elde edilir, bunun yanı sıra bileşenler arasındaki çekme kuvvetleri büyükken öbikleşme söz konusu olmaktadır.

Çoğunlukla matris tozu ve takviye malzemesi az katı içeriğinde (yaklaşık %15 gibi) su veya alkol gibi süspansiyon üretim rotası içerisinde karıştırılır. Süspansiyonun pH'ı daha sonra ayarlanır. Aglomerasyonu önlemek için karışım yüksek hızda bir karıştırıcıda hızlı bir şekilde karıştırılır ve ultrasonik olarak dispersiyon sağlanır. Bu aşamada karşılaşılan bir problem, daha geniş olan partiküllerin (bunlar çoğunlukla

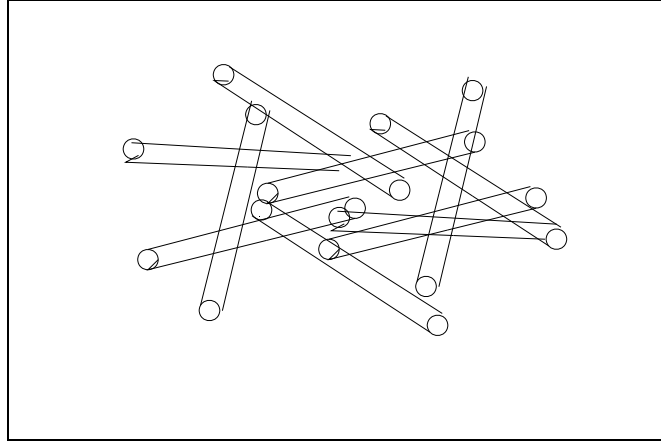
takviye malzemesidir) ve /veya yoğunluğu daha yüksek olan partiküllerin karışımının dibinde topaklanma eğilimi göstermeleridir. Bu olumsuzluğun üstesinden gelebilmek için öbekleşmeye neden olan pH değeri değiştirilebilir. Elde edilen viskoz kütle şekillendirilebilir ve bir fırın içerisinde kurutulduktan sonra, kuru tozlar sıcak preslenebilir [32].

Süspansiyon üretimi kontrol altında yapıldığında %70'lere varan yoğunluklarda ve 45 nm çapındaki üniform küçük porlara sahip homojen bir mikroyapı elde edilebilir. Bu nedenle basınçsız sinterleme mümkün olabilmektedir. Sinterlenmiş yoğunluk takviye faz arttıkça azalır örnek olarak,  $Al_2O_3$  matris tozu içerisindeki SiC miktarı arttıkça yoğunluk azalır bunun sebebi takviye fazının oluşturduğu anizotropik iskelet ağıdır. Bu durum sinterleme sürecinde daha fazla deformasyona ve kütle taşınımına direnir. Bununla birlikte daha kısa whiskerler birbirleri arasındaki teması önleyerek sinterleme boyunca partiküllerin yeniden bir düzene girmesini engeller. Çok ince  $Al_2O_3$  partikül boyutu kullanarak ve ham kompakt üretimi dikkatli bir şekilde kontrol altında tutulduğunda, SiC whisker takviyeli  $Al_2O_3$  seramik matrisli kompozitlerinde basınçsız sinterleme yöntemiyle % 90 yoğunluğun üzerine çıkılabildiği görülmüştür. Daha yüksek yoğunluklar sıvı formda  $MgO/Y_2O_3$  ilavesiyle de elde edilebilmektedir [32].

#### **2.2.4. Seramik matrisli kompozitlerin yoğunlaştırılması**

##### **2.2.4.1. Sinterleme, sıcak presleme**

Partikül takviyeli seramik matrisli kompozitlerin dışında basınçsız sinterleme, takviye fazının sınırlayıcı etkisinden dolayı genellikle yetersiz bir yoğunluğa neden olmaktadır (Şekil 2.4). Daha çok arzu edilen yüksek yoğunluklara ulaşmak için sıcak preslemeye başvurulmaktadır. Bu yolla üretilen matrislerde daha düşük porozite elde edilmektedir [7]. Seramik matrisli kompozitlerin sıcak preslenmesi sırasında matris partikülleri yeniden bir düzene girer, katılaştır veya boşluk bölgelerindeki takviye dolguları arasında akar.



Şekil 2.4. Rastgele dizilmiş seramik matrisli kompozit.

Sıcak presleme daha çok cam ve cam seramik matrislerde başarılı olarak kullanılmaktadır. Bunlar genellikle  $T_g$ 'nin hemen üstündeki sıcaklıklarda sıcak preslenirler. Cam geçiş sıcaklığı, kristalizasyon sıcaklığı  $T_c$ 'nin altındadır. Bu genellikle ilk olarak cam üretiminde bilinen bir durumdur. İdeal olarak, cam sistemi  $T_g$  ve  $T_c$  arasında geniş bir aralığa sahip olmalıdır ve bu nedenle yoğunlaşma tamamen kristalizasyondan önce meydana gelebilmektedir. Bir kez kristalizasyon başladığında viskoz akışla daha ileri yoğunlaşma kristalin ergime sıcaklığı  $T_m$ 'ye kadar imkânsız hale gelir.  $T_m$ 'nin üstündeki üretim ikinci pencere üretimi olarak adlandırılabilir, fakat daha yüksek sıcaklıklar takviye/matris reaksiyon ihtimalini de artırır. Matris fazı sıcak presleme işleminin bir parçası olarak veya presleme sonrası ayrı bir ısıl işlem adımında kristalize olabilir [32].

Alumina gibi kristalin toz kullanılan sistemlerde viskoz akışın olmaması nedeniyle ve yoğunlaşma için gerekli olan yüksek sıcaklıklardan ötürü sıcak preslemede daha az başarı kaydedilmiştir. Bu durum takviye degradasyona veya refrakter partiküllerle abrazyon temastan dolayı oluşan zarar, oksidasyon, eğer takviye polikristalin ise tane büyümesi gibi problemlere yol açar.

Sıcak presleme daha çok whisker, levha, partikül takviyeli seramik matrisli kompozitlerde kullanılır. Oluşması muhtemel olan problemler ise aşağıdaki gibidir [32].

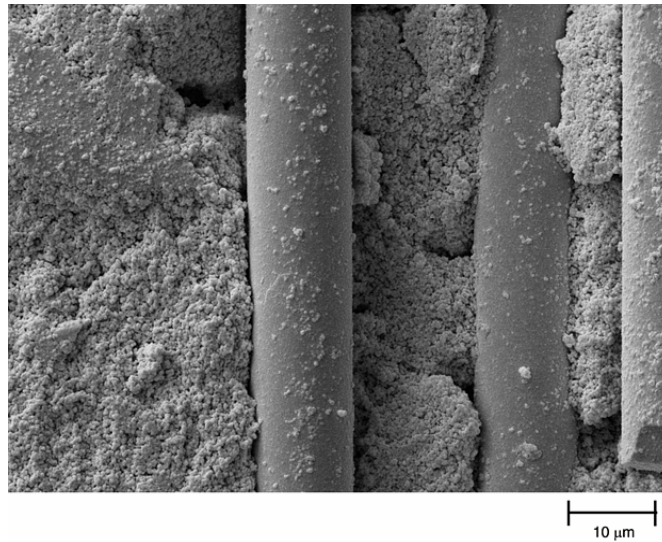
- Tek yönlü olmayan sıcak preslemenin yol açtığı tercihli fiber ve whisker oryantasyonundan kaynaklanan anizotropik özellikler.
- Matrisin takviyesiz olduğu ve takviyenin zayıf olduğu bölgelerde hasar kümelerine yol açan takviye aglomerasyonu.

#### 2.2.4.2. Sol-Jel ve polimer pirolizi

Sıcak preslemeye ve cam tozu (frit) kullanmaya alternatif olarak, cam matris oluşturmak için uygulanabilecek bir diğer yöntem sol jel yöntemiyle sıvı başlangıç malzemesi kullanmaktır. Seramik matrisli kompozit üretirken bu yöntemde karşımıza çıkan zorluklardan biri, jelin cama geçişiyle bağlantılı olan geniş aralıktaki (%90 oranlarında) küçülmedir.

Sol-jel yöntemiyle seramik matrisli kompozit üretimi genellikle aşağıdaki iki adımda gerçekleşir:

1. takviye jel hazırlanması
2. kurutma, kalsinasyon ve genellikle sıcak preslemeyle gerçekleştirilen nihai yoğunlaştırma

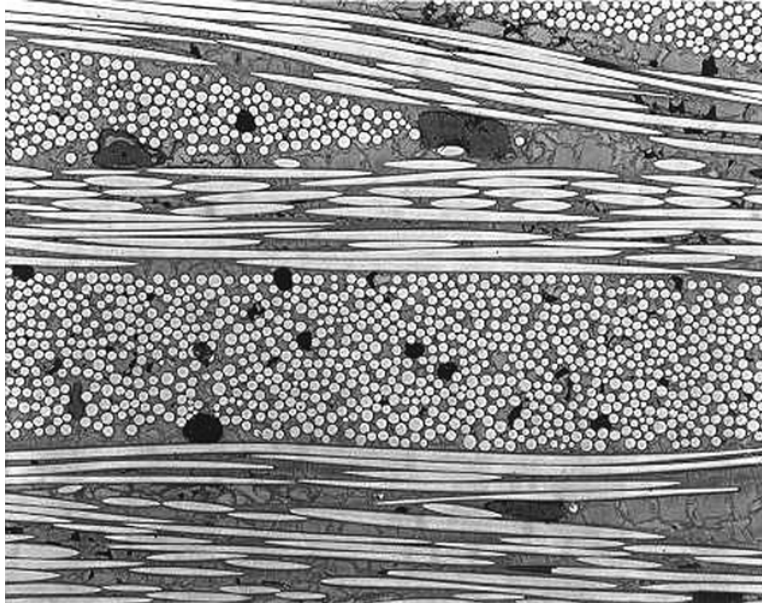


Şekil 2.5. Sol-Jel Nextel 610 fiber takviyeli alüminyum oksit matris kompozit mikroyapısı [7]

Bu işlem laboratuvar ölçeklerinde, silika, alumina ve SiC fiber takviyeli silika cam ve alumina, C ve SiC fiber takviyeli alumina-cam seramiği içeren rotayı kullanılarak üretilmektedir. Günümüzde yapılan birçok çalışma sol jel yöntemiyle aluminasilikat matrisli SMK üretimi üzerine yoğunlaşmıştır [32].

Polimer pirolisizi ile fiber takviyeli SMK üretimi 1975 yılından itibaren bilinen bir teknik olmakla birlikte polimer başlangıç malzemeleri kullanılarak seramik matris üretmek için şimdiye kadar çok az girişimde bulunulmuştur. Şekil 2.5 matris ön maddeleri genellikle seramik polimer dolgulu seramik tozudur. Bu karışım bulamaç oluşturmak için bilyalı değirmende karıştırılır. Bulamaç, yün kumaş veya bant içinde arayüzeyle kaplanmış fiberler arasındaki alana sızmayı sağlamak için kullanılır. İşlemden önce çözücü kullanıldıysa daha sonra bu çözücü buharlaştırma yoluyla yapıdan alınır. Prepreg bundan sonra presde veya otoklavda lamine olmak için hazırdır. Prepreg yığın tabakası, ortalama bir basınç altında bulk oluşturmak için ısıtılır, daha sonra laminer hale getirilir. Düzeltelen kompozit, matrisi pirolize etmek için reaktif olmayan atmosferde seramiğe dönüştürülür.

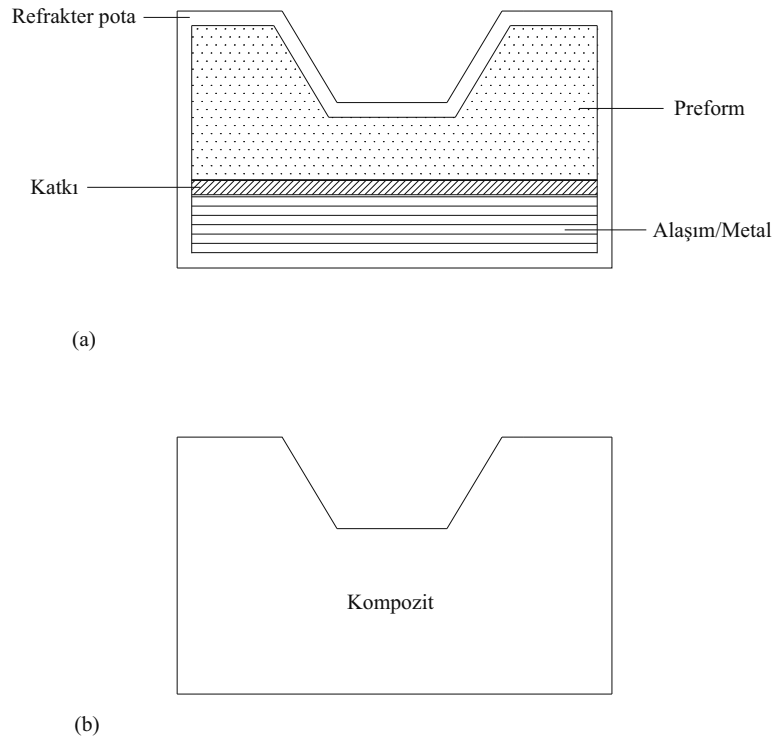
Şekil 2.6, CG Polysilazane polimerinden hazırlanan Nikalon fiber kompozit mikroyapısını göstermektedir. Matris  $Si_3N_4$  toz dolgusu içermektedir. Kompozitte ölçülen açık porozite %5'den azdır. Mikroyapı incelendiğinde ilk pirolisizde matriste çatlak meydana geldiği görülmüştür. Bu yöntemle üretilmiş kompozitlerde bazı kalıntı açık poroziteler bulunsa da, polysilazandan türetilmiş kompozit  $1100^{\circ}C$ 'de yüzlerce saat süresince iyi çekme ve yorulma özelliklerine sahiptir [7].



Şekil 2.6. CG Polysilazane polimerinden hazırlanan Nikalon fiber kompozit mikroyapısı [7]

#### 2.2.4.3. Doğrudan metal oksidasyonu

Seramik matrisli kompozitlerde karşılaşılan en büyük sorunlardan biri yüksek yoğunluk eldesidir. Son yıllarda Lanxide şirketi tarafından geliştirilen ve DIMOX ticari ismiyle anılan Şekil 2.7’de görülen direk metal oksidasyon prosesiyle, SMK’da yüksek yoğunluklara ulaşmayı başarmıştır. Seramik matrisli kompozit, istenilen konfigürasyona sahip takviye malzemesi (dolgu malzemesi) preform yapısına ergimiş metalin akıtılmasıyla üretilir.



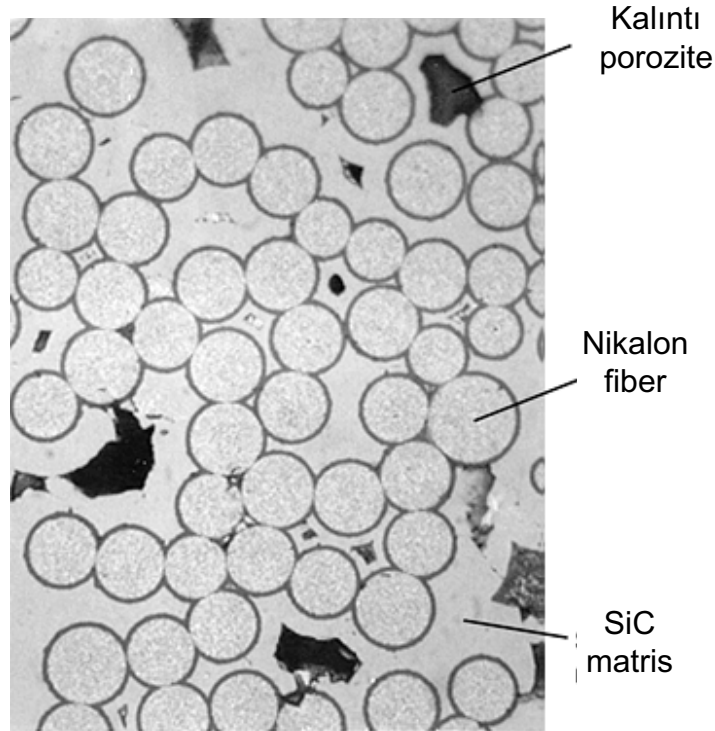
Şekil 2.7. Şematik DIMOX Prosesi: (a) başlangıç bileşenleri, (b) potayla aynı şekildeki nihai ürün

Metal kapiler etkiyle bir havuzdan sağlanır ve seramik matris oluşturmak için gazsı oksidan ile reaksiyona girer. Bu seramik reaksiyon ürünü, seramik matrisli kompozit büyümesini destekleyen mikroskobik kanallar vasıtasıyla daha fazla sıvı metal akışıyla birlikte metal yüzeyinin dışarıya doğru kolonsal taneler olarak büyür. Metal kaynağı, koruyucu oksit tabakası oluşumunu önlemek için genellikle alaşımlandırılarak çeşitli elementlerle dop edilmelidir. İki dopant tipi tavsiye edilmektedir bunlar; metalik taşınım mekanizmasını başlatmaya izin veren başlatıcılar ve metalik taşınım kinetiğini ve seramik büyüme hızını artırıcı hızlandırıcılarıdır.

Nihai matris malzemesi tipik bir seramik metal kompozitidir. Kullanılan dopant malzemesi sıcaklık ve zamana değiştirilerek, metal ve seramik hacim miktarları, mikroyapı skalası, porozite, bağlantı derecesi kontrol altında tutulur. Örneğin daha yüksek proses sıcaklıkları daha düşük metal miktarlarıyla sonuçlanmaktadır. Oluşan yapı gevrek kırılma eğilimindedir ve içerisindeki sünek metal faz sebebiyle yüksek kırılma toklukları elde edilir [32].

#### 2.2.4.4. Kimyasal buhar infiltrasyonu

Kimyasal buhar infiltrasyonu terimi, fiber takviyeli kompozitlerde arafaz ve matris birikimi prosesine karşılık gelmektedir. Bu proses, birçok karbür, nitrür, borür, oksit üretimi için kullanılmakla beraber en çok SiC hazırlamak için kullanılan bir prosestir [7]. Yüksek yoğunluk eldesinin çok mümkün olmadığı bu yöntemde şimdiye kadar yapılmış çalışmalarda ulaşılmış en yüksek yoğunluk %85-90 oranlarıdır. Yoğunluğun düşük olmasının yanı sıra bu yöntemde göz ardı edilemeyecek önemli problemlerden birisi de laboratuvar koşullarında gerçekleşen işlem süresinin oldukça (birkaç hafta) uzun olması ve 1200°C'ye varan reaksiyon sıcaklıklarında fiberlerin degradasyonudur [32,33].



Şekil 2.8. Kimyasal buhar infiltrasyonu prosesiyle üretilen tipik bir kompozit mikroyapısı [7]

Yanma odaları, türbin rotorları, ön ısıtıcılar, ısı geri dönüştürücüler, ısı değiştiriciler, fırın içleri, filtreler, altlıklar, santrifüj gibi yapılar kimyasal buhar infiltrasyonu ile üretilen seramik matrisli kompozitlere örnektir [33].



### 2.2.5. Seramik matrisli kompozitlerin kullanım alanları

Seramik matrisli kompozitlerin kullanım alanları dört ana grup altında toplanabilir [7];

- Kesici takımlar ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ ,  $\text{WC-Co}$ )
- Aşınmaya dirençli elemanlar ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ )
- Havacılık uygulamaları ve askeri uygulamalar ( $\text{ZrB}_2$ ,  $\text{ZrC}$ )
- Motor ve enerji bağlantılı uygulamaları içeren diğer endüstriyel uygulamalar ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ )

Seramik matrisli kompozitler, F414 motorlarının egzoz boru kanatçıklarında ve sızdırmaz kapaklarında başarıyla servise girmiştir. Günümüzde donanma F-18 E/F' de kullanılmaktadır (Şekil 2.9). F414'ün egzoz sıcaklığı  $80^\circ\text{C}$ 'nin üzerindedir ve bu sıcaklık daha önce kullanılan F18'in F404 versiyonundakinden daha yüksektir. İnce SiC manto ve sıvı oksidasyondan koruma sağlar.



Şekil 2.9. F18 uçağının F414 motoruna ait 12 parça SMK kanatçık ve sızdırmaz kapaklı egzoz borusu. Sızdırmaz alanlar üzerindeki beyaz bölgeler mekanik bağlayıcılar için ilave  $\text{ZrO}_2$  kaplanmadır [7].

Seramik matrisli kompozitler günümüzde aynı zamanda otomobillerdeki fren rotorlarında da kullanılmaktadır. Kısa karbon fiberler ve karbon tozu preslenir ve sinterlenir. Bu parça daha sonra yeniden ısıtılır ve ergimiş silisyuma infiltre edilir bu da karbonla reaksiyona girerek SiC oluşumunu sağlar. Oluşan disk, konvansiyonel diskten %50 daha hafiftir. Aşınma hızı yine konvansiyonel metal rotorların yarısı kadardır. Aynı zamanda servis ömrünün 300.000 km olduğu da kaydedilmiştir. SMK motor rotorları Almanya'da yüksek hızlı trenlerde de kullanılmaktadır [7].

### **BÖLÜM 3. ALUMİNA (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) VE NİKEL**

Alumina seramikleri sahip oldukları yüksek sertlik, iyi aşınma direnci ve yüksek sıcaklıklarda gösterdikleri sıra dışı mekanik özellikleri yönüyle çok geniş kullanım alanı bulmaktadır [34]. Çok yüksek ergime sıcaklığına sahiptirler ve 1100°C'nin üstünde mukavemetlerini %90'lara kadar koruyabilmektedirler. Bu özellikleri onlara refrakter olarak kullanım alanı sağlar. Ucuz ve kolay temin edilebilir bir seramik olması yönüyle de diğer mühendislik seramiklerinin içinde en çok kullanım alanına sahip olanıdır.

Aluminanın önde gelen özellikleri şu şekilde sıralanabilir [1-4];

- Yüksek sertlik, aşınmaya direnç
- Düşük DC ve yüksek GHz frekansları arasına kadar mükemmel dielektrik özellikler
- Yüksek sıcaklıklarda güçlü asit ve alkalilerin etkisine direnç
- İyi termal iletkenlik
- Mükemmel boyut ve şekil alma özelliği
- Yüksek dayanım ve rijitlik
- Yüksek basma dayanımı
- Biouyumluluk
- Yüksek derecede refrakterlik
- Kolay hammadde üretimi
- Yüksek dielektrik mukavemeti

Aluminanın bilimsel keşfi geçen yüzyıla rastlamaktadır. Fakat ticari olarak kullanımı, 1907 yılında yüksek alumina seramik üretimine ait bir patentle

başlamıştır. Geniş çapta ticari üretimi ve kullanımı 1920'lerin sonu ile 1930'lu yılların başına rastlar [35-38].

Alüminyum'un en önemli oksidi  $Al_2O_3$  formülü ile gösterilen alüminadır.  $AlO$  ve  $Al_2O$  bileşikleri ancak gaz halinde ve yüksek sıcaklıklarda bulunabilmektedir. Doğada serbest oksit halinde çok az olarak bulunur. En fazla gibsit (alüminyum trihidroksit), böhmit (alüminyum oksit hidroksit) ve diaspor (alüminyum oksit hidroksit) şeklinde bulunur ki bunlara genel olarak boksit adı verilmektedir. Alüminyum yer kabuğunda yaygın olarak rastlanan bir element olup, yer kabuğunun yaklaşık olarak % 7,45 'ini oluşturmaktadır. Alüminyum daha çok alumina silikat olarak bulunur [35-37].

Bayer prosesine göre üretilen alüminalar tane boyut dağılımına göre unumsu (floury) ve kumumsu (sandy) olarak ikiye ayrılır. Avrupa ülkelerinde unumsu alumina üretilirken, Kuzey Amerika ülkelerinde kumumsu alumina üretilir. Yurdumuzda primer alüminyum üreticisi olan Etibank Seydişehir Alüminyum İşletmesi Müessesesi Müdürlüğüne bağlı alumina fabrikasında hidrat üretimi ince ebada uygun olarak projelendirilmiştir. Fabrikada elde edilen alumina, tane boyutu unumsu ve kumumsu alumina arasındadır. Bu sebeple tesislerde elde edilen alumina "Intermediate" tip alüminadır [35]. Bazı alumina tiplerinin fiziksel özellikleri Tablo 3.1'deki gibidir.

Tablo 3.1. Çeşitli tip alüminaların fiziksel özellikleri [35,37]

<b>Fiziksel Özellikler</b>	<b>Unumsu Alumina</b>	<b>Intermediate Alumina</b>	<b>Kumumsu Alumina</b>
Kızdırma Kaybı, %	0,3	1	0,9 - 1,2
Özgül Yüzey Alanı, $m^2/g$	5 - 10	40 - 80	50 - 80
$\alpha$ — Alumina, %	60 - 70	25 - 35	10 - 20
Yığılma Yoğunluğu, $lt/m^3$	0,8 - 1	1 - 1,1	0,9 - 1
Yığılma Açısı	40 - 45	32 - 36	28 - 32

### 3.1. Mineral Kaynakları

Alumina, çoğunlukla hidroksitlerin karışımından oluşan boksitten elde edilir. Boksit bir mineral ismi olmayıp gipsit, böhmit ve diaspor gibi hidroksit minerallerinin bir karışımıdır. Alüminyum, oksijen ve hidrojen üç kristalin bileşik oluşturur. Bunlar [40];

- $Al_2O_3$
- $AlOOH$
- $Al(OH)_3$

Belirlenen saf, kristalin modifikasyonda stokiometrik alüminyum oksit korund,  $\alpha$ - $Al_2O_3$ 'dır.  $AlOOH$ 'in iki kristalin formu vardır: Diaspor  $\alpha$ - $AlOOH$  ve böhmit  $\gamma$ - $AlOOH$ . Bayerit  $\alpha$ - $Al(OH)_3$ , gipsit  $\gamma$ - $Al(OH)_3$  ve nordstrandite trihidroksitlerdir. Gipsit, diaspor ve korund geçen yüzyılın ilk yıllarından beri mineral olarak bilinmektedir. Bayerit ve böhmit ilk defa 1920, nordstrandit ise 1956'da sentezlenmiştir. Alüminyum oksit ve hidroksitlerin yapıları altılı (six-fold coordination) oksit ya da hidroksil iyonları ile çevrelenmiş alüminyum iyonlarına bağlıdır. Bu koordinasyon oktahedra ya hegzagonal ya da kübik paketlenmiş yapıda sıralanmıştır. Uluslararası kabul edilen kristallografik yapıların gösteriminde kullanılan  $\alpha$  ön eki hegzagonal olarak paketlenmiş yapıları örneğin korund, diaspor ve bayerit,  $\gamma$  ise kübik olarak paketlenmiş gipsit ve böhmit için kullanılır [40].

Korund:

Birçok değişik morfolojik tipte bulunabilen ve  $Al_2O_3$  bileşiminde olan korund, kristalografik özellikleri kısmen hala bilinmemekle birlikte, kararlı bir yapıda daima  $\alpha$ - $Al_2O_3$  şeklindedir [41]. Yeşilimsi, kahverengimsi, kırmızı, kahverengi ve beyaz renklerde bulunabilen bu mineral şeffaf ve yarı şeffaf olarak hegzagonal sistemde kristalleşmektedir. Elmaştan sonra en sert mineral olan korundun yoğunluğu 4,0-4,1  $g/cm^3$  olarak verilmekte ve kırmızı olana yakut, mavi renkli olanına da safir denilmektedir. Korundun manyetit, hematit ve kuvarsla beraber bulunduğu minerale

zımpara adı verilmektedir. Opak ve granüler yapıda olan zımpara genellikle koyu gri, siyah renklerde bulunmaktadır [40,42,43]. Korund ve geçiş alüminalarının yapısal özellikleri Tablo 3.2’de görülmektedir.

Tablo 3.2. Korund ve geçiş alüminaların yapısal özellikleri [40]

Form	Latis sistemi	Birim latis uzunluğu, nm			Açı	Yoğunluk, g/cm <sup>3</sup>
		a	b	c		
Korund, $\alpha$	Hegzagonal	0,4758	---	1,2991	---	3,98
Gama, $\gamma$	Tetragonal	0,562	0,780			
Delta $\delta$	Ortorombik	0,425	1,275	1,021	---	3,2
	Tetragonal	0,790	---	2,31	---	---
Eta, $\eta$	Kübik	0,790	---	---	---	2,5-3,6
Teta, $\theta$	Monoklinik	1,124	0,572	1,174	103°20'	3,56
Chi, $\chi$	Kübik	0,795	---	---	---	3,0
	Hegzagonal	0,556	---	1,344	---	---
Kapa, $\kappa$	Hegzagonal	9,71	---	0,1786	---	3,1-3,3
	Hegzagonal	9,70	---	0,1786	---	---

Gibsit:

Toprağımsı beyaz, grimsi, yeşilimsi renkli ve yarı şeffaf olan gibsit  $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$  bileşiminde olan bir  $\gamma$ -alümin trihidrat olup, monoklinik sistemde kristalleşmekte ve her doğrultuda iyi dilinim vermektedir. Özgül ağırlığı 2,3-3,4 g/cm<sup>3</sup> arasında değişen gibsit minerali korund, nefelin veya feldispat gibi alüminyumca zengin oluşumların hidrotermal alterasyonu ile meydana gelmiş ikincil bir mineraldir. Sertlik derecesi 3,0-3,5 mohs olan gibsitin monoklinik sistem ile birlikte triklinik kristal yapılarında da olduğu literatürde belirtilmiştir [42].

Böhmit:

Kahverengimsi kırmızıdan grimsi kahverengiye kadar değişen renklerde bulunan böhmit,  $Al_2O_3 \cdot H_2O$  bileşiminde olan bir  $\gamma$ -alümin monohidrat olup, özgül ağırlığı 3,0-3,2 g/cm<sup>3</sup> ve sertliği 3,5-4,0 mohs olarak verilmiştir. Karstik boksitlerin önemli bir minerali olan böhmit Akdeniz çevresinde yaygın olarak bulunmaktadır. Gibsitin dehidratasyonu sırasında bir ara ürün olarak meydana gelen ve genellikle demir mineralleri ile karışık küçük kristaller oluşturan böhmit, ortorombik sistemde kristallenmektedir. Böhmit birçok boksit yatağının başlıca minerallerinden birisi

olup, deęişik miktarlarda olmak üzere hemen bütün boksit yataklarında, genellikle amorf kümeler halinde bulunabilmektedir [42].

Diasporit:

$Al_2O_3 \cdot H_2O$  bileşiminde  $\alpha$ -monohidrat olan diasporitin kristal şebekesinin böhmitten farklı olduęu optik incelemelerle ortaya konmuştur. Diasporit böhmitten diyajenez ve hafif metamorfizma ile deęişmesinden meydana gelmiştir. Toprak renginden gri, beyaz ve sarıya kadar deęişik renklerde bulunabilen diasporit şeffaf veya yarı şeffaf olabilmektedir. Prizmatik veya ince levhalar halinde ortorombik kristallerden oluşmakta olan diasporitin sertlięi 6,5-7,0 mohs ve özgül aęırlıęı  $3,3-3,5 \text{ g/cm}^3$  olarak verilmiştir. Genellikle korund ve zımpara taşı ile birlikte dolomit ve granüler kil taşları veya kristalize şistler içinde bulunabilen diasporite, ticari yataklarda topraęımsı, granüler ve pisolitik yumrular halinde rastlanılmaktadır. Kalsine edilerek aşındırıcı olarak kullanılabildeęi gibi, refrakter tuęla üretiminde de kullanılmaktadır [40,42]. Minerolojik özellikler Tablo 3.3’de verilmiştir.

Tablo 3.3. Oksit ve hidroksitlerin özellikleri [40]

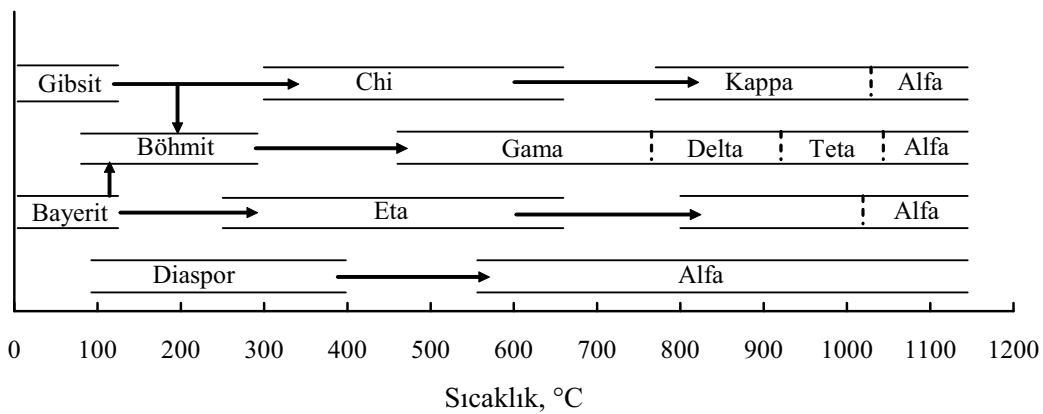
Faz	Formül	Latis sistemi	Mohs Sertlik	Yoęunluk, $\text{g/cm}^3$
Bayemit	$\gamma\text{-Al(OH)}_3$	Monoklinik	---	2,53
Gibsit	$\alpha\text{-Al(OH)}_3$	Monoklinik	2,5-3,5	2,42
Diaspor	$\alpha\text{-AlOOH}$	Ortorombik	6,5-7,0	3,44
Böhmite	$\gamma\text{-AlOOH}$	Ortorombik	3,5-4,0	3,01
Korund	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	Hegzagonal	9,0	3,98

Bayemit:

Bayemit birkaç yöntemle hazırlanabilir. Bunlar; i) oda sıcaklığında, alüminyumun depasivasyonundan sonra saf su içine daldırılması, ii)  $52^\circ\text{C}$ ’den düşük sıcaklıklarda, amonyum hidroksit ile alüminyum tuz çözeltilerinin nötralize edilerek pH 8-9 arasında yaşlandırılması, iii) aşırı doymuş sodyum aluminat çözeltilerinin oda sıcaklığında kendiliğinden çökmesi ve iv)  $37^\circ\text{C}$ ’den düşük sıcaklıklarda alüminyum alkoksitlerin hidrolizidir.

Bayerit monoklinik yapıdadır, oktahedra tabakaları hegzagonal sıkı paket, AB-AB düzeninde dizilir ve tabakalar birbirine hidrojen bağlarıyla bağlanır. Bayerit ticari olarak düşük soda içeriği gerektiren adsorban, katalist ve altlıklar için üretilir [40].

Alüminyum oksitin birçok polimorfik türü vardır. Bunların kararlı son ürünü  $\alpha$ - $Al_2O_3$ 'dür. Herhangi bir alüminyum trihidroksit ya da oksihidroksitin ısıtılmasıyla oluşabilecek geçiş ve son ürün aluminalar sıcaklığa bağlı olarak Şekil 3.1'de verilmiştir.



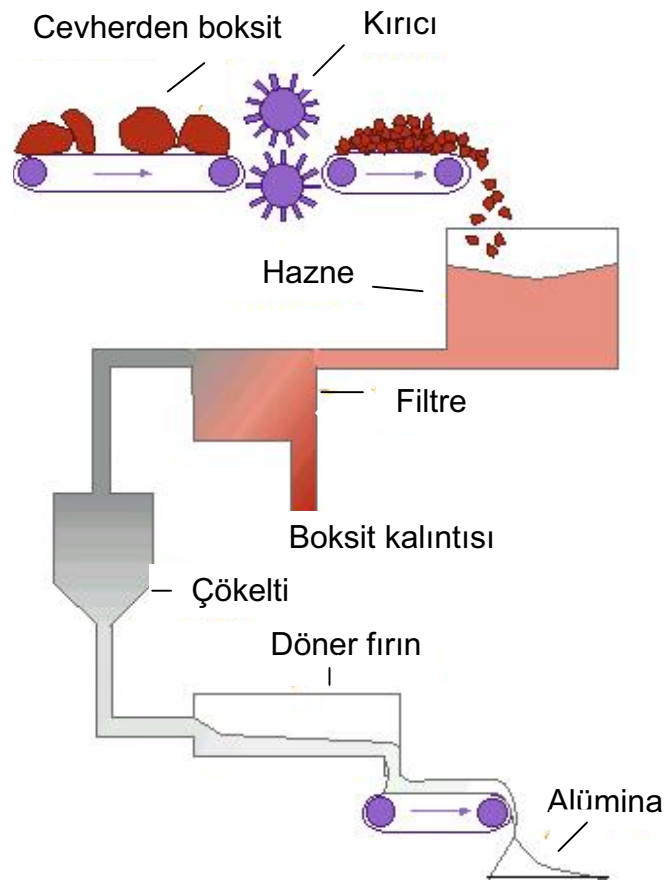
Şekil 3.1. Sıcaklığa bağlı olarak oluşabilecek alumina polimorfları [40]

### 3.2. Dünya'da ve Türkiye'de Alumina Üretimi

1887'de Dr. Karl J. Bayer'in aluminat çözeltilerinin dekompozisyonunu ve 1892'de de boksitlerin alumina içeriğinin sodyum hidroksit çözeltisi ile yüksek ısı ve basınçta çözünürleştirilmesini gerçekleştirmesinden bu yana, Dünya üzerinde alumina üretiminin % 95 kadarı bu metotla sağlanmaktadır. Bu prosesin uygulandığı ilk fabrika 1908 yılında Almanya 'da kurulmuş ve çok hızla yaygınlaşmıştır.

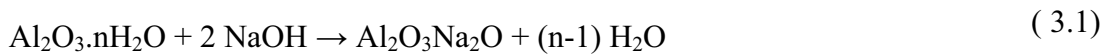
Alumina elde etmede en çok kullanılan yöntem Bayer prosesidir (Şekil 3.2). Bu proses bir takım kimyasal reaksiyonlar sonucu meydana gelir.





Şekil 3.2. Bayer Prosesi [39]

Proses kısaca özetlenirse; boksit 80 veya 100 mesh'e öğütüldükten sonra özel tanklarda 3,5-5 atm. basınç altında ve 160-170 °C da sıcak NaOH ile reaksiyona sokulur. Reaksiyon denklemi 3.1'de verilmiştir.



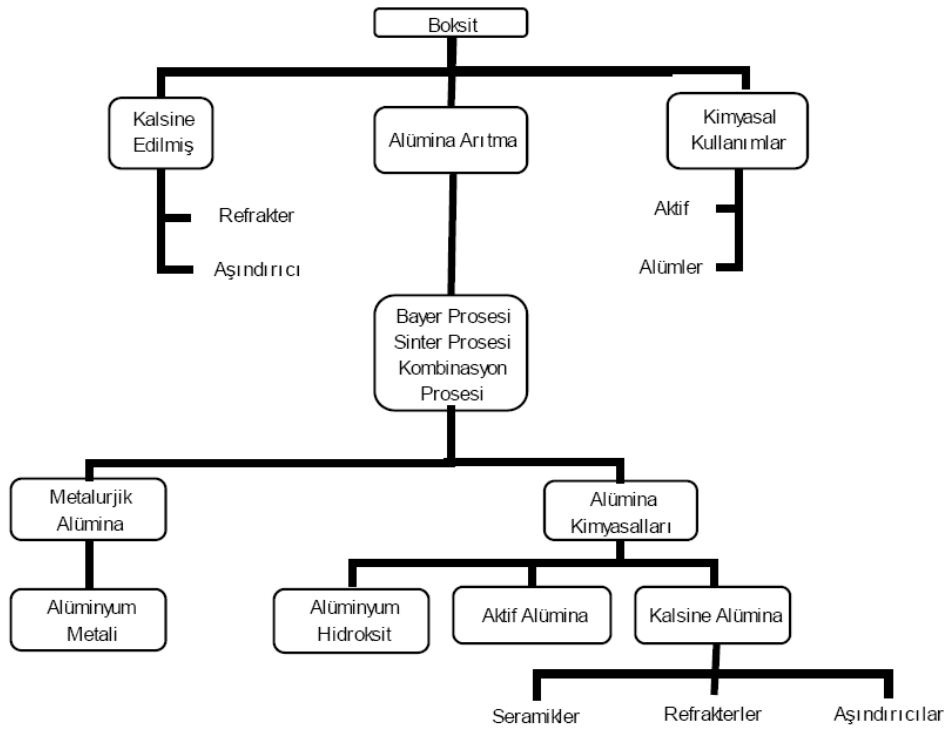
Eritme kaplarındaki cevher filtrelerden geçirilerek NaOH'da erimeyen kısım süzülür.  $\text{NaAl(OH)}_4$  solüsyonu 30 °C'de soğutulur, çöktürme tanklarına gönderilir. Burada solüsyona bir miktar aşılama  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  ilave edilerek solüsyonda 30-60 saat zarfı içindeki  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 'ün % 75'i çöktürülür. Alumina  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$  veya  $2\text{Al(OH)}_3$  şeklinde çöker. Çökelti solüsyondan ayrılır, kurutuculara gönderilir. Solüsyon NaOH içerdiğinden tekrar boksitle reaksiyon kısmına gönderilir. Kurutuculara giden çökelti kalsine edilir ve % 99,55 saflığında  $\text{Al}_2\text{O}_3$  elde edilir.

Yüksek saflıktaki alüminalar ise, Bayer prosesi ile değil, alüminyum esaslı tuzlardan elde edilirler [35]. Alüminaların üretim prosesi ve çeşitleri Şekil 3.3’de gösterilmiştir.

Dünya boksit cevheri ve alüminyum üreticisi ülkeler incelendiğinde oldukça ilginç bir durumla karşılaşılmaktadır. Alüminyum üretiminde önde gelen ülkelerin çoğu boksit rezervi bakımından son sıralarda yer almaktadır. Ülkemizde alumina üretiminin tarihçesi çok yenidir. Türkiye’de alüminyum üretimi Etibank’a ait Seydişehir Alüminyum Tesisleri’nde yapılmaktadır. 200.000 ton/yıl üretim kapasiteli Seydişehir Alumina Fabrikası 1973’te işletmeye alınmış, 1974’ten itibaren alumina üretimine geçilmiştir [35,38]. Tablo 3.4’de dünya üzerindeki boksit rezervi ve alüminyum üretimi verilmiştir.

Tablo 3.4. Dünya boksit rezervi ve alüminyum üretimi değerlerinin kıtalara göre dağılımı [35]

KITA	%	
	BOKSİT REZERVİ	ALÜMİNYUM ÜRETİMİ
Afrika	33	2,6
Okyanusya	33	2,9
Orta ve Güney Amerika	20	2,3
Avrupa	6	39,1
Asya	5	16,0
Kuzey Amerika	3	37,1



Şekil 3.3. Aluminaların üretim prosesi ve çeşitleri [38]

Seydişehir alüminyum tesislerinde alüminyum hidroksit, alüminyum sülfat, alumina ve alüminyum metali üretilmektedir. Bu üretim üniteleri dışında anot kekini üreten ve kriyoliti rejenere eden ünitelerde bulunmaktadır. Alumina fabrikasında yılda 460.000 ton boksitten 200.000 ton alumina üretilmektedir. Alumina tesisi öncesinde geçiş ürünü olarak üretilen alüminyum hidroksitin bir bölümü; su arındırma, kâğıt ve tekstil endüstrisinde kullanılan alüminyum sülfat üretiminde (45.000 ton/yıl) kullanılmakta ve doğrudan boya ve kimya endüstrilerinde kullanılmak üzere satılmaktadır. Aluminanın ise 120.000 tonu; yılda 60.000 ton alüminyum üretmek amacı ile elektroliz ünitesine gönderilmekte, geri kalanı ise alumina olarak pazarlanmaktadır. Anot keki ünitesinde bir ton alüminyum için gerekli olan 540 kg anot keki üretilmektedir. Kriyolitin ise bir kısmı yeniden kazanılmakta, 750 - 800 ton/yıl'lık miktar kriyolit ünitesinden, 2500 ton/yıl'lık miktar ise dışalım ile sağlanmaktadır [35].

Günümüzde Türk Alüminyum Sektörü, Avrupa Topluluğu ve Ortadoğu ülkelerine yaptığı dış satım ile önemini ve gelişmesini gün geçtikçe artırmaktadır. Ülkemizde

alüminyum kullanımı kişi başına 2 kg olup, bu miktar gelişmiş ülkelerin ortalamasına göre 5 - 6 kez daha küçüktür.

### 3.3. Alüminanın Özellikleri

Ergime noktası  $2000 \pm 30^\circ\text{C}$  olan alüminyum oksit yüksek sıcaklıklarda kimyasal maddelere ve mekanik yüklere karşı en dayanıklı refrakter malzemelerden birisidir. Kullanımındaki sınırlama nispeten düşük ergime noktasından kaynaklanmaktadır. Alumina, suda ve şayet iyi kalsine edilmişse hem mineral asitlerinde hem de bazlarda çözünmez. Alumina, HF'ye karşı da dayanıklıdır. Sodyum karbonat, kostik soda ve sodyum peroksit, saf alumina potalarda çok az tahribatla eritilir.  $1700 - 1800^\circ\text{C}$  gibi yüksek sıcaklıklarda, flor gazı dışında bütün gazlara karşı direnç gösterir. Alumina, oksitleyici ve redükleyici atmosferde  $1900^\circ\text{C}$ 'ye kadar kullanılabilir [35-37].

Saf alumina, düşük sıcaklıkta birkaç formda bulunur. Fakat bütün bu formlar zaman, kristal boyutu ve atmosfere bağlı olarak  $750 - 1200^\circ\text{C}$  arasında  $\alpha$ -alüminaya dönüşür.  $1600^\circ\text{C}$ 'nin üzerinde yapılan ısıtma bu dönüşümü hızlandırır. Alüminanın,  $\alpha$  -fazına dönüşümü tersinir değildir.

Alüminadan poroz ve yoğun ürünler yapılır. Poroz ürünler genelde ergimiş alüminadan yapılır ve bunlar  $1900^\circ\text{C}$ 'ye kadar çıkan yüksek sıcaklık fırınlarının astarı olarak kullanılır. Ergimiş alumina % 99,8  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ihtiva eder. Saflık yükseldikçe sıcak mukavemet, elektrik ve aşınma direncinde artış kaydedilir. Diğer taraftan saf alumina tamamen saydam olarak bazı cihazlarda kullanılmaktadır [35-37].

Yeniden kristalleşmiş poroz olmayan alumina, ergimiş alüminadan daha saftır. Yüksek sertliği ve aşınmaya karşı direnci nedeniyle iplik mekiklerinde, sprej nozullarında, ayrıca öğütme bilyesi ve laboratuvar malzemesi olarak kullanılmaktadır.

Alumina ürünler slip dökümü, ekstrüzyon, enjeksiyon kalıbı, soğuk ve sıcak presle şekillendirilmektedir. Şekillendirilmede un, polivinil alkol, mum, lastik lâteks, doğal reçine gibi organik bağlayıcılar ve yağlayıcılar kullanılmaktadır. Alumina, ısıtılmış termoplastik reçineyle karıştırılarak enjeksiyon ile şekillendirildiğinde yüzeyi çok

düzgün, hassas ölçülerde parçalar üretmek mümkündür. Şekillendirmede,  $Al(OH)_n$  gibi inorganik bağlayıcılarda kullanılmaktadır.

Alumina, asit veya baz ilavesi ile defloküle sulu süspansiyon halinde slip dökümle şekillendirilebilir. Ergimiş alumina, öncelikle öğütülerek 0,5 – 1,0  $\mu m$  toz boyutuna getirilir. Daha sonra enpüritelere temizlenir ve gerekiyorsa HCl veya NaOH ile defloküle edilir. Asidik çamur oldukça sabit döküm özellikleri gösterir, fakat alçı kalıbı tahrip eder [35-37].

Alumina ileri teknoloji uygulamalarında diğer oksit seramiklerinden daha çok kullanılmaktadır. Sinterlenmiş alüminanın mükemmel aşınma, oksidasyon ve korozyon direncine sahip olması nedeni ile kesici uç, motor parçaları ve biyolojik parça yapımında kullanılmaktadır. Böyle ileri teknoloji uygulamaları için saflık derecesi yüksek ve iyi dağılıma sahip ince tozlar gerekmektedir. Geleneksel toz hazırlama teknikleri olan değirmen ile toz üretiminde safsızlıklar nedeni ile sinterlenmiş yapıda hatalar görülmektedir. Yaş yapıda görülen aglomereler üniform olmayan bir sinterlenmiş ürüne neden olmaktadır. Alüminyum sülfat çözeltisinden homojen çöktürme yöntemi ile küresel partiküllü alüminyum oksit sentezlenebilmektedir [36]. Yüksek saflıktaki alüminaya ait bazı özellikler Tablo 3.5’te verilmiştir. % 85,0-99,7 saflıktaki alüminaya ait fiziksel ve mekanik özellikler ise Tablo 3.6’da verilmiştir.

Tablo 3.5. Yüksek saflıktaki alüminanın özellikleri [36]

Özellikler	Değerler
Termal iletkenlik katsayısı ( W/mK)	28
Yoğunluk ( Mg/m <sup>3</sup> )	3,98
Erime sıcaklığı ( °C)	2030
Elastik modülü ( GPa)	~360
Genleşme katsayısı ( 1/K)	7-8.8*10 <sup>-6</sup>
Spesifik yüzey alanı ( m <sup>2</sup> /g)	115
Mikrosertlik ( GPa)	25

Alüminanın sertliği, onu kesme takımları gibi aşınma direnci yüksek olan uygulamalarda aranır malzeme durumuna sokar. Doğal malzeme sertlik sıralamasında ikinci sıradadır. Mohs sertliği dokuzdur.

Tablo 3.6. % 85,0-99,7 saflıkta alüminaların fiziksel ve mekanik özellikleri [40]

Alümina içeriği, %	85,0	95,0	99,7
Yoğunluk, g/cm <sup>3</sup>	3,5	3,7	3,9
Bağıl dielektrik sabiti	8,5	9,2	9,0-10,1
Dielektrik mukavemeti, kV/mm	28	---	10-35
Özdirenç, Ω.cm (600°C'de)	4×10 <sup>6</sup>	5×10 <sup>9</sup>	4×10 <sup>10</sup>
Termal iletkenlik, W/m °C	15	20	28-35
Termal genişleme katsayısı, 10 <sup>-6</sup> /°C (20-1000°C)	7	7,6	8
Maksimum kullanım sıcaklığı, °C	1300	1500	1700
Spesifik ısı, J/K kg	920	900	---
Eğme mukavemeti, MPa (20°C'de)	300	350	350
Basma mukavemeti, MPa (20°C'de)	1800	2000	2200-2600
Elastik modül, GPa	260-330	340-375	380-410
Poisson oranı	0,22-0,25	0,23-0,26	0,24-0,27
Sertlik, HV1,0	800-1000	1200-1600	1500-2000

### 3.3.1. Ticari alümina sınıfları

Alüminaya, sahip olduğu fiziksel ve kimyasal özelliklere veya uygulanan endüstriyel işlemlere bağlı olarak değişik isimler verilebilmektedir. Bunlar; aktif alümina, kalsine alümina, yüksek saflıkta alümina ve tabular alüminadır [40].

#### 3.3.1.1. Aktifleştirilmiş alümina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.nH<sub>2</sub>O)

Termal işlemin sıcaklığına bağlı olarak bünyesinde çeşitli miktarlarda (0<n<0.6)(15) kimyasal bileşim halinde su içeren bu ürün, toz ince taneler(granül) veya sert yuvarlak gözenekli bilyalar şeklinde kullanıma sürülür. Kimyasal aktivitesi düşük olan bu ürün, çok olan su alma kapasitesine sahiptir. Bu özelliği etkileyen etmenler ise; ürünün kristal yapısı, gözenek şekli ve yüzey alanıdır [35].

#### 3.3.1.2. Kalsine edilmiş ve yüksek saflıktaki α-alümina

Isısal işlemin son kademesinde oluşan ürün alfa-alümina olup romboedrik yapıya beyaz kristal görünümündedir. Yoğunluğu 3,9 g/cm<sup>3</sup>, Mohs sertliği 9, ergime noktası 2055°C, kaynama noktası 2980°C, olup son derece üstün özelliklere sahip bir malzemedir. Bu ürünün kalite kriterlerini kristal boyutu, kalsinasyon sıcaklığı ve Na<sub>2</sub>O içeriği belirlemektedir [35].

### 3.3.1.3. Kesme (tabular) alumina

Kalsine edilmiş  $\alpha$ -aluminadan elde edilen bu ürünün tamamı  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  şeklinde olup, çok sert, iyi bir ısı geçirici, yüksek sıcaklıklara dayanıklı yüksek sıcaklıklarda dielektrik gücüne sahip bir maddedir. Görünüşte geniş, hegzagonal, uzunlamasına oluşan tablet biçimindeki  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  kristallerinin ortalama tane boyutu 40-200  $\mu\text{m}$ 'dir [35].

### 3.4. Nikel

İnsanlık tarihinin başlangıcından bu yana nikel alaşımları çeşitli şekillerde kullanılmıştır. Tarihi kalıntılara bakıldığında, silah, madeni para, keski gibi aletlerde yüksek oranlarda nikel metaline rastlanılmıştır [44].

Nikel cevheri, başlıca paslanmaz ve alaşım çeliği üretiminde, demirsiz alaşımlarda, elektro kaplamada kullanılır. Nikel ürünleri ise uçak, gemi ve kara taşıtlarının korozyona maruz parçalarının üretiminde, kimya sanayinde, elektrikli aletlerde, petrol sanayinde ve mutfak aletleri yapımında kullanılır [45]. Tablo 3.7 nikelin AB, Japonya ve Almanya'daki kullanım yüzdelerini göstermektedir.

Tablo 3.7. Nikelin kullanım alanları [45]

<b>Kullanım alanları %</b>	<b>ABD</b>	<b>Japonya</b>	<b>Almanya</b>
Paslanmaz Çelik ve Alaşım Çelikleri	49	87	63
Demirdışı alaşımlar	29	2	24
Elektrokaplama	15	3	4
Diğerleri	7	8	9

Nikel ve nikel alaşımları çok yaygın kullanım alanı bulmaktadır. Nikelin en çok tercih edildiği alanlar ise korozyon direnci ve/veya ısıya direnç göstermesi yönüyle aşağıdaki gibidir [44]:

- Uçak gaz türbinleri,
- Buhar türbin güç üniteleri,

- egzoz valfları,
- Sıcak işlem takımları ve kalıplar,
- Medikal uygulamalar,
- Uzay araçları,
- Isıl işlem ekipmanları,
- Nükleer güç sistemleri,
- Kimyasal ve petrokimyasal endüstriler,
- Kirlilik kontrol ekipmanları ve
- Kömür gazlaştırma ve sıvılaştırma sistemleri v.b.

Nikel yüzey merkezli kübik yapıya sahiptir. Nikelin yoğunluğu  $8,9 \text{ g/cm}^3$ , atom numarası 28, atom ağırlığı 58,69 olan parlak, hafif altın rengi ile karışık metalik ve gümüş rengine sahip sert ve sünek bir metaldir [46,47]. Bu malzeme  $1000^\circ\text{C}$ 'ye kadar mekanik özelliklerini koruyabilmektedir. Demir ve kobalt gibi ferromagnetik özellikler gösterir. Nikel malzemenin sertliği düşük karbonlu çeliklere benzer olup yumuşak bir metaldir. Nikel yüksek aşınma direnci, yüksek korozyon direnci ve yüksek sıcaklıklarda iyi sürünme direnci göstermektedir [46].



Şekil 3.4. Hafif altın rengine sahip nikel görünümü [47]

Saf nikel genelde sülfürlü cevherlerden kavurma ve indirgeme işlemleri ile kazanılmaktadır. Cevherde demir, kobalt ve bakır gibi metal ve metal olmayan katkıları bulunmaktadır. Saf nikel, üretimi esnasında eritme fırınlarından kaynaklanan az miktarda kükürt içermektedir. Nikel içerisindeki kükürt, çeliklerdekine benzer bir davranış gösterip sülfür olarak tane sınırlarında çöklediğinden yapıyı gevrekletmektedir. Ancak gevrekliğe neden olan sülfürler mikroyapı incelemelerle



ayırt edilemeyecek düzeydedir. Nikel içerisinde %0,05 Mn ilave edilerek MnS çökeltilerinin dağılımı sağlanır. Bu şekilde gevrek davranış gösteren bir yapı oluşturularak nikelin mikroyapısı süreklilik kazanır ve daha sünek bir davranış gösterir [46]. Saf nikelin sahip olduğu fiziksel, mekanik, elektriksel ve termal özellikler Tablo 3.8'deki gibidir.

Tablo 3.8. Saf nikelin özellikleri [46, 48,47]

<b>Fiziksel Özellikler</b>	
Yoğunluk	8,9 g/cm <sup>3</sup>
Mohs Sertliği	4,0
Vickers Sertliği	638 MPa
<b>Mekanik Özellikler</b>	
Çekme Dayanımı	317 MPa
Akma Dayanımı	59 MPa
Kırıldığı Andaki Uzama	%30
Elastik Modülü	210 GPa
Poisson Oranı	0,310
Kesme Modülü	76,6
<b>Elektriksel Özellikler</b>	
Elektrik Direnci	6,840x10 <sup>-8</sup> Ω-m
Magnetik geçirgenlik	1240
Curie Sıcaklığı	358°C
<b>Termal Özellikler</b>	
Füzyon Entalpisi	295 J/g
Termal genişleme Katsayısı 20°C	1,340x10 <sup>-5</sup> /K
Isı Kapasitesi	0,460 J/g -°C
Isıl İletkenlik	60,7 W/m-K
Ergime Derecesi	1453°C

Tavlınmış ticari saf nikel alaşımlarının kimyasal kompozisyonları ve uygulama alanları, Tablo 3.9'da gösterilmiştir. Nikel 201, Nikel 200'e benzemektedir. Ancak Nikel 201 daha az miktarda karbon içerdiğinden pekleşme hızı azalmakta ve sünekliği artmaktadır. Böylece, soğuk şekillendirmeye elverişli hale gelmektedir. Diğer taraftan Nikel 270, %99,98 saflığa sahip olup, tavlama ağır deformasyona izin veren mükemmel ısı iletkenlik ve sünekliğe sahiptir. Tablo 3.9'da bazı ticari saflık esaslı nikel alaşımlarının kimyasal bileşimleri ve uygulama alanları sıralanmaktadır.

Tablo 3.9. Bazı önemli ticari saflık esaslı nikel alaşımlarının kimyasal bileşimleri ve uygulama alanları [46]

Nikel alaşımı	Element, %						Tipik Uygulamalar
	Ni	C	Mn	Fe	Si	Cu	
200	99,5	0,08	0,2	0,2	0,2	0,13	Yiyecek proses ekipmanları, kimyasal nakliye fiçileri, elektrik elektronik parçalar, uçak ve füze parçaları, roket motor kılıflar, güç çeviriciler
201	99,5	0,01	0,2	0,2	0,2	0,13	Kostik buharlaştırıcılar, çubukların kaplanması, yanma botları
205	99,5	0,08	0,2	0,1	0,08	0,08	Destek telleri ve çubukları, kurşun teller, saplamalar, anotlar, katot koruyucuları ve redresör lambaları (ultrasonik güç dönüştürücüler)
220	99,5	0,04	0,1	0,05	0,08	0,05	Elektronik alıcı tüpleri için esas malzeme
230	99,5	0,05	0,08	0,05	0,02	0,05	Özel elektron tüp uygulamaları, bu alaşım esas olarak titanyum içermemektedir.
211	95,0	0,1	4,8	0,4	0,08	0,13	Ni 205'den yüksek dayanım, kıvılcım elektrotları, destek telleri, grid yanala sarma telleri, araştırma ışıkları için karbon tutucular
270	99,98	0,01	<0,001	0,003	0,001	<0,001	Yüksek saflıkta nikel; katot kolları, flüoresan lambaları; hidrojen uç elektrotlu lamba parçalar; ısı değiştiriciler, ısı koruyucular

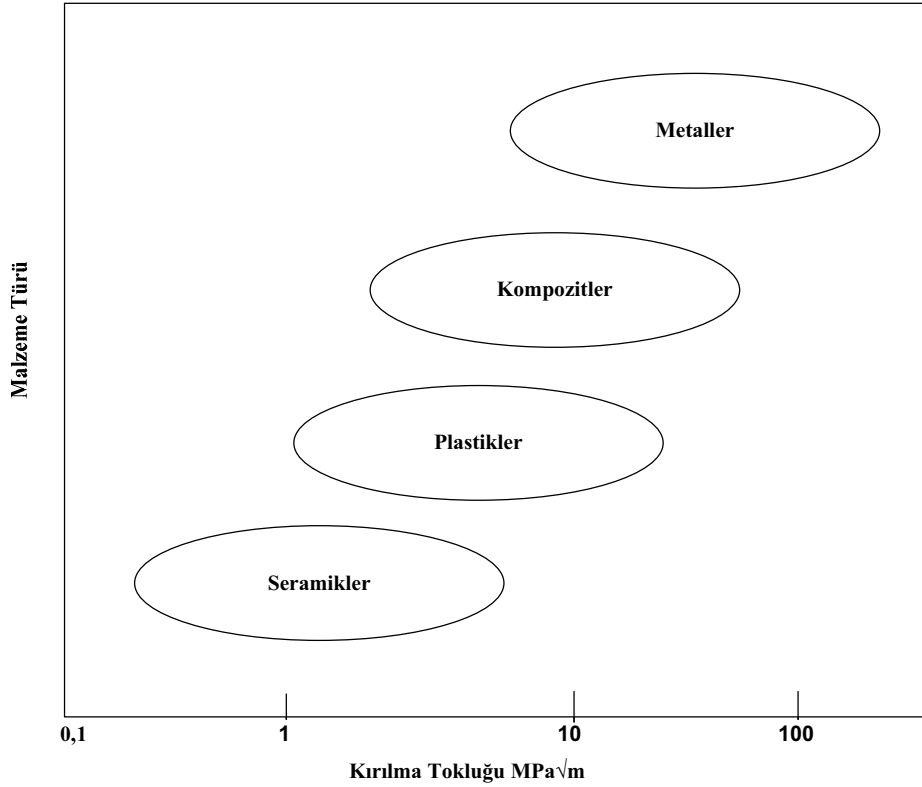
Nikel pahalı malzemelerden biri olduğundan dolayı çeşitli endüstriyel alanlarda kullanımı sınırlıdır. Her ne kadar sınırlı olarak kullanılsa da önemli uygulamalardan biri yüzey kaplamalardır. Metal yüzeyi elektrolitik olarak nikel kaplandığında, malzemenin aşınma direnci yükselmektedir. Ayrıca gerçekleştirilen krom kaplama ile metal yüzeyinde parlaklık sağlanmaktadır.

Nikel sıvı halden katı hale geçerken gazları absorbe ederek katılaşma esnasında içyapıdan çıkamayan gazlar gözenek oluşturmaktadır. Özellikle kaynaklı birleştirmelerde gözenek önemli bir hata olarak ortaya çıkmaktadır. Bu durumun önlenmesi amacıyla nikel malzemelerde titanyum, Ni-Cu alaşımlarda ise alüminyum oksijen giderici olarak kullanılmaktadır. Böylece kaynaklı malzemelerin mukavemetinin artmasında önemli katkı sağlanmaktadır.

Nikel malzemeler içerisine belirli oranlarda elementler katılarak alaşımlı olarak kullanılmaktadır. Bunlar nikel-bakır alaşımları “monel”, nikel-krom alaşımları “inconel”, hastelloy ve wastpalloy bu alaşımlardan bir kaçına örnektir [46].

## BÖLÜM 4. KIRILMA TOKLUĞU

Seramik malzemeler oksidasyona, yüksek sıcaklıklara dayanıklı ancak gevrek malzemelerdir. Kırılma toklukları diğer malzemelere kıyasla oldukça düşüktür. Seramiklerin kırılma tokluklarını artırmak için geliştirilen yeni bir sistem “seramik matrisli kompozit”lerdir. Partiküller, fiberler ve whiskerler şeklinde olan ilave partiküller seramik matris içerisine gömülerek, 1 ila 5  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  arasında değişen kırılma tokluğu değerlerine sahip seramik malzemelerin kırılma tokluklarını, 6 ila 20  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  değerlerine kadar yükseltir [8]. Diğer malzemelere kıyasla seramiklerin düşük kırılma toklukları Şekil 4.1’deki gibidir.



Şekil 4.1. Kırılma Tokluğu  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$  [49]

Metallerin tokluğu, çatlak ucu önünde plastik deformasyon bölgesi oluşturan dislokasyonların hareket kabiliyeti ile  $\gamma_{pl} \approx 10^4-10^5 \text{ Jm}^{-2}$  değerinde elde edilen güçlü enerji absorpsiyonunun sonucu kazanılır. Plastik deformasyon çatlak ucunun körelmesine ve gerilme konsantrasyonunun da azalmasına neden olur [40].

Seramiklerin gevrekliği ise dislokasyonların hareket kabiliyetinin çok düşük olması nedeni ile etkili bir plastik deformasyon bölgesinin oluşmamasından kaynaklanır. Dislokasyon hareketi ile kazanılan plastik enerji birkaç  $\text{Jm}^{-2}$ 'dir. Seramiklerde  $\gamma_{ef}$ 'ye ana katkı ana çatlağın ucu önünde yeni mikroçatlakların oluşumu ve yavaşça çoğalmasıyla  $\gamma_{pr}$ 'den gelir. En yaygın kullanılan seramikler için bu değer  $\gamma_{pl} \approx 10 \text{ Jm}^{-2}$ , ve en iyi tür olan ince taneli seramikler için  $100 \text{ Jm}^{-2}$ 'ye kadar ulaşır, ancak bu da metallere 2-3 kez daha düşük bir değerdir. Bugünün seramikleri keskin çatlakların ilerlemesine karşı yeterli olarak korunamamaktadır ve belirli bir gerilme konsantrasyonuna ulaşıldığı zaman klivaj prosesle çatlak çok hızlı ilerler ve gevrek kırılma oluşur [40]. Seramik ve bazı malzemelere ait kırılma tokluğu değerleri Tablo 4.1'de verilmiştir.

Tablo 4.1. Seramik ve bazı diğer malzemelerin oda sıcaklığında kırılma toklukları

Malzeme	$K_{Ic}$ (MPa $\sqrt{\text{m}}$ )
Saf sünek metaller(Cu,Ni,Ag,Al)	100-350
Yüksek mukavemetli çelikler	50-154
Düşük karbonlu Çelikler	140
Titanyum alaşımları(TiAl4V)	55-115
Cam fiber	42-60
Alüminyum alaşımları(yüksek mukavemetli ve düşük mukavemetli)	23-45
Orta karbonlu çelikler	51
Polipropilen	3
Naylon	3
Dökme demir	6-20
Epoksi	0,3-0,5
Silisyum karbür(SiC)	3
Alumina( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	3-5
Soda camı	0,7-0,8
Elektrik porseleni	1
Buz	0,2

Kırılma, gerilme etkisi altında bir cismin iki ya da daha fazla parçaya ayrılması olayıdır [50-52]. Kırılmanın karakteri malzemeden malzemeye değişir ve genellikle tatbik edilen gerilmeye, sıcaklığa ve deformasyon hızına bağlıdır. Kırılma başlıca iki safhadan oluşur. Birinci safha “çatlak teşekkülü”, ikinci safha ise “çatlağın ilerlemesi”dir.

Makroskobik açıdan kırılma tipleri; gevrek kırılma, sünek kırılma, sürünme kırılması ve yorulma kırılmasıdır [50].

**Gevrek Kırılma:**

Çok az veya hiçbir plastik deformasyon bırakmadan meydana gelen kırılma tipidir. Genellikle camlar, seramikler ve bazı metaller gevrek olarak kırılırlar. Gevrek kırılma önceden uyardıktan oluştuğundan ve genellikle büyük felaketlerle sonuçlandığından istenmeyen ve mutlaka önlenmesi gereken bir kırılma türüdür.

**Sünek Kırılma:**

Çatlak ilerlemesi öncesinde ve esnasında önemli ölçüde plastik deformasyonla karakterize edilir.

**Sürünme Kırılması:**

Yüksek sıcaklıklarda, sabit gerilme veya sabit yük altında, sürünme deformasyonu sonucunda meydana gelen kırılma tipidir. Makroskobik açıdan bakıldığında, sürünme kırılması malzemede plastik deformasyon sonucunda oluşur, bu sebeple sünek kırılmaya benzer. Mikroskobik açıdan ise, sürünme kırılması, düşük sıcaklıklarda meydana gelen sünek kırılmadan farklıdır.

**Yorulma Kırılması:**

Alternatif yükler altında kalan malzemelerde meydana gelen kırılma tipidir. Yorulma kırılmaları genel olarak plastik deformasyon meydana gelmeden de olabilir. Bazen yorulma kırılmaları sünek kırılmalara benzerse de, yorulma kırılmasında çatlak ilerlemesi sünek kırılmadan farklı olup, çatlak her bir yükleme periyodunda ancak belirli bir miktar ilerler.

Mikroskopik açıdan kırılma türleri ise; Klivaj (Ayrılma) Kırılması, kayma kırılmasıdır.

**Klivaj (Ayrılma) Kırılması:**

Kırılma, klivaj düzlemleri diye bilinen belirli kristallografik düzlemler boyunca meydana gelirse, buna klivaj kırılması denir. Klivaj düzlemleri en düşük yüzey enerjisine sahip düzlemlerdir. Bu tip kırılma, klivaj düzlemine dik normal gerilmelerin kritik bir değeri aşması ile klivaj düzlemine dik atom bağlarının koparılması sonucunda olur.

Tek eksenli gerilme halinde, çatlak, çekme yönüne dik olarak ilerleme eğilimi gösterir, bu sebeple de klivaj kırılmaları düz bir görünüm gösterir. Malzemelerin gevrek kırılması, genellikle klivaj kırılması şeklinde olur. Klivaj kırılmasında genellikle tanelerin şekli bozulmaz ve yüzeyin görünüşü düzdür, kırılma yüzeyi ışığı çok iyi yansıtır ve parlak olarak görünür.

**Kayma Kırılması:**

Metalik malzemelerde plastik deformasyon, kaymaya karşı direnci az olan atom düzlemlerinin kayması ile meydana gelir. Bu düzlemlere kayma düzlemleri adı verilir. Metalik malzemelerde kayma çatlakları maksimum kayma gerilmesinin bulunduğu kısımlarda ilerleme eğilimi gösterir.

Bu tip kopma, çatlak ilerleyişi makroskopik olarak çekme yönüne dik olduğundan normal kopma veya kırık yüzeyi görünüşü lifi olduğundan lifi kırılma adını alır. Mikroskopik olarak, çatlak çekme eksenine ile  $45^\circ$ 'lik açı yapan düzlemlerde ilerleyerek kayma kırılmasını meydana getirmiştir [50].

Griffith camın kırılma mukavemetini incelerken, cam çubuğun boyu uzadıkça mukavemetinin azaldığını görmüştür. Bu durumun, camın yüzey hatalarından ileri geldiği düşünülmüştür, çünkü cam çubuğun boyu uzadıkça yüzey hatalarının bulunma ihtimali artmaktadır.

Kırılma mekaniği, kırılmayla belirlenen hasarları incelemekte iki türlü yaklaşım öngörmektedir. Bunlardan birincisi Griffith Enerji Dengesi Yaklaşımı (1920), diğeri de Irwin Teoremidir (1956).

Griffith, gevrek bir malzemede çatlak bulunması halinde, malzemenin kırılmadan dayanabileceği gerilmeyi tayin eden aşağıdaki bağıntıyı geliştirmiştir.

$$\sigma_f = \left( \frac{2 \cdot \gamma \cdot E}{\pi \cdot a} \right)^{1/2} \quad (4.1)$$

Bu bağıntıda;

$\sigma_f$  : Kırılma gerilmesi

$\gamma$  : Yüzey enerjisi

$E$  : Elastisite modülü

$a$  : Çatlak boyunun yarısı

olarak tanımlanmıştır.

Griffith denklemine göre, kırılmaya sebep olan gerilme miktarı “ $\sigma_f$ ”, mevcut çatlağın boyutu ile ters orantılıdır.

Griffith denkleminde yüzey enerjisi terimi yerine genellikle kırılma işini gösteren bir parametre, “ $G$ ”, kullanılır. Bu durumda denklem;

$$\sigma_f = \left( \frac{E \cdot G_c}{\pi \cdot a} \right)^{1/2} \quad (4.2)$$

şeklini alır. Burada  $G_c = 2 \cdot \gamma$  olup, kırılma için gerekli toplam işi gösterir.

Griffith, analizinde deformasyon enerjisinin çatlak ilerlemesi sırasında, ara yüzey enerjisine dönüşümünü esas almıştır. Dolayısıyla “ $G$ ”, aynı zamanda çatlağın birim yüzeyde ilerlemesi için gerekli olan enerji miktarıdır. Birimi  $N/m$ 'dir. Kırılma,  $G$  'nin kritik bir değeri olan  $G_c$  'de meydana gelir [50].



Griffith kriterinin bir dezavantajı malzemenin şekli ve boyutu, çatlakın pozisyonu, şekli ve yükleme koşullarını içermiyor olmasıdır. Bu dezavantaj kırılma mekaniği olarak isimlendirilen disiplinlerarası alan tarafından elimine edilmiştir. Yük altında bir malzemede, çatlak ucu önünde  $\sigma_y$  çekme gerilmesi konsantrasyonu oluşur ve,

$$\sigma_y = K(c, L, P) / \sqrt{2 \pi x} \quad (4.3)$$

ile hesaplanır.

Çatlak ucundan mesafe (x) ve gerilme şiddet faktörü (K), çatlak boyutunun (c), malzemenin boyutları (L) ve dış yük (P)'nin bir fonksiyonu olarak elastisite teorisi metotları ile hesaplanabilir. Gerilme şiddet faktörü ise,

$$K = \sigma_0 Y \sqrt{c} \quad (4.4)$$

ile hesaplanır.

$\sigma_0$ , çatlakın olmadığı durumda nominal gerilme, Y, geometrik faktör. K, gerilme şiddet faktörü, yüke maruz kalan malzemede çatlak ucu önünde gerilme konsantrasyonunun büyüklüğüdür ve birimi MPa.m<sup>1/2</sup>'dir. Kırılma mekaniği, gerilme şiddet faktörünün kritik bir değeri kırılma tokluğu,  $K_{Ic}$  olarak isimlendirilen bir değeri aştığında çatlak kararlılığını kaybedeceğini göstermiştir [40].

#### 4.1. Seramik Malzemelerde Kırılma Tokluğunun Belirlenmesi

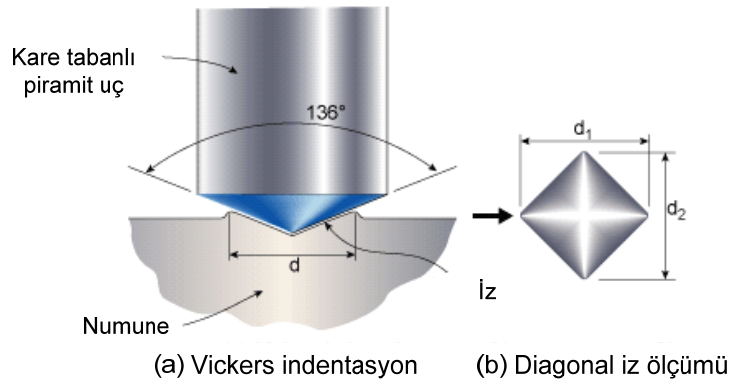
Seramik malzemelerin kırılma tokluğunun belirlenmesinde büyük çatlaklı; bir kenarı çatlaklı çubuk (single edge notched beam), bir kenarı V çentikli çubuk (single edge V-notched beam) ya da mikroçatlaklı; indentasyon mikroçatlak (indentation microcracking), indentasyon gerilmesi ile eğme (indentation strength bending) ve eğmede yüzey çatlaması (surface crack in flexure) gibi çeşitli teknikler kullanılabilir. Bu metotların içinde indentasyon metodun kullanımı diğer metotlarla karşılaştırıldığında oldukça kolaydır. Ağır makinelerin kullanımı, kompleks numune

geometrileri ve deneysel prosedür gerektirmeden sadece iyi parlatılmış bir yüzey üzerinde standart bir sertlik ölçer ile indentasyon izi ve çatlak oluşumunu içerir.

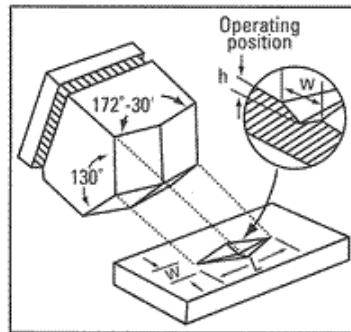
Seramik malzemelerin sertlikleri parlatılmış yüzey üzerinde Vickers ya da Knoop sertlik testi ile ölçülür (Şekil 4.2, Şekil 4.3). Vickers sertlik değeri HV Denklem 4.5, Knoop sertlik değeri HK ise Denklem 4.6 ile  $\text{kgf/mm}^2$  olarak hesaplanır [40].

$$\text{HV} = \frac{1,854 P}{a^2}, a = (a_1 + a_2) / 2 \quad (4.5)$$

$$\text{HK} = \frac{14,229 P}{a^2}, a = \text{uzun köşegen} \quad (4.6)$$



Şekil 4.2. Vickers sertlik ölçümünde kullanılan uç ve izlerin şematik resmi [53]

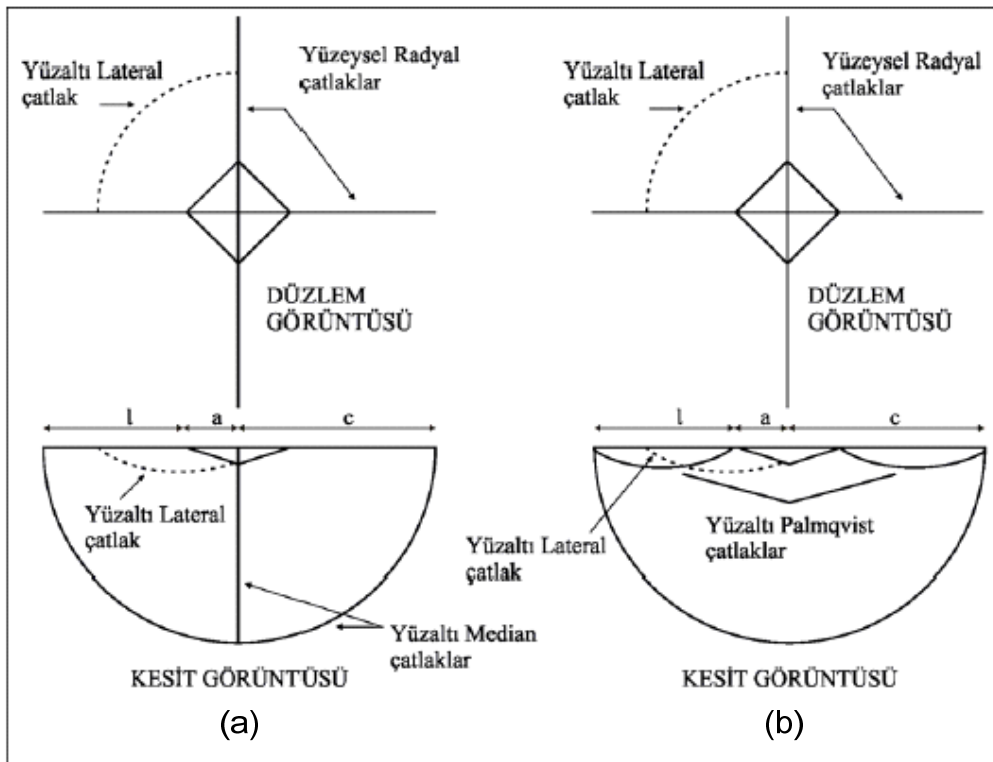


Şekil 4.3. Knoop sertlik ölçümünde kullanılan uç ve izlerin şematik resmi [54]

Vickers indentasyon izinden hareketle kırılma tokluğu tespiti özellikle seramik ve cam türü gevrek malzemelerde yaygın bir şekilde uygulanılmaya başlamıştır. Mikroyapıya bağlı olarak küçük hataların büyük çatlaklardan farklı bir durum göstermesi olasılığı karşısında son yıllarda kırılma tokluğunu ölçmek için indentasyon teknikleri geliştirilmiştir. İndentasyon teknikleri arasında en çok kullanılan Vickers indentördür. Bu yöntemde elastisite modülü, çatlak boyu, sertlik ve uygulanan yük kullanılarak kırılma tokluğu değeri bulunabilmektedir.

Gevrek katı cisimlerde temas yüklemesiyle oluşan mikroçatlaklar birçok olaya temel olan bir özelliktir. Gevrek malzemelerin kesme, delme, taşlama ve abrazyon ile şekillendirilmesi, yüzeylerin aşınması, yüksek gerilme bölgelerinde küçük ölçekli kırılmaların başlamasına ve ilerlemesine olanak vermektedir. Böyle bir olayın incelenmesi indentasyon testi ile gerçekleştirilebilmektedir [55].

Kırılma tokluğunun belirlenmesinde genellikle Vickers uç kullanılır ve malzemeye bağlı olarak iki tür çatlak oluşur (Şekil 4.4). Bunlardan birincisi sertlik izinin altında altyüzey çekme gerilmeleri ile başlayan yarı dairesel çatlaklar (Şekil 4.4 a), diğeri ise daha düşük yüklerde ve daha tok olan malzemelerde (WC-Co sermetleri gibi) sertlik izinin köşe noktalarından başlayarak yüzeye yakın bir şekilde radyal olarak çoğalan Palmqvist çatlaklardır (Şekil 4.4 b) [40].



Şekil 4.4. Vickers indantasyon sonrası oluşan; (a) radyal-medyan veya "yarı-disk" çatlakları, (b) radyal Palmqvist çatlakları [56].

Yarı dairesel çatlaklar için kırılma tokluğunun belirlenmesinde kullanılan formül Denklem 4.7 'de görülmektedir.

$$K_{1c} = 0,016 \sqrt{\frac{E}{H}} P c^{-3/2} \quad (4.7)$$

Burada;

$E$  = Elastik modül

$H$  = Sertlik

$P$  = Uygulanan yük

olarak tanımlanır.

## 4.2. Seramiklerde Toklaştırma Yöntemleri

İleri yapısal seramikleri günlük hayatta kullanılabilir hale getirmek için bazı teknolojik engeller vardır Seramikler tabiatında gevrek olmalarına rağmen kırılma tokluklarını ve kırılmaya karşı dirençlerini arttırmak için çeşitli yaklaşımlar kullanılmaktadır. Bütün toklaştırma mekanizmalarının ana fikri bir çatlak uzatmak için gereken enerjiyi ( $G_C$ ) arttırmaktır. Temel yaklaşımlar çatlak saptırma, çatlak köprüleşmesi ve dönüşüm toklaşmasıdır.

Temel tokluk artırma yolları şunlardır [22,57]:

1. Çatlak saptırma
  - Takviye yolu ile toklaştırma
  - Fiber takviyesi
2. Partikül takviyesi (sert veya sünek partikül)
3. Mikroçatlak oluşumu
4. Dönüşüm toklaştırması

### 4.2.1. Çatlak saptırma

Polikristalin bir seramiğin kırılma tokluğunun, aynı kompozisyonun tek kristalinden oldukça yüksek olduğu deneysel olarak tespit edilmiştir. Örneğin tek kristalin bir alüminanın kırılma tokluğu ( $K_{IC}$ ) yaklaşık  $2.2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  iken aynı polikristalin alüminanınki  $4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 'ye yakındır. Benzer şekilde camın kırılma tokluğu yaklaşık  $0.8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  iken aynı kompozisyondaki cam seramiğin kırılma tokluğu  $2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 'ye yakındır. Bu olayın sebeplerinden biri tane sınırlarındaki çatlak saptırma, proses Şekil 4.5'te gösterilmiştir. Polikristalin bir malzemede çatlak zayıf tane sınırları boyunca saptırıldığından çatlak ucundaki ortalama gerilim şiddeti ( $K_{tip}$ ) azaltılır. Çünkü gerilme artık çatlak düzlemine dik değildir. Genel olarak,  $K_{tip}$  eşitlik (4.8)'e göre uygulanan gerilim  $K_{app}$  ve saptırma açısına bağlıdır ve,

$$K_{tip} = \left( \cos^3 \frac{\theta}{2} \right) K_{app} \quad (4.8)$$

bağıntısı ile hesaplanır. Burada;

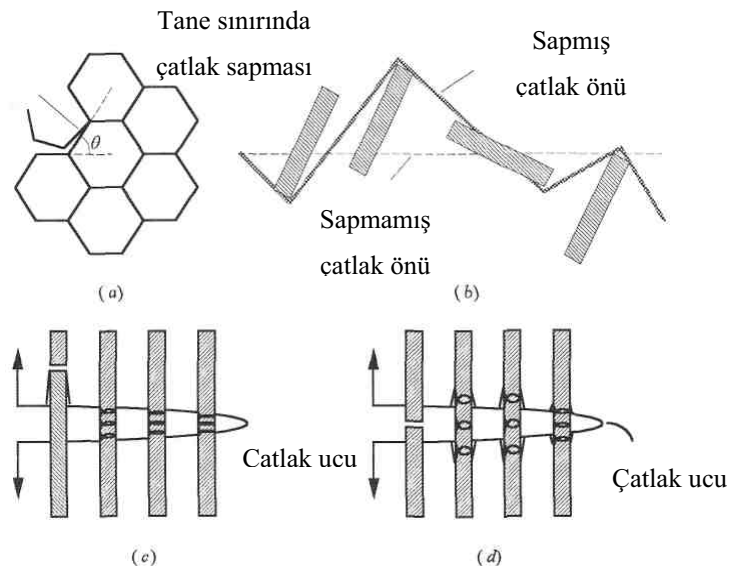
$K_{tip}$  = Çatlak ucu ortalama gerilim yoğunluğu

$K_{app}$  = Uygulanan gerilim yoğunluğu

$\theta$  = Sapma açısı

olarak tanımlanmıştır.

Bu eşitliğe dayanarak ve 45°'lik ortalama  $\theta$  değerini göz önüne alarak kırılma tokluğundaki artışın tek kristaldeki değerinin yaklaşık 1.25 üzerinde olacağı beklenmektedir. Bu sonucu yukarıdaki deneysel sonuçlarla kıyasladığımızda kendi kendine çatlak saptırma kimi durumlarda açıktır, kimilerinde de değil. Çok kristalli malzemelerde tane sınırları civarındaki çatlak çatallaşması çok daha kuvvetli toklaştırma mekanizmasına yol açabilir [22].



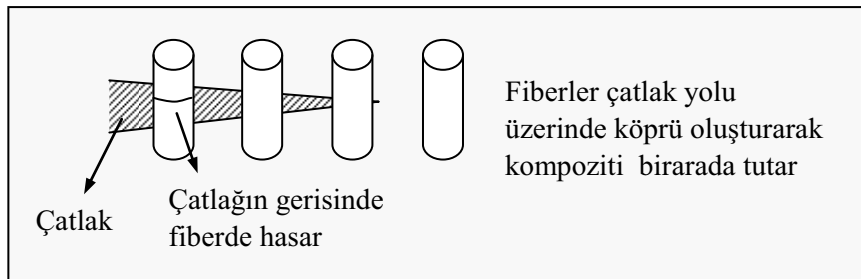
Şekil 4.5. (a) Tane sınırındaki çatlak saptırma mekanizması, (b) Çubuk şekilli partiküllerin etrafında çatlak önü saptırması, (c) Takviye elemanlarının köprüleşme mekanizması (arayüzey bağısız), (d) Takviye elemanlarının köprüleşme mekanizması (bağlı) [22].

#### 4.2.2. Takviye yolu ile toklaştırma

Mekanik özellikleri (özellikle tokluk) geliştirilmiş seramik malzemeler elde etmek için uygulanan stratejilerden bazıları çatlak ilerleme prosesi sırasında ya çatlak ilerlemesine direnç gösteren veya çatlak ilerleme enerjisini absorbe eden mikroyapıyı kapsarlar. Her iki amaç fiber veya partikül takviyeli mikroyapılarda eş zamanlı olarak elde edilebilmektedir. Bu tür mikroyapılara sahip seramiklerde, çatlaklar düz bir yoldan saptırılmaktadır; bu, çatlak boyunca önemli bir artışa yol açar, aynı zamanda ilerleyen bir çatlak ucunun arkasındaki partiküller çatlığa köprü kurarak matrisi bir arada tutar ve çatlağı kapatmaya meyleder.

Çatlak köprüleşmesinde matris çatlak ve çatlak ucunun gerisinde (wake olarak adlandırılan zon) partikül ya da fiber takviye malzemesi kırılmadan kalır ve çatlak açılımını engeller (Şekil 4.6). Bu mekanizmada toklaşma, çatlak ucunun gerisinde güçlü takviye fazın çatlak yüzeylerinde köprü oluşturmasından kaynaklanır. Buda çatlağı kapatmaya meyil eder. Köprüleşme çatlak yolu üzerinde ilerleyen çatlağın gerisinde kırılmayan tane kalması olarak tanımlanır ve bu tane çatlak yolu üzerinde köprü oluşturup matrisi bir arada tutarak kırılma tokluğunda artış sağlar.

Ayrıca seramik kompozitlerde matris tane içinde ve tane sınırında yer alan nano boyutlu ikinci faz partikülleri dislokasyonların oluşumuna neden olur. Seramik malzemelerde dislokasyonları hareket ettirmek güç olduğu için bu bölgeler nano boyutlu çatlakların oluşumunda orijin oluştururlar ve dolayısıyla da gevrek seramik malzemelerde tokluk artışı sağlarlar [22,40].



Şekil 4.6. Fiber takviyeli seramik kompozitlerde çatlak köprüleşmesi [40].

### 4.2.3. Mikroçatlak oluşumu

Seramiklerde kırılma tokluğu artışına yol açabilen diğer bir mekanizma mikroçatlak oluşumudur (mikroçatlama). Mikroçatlama, taneleri anizotropik olan (mekanik özellikleri yönle değişen) tek-fazlı çokkristalli seramiklerde veya bu amaç için bilinçli olarak üretilen iki-fazlı çokkristalli mikroyapılarda meydana gelir [27]. Bu olay iki etkiye sahiptir:

Birincisi, tali çatlakların açılması için kullanılan enerji ana çatlağın yayılması için gerekli enerjiyi artırır.

İkincisi, ana çatlak ilerledikçe, ana çatlağa komşu fakat çatlak ucunun arkasında proses zonunda veya dönüşüm (etkilenmiş-wake) zonunda çatlak açılımı hacimde bir artış meydana getirir, bu da ana çatlağı kapatmaya meyleder. Bu şekilde çatlak ilerlemesine direnç artar. Farklı termal genişleme katsayılı bileşenlerden oluşan iki fazlı bir seramik malzemeyi göz önüne alalım: Üretim sıcaklığından soğuma ile, malzemenin içerisinde bir kalıntı gerilme dağılımı hâsıl olacaktır. Bu durum esasen dönüşüm toklaştırmasıyla aynıdır. Ancak dönüşüm şekil değişimi ( $\epsilon_T$ ), termal genişleme uyumsuzluğu şekil değişimi ( $\Delta\alpha \Delta T$ ) ile yer değiştirmiştir. Kırılma tokluğu eşitliği;

$$K_{Ic} = C \Delta\alpha \Delta T E (V_p h)^{1/2} \quad (4.9)$$

ile verilir [40]. Burada;

$C$  = Geometrik faktör  $\cong 0,22$

$\alpha$  = Termal genişleme katsayısı

$E$  = Elastisite modülü

$h$  = Dönüşüm zon genişliği

$V_p$  = Dönüşen yarı kararlı  $ZrO_2$  partikül hacmi

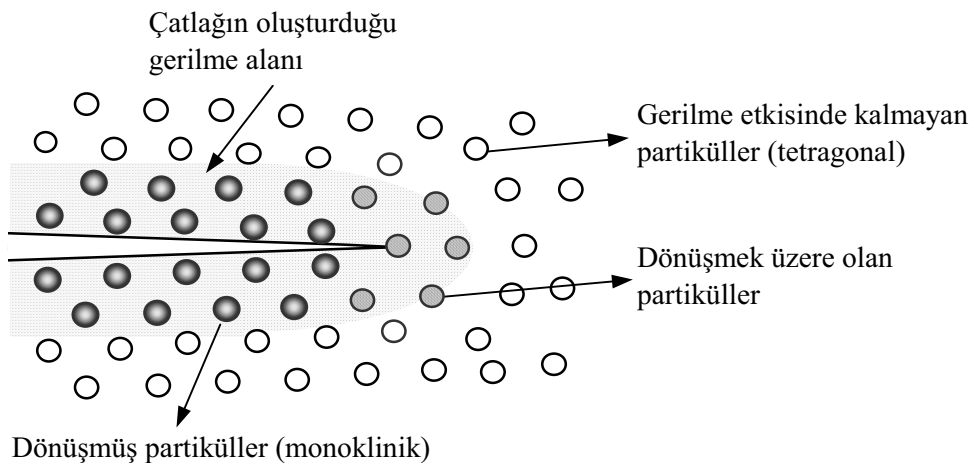
olarak tanımlanmıştır.



#### 4.2.4. Dönüşüm toklaştırması

Çok güçlü bir toklaştırma mekanizması olup bir tür martensitik dönüşüm gösteren birkaç seramik malzemede meydana gelebilir. Seramik malzemeler için en ümit verici toklaştırma mekanizması olup bir faz dönüşümünü içerir. Alumina, dikalsiyum silikat ( $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$ ) gibi başka malzemeler de dönüşüm yolu ile toklaşabilmekle beraber, bu prosesin prototip malzemesi zirkonyadır.

Saf zirkonya, yüksek sıcaklıklardan  $1150^\circ\text{C}$  altına soğuma sonucunda tetragonal formdan monoklinik forma dönüşümle beraber %3-4 mertebesinde bir hacim artışı gösterir. Ancak, çevreleyen kübik fazın yüksek mukavemeti bu genişlemeyi engeller, bunun sonucunda tetragonal faz bu sıcaklıklarda ve oda sıcaklığına kadar dönüşmeden kalır. Bir sonuç olarak, her bir tetragonal zirkonya çökeltisi gerilme altında bulunur. Eğer bir çatlak oluşturmak denenirse, çatlağa yakın tetragonal çökelti bu durumda genişleyebilir ve kararlı formlarına geri dönüşebilirler. Çatlağa bitişik bölgelerdeki bu genişleme çatlağa baskı uygular, çatlağın oluşturduğu enerji, hacim genişlemesinden kaynaklanan basma gerilmeleri tarafından yok edilir ve çatlağı durdurur. Dönüşüm toklaştırmasının mekanizması budur. Bu olayın şematik gösterimi Şekil 4.7’de verilmektedir.



Şekil 4.7. Çatlağın gerilme alanında yarı kararlı  $\text{ZrO}_2$  partiküllerinin gerilme kaynaklı dönüşümü [40].

Hacimdeki kümülâtif artış ilerleyen çatlak üzerine bir kapanma etkisi ortaya koyar, bunun yanında buna paralel olarak çatlak uzunluğu ile artan çatlak ilerlemesine eş zamanlı bir direnç hâsıl olur. Dönüşüm ile toklaşmış zirkonya gibi seramikler

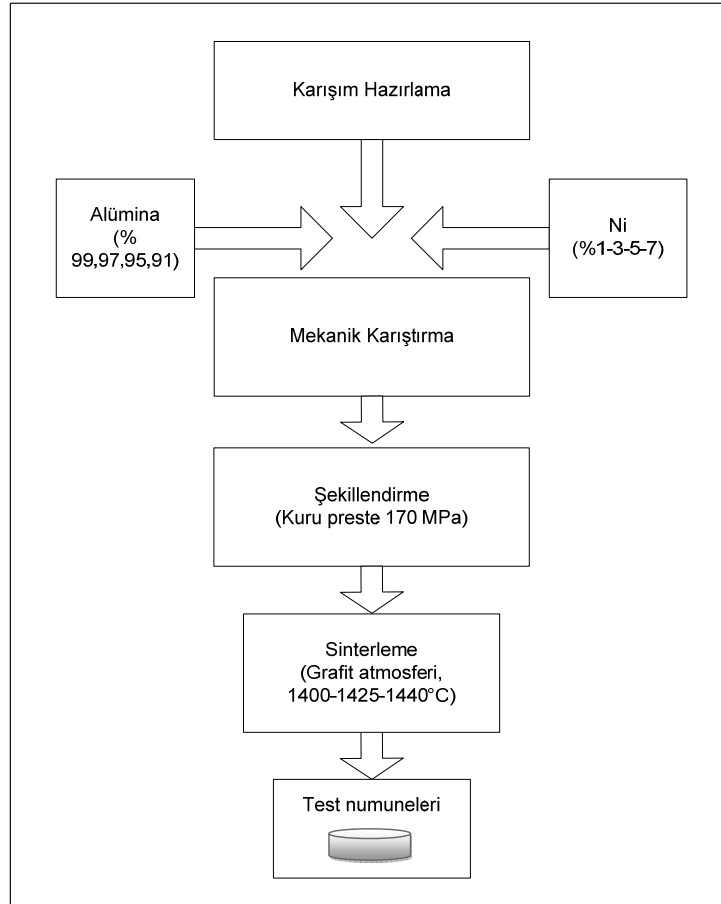
“seramik çelik” olarak adlandırılır; zira gerilme davranışı cevabında şekil değişimi veya boyuttaki değişme bir gevrek seramik yerine bir çeliğinkine benzerdir. Hatta, söz konusu faz dönüşümü martensit olarak bilinen fazı elde etmek için çeliğe hızla su verilmesiyle meydana gelen benzer bir dönüşümden dolayı, martensitik olarak adlandırılır.

Dönüşüm toklaşması yüksek mukavemetli ve yüksek tokluklu seramik malzeme üretiminde çok önemli bir atılım olmuştur. Normal bir seramikteki bir çatlak, seramik boyunca hareket eder, buna çok küçük bir engelleme vardır, bunun sonucunda hızlı bir şekilde gevrek kırılma meydana gelir. Dönüşümle toklaştırılmış zirkonya normal zirkonyadan ve birçok diğer seramikten 3-6 kat daha yüksek bir kırılma tokluğuna (çatlak yayılmasına direnç) sahiptir. Bu malzeme dökme demirden daha toktur ve tokluğu WC-Co sermetininki ile kıyaslanabilir. Dönüşüm toklaştırılmış zirkonya bir çekiç ile muameleye dayanacak kadar toktur [40].

## BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

### 5.1. Deney Programı

Bu çalışmada 0,3 µm tane boyutunda ticari saf alümina ve 3-7 µm tane boyutuna sahip Ni tozu kullanılarak alumina matrisli nikel takviyeli kompozit hazırlanmıştır. Aluminaya Ni ilavesi % 1, 3, 5 ve 7 oranlarında yapılmıştır. Alumina-Ni karışımlarından hazırlanan numunelerin üretim aşamaları Şekil 5.1’de gösterilmiştir.



Şekil 5.1. Deney akış şeması

## 5.2. Deneysel Çalışmada İzlenen Yol

Çalışmada izlenen yol, genel bir çerçevede aşağıdaki gibidir.

### A. Toz karışımı hazırlanması

Mekanik karıştırma ile ağırlıkça;

%99 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1 Ni

%97 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3 Ni

%95 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %5 Ni ve

%93 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %7 Ni bileşimli karışımlar hazırlanmıştır.

### B. Sinterleme

Yukarıda belirtilen bileşimlerde hazırlanan toz karışımlarından 170 MPa basınç altında sıkıştırılarak elde edilen kompaktlar değişik sıcaklıklarda (1400, 1425 ve 1440°C) grafit ortamında sinterlenmiştir.

### C. Karakterizasyon

Sinterlenmiş ürünlerde aşağıdaki karakterizasyonlar gerçekleştirilmiştir.

- Pişme küçülmesi
- Yoğunluk
- Mekanik Özellikler
  - Sertlik
  - Kırılma Tokluğu
- Mikroyapı İncelemeleri
  - Optik Mikroskop
  - Taramalı elektron mikroskobu
- X ışınları

## D. Sonuçlar ve Tartışma

### 5.3. Toz Karışımlarının Hazırlanması

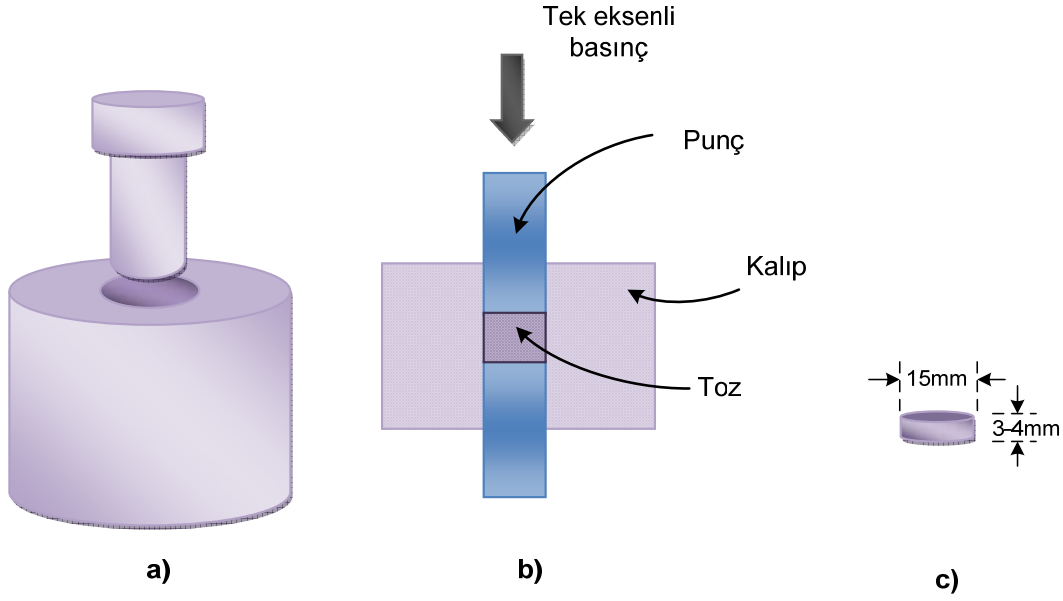
0,3  $\mu\text{m}$  tane boyutuna sahip ticari saf alumina tozuna değişik oranlarda (% 1, 3, 5 ve 7) 3-7  $\mu\text{m}$  tane boyutlu Ni tozu ilave edilerek homojen bir karıştırma sağlamak amacıyla mekanik karıştırmayla her bir kütle ayrı ayrı yaklaşık yarım saat süresince karıştırıldı. Numunelerin üretiminde hazırlanan karışım oranları Tablo 5.1'de verilmiştir.

Tablo 5.1. Hazırlanan karışımların % ağırlık oranları

Malzeme Kodu	Bileşim (Ağ.%)	
	Alumina	Ni
A <sub>1</sub>	99	1
A <sub>3</sub>	97	3
A <sub>5</sub>	95	5
A <sub>7</sub>	93	7

### 5.4. Tozların Şekillendirilmesi

Alumina tozu ile alumina-nikel toz karışımlarından 2'şer gr tartılan kütleler 15 mm çapında silindirik boşluğa sahip çelik kalıp (Şekil 5.2 a, b) içerisine yerleştirilmiştir. Çelik kalıp içerisindeki tozlar 0,1 mm/sn hızla 170 MPa basınçta DARTEC marka çekme-basma cihazında tek yönde basılarak disk şeklinde numuneler (Şekil 5.2 c) hazırlanmıştır.



Şekil 5.2. Tozların preslemesinde kullanılan kalıbın şematik resmi; a) kalıp, b) kesiti ve c) preslenmiş numune

## 5.5. Sinterleme

Şekillendirilen numuneler daha sonra 1400, 1425 ve 1440°C sıcaklıkta 1 saat süre ile grafit ortamında Herause marka yüksek sıcaklık fırınında sinterlenmiştir. Numuneler 5°C/dk ısıtma hızında sinterleme sıcaklığına ısıtılmış ve bu sıcaklıkta belirlenen süre bekletildikten sonra yine 5°C/dk soğutma hızında oda sıcaklığına soğutulmuşlardır.

### 5.5.1. Sinterlenen numunelerin karakterizasyonu

Numuneler sinterlendikten sonra metalografik olarak hazırlanmışlardır. Numunelerin her iki yüzeyi sırası ile 60, 220, 600 ve 1200 No'lu elmas zımpara ile zımparalanmış ve 6, 3 ve 1  $\mu\text{m}$ 'lik elmas pasta ile parlatılmıştır.

#### 5.5.1.1. Pişme Küçülmesi

Sinterleme sonrası numunelerde gerçekleşen küçülme miktarlarının belirlenmesi için etüvde kurutulmuş ve sinterlenmiş numunelerde dijital kumpas ile ölçüm yapılarak Denklem 5.1 yardımıyla pişme küçülmeleri hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Pişme küçülmesi} = \frac{D_1 - D_2}{D_1} \times 100 \quad (5.1)$$

Burada;

$D_1$  = Kuru numunenin uzunluğu (mm)

$D_2$  = Pişmiş (sinterlenmiş) numune uzunluğu (mm)

olarak tanımlanmıştır.

### 5.5.1.2. Yoğunluk

Sinterlenmiş numunelerin yoğunlukları Archimedes Prensibi ile ölçülmüştür. Bunun için numunelerin önce havada kuru ağırlıkları sonra da saf su içerisindeki ağırlıkları Metler marka hassas terazi ile ölçülerek, Denklem 5.2 yardımı ile bulk yoğunlukları, Denklem 5.3 ile de relatif yoğunlukları belirlenmiştir.

$$d_b = \frac{m_k}{m_k - m_s / d_{su}} \quad (5.2)$$

Burada;

$d_b$  = bulk yoğunluk (sinterlenmiş numunenin yoğunluğu),  $\text{gr/cm}^3$

$m_k$  = numunenin kuru ağırlığı, gr

$m_s$  = numunenin saf su içindeki ağırlığı, gr

$d_{su}$  = suyun yoğunluğu,  $\text{gr/cm}^3$

olarak tanımlanmıştır ve yüzde relatif yoğunluk (%RY),  $d_T$  teorik yoğunluğu göstermek üzere;

$$\%R.Y. = (d_b / d_T) \times 100 \quad (5.3)$$

ile verilir.

Alumina-nikel kompozitlerinin teorik yoğunlukları karışımlar kuralı ile belirlenmiştir.

### **5.5.1.3. Sertlik ve kırılma tokluğu**

Numunelerin sertlik ve kırılma toklukları parlatılmış yüzey üzerinde ZEISS marka sertlik cihazında Vickers elmas piramit uç kullanılarak 15 saniye süre ile belirlenmiştir. Sertlik ve kırılma tokluğu ölçümü için 10 kg yük uygulanmıştır. Sertlik izleri ve çatlak boyları OLYMPUS BH-3M optik mikroskoba bağlı dijital kalınlık ölçme cihazı ile ölçülmüş ve sertlik değerleri Denklem 4.5, kırılma toklukları ise Denklem 4.7 yardımı ile hesaplanmıştır.

### **5.5.1.4. SEM –EDS incelemesi**

Metalografik olarak hazırlanan numunelerin mikroyapıları Jeol Marka JSM 6060 LV model SEM mikroskobu ile incelenmiş ve EDS analizleri alınmıştır.

### **5.5.1.5. X-ışınları difraksiyon analizi (XRD)**

Sinterlenmiş numunelerde bulunan fazlar Rigaku marka D/MAX/2200/PC model x-ışınları (XRD) cihazı ile  $10 \leq 2\theta \leq 80$  açılarında Cu K $\alpha$  ( $\lambda=1,5418 \text{ \AA}$ ) radyasyonu kullanılarak belirlenmiştir.

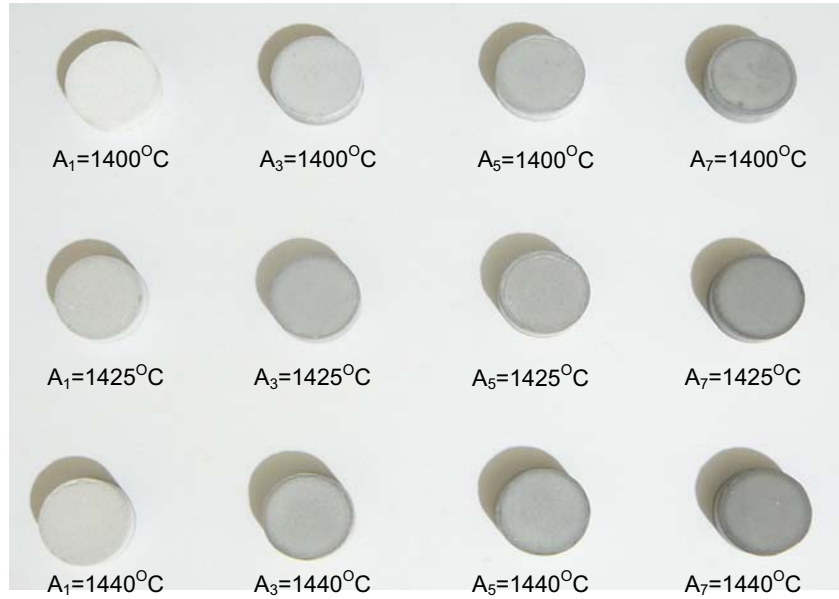


## BÖLÜM 6. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEMELER

### 6.1. Sinterlenmiş Numunelerin Karakterizasyonu

#### 6.1.1. Pişme küçülmesi

Farklı sinterleme sıcaklıkları sonrasında farklı bileşimlerdeki numunelerin makro görüntüleri Şekil 6.1'de gösterilmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi, artan nikel ilavesiyle numunelerin renkleri koyulaşmaktadır. Ayrıca yine makro boyutta inceleme yapıldığında boyutsal bir değişimin olduğu, artan sinterleme sıcaklığıyla numune boyutlarının daha da küçüldüğü belirlenmiştir.



Şekil 6.1. Sinterleme sıcaklığına bağlı test numunelerinin makro görüntüleri

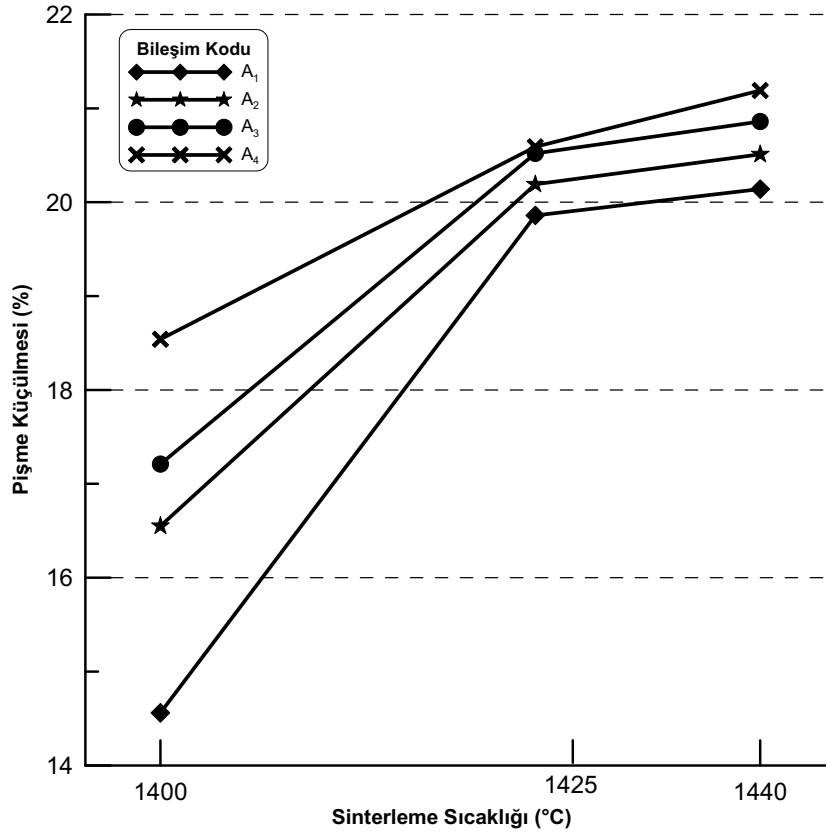
Alumina ve nikel tozlarının karışımlarından hazırlanan peletler ( $A_1$ ,  $A_3$ ,  $A_5$ ,  $A_7$ ), 1400, 1425 ve 1440°C sıcaklıkta 1 saat süre ile grafit ortamında sinterlendikten sonra numunelerin pişme küçülmesi değerleri hesaplanmış ve elde edilen değerler Tablo

6.1’de verilmiştir. Bu değerler arasındaki ilişki ise Şekil 6.1’de gösterilmiştir. Artan sinterleme sıcaklığı ile sinterlemenin artmasına bağlı olarak tüm numunelerde boyutsal olarak küçülmeler gözlenmiştir.

Tablo 6.1. Sinterleme sıcaklığına bağlı pişme küçülmesi % değerleri

Bileşim Kodu	Pişme küçülmesi %		
	Sinterleme Sıcaklığı (°C)		
	1400	1425	1440
A <sub>1</sub>	14,56	19,86	20,14
A <sub>3</sub>	16,55	20,19	20,51
A <sub>5</sub>	17,21	20,52	20,86
A <sub>7</sub>	18,54	20,59	21,19

Nikelin ergime sıcaklığı 1453°C iken aluminanın ergime sıcaklığı 2015°C’dir. Dolayısıyla %1 oranında nikel ihtiva eden kompozitteki alumina oranının fazlalığından ötürü 1400°C sinterleme sıcaklığı yetersiz gelmiştir ve en düşük pişme küçülmesi değeri bu sıcaklık ve bu bileşim için kaydedilmiştir. Yine diğer bileşimler için de en düşük pişme küçülmesi değerleri 1400°C’de elde edilmiştir. Nikel içeriğine ve sıcaklık artışına bağlı olarak pişme küçülmesi de artmıştır. En yüksek pişme küçülmesi ise 1440°C’de %7 Ni içeren, Ni-alumina peletinde gerçekleşmiştir.



Şekil 6.2. Numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı % pişme küçülmesinin değişimi

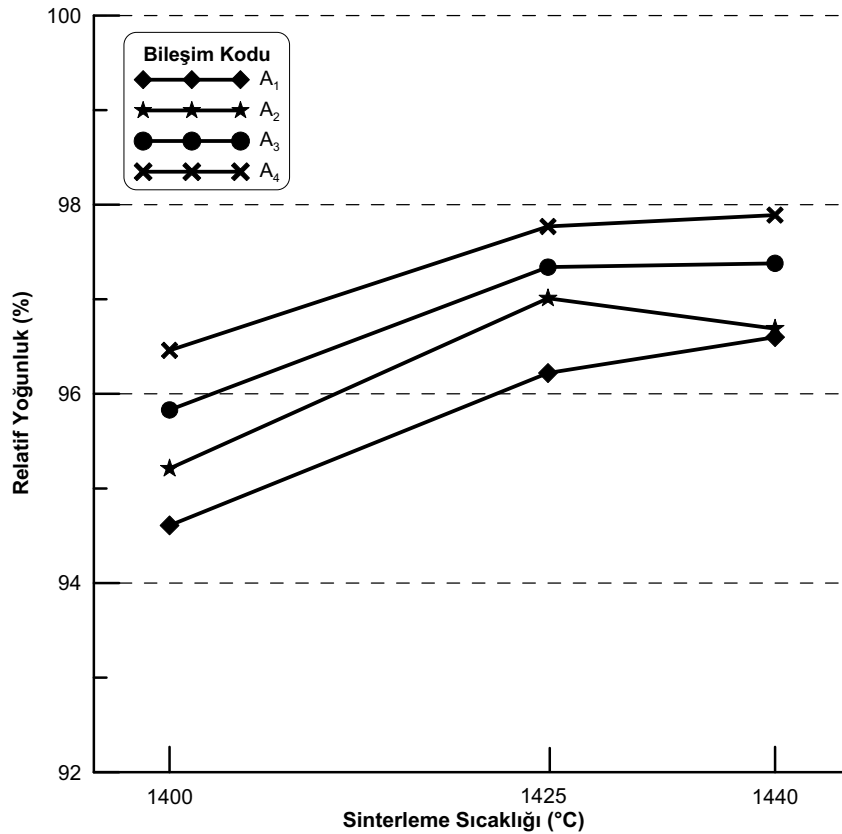
### 6.1.2. Yoğunluk

Sinterlenmiş numunelerin yoğunlukları Archimedes prensibi ile ölçülmüştür. Sinterleme sıcaklığı ve nikel içeriğine bağlı olarak meydana gelen yoğunluk değişimi Tablo 6.2'deki verilerden hareketle Şekil 6.3'te gösterilmiştir. Genel olarak sinterleme sıcaklığı ve nikel içeriği ile kompozitlerin yoğunlukları artmıştır.

Tablo 6.2. Sinterlenmiş numunelerin % relatif yoğunlukları

Bileşim Kodu	% Relatif Yoğunluk		
	Sinterleme Sıcaklığı (°C)		
	1400	1425	1440
A <sub>1</sub>	94,61	96,22	96,60
A <sub>3</sub>	95,21	97,01	96,69
A <sub>5</sub>	95,83	97,34	97,38
A <sub>7</sub>	96,46	97,77	97,89

Nikelin  $8,9 \text{ g/cm}^3$  olan yüksek yoğunluk değeri artan nikel içeriğiyle alumina nikel kompozitlerinin de yoğunluğunun artmasına yol açmış buna paralel olarak da sıcaklık arttıkça kompozitlerin daha iyi sinterlendiği sonucuna varılmıştır. En düşük yoğunluk değeri  $1400^\circ\text{C}$ 'de  $A_1$  kodlu numunede buna karşın en yüksek yoğunluk değeri de  $1440^\circ\text{C}$ 'de  $A_7$  kodlu numune için elde edilmiştir.



Şekil 6.3. Numunelerin sinterleme sıcaklığına bağlı relatif yoğunluk değişimi

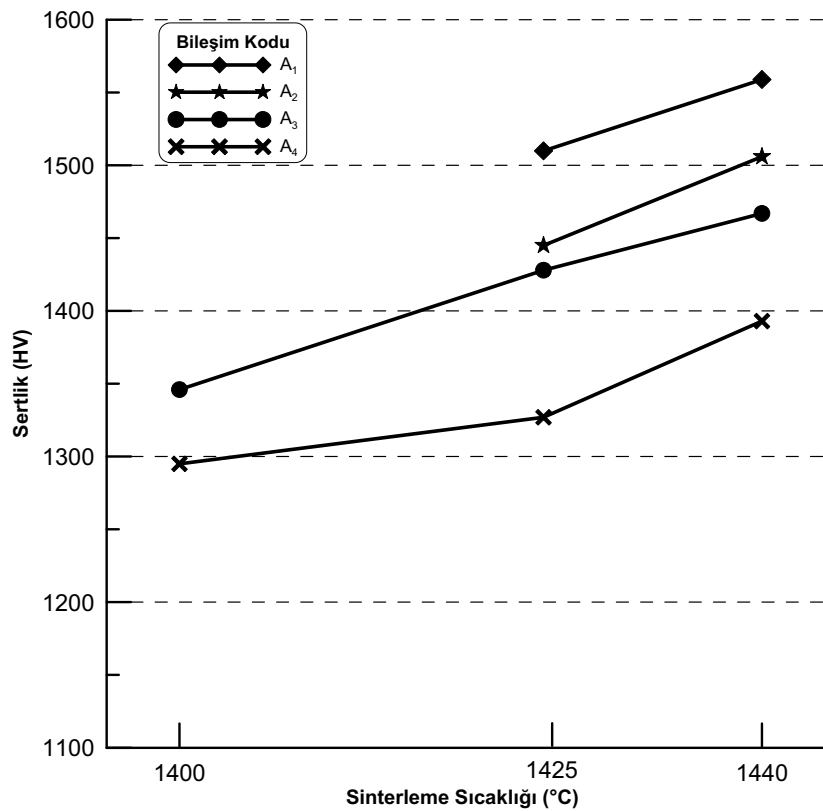
### 6.1.3. Sertlik

Sinterlenmiş numunelerin sertlikleri parlatılmış yüzeyler üzerine mikrosertlik cihazında Vickers piramit elmas uç kullanarak 15 sn süre ile 10 kg yük uygulanarak belirlenmiştir. Sertlik değerleri Tablo 6.3'de verilmektedir. Her bir değer 3 ayrı ölçümün ortalamasıdır. Şekil 6.4'de Tablo 6.3'deki değerler yardımı ile çizilmiştir.

Tablo 6.3. Sinterlenmiş numunelerin sertlik değerleri, HV

Bileşim Kodu	Vickers sertlik değerleri (HV)		
	Sinterleme Sıcaklığı (°C)		
	1400	1425	1440
A <sub>1</sub>	-	1510	1559
A <sub>3</sub>	-	1445	1506
A <sub>5</sub>	1346	1428	1467
A <sub>7</sub>	1295	1327	1393

Alumina yüksek sertliğe sahip bir seramiktir. Kırılma dayanıklılığını azaltıp kırılma tokluğunu artırmak için üretilen nikel partikül takviyeli alumina matrisli kompozitin sertliği aluminaya nazaran daha düşük sertliğe sahip olan nikel partiküllerinden ötürü bir miktar düşmektedir. Bu düşüş sinterlemenin en iyi gerçekleştiği 1440°C'de ve % 7 nikel içerikli alumina kompozitinde en belirgin düzeydedir. 1400°C, A<sub>1</sub> ve A<sub>3</sub> bileşimli numunelerde sertlik izi alınmasına imkân verecek kadar yeterli gelmediğinden sertlik değeri alınamamıştır.



Şekil 6.4. Numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı sertlik değişimi

#### 6.1.4. Kırılma tokluğu

Numunelerin 10 kg yük uygulayarak elde edilen kırılma tokluğu değerleri Tablo 6.4’de verilmiştir. Her bir değer 3 ayrı ölçümün ortalamasıdır. Şekil 6.5’de Tablo 6.4’deki değerler yardımı ile çizilmiştir. Sinterlenmiş numunelerin kırılma tokluğu değerleri nikel içeriğinin artışı ile artmıştır. Nikel partikül takviyesinin çatlak ilerlemesine etkisi Şekil 6.5’deki gibidir.

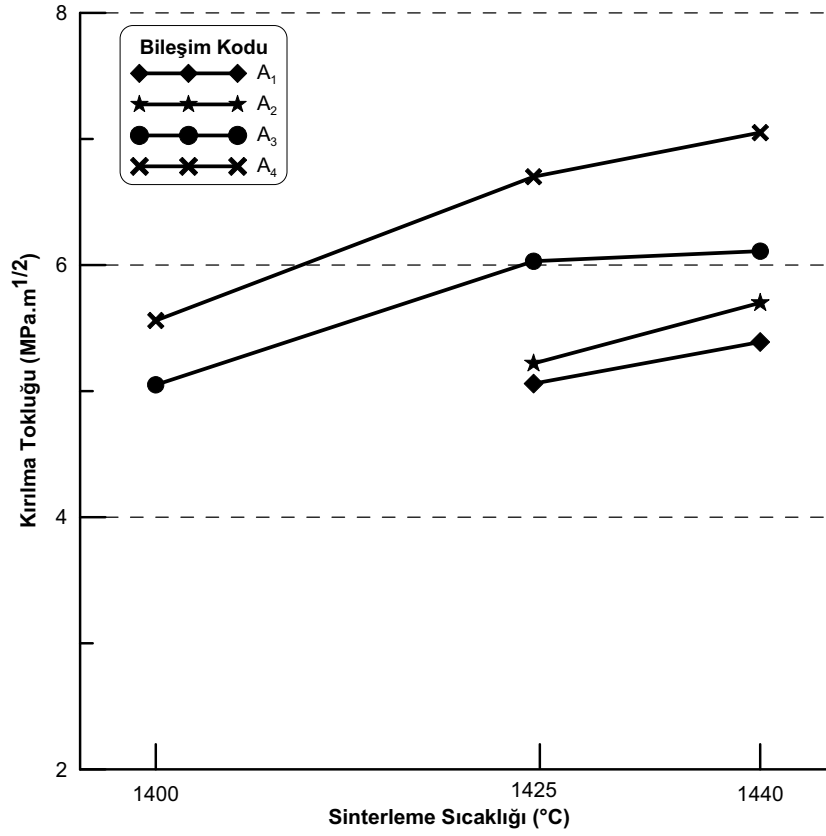


Şekil 6.5. 10 kg yük uygulanması sonucu kompozitte oluşan çatlaklara partikül takviyesinin etkisi

İlave sünek partiküller çatlak ilerlemesini köprü oluşturarak, çatlak yolunu saptırarak ve kalıntı basma gerilmeleri oluşturarak seramiğinin kırılma tokluğunu 1440°C’de ağırlıkça %7 nikel ilavesiyle 7,05 MPa.m<sup>1/2</sup> değerlerine artırmışlardır.

Tablo 6.4. Sinterlenmiş numunelerin kırılma tokluğu değerleri, MPa.m<sup>1/2</sup>

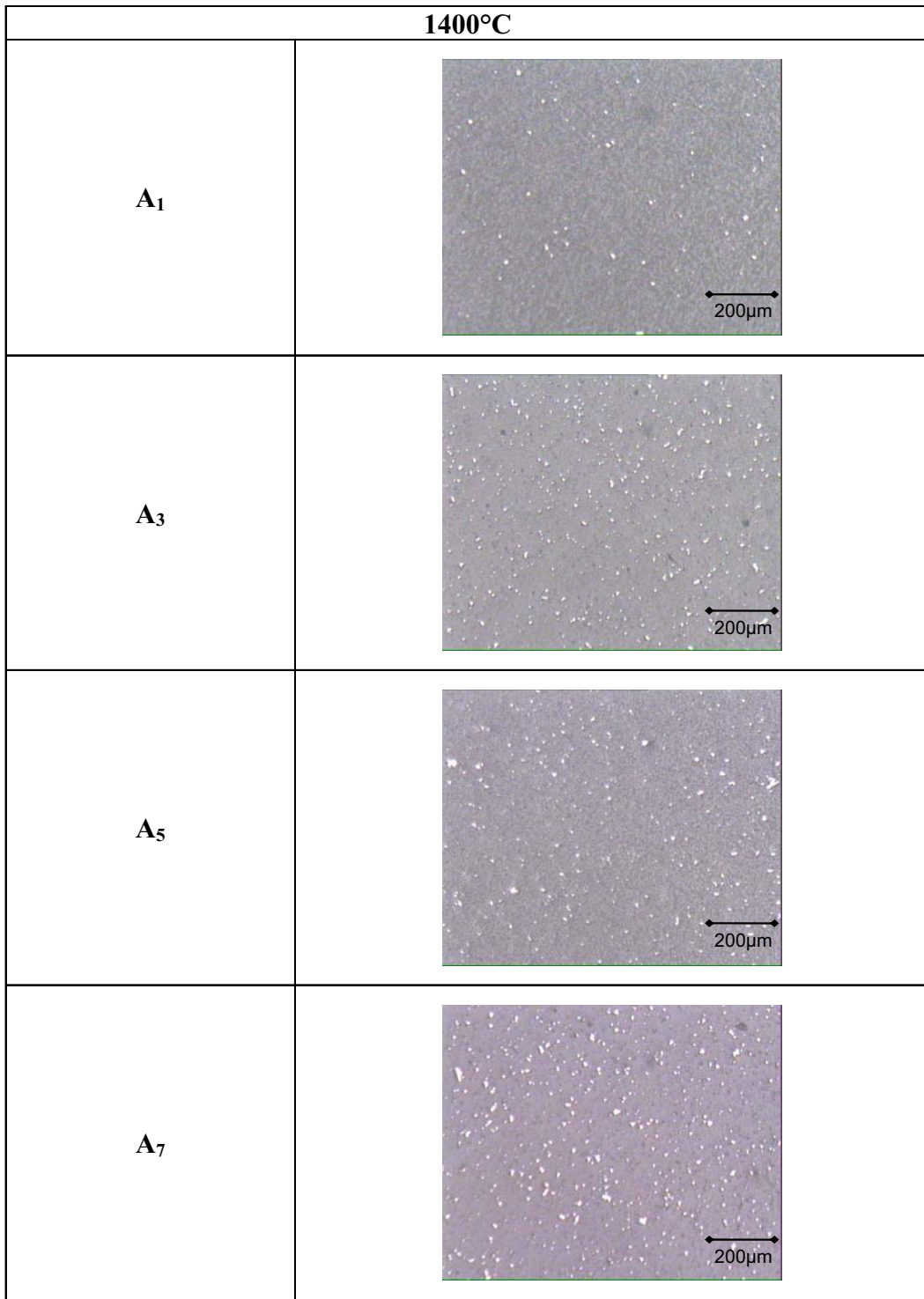
Bileşim Kodu	Kırılma Tokluğu değerleri (MPa.m <sup>1/2</sup> )		
	Sinterleme Sıcaklığı (°C)		
	1400	1425	1440
A <sub>1</sub>	-	5,06	5,39
A <sub>3</sub>	-	5,22	5,70
A <sub>5</sub>	5,05	6,03	6,11
A <sub>7</sub>	5,56	6,70	7,05



Şekil 6.6. Numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı kırılma tokluğu değerleri değişimi

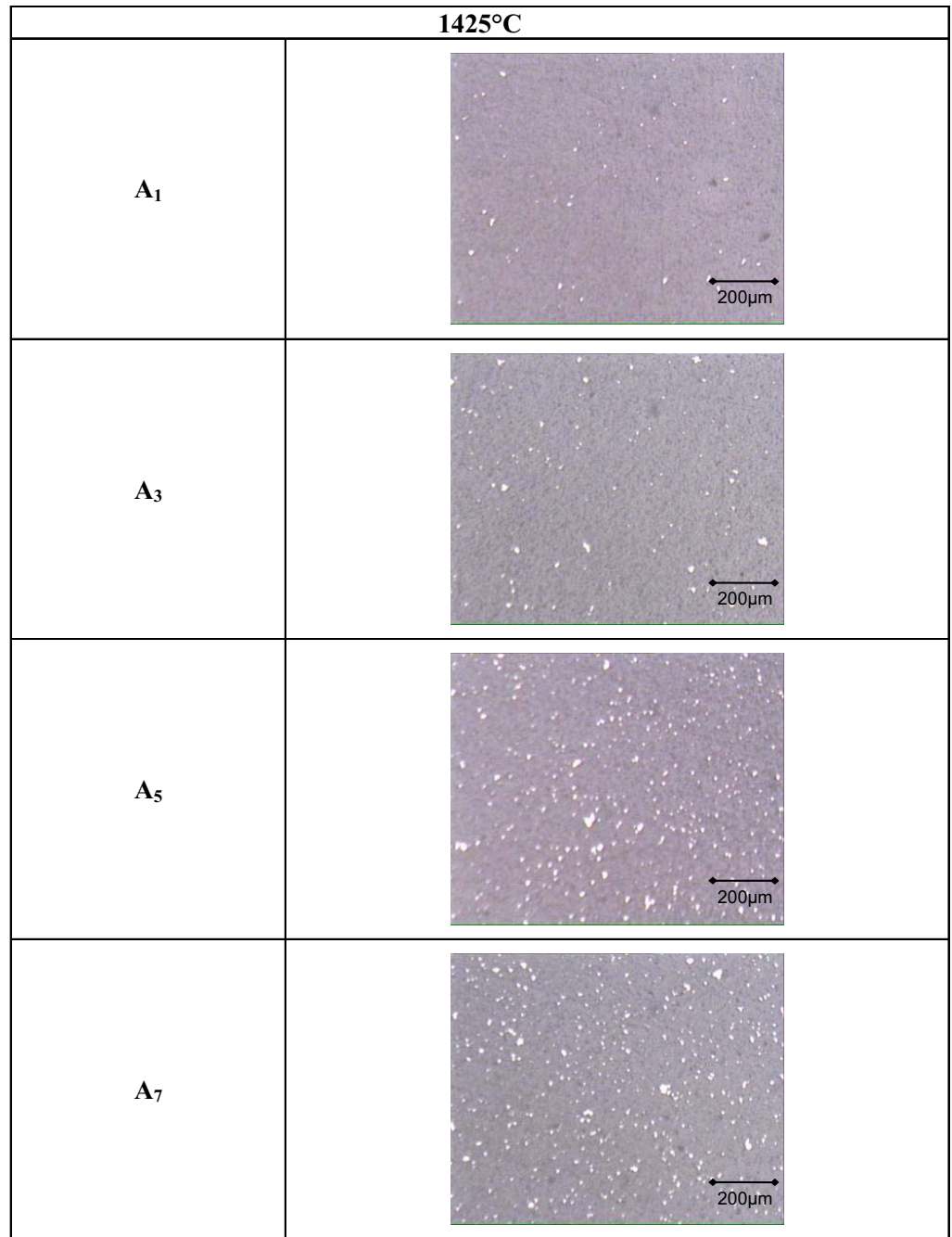
### 6.1.5. Optik incelemeler

1400, 1425 ve 1440°C’de 1 saat süresince sinterlenmiş ağırlıkça % 1, 3, 5 ve 7 Ni içeren alumina kompozitlerine ait 50 büyütmede alınan optik mikroskop görüntüleri Şekil 6.7 - Şekil 6.13’deki gibidir. Mikrograflarda gri görülen faz metalik nikel, siyah renkteki ana faz ise aluminadır. Optik mikroskoptan elde edilen fotoğraflara bakıldığında alumina matristeki nikel dağılımının üniform olduğu görülmektedir.

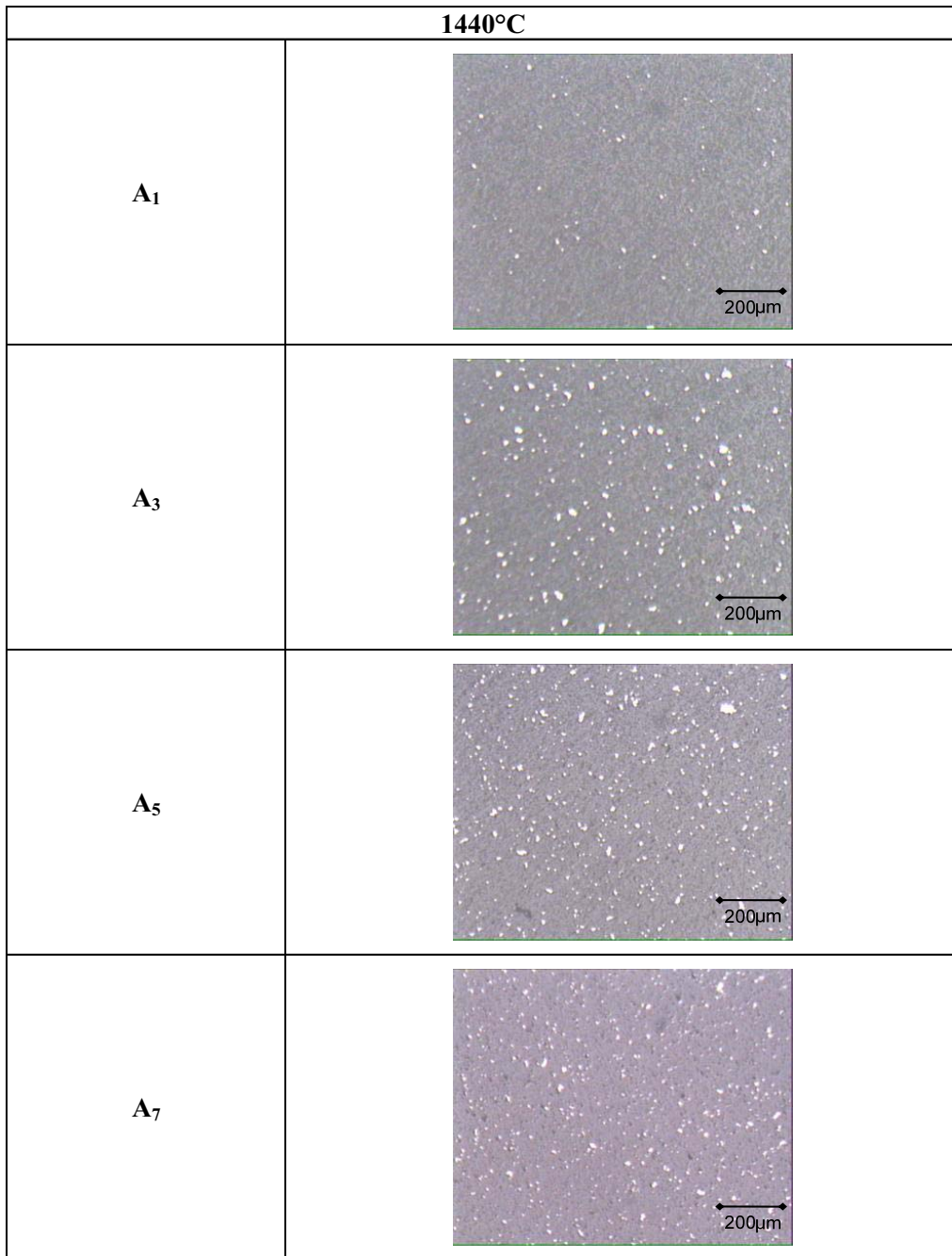


Şekil 6.7. 1400°C’de 1saat süresince sinterlenen % 1, 3, 5 ve 7 Ni içeren Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> seramik kompozitler

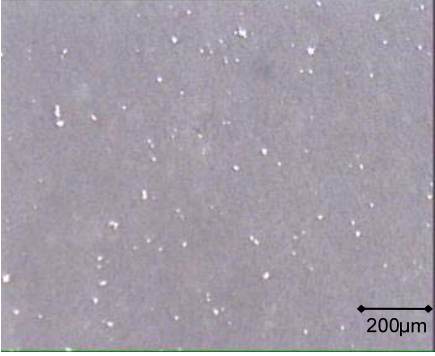
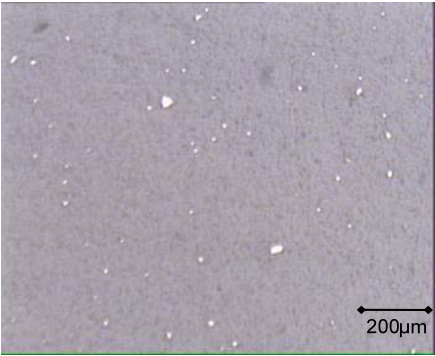
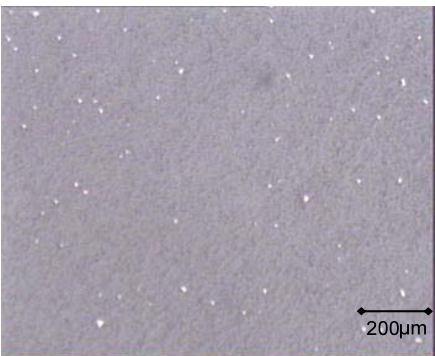





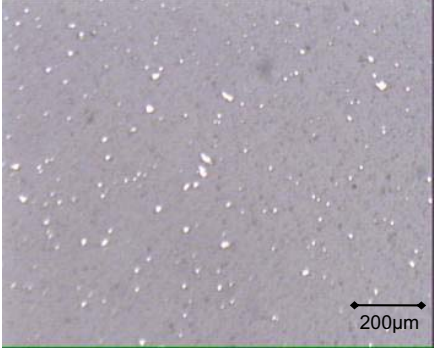
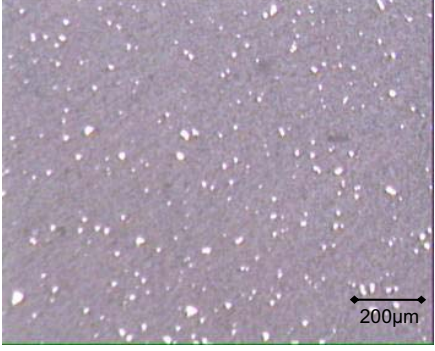
Şekil 6.8. 1425°C'de 1saat süresince sinterlenen % 1, 3, 5 ve 7 Ni içeren Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> seramik kompozitler




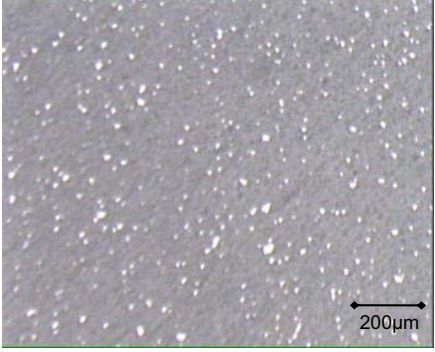
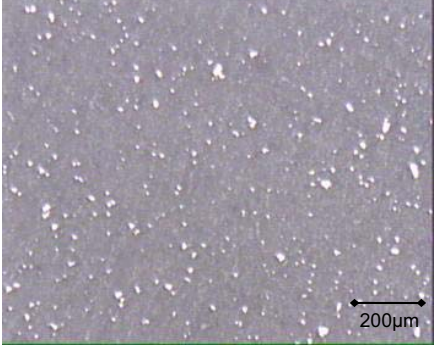
Şekil 6.9. 1440°C'de 1saat süresince sinterlenen % 1, 3, 5 ve 7 Ni içeren Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> seramik kompozitler

Sıcaklık (°C)	A <sub>1</sub>
1400	 Micrograph showing the microstructure of the Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> composite at 1400°C. The image displays a dark matrix with numerous small, bright, irregularly shaped particles. A scale bar in the bottom right corner indicates 200µm.
1425	 Micrograph showing the microstructure of the Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> composite at 1425°C. The image displays a dark matrix with numerous small, bright, irregularly shaped particles. A scale bar in the bottom right corner indicates 200µm.
1440	 Micrograph showing the microstructure of the Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> composite at 1440°C. The image displays a dark matrix with numerous small, bright, irregularly shaped particles. A scale bar in the bottom right corner indicates 200µm.


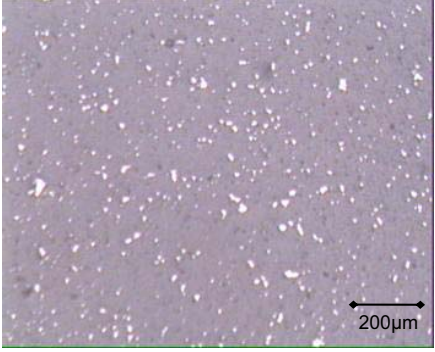
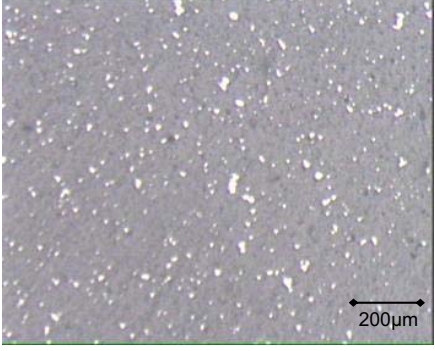
Şekil 6.10. 1400, 1425 ve 1440 °C’de 1 saat süresince sinterlenmiş ağırlıkça % 1 Ni içeren Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompoziti

Sıcaklık (°C)	A <sub>3</sub>
1400	 Micrograph showing the microstructure of the Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> composite with 3% Ni sintered at 1400°C. The image displays a dark matrix with numerous small, bright, irregularly shaped particles. A scale bar in the bottom right corner indicates 200µm.
1425	 Micrograph showing the microstructure of the Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> composite with 3% Ni sintered at 1425°C. The image displays a dark matrix with numerous small, bright, irregularly shaped particles. A scale bar in the bottom right corner indicates 200µm.
1440	 Micrograph showing the microstructure of the Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> composite with 3% Ni sintered at 1440°C. The image displays a dark matrix with numerous small, bright, irregularly shaped particles. A scale bar in the bottom right corner indicates 200µm.

Şekil 6.11. 1400, 1425 ve 1440 °C'de 1 saat süresince sinterlenmiş ağırlıkça % 3 Ni içeren Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompoziti

Sıcaklık (°C)	A <sub>5</sub>
1400	
1425	
1440	

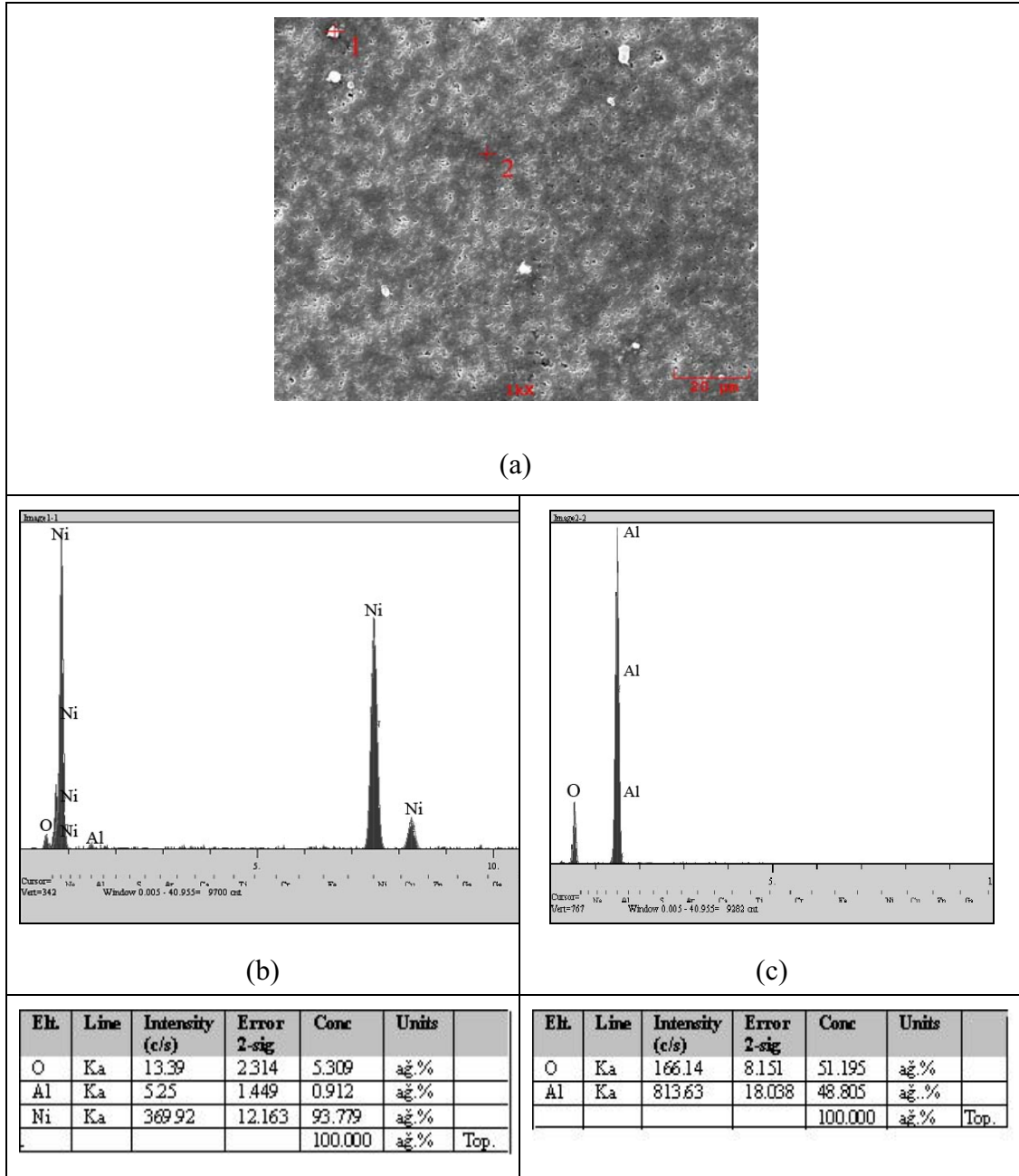
Şekil 6.12. 1400, 1425 ve 1440 °C'de 1 saat süresince sinterlenmiş ağırlıkça % 5 Ni içeren Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompoziti

Sıcaklık (°C)	A <sub>7</sub>
1400	 Micrograph showing the microstructure of the Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> composite with 7% Ni sintered at 1400°C. The image displays a dark matrix with numerous small, light-colored particles. A scale bar in the bottom right corner indicates 200µm.
1425	 Micrograph showing the microstructure of the Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> composite with 7% Ni sintered at 1425°C. The image displays a dark matrix with numerous small, light-colored particles. A scale bar in the bottom right corner indicates 200µm.
1440	 Micrograph showing the microstructure of the Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> composite with 7% Ni sintered at 1440°C. The image displays a dark matrix with numerous small, light-colored particles. A scale bar in the bottom right corner indicates 200µm.

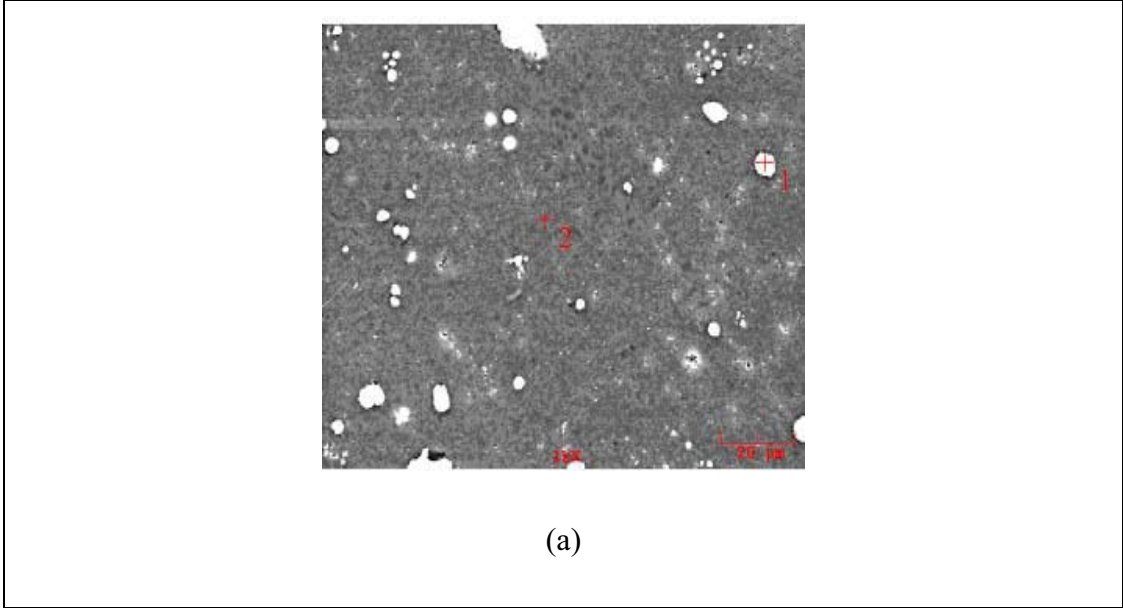
Şekil 6.13. 1400, 1425 ve 1440 °C'de 1 saat süresince sinterlenmiş ağırlıkça % 7 Ni içeren Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompoziti

### 6.1.6. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

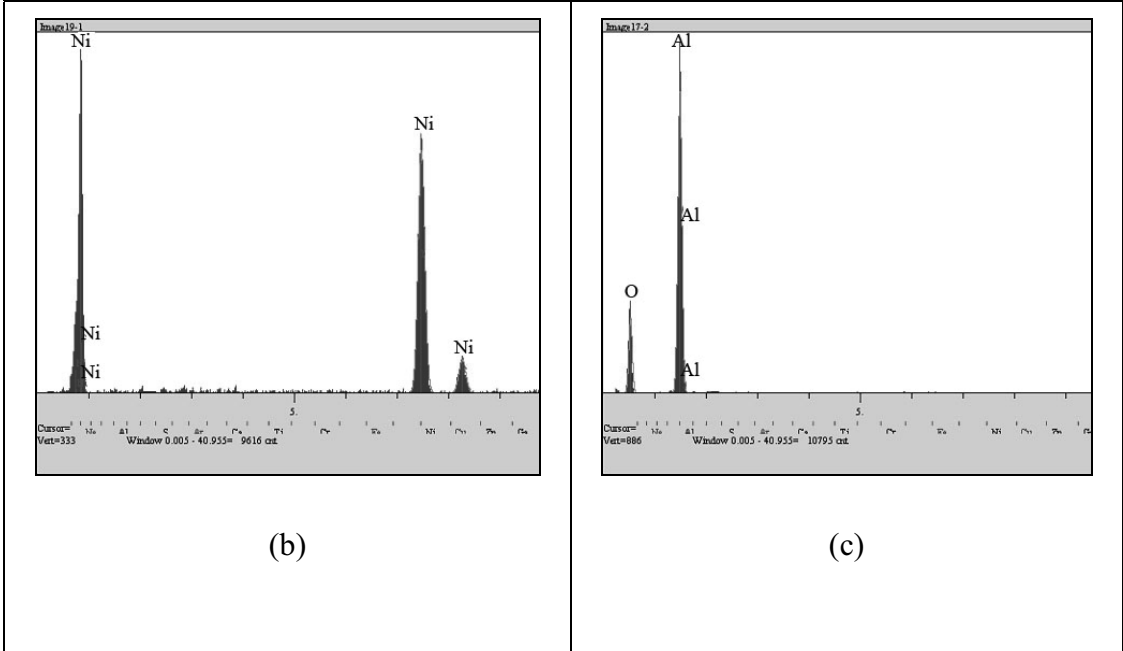
1400 °C’de grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>1</sub>, A<sub>3</sub>, A<sub>5</sub> ve A<sub>7</sub> kompozitlerine ait EDS analizi Şekil 6.14 - Şekil 6.18’de verilmiştir. Şekillerde gri metalik faz nikel partiküllerine, siyah matris ise aluminaya aittir. EDS analizi sonucunda da kompozitlerin oksitlenmeden sinterlendiği belirlenmiştir.



Şekil 6.14. 1400°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>1</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a) SEM mikrografi, b) (1), c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.



(a)



(b)

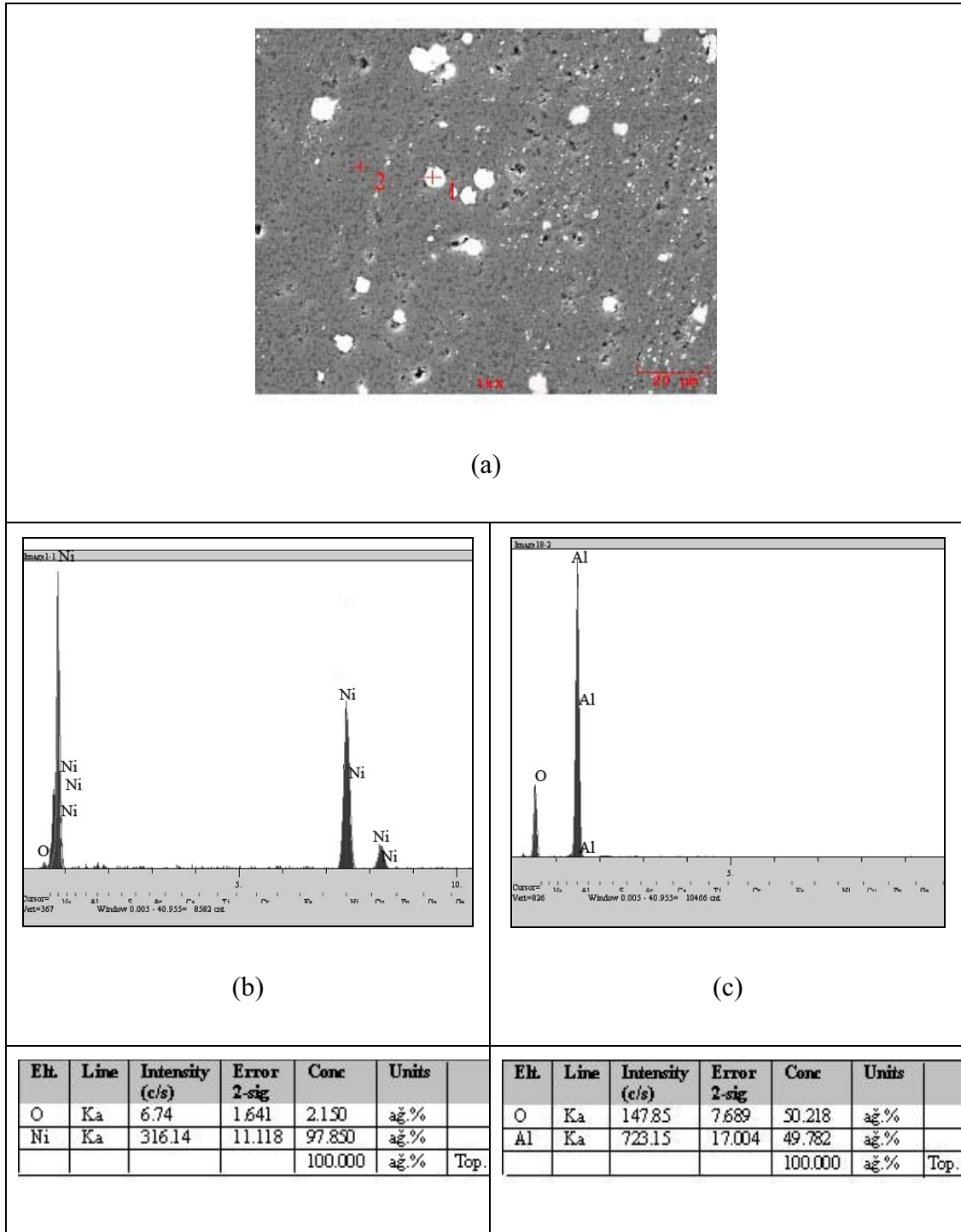
(c)

El.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units
Ni	Ka	326.45	11.425	100.000	ağ.%
				100.000	ağ.% Top.

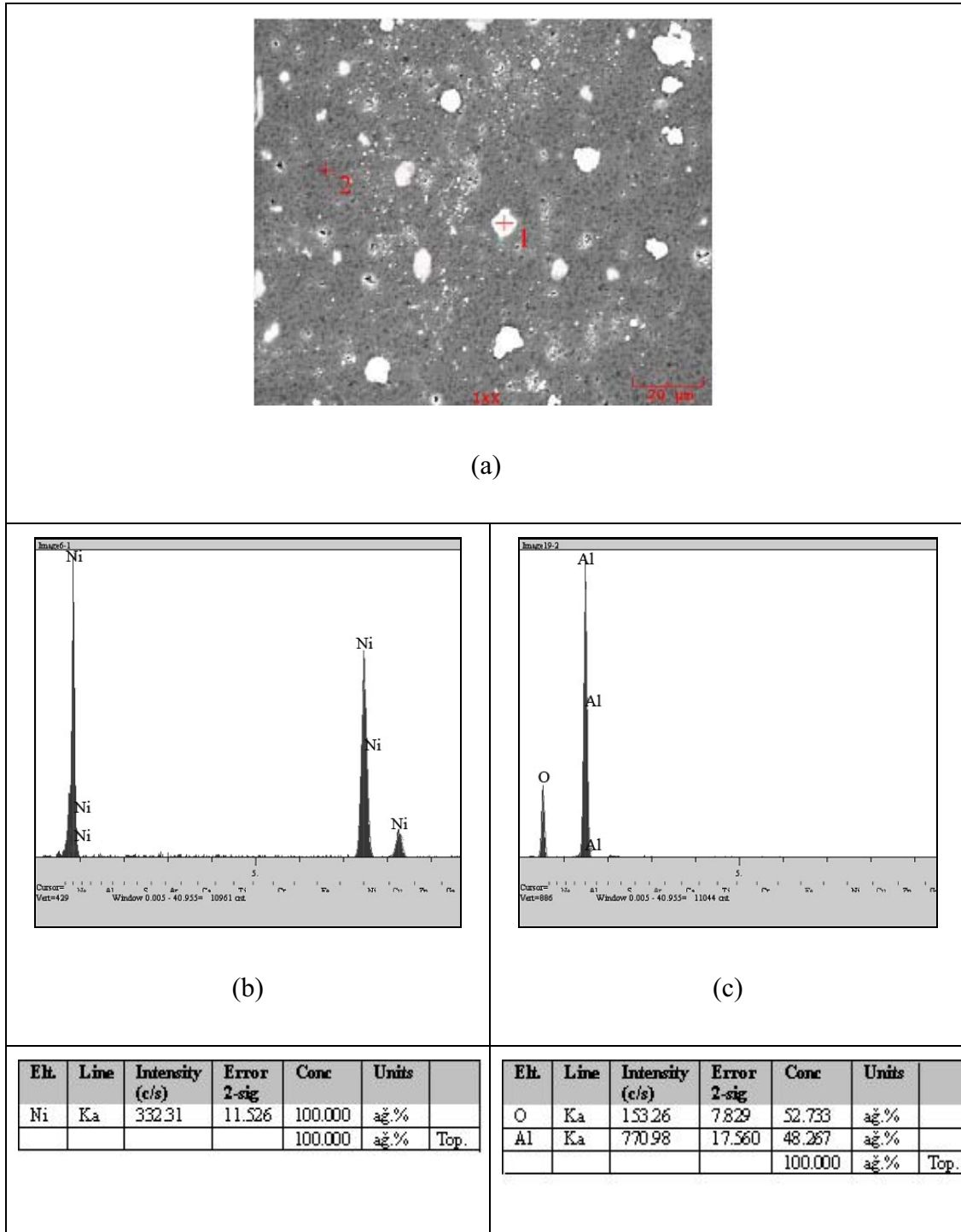
El.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units
O	Ka	157.31	7.930	30.893	ağ.%
Al	Ka	739.83	17.197	49.107	ağ.%
				100.000	ağ.% Top.

Şekil 6.15. 1400°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>3</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a) SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.



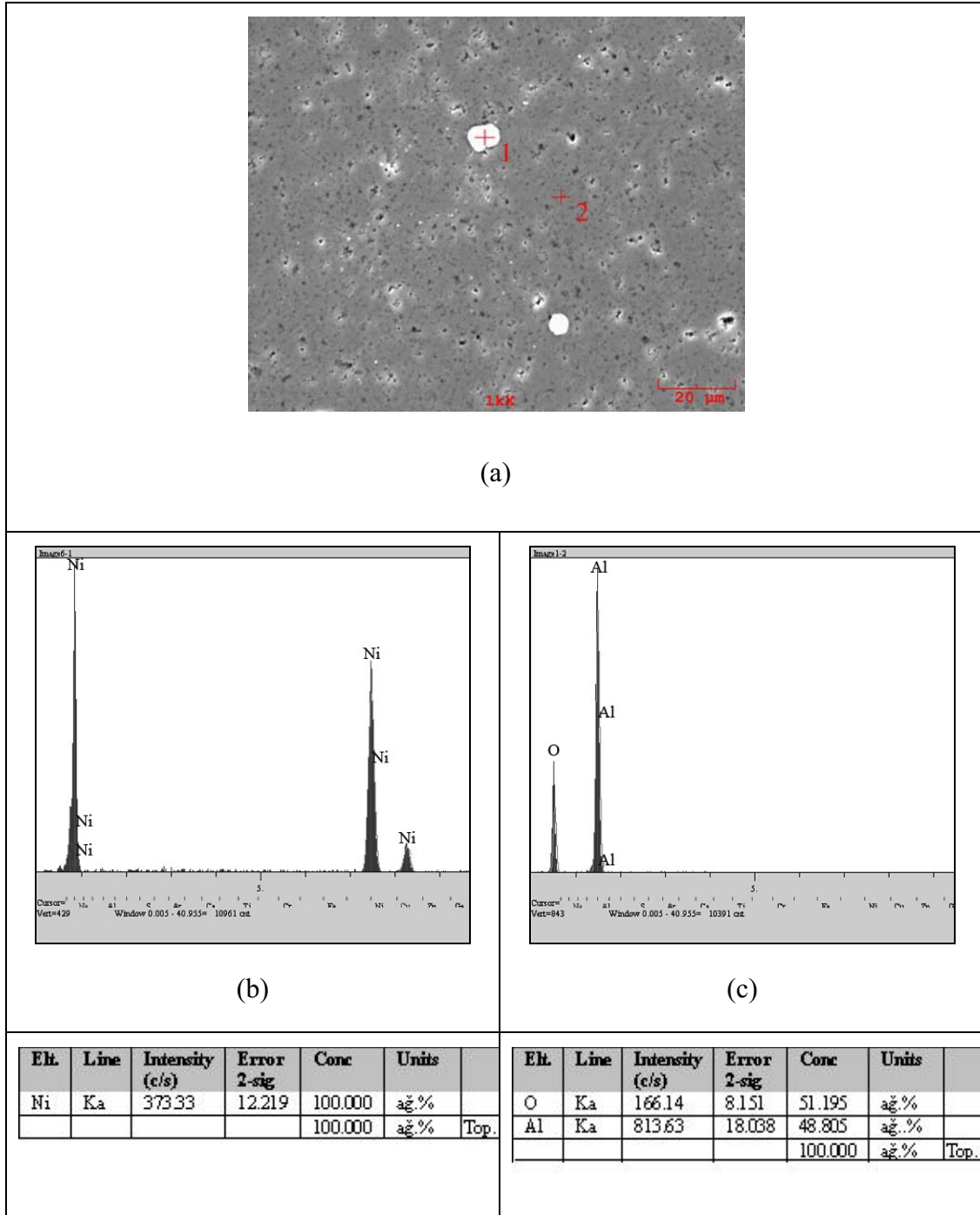


Şekil 6.16. 1400°C'de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>5</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a) SEM mikrografı, b) (1), c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.

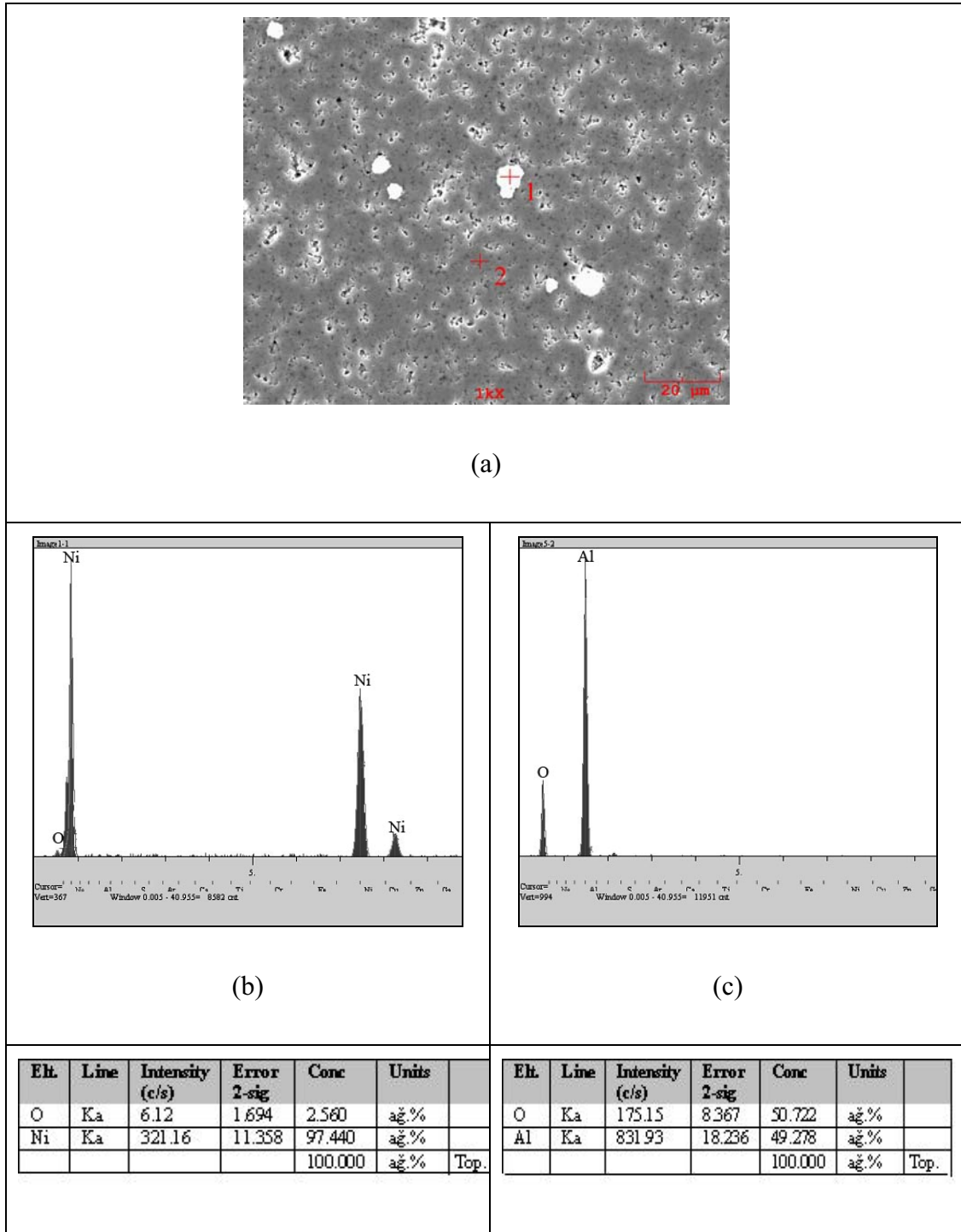


Şekil 6.17. 1400°C'de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>7</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a) SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.

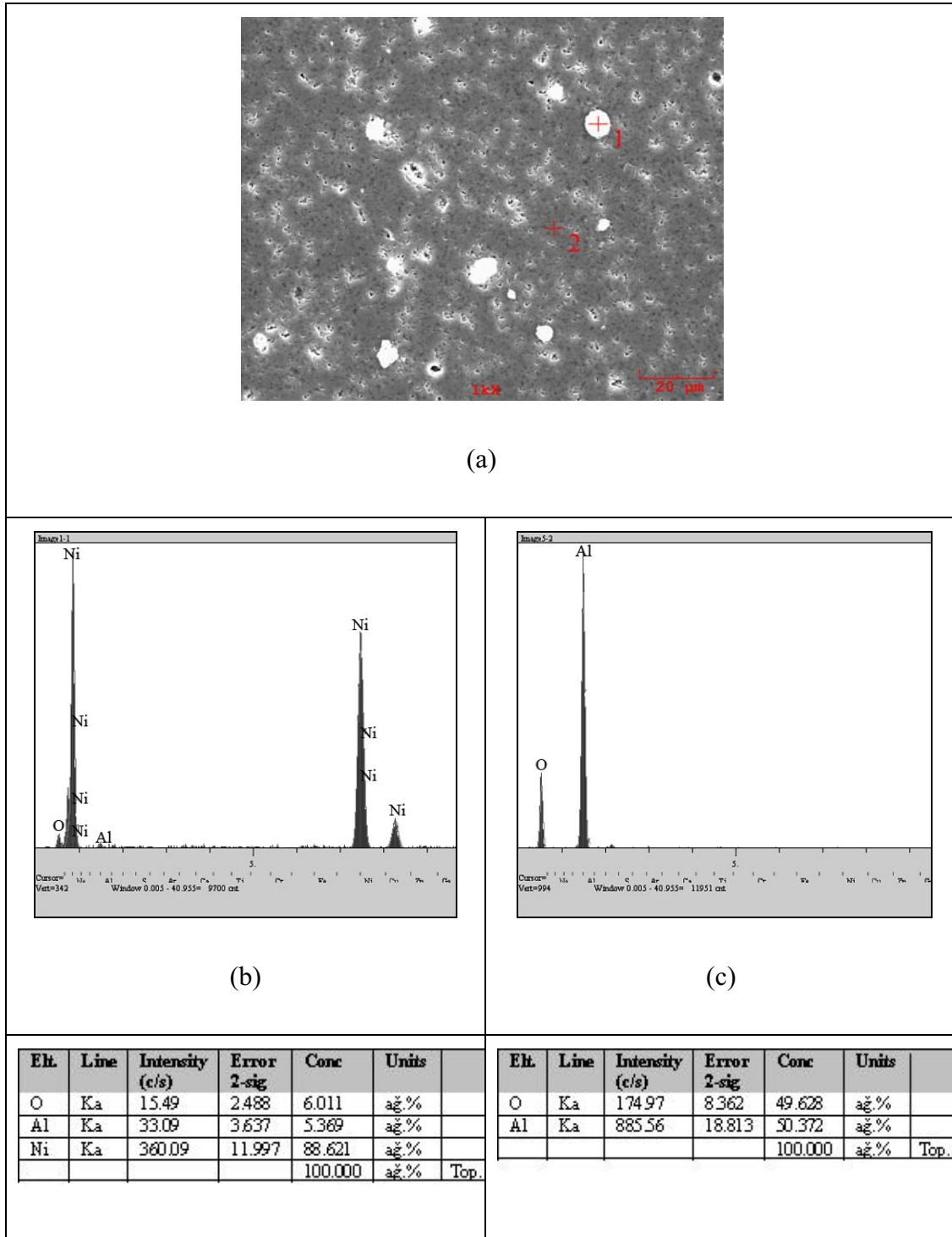
1425 °C’de grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>1</sub>, A<sub>3</sub>, A<sub>5</sub> ve A<sub>7</sub> kompozitlerine ait EDS analizi Şekil 6.18 - Şekil 6.21’de verilmiştir.



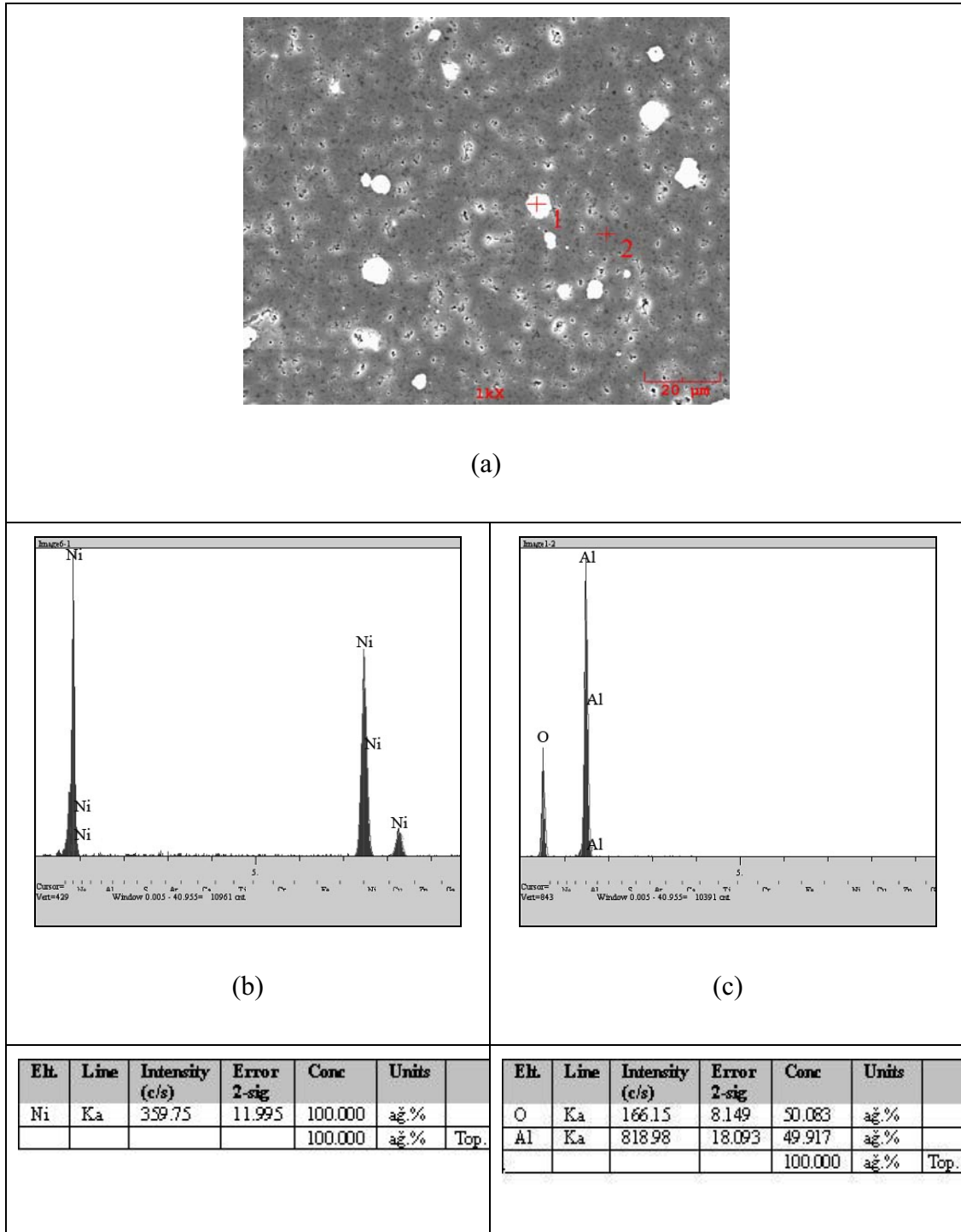
Şekil 6.18. 1425°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>1</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a) SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.



Şekil 6.19. 1425°C'de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>3</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi a) SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.

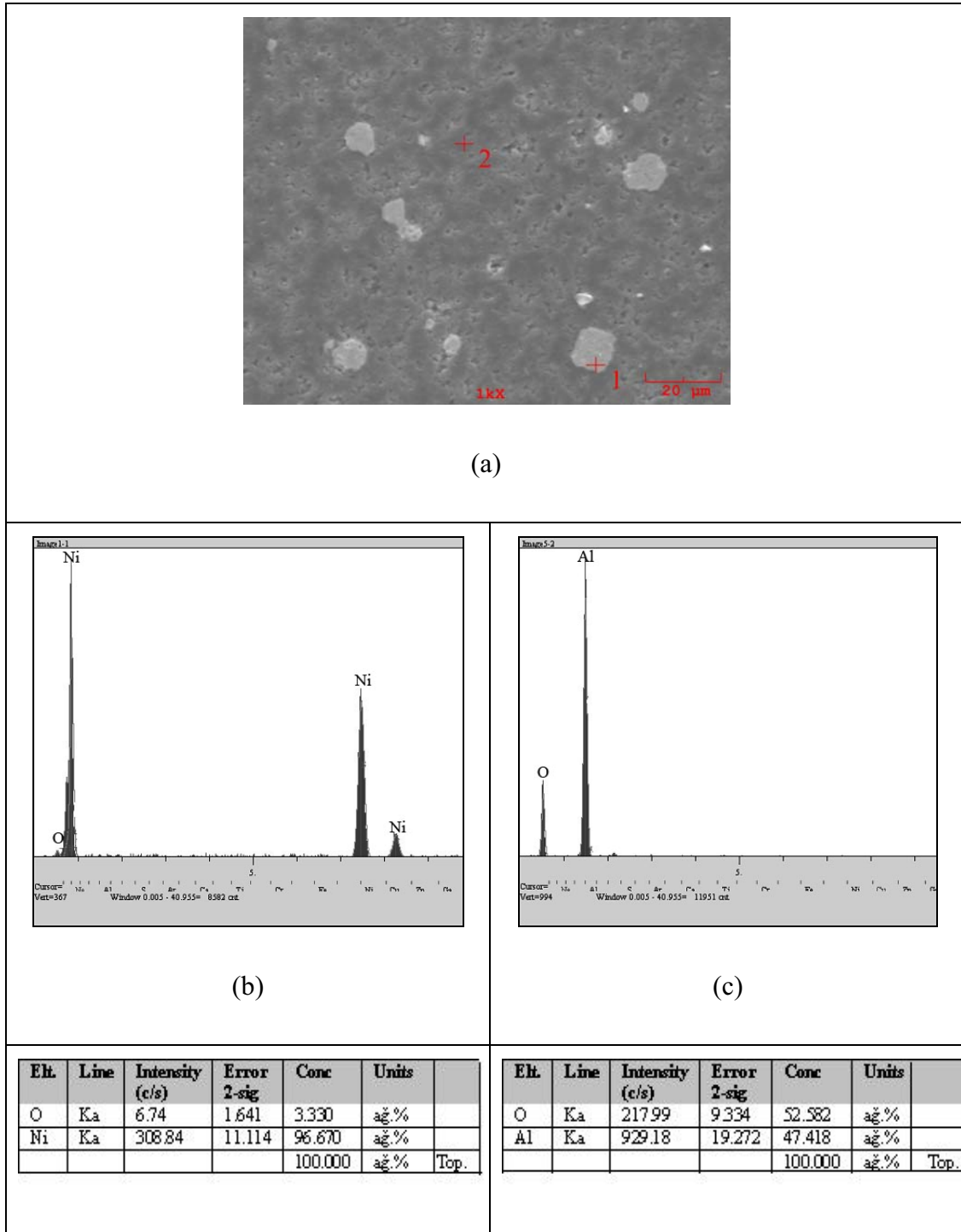


Şekil 6.20. 1425°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>5</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi  
a)SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.

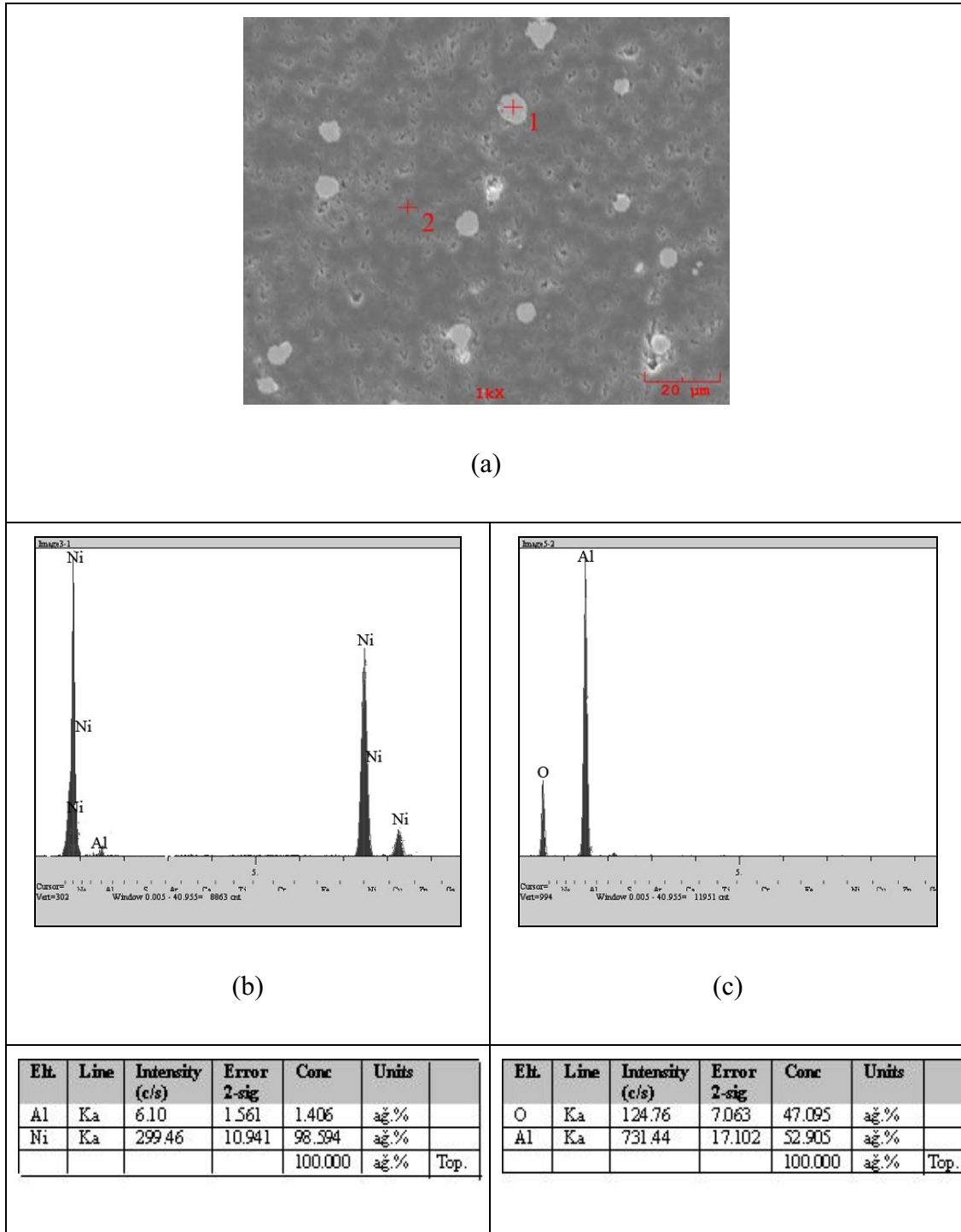


Şekil 6.21. 1425°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>7</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi  
a)SEM mikrofrafı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.

1440 °C’de grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>1</sub>, A<sub>3</sub>, A<sub>5</sub> ve A<sub>7</sub> kompozitlerine ait EDS analizi Şekil 6.22 - Şekil 6.25’te verilmiştir.

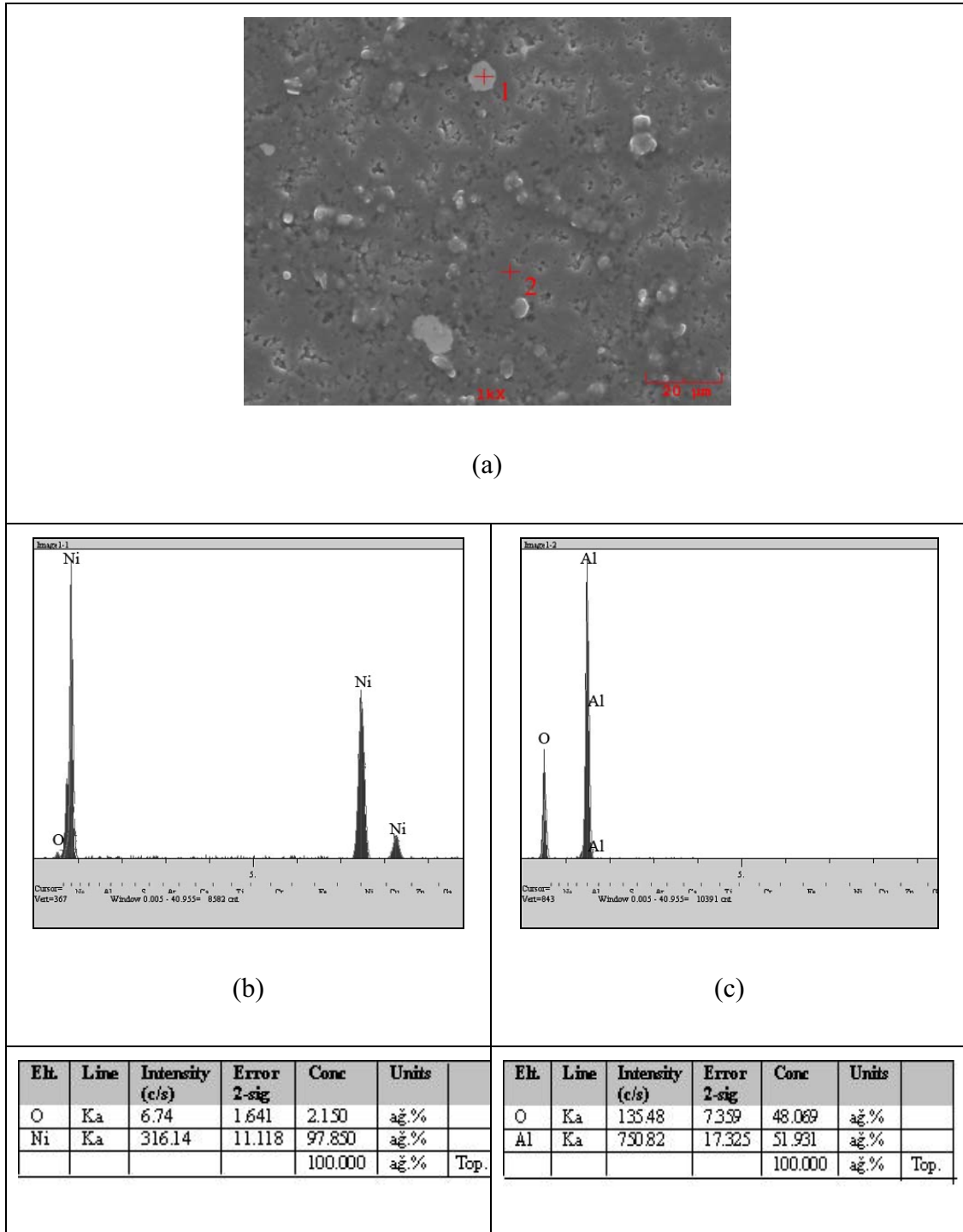


Şekil 6.22.1440°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A1 kodlu kompozitin SEM-EDS analizi  
a)SEM mikrografi, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.

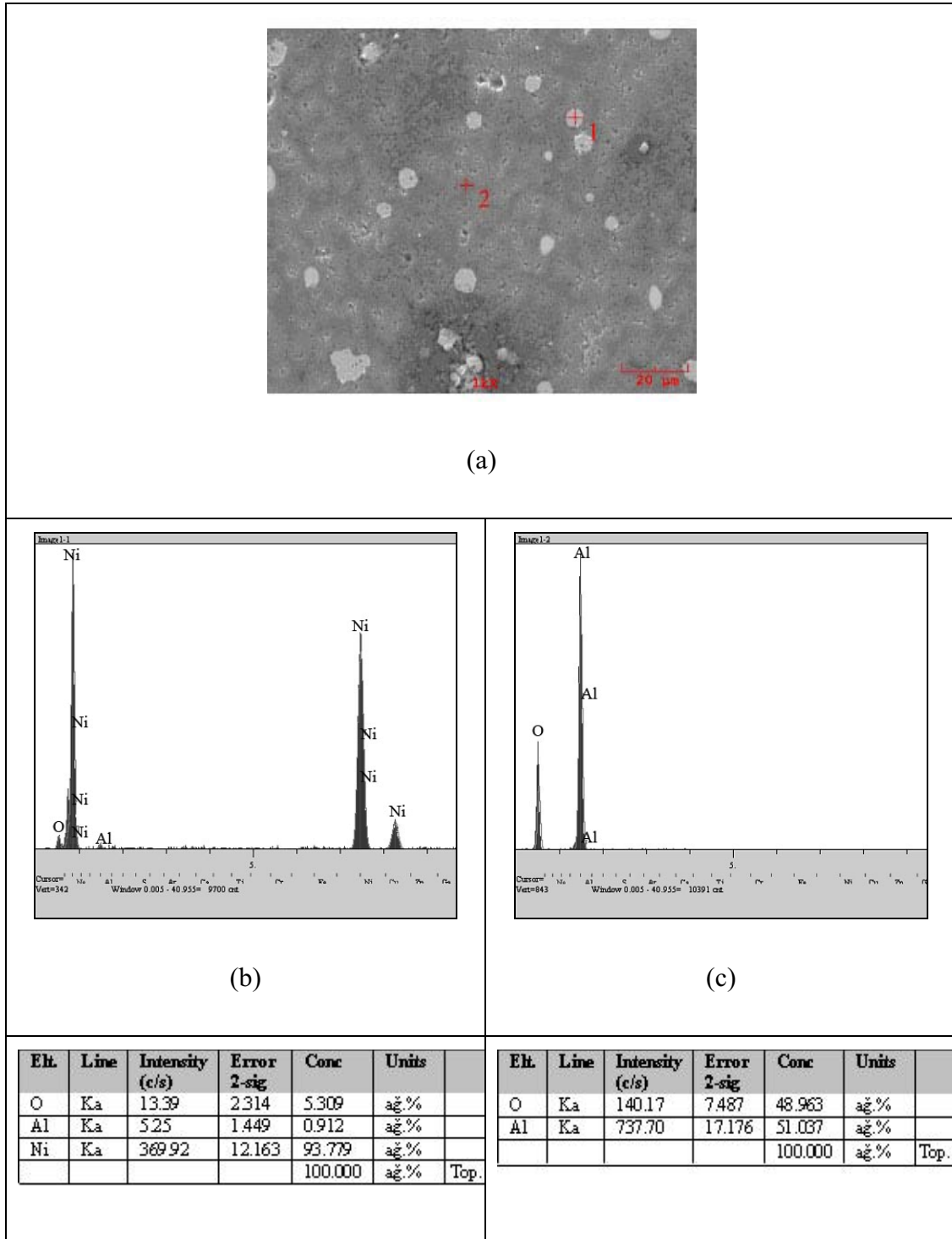


Şekil 6.23. 1440°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>3</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi  
a)SEM mikrografi, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.





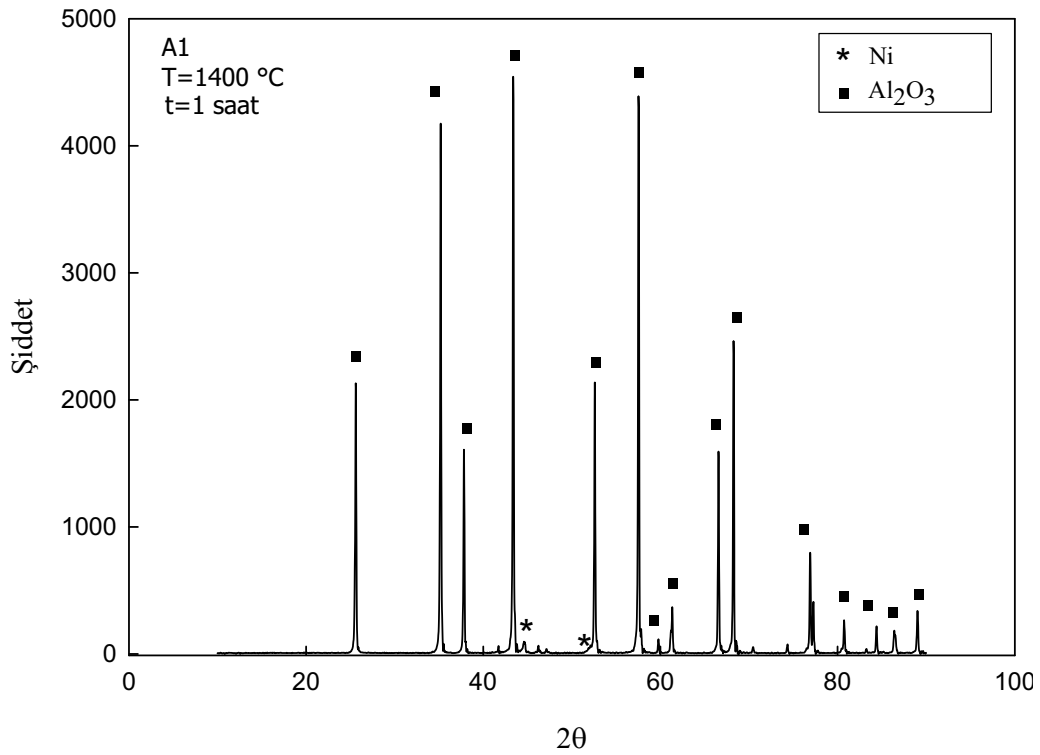
Şekil 6.24. 1440°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>5</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi  
a)SEM mikrofrafı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.



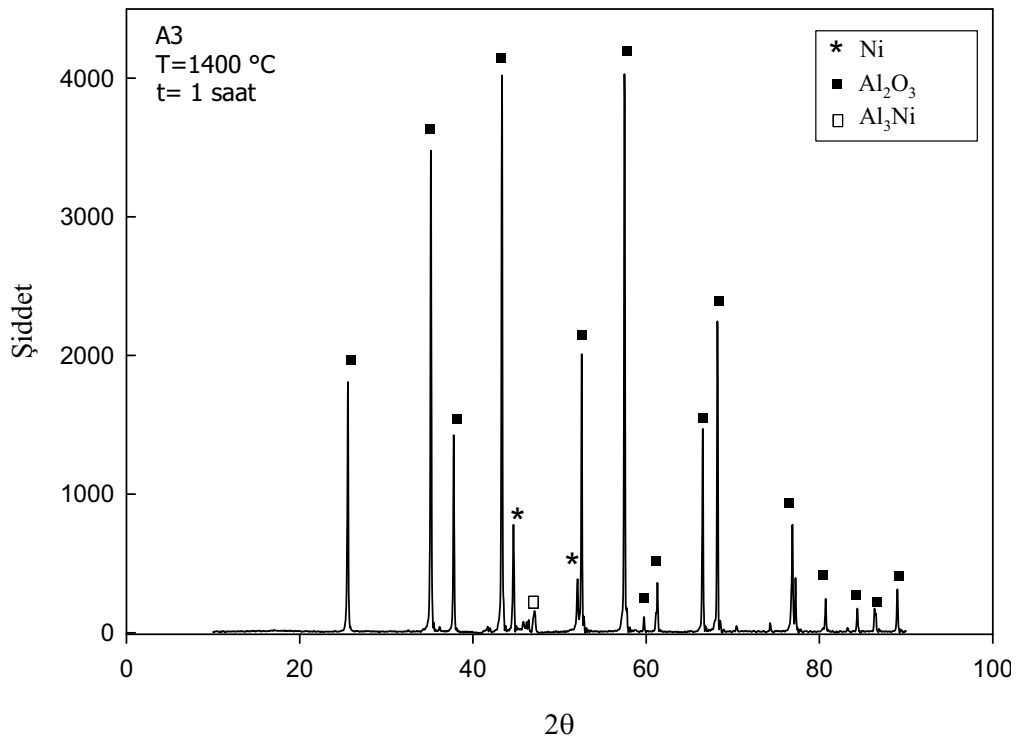
Şekil 6.25. 1440°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>7</sub> kodlu kompozitin SEM-EDS analizi  
a)SEM mikrografı, b) (1) , c) (2) noktasına ait EDS spektrumu.

### 6.1.7. X-Işınları difraksiyonu (XRD)

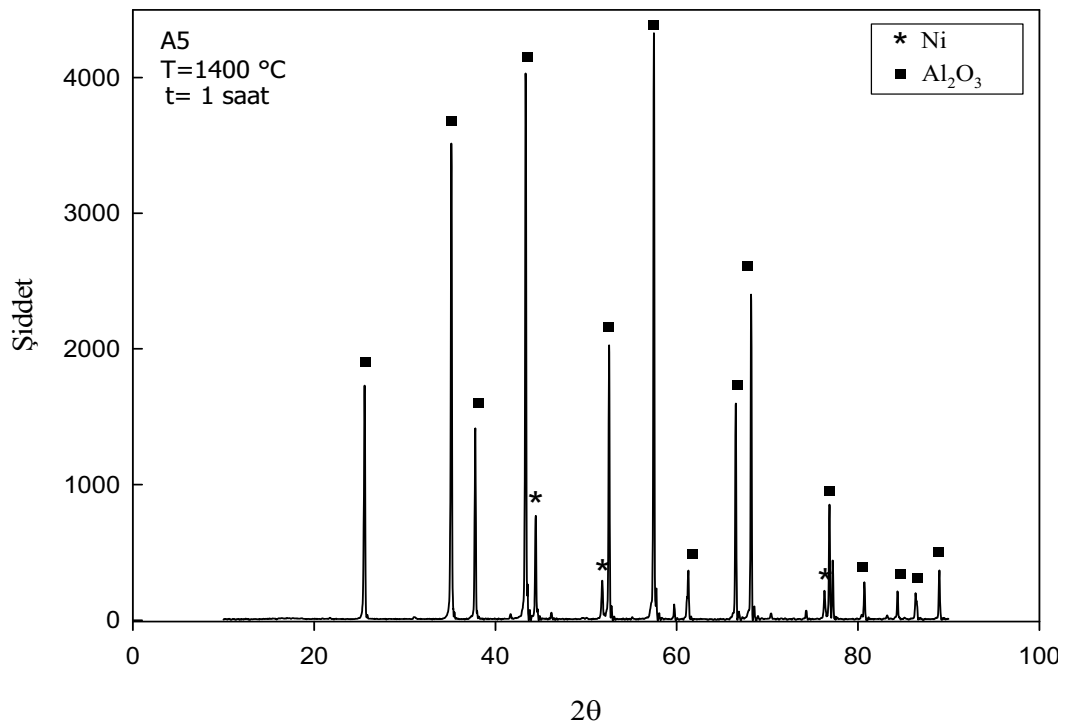
1400°C'de grafit ortamında 1 saat sinterlenmiş alumina-nikel kompozitlerine ait X ışınları paterni Şekil 6.26, Şekil 6.27 ve Şekil 6.28 ve Şekil 6.29'da verilmiştir. Sinterleme işlemi grafit ortamında yapıldığından ötürü nikelin oksitlenmeden kaldığı tespit edilmiştir. Artan nikel içeriğiyle artan peak şiddetlerinin karşılaştırmalı gösterimi 1400°C için Şekil 6.30'da görüldüğü gibidir.



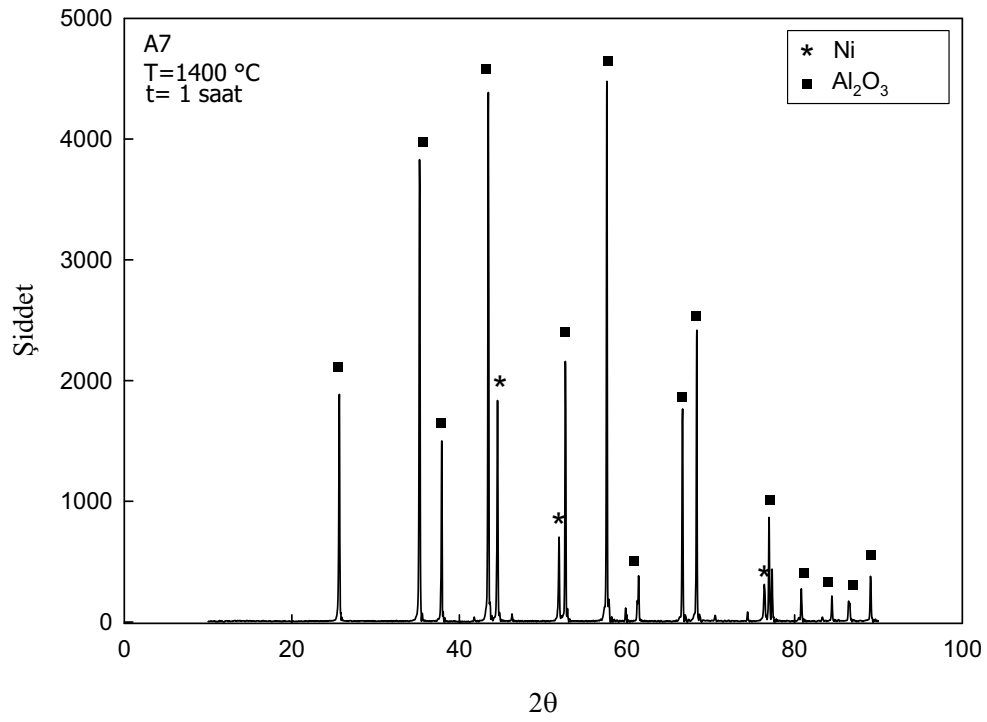
Şekil 6.26. 1400 °C'de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>1</sub> kompozitine ait X ışınları paterni



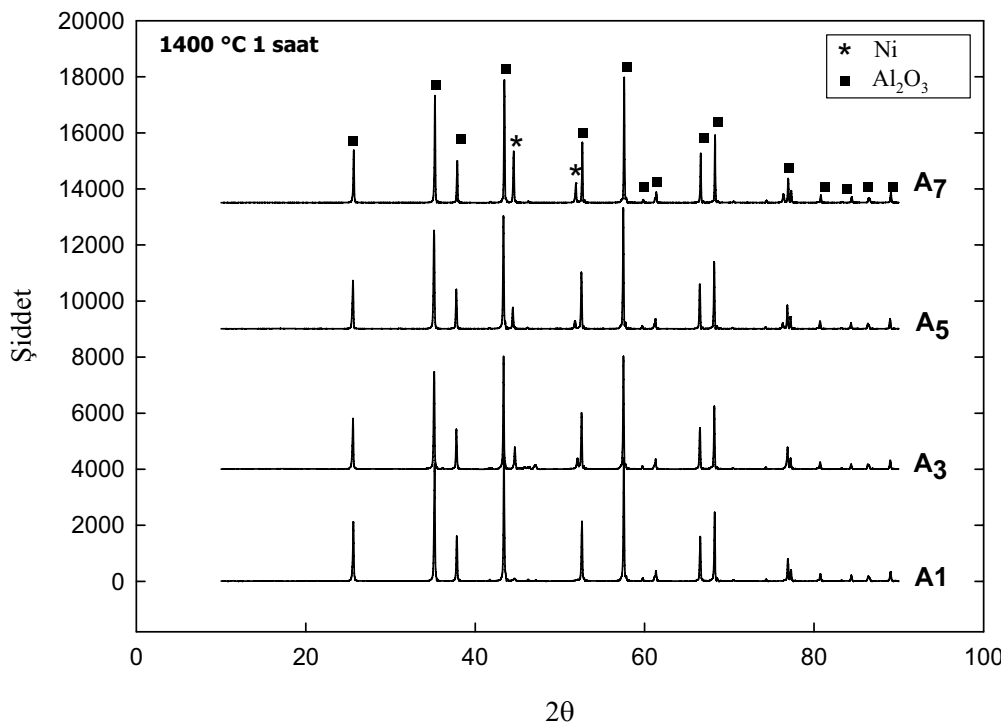
Şekil 6.27. 1400 °C'de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A3 kompozitine ait X ışınları paterni



Şekil 6.28. 1400 °C'de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A5 kompozitine ait X ışınları paterni

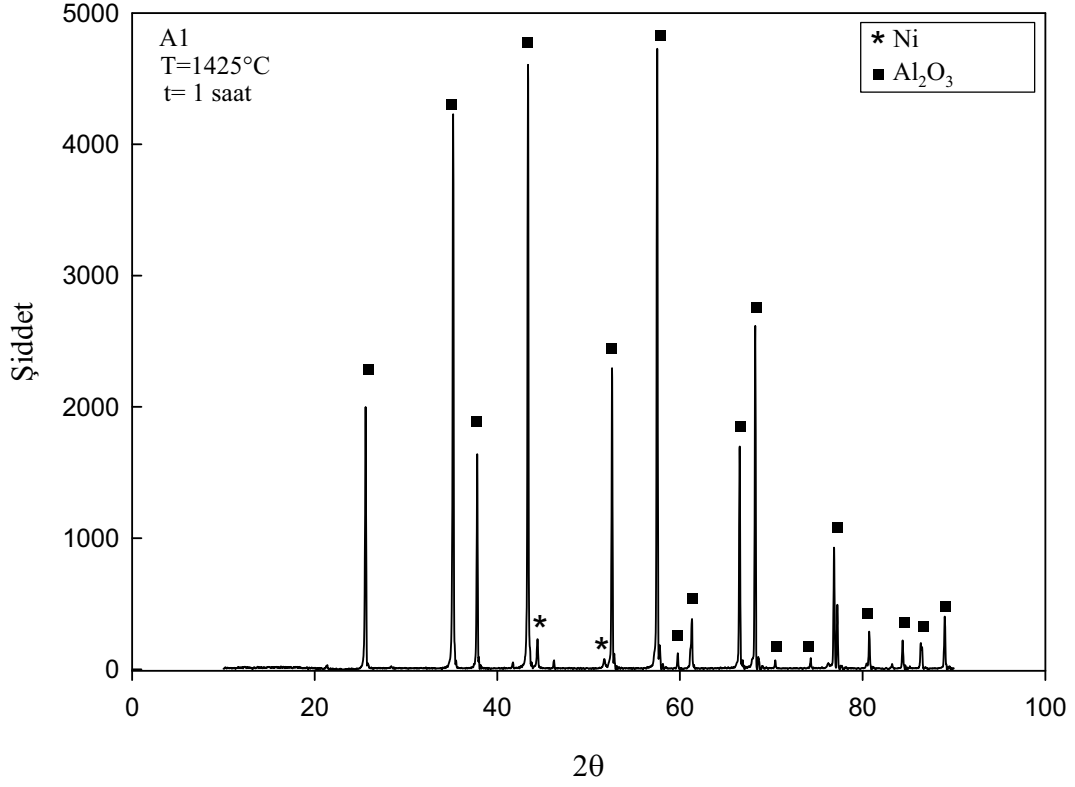


Şekil 6.29. 1400 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>7</sub> kompozitine ait X ışınları paterni

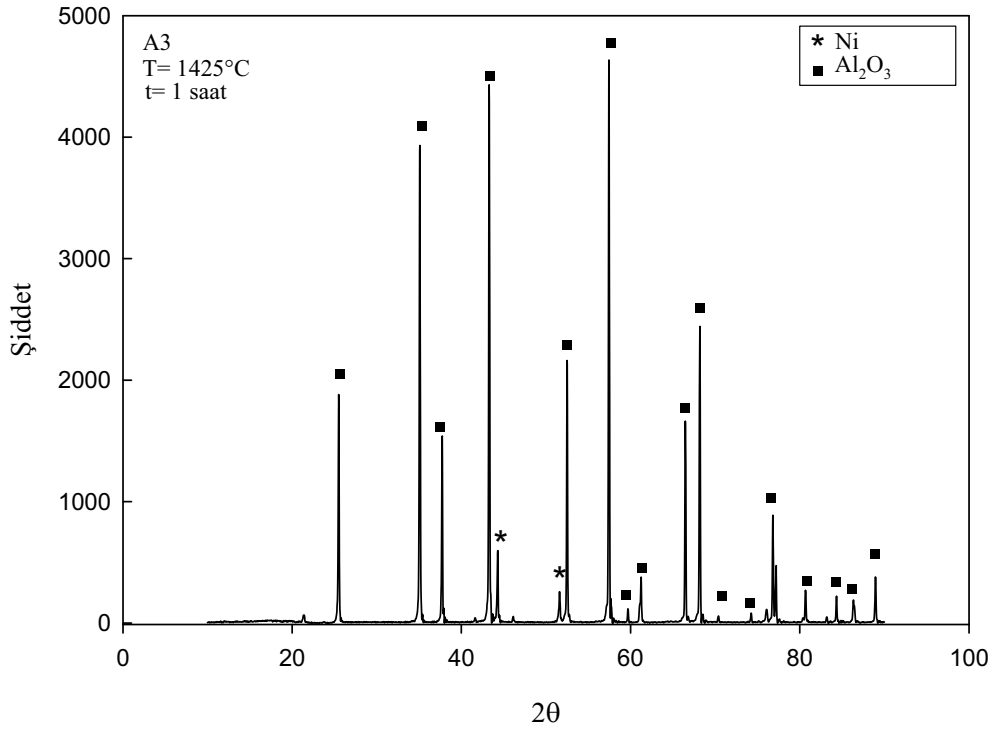


Şekil 6.30. 1400 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>1</sub>, A<sub>3</sub>, A<sub>5</sub> ve A<sub>7</sub> kompozitlerine ait X ışınları paterni

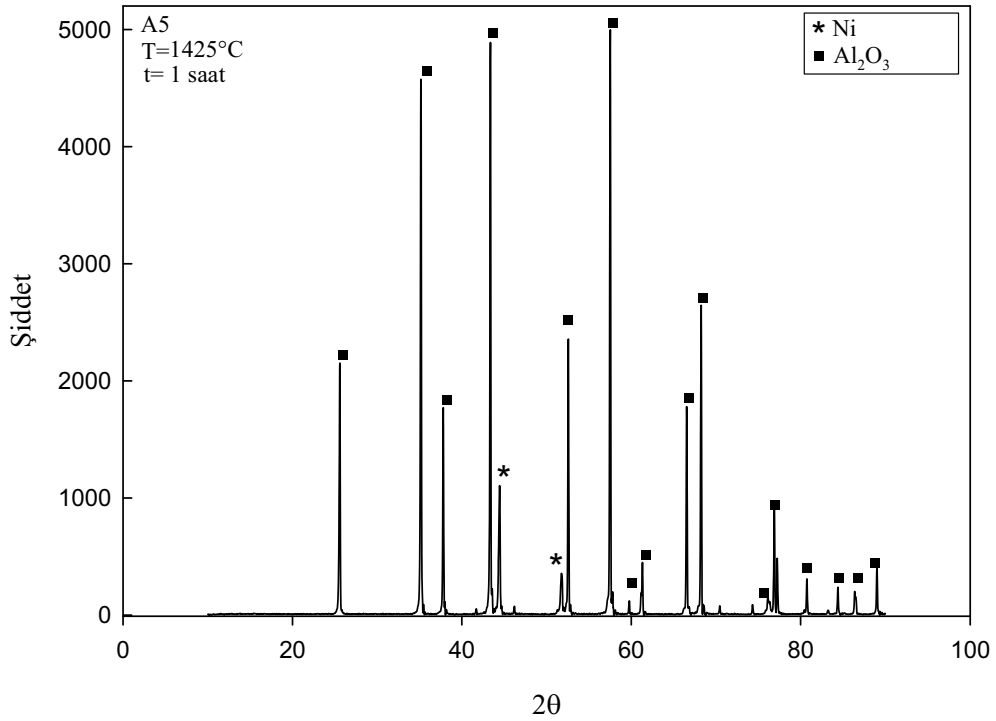
1425°C’de grafit ortamında 1 saat sinterlenmiş alumina-nikel kompozitlerine ait X ışınları paternleri Şekil 6.31, Şekil 6.32, Şekil 6.33, Şekil 6.34’te verilmiştir. Artan nikel içeriğiyle artan peak şiddetlerinin karşılaştırmalı gösterimi 1425°C için Şekil 6.35’te görüldüğü gibidir.



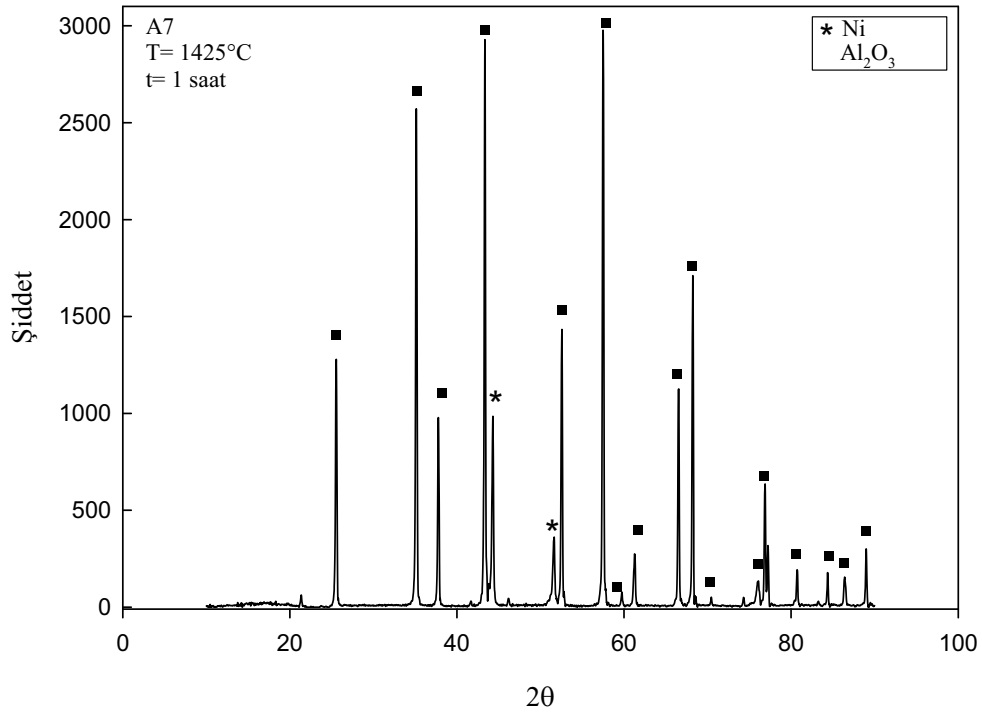
Şekil 6.31. 1425 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş Al<sub>1</sub> kompozitine ait X ışınları paterni



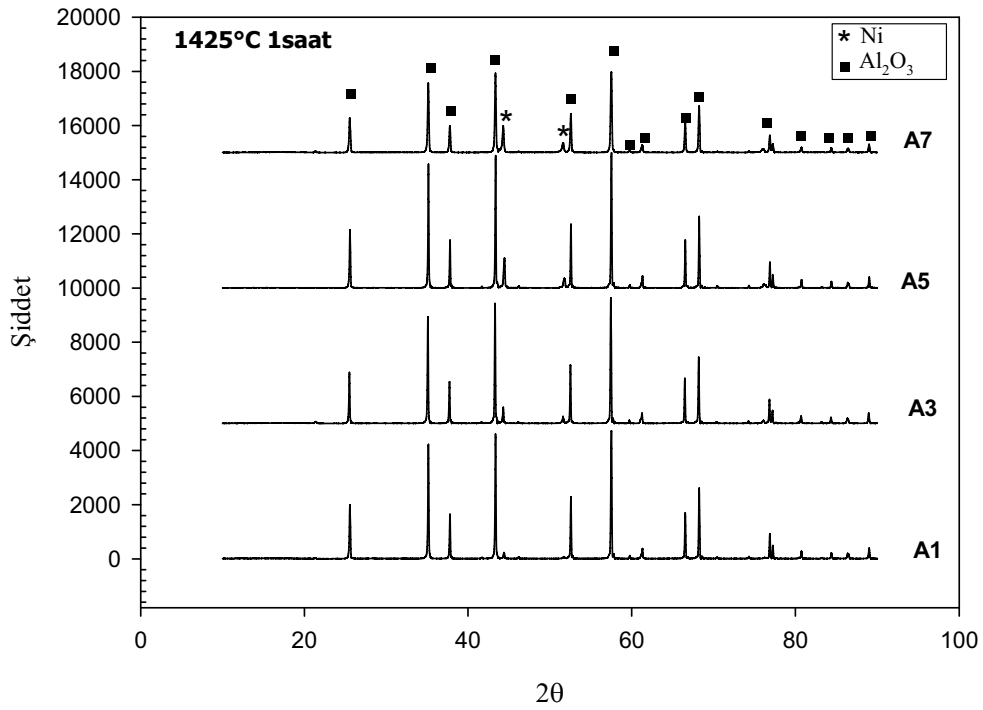
Şekil 6.32. 1425 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A3 kompozitine ait X ışınları paterni



Şekil 6.33. 1425 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A5 kompozitine ait X ışınları paterni



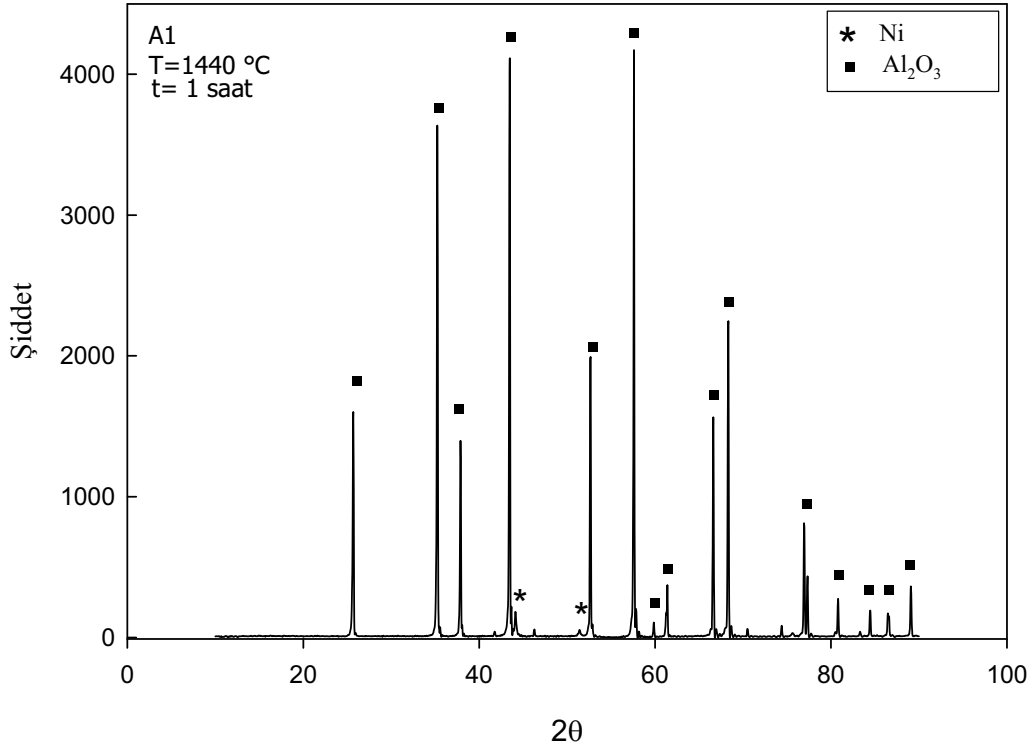
Şekil 6.34. 1425 °C'de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>7</sub> kompozitine ait X ışınları paterni



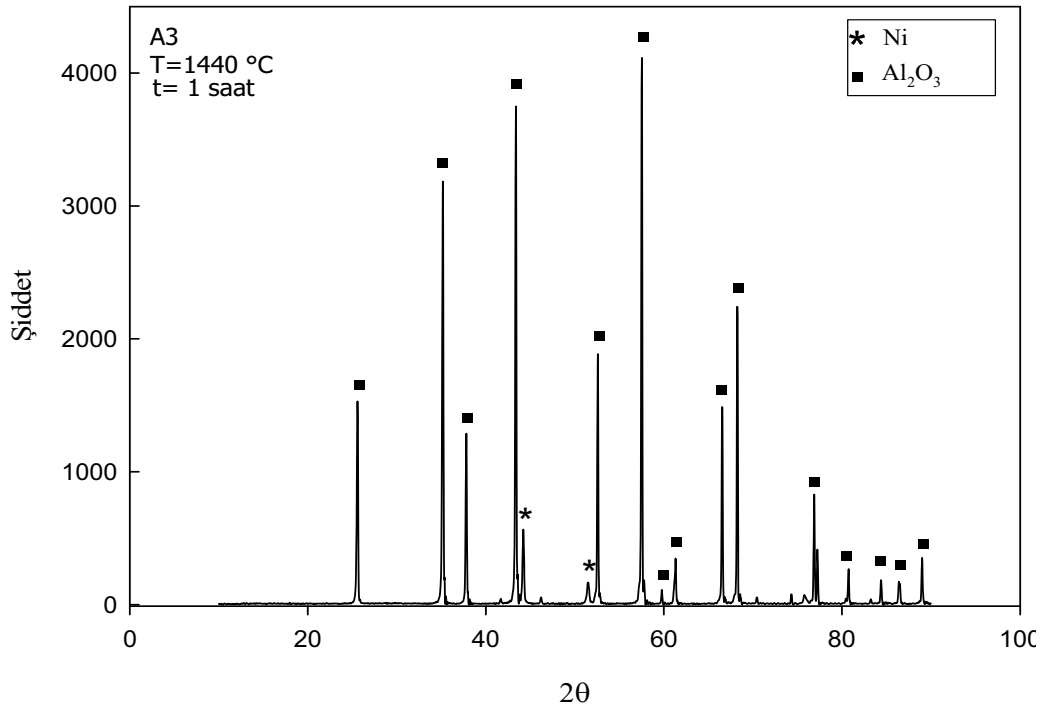
Şekil 6.35. 1425°C'de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>1</sub>, A<sub>3</sub>, A<sub>5</sub> ve A<sub>7</sub> kompozitlerine ait X ışınları paterni



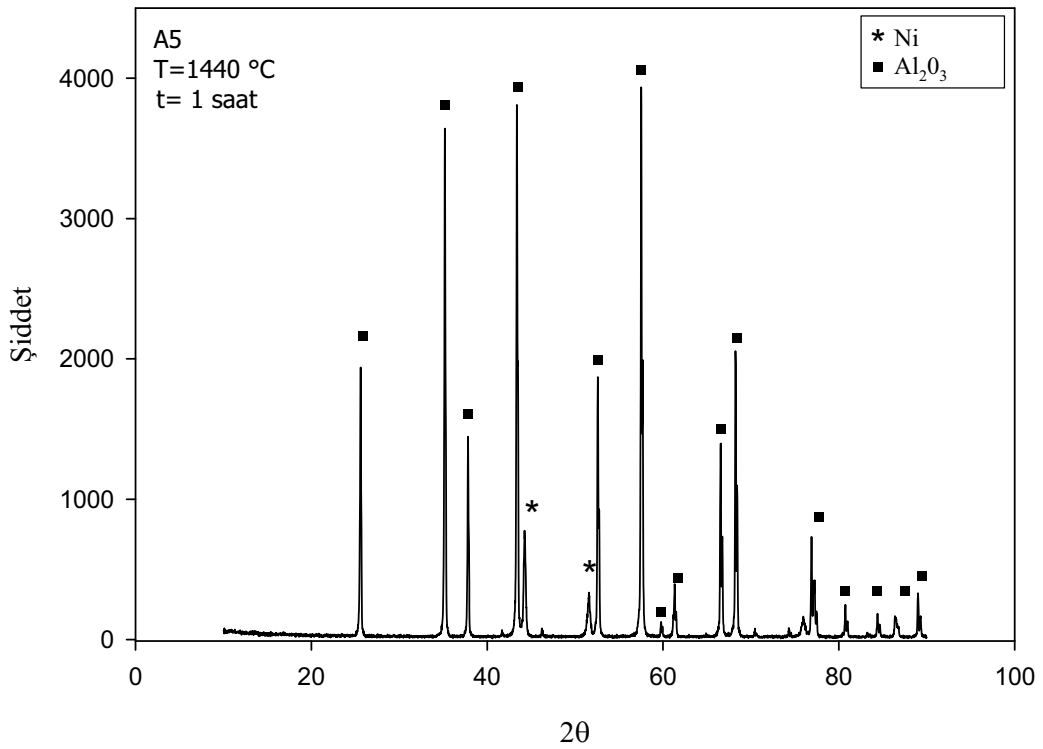
1440°C'de grafit ortamında 1 saat sinterlenmiş alumina-nikel kompozitlerine ait X ışınları paterni Şekil 6.36, Şekil 6.37, Şekil 6.38 ve Şekil 6.39'da verilmiştir. Artan nikel içeriğiyle artan peak şiddetlerinin karşılaştırmalı gösterimi 1440°C için Şekil 6.40'da görüldüğü gibidir.



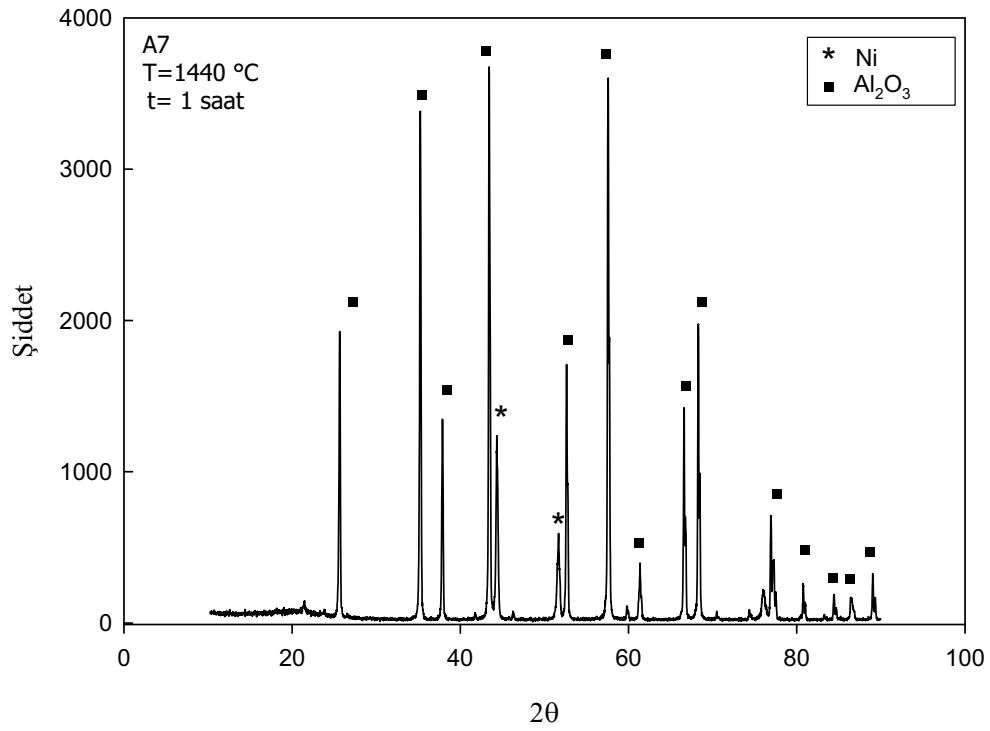
Şekil 6.36. 1440 °C'de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>1</sub> kompozitine ait X ışınları paterni



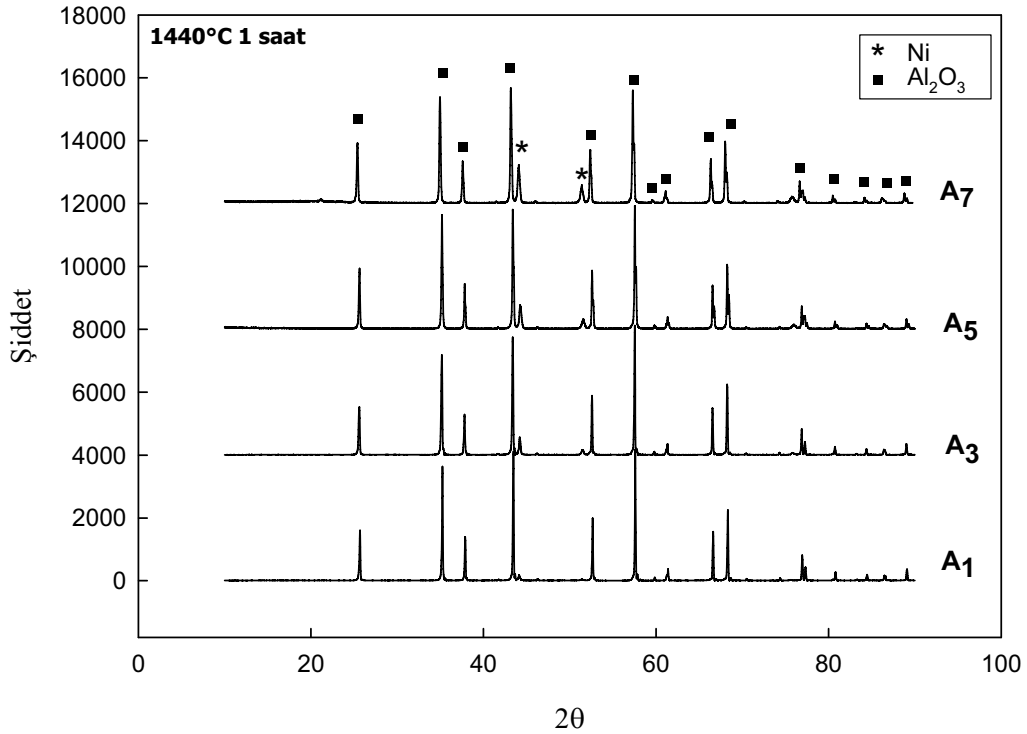
Şekil 6.37. 1440 °C'de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A3 kompozitine ait X ışınları paterni



Şekil 6.38. 1440 °C'de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A5 kompozitine ait X ışınları paterni



Şekil 6.39. 1440 °C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>7</sub> kompozitine ait X ışınları paterni



Şekil 6.40. 1440°C’de 1 saat grafit ortamında sinterlenmiş A<sub>1</sub>, A<sub>3</sub>, A<sub>5</sub> ve A<sub>7</sub> kompozitlerine ait X ışınları paterni

## BÖLÜM 7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

### 7.1. Sonuçlar

Bu çalışmada Ni takviyeli  $Al_2O_3$  matrisli seramik kompozitlerin fiziksel, mekanik ve mikroyapısal özellikleri incelenmiştir. Öncelikli olarak 0,3  $\mu m$  tane boyutuna sahip ticari saf alumina ağırlıkça % 1, 3, 5 ve 7 oranlarında 3-7  $\mu m$  tane boyutuna sahip nikel tozuyla karıştırıldıktan sonra 2'şer gramlık kütleler alınıp 170 MPa basınç altında tek yönde sıkıştırılarak kompaktlanmıştır. Yoğun ve sıkı bir görünüm alan numuneler daha sonra 1400, 1425 ve 1440 °C sıcaklıklarda 1 saat süresince grafit atmosferinde sinterlenmiş ve elde edilen kompozitler, pişme küçülmesi, relatif yoğunluk, sertlik, kırılma tokluğu gibi testlere tabi tutulmuştur. X-ışınları ve EDS analizleriyle faz ve elementel analizleri yapılmış olup, optik mikroskopla faz dağılımlarının homojenitesi belirlenmiştir.

1. Ham kompakt ve sinterlenmiş numuneler kullanılarak yapılan ölçümlerden hesaplanan pişme küçülmesi değerlerine bakıldığında, 1400°C sıcaklık ve  $A_1$  bileşimi için en küçük pişme küçülmesi değeri (%14,56) elde edilmiştir. Bu sonuçtan yola çıkılarak alumina ağırlıkça yüzdesinin nikel oranla en yüksek olduğu  $A_1$  bileşimi için 1400°C sıcaklığının yeterli gelmediği belirlenmiştir. 1440°C ve  $A_7$  bileşiminde ise en yüksek pişme küçülmesi değeri (%21,19) elde edilmiştir. Sonuç olarak sıcaklığın ve nikel içeriğinin artmasıyla pişme küçülmesi değerlerinin arttığı tespit edilmiştir. Her sıcaklık değeri için pişme küçülmesinin sinterleme sıcaklığı ile artışı, 2015°C olan alüminanın ergime sıcaklığına yaklaşılmışından ötürü sinterlemenin daha iyi gerçekleşmesinden kaynaklanmaktadır. Benzer şekilde nikel içeriğiyle artış gösteren pişme küçülmesi değerleri de kompozitte azalan alumina oranıyla o sıcaklık değeri için yine daha yüksek pişme küçülmesi değerleriyle sonuçlanmıştır.

2. Maksimum yoğunluk değeri 1440°C sıcaklık ve A<sub>7</sub> bileşimli kompozitte elde edilmiş ve %97,89 değerindedir. Buna karşın en düşük yoğunluk değeri %94,61'dir ve 1400°C'de A<sub>1</sub> bileşimde kaydedilmiştir. Sinterlemenin bu bileşim ve sıcaklık için yeterli gelmediği tespit edilmiş ancak aynı sıcaklıkta sinterlenen A<sub>7</sub> bileşimi için yoğunluğun bağıl oranla arttığı görülmüştür. Bu relatif yoğunluk değerleri basınçsız sinterleme için literatürle uyum göstermektedir. Bu sıcaklıklara ilave olarak 1450°C, yoğunluk artışının devam edip etmeyeceğini belirlemek amaçlı denenmiş ancak nikelin 1453°C olan ergime sıcaklığına çok yaklaşmış olmasından ötürü nikelin ergiyip bünyeye sızdığı ve kompoziti çatlattığı görülmüştür. Bu sıcaklıkta sinterleme işlemi gerçekleşebilse dahi yoğunluğun ergime sıcaklığına gelinmesinden ötürü düşüş göstereceği literatürde karşımıza çıkan bir sonuçtur. 1400°C altı sıcaklıklar denendiğinde ise sinterlemenin gerçekleşmediği belirlenmiştir. Sonuç olarak, nikel oranının ve sıcaklığın artışıyla yoğunluk artmıştır. Bilindiği gibi nikelin yoğunluğu 8,9 g/cm<sup>3</sup> buna karşın alüminanın yoğunluğu 3,9 g/cm<sup>3</sup> değerindedir. Dolayısıyla nikel içeriğinin artmasıyla yoğunluğun artışı beklenen bir sonuçtur. Yine sıcaklık artışıyla yoğunluk artışı iyi sinterlemenin bir sonucudur. Yoğunluk üzerine sinterleme süresinin etkisini belirlemek için numuneler grafit ortamında 2 saat süresince sinterlenmek istenmiş ancak grafitin tükenip numunelerin potayla temas etmesinden ötürü, numunelerin oksitlenmeden sinterlenmesi işlemi olumsuz sonuçlanmıştır.
3. Sertlik değerlerine gelince ise 1440°C sıcaklık için sertlik değerleri A<sub>1</sub> bileşimi için 1559,91 iken A<sub>7</sub> bileşimi için 1393,39 HV'dir. 1425°C sinterleme sıcaklığı için A<sub>1</sub> bileşiminin sertliği 1510 HV, A<sub>7</sub> için 1327 HV değerine sahiptir. 1400°C sinterleme sıcaklığı için A<sub>5</sub> bileşiminin sertliği 1346 HV, A<sub>7</sub> için ise 1295 HV değerine sahiptir. 1400°C, A<sub>1</sub> ve A<sub>3</sub> bileşimli numunelerde sertlik izi alınmasına imkân verecek kadar yeterli gelmediğinden sertlik değeri alınamamıştır. Sonuçlar, nikel içeriğinin artışıyla sertliğin azaldığını göstermiştir. Alumina çok yüksek sertliğe sahip bir seramiktir (mohs sertliği:9). İlave edilen metalik nikel (mohs sertliği:4) partikülleriyle ise sertliği nispeten azalmıştır.
4. 1400°C sinterlenmiş test numunelerinin kırılma toklukları sırasıyla; A<sub>5</sub>-A<sub>7</sub> bileşimleri için 5,05-5,56 MPa.m<sup>1/2</sup>, 1425°C için A<sub>1</sub>-A<sub>3</sub>-A<sub>5</sub>-A<sub>7</sub> bileşimleri için

sırasıyla; 5,06-5,22-6,03-6,70 MPa.m<sup>1/2</sup>, 1440°C A<sub>1</sub>-A<sub>3</sub>-A<sub>5</sub>-A<sub>7</sub> bileşimleri için sırasıyla; 5,39-5,70-6,11-7,05 MPa.m<sup>1/2</sup>dir. Sertlik sonuçlarındakine benzer şekilde 1400°C A<sub>1</sub> ve A<sub>3</sub> bileşimli numunelerde sertlik izi alınmasına imkân verecek kadar yeterli gelmediğinden sertlik değeri alınmamıştır. Kırılma tokluğu değerleri nikel artışıyla artmıştır. İlave sünek partiküller çatlak ilerlemesini köprü oluşturarak, çatlak yolunu saptırarak ve kalıntı basma gerilmeleri oluşturarak seramiğinin kırılma tokluğunu 1440°C'de ağırlıkça %7 nikel ilavesiyle 7,05 MPa.m<sup>1/2</sup> değerlerine artırmışlardır.

5. 1400, 1425 ve 1440 °C'de 1 saat süresince sinterlenmiş ağırlıkça % 1, 3, 5, 7 Ni içeren alumina kompozitleri optik mikroskopta 50 büyütmede incelenmiştir. Tüm sıcaklıklar ve nikel oranları için nikelin, alumina matris içerisinde homojen ve küresel formda olduğu görülmüştür.
6. XRD incelemeleri sonucu grafit ortamında gerçekleştirilen sinterleme sırasında metalik nikellerin oksitlenmeden kaldığı tespit edilmiştir. Bu çalışmada, indirgeyici olarak tercih edilen hidrojen atmosferi kullanılmaksızın grafit ortamında oksitsiz bir şekilde sinterleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın öncelikli amaçlarından biri olan bu işlem sonucunda hidrojen tehlikesinden kaçınarak grafit ortamında da oksitsiz nikelin elde edilebileceği belirlenmiştir.
7. EDS analizi sonucu da yapıda oksit olmadığı tespit edilmiştir. Beyaz partiküllerin metalik nikellere, buna karşın matris fazının aluminaya ait olduğu belirlenmiştir.
8. Sinterleme işlemi sırasında kullanılan grafit tozunun boyutunun da sinterlemeye etki eden bir diğer faktör olduğu yapılan çalışmalarda belirlenen bir etkidir. Çok ince boyutlu grafit tozunun bünyeye ısının nüfus etmesini geciktirerek yapıda şişmelere ve tabaka halinde kopmalara neden olduğu bu sebeple nispeten iri taneli grafit tozu kullanılması gerektiği sonucuna varılmıştır. Yine grafit tozunun sinterleme adımında bir kez yüksek sıcaklıkta kullanıldıktan sonra, sinterleme tamamlanmadan tükenip numunenin potaya yapışmasına yol açtığından ötürü ikinci kez sinterleme işlemi için kullanılamaz olduğu ortaya çıkmıştır.

## 7.2. Öneriler

Alüminanın yüksek sertlik, yüksek aşınma direnci, iyi biouyumluluk gibi sayılabilecek pek çok dikkat çeken özelliğinin yanı sıra kırılma yapısında olmalarından dolayı ortaya çıkan sınırlayıcı kullanım alanlarını sünek bir malzeme ile takviye etmek için Ni partikül takviyeli alumina matrisli seramik kompozit oluşturma fikri doğmuştur. Kompozitlerin grafit ortamında oksitlenmeden üretimi sağlandıktan sonra, pişme küçülmesi, yoğunluk, sertlik, kırılma tokluğu test edilmiştir. Bu çalışmaların devamı niteliğinde termal, elektrik ve magnetik özellikleri de incelenebilir.

Seramik malzemelerin aşınmaya ve korozyona dirençli malzemeler olduğu bilinmektedir. Metalik partiküllerle takviye edildiğinde ise bu özelliklerinin hangi yönde ve oranda etkilendiğini belirlemek için seramik matrisli kompozitlerin korozyon ve aşınma deneyleri yapılabilir.

Bu çalışmada Ni takviyeli alumina seramik kompozitleri için uygulanan dağlama teknikleri şöyledir; 1300°C'de argon atmosferinde 2 saat süresince termal dağlama denenmiştir. İşlem sonunda kompozitlerin mavi bir görünüm aldığı dolayısıyla oksitlendiği tespit edilmiştir. 1550°C'de 1 saat ve 2 saat süresince grafit dolu pota içerisine numunelerin yerleştirilmesi suretiyle dağlama işlemi denenmiş ancak yüzeylere grafitin bulaşması nedeniyle numunelerde bozulma meydana gelmiştir. Literatürden elde edilen bilgiler ışığında nikelin dağlanması için 5ml asetik asit, 5ml saf su, 8 ml nitrik asitten oluşan dağlayıcı hazırlanmış ve nikelin ortaya çıkması için 1-2 dakika süresince numuneler dağlayıcıyla temas ettirilmiştir. Daha sonra alüminaların ortaya çıkması için %85 fosforik asit-saf su çözeltisi hazırlanmış 250°C'ye kadar ısıtılmış bu sıcaklığa ısındığı termometre yardımıyla belirlenen çözelti içerisinde numuneler 2-3 dakika süresince bekletilmiştir [60]. Ancak dağlamanın aksine yüzey bozulmuş ve daha önce görünen parlak nikel partikülleri siyah bir görünüm alıp alumina matrisinden ayırt edilemez hale dönüşmüştür. Bu üç olumsuz dağlama tekniği göz önünde bulundurularak yeni dağlama usulleri denenip, nikelin oksitlenmesine olanak vermeden kompozitin dağlanması sağlanabilir.

## KAYNAKLAR

- [1] CARTER, C.B., NORTON, M.G., Ceramic Materials Science and Engineering, Springer Press, 2007.
- [2] LI, G., HUANG, X., GUO, J., Fabrication of Ni Coated Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Powders by the Heterogeneous Precipitation Method, Materials Research Bulletin, Vol:37, pp.1307-1315, 2001.
- [3] OH, I., LEE, J., HAN, J., LEE, H., LEE, B., Microstructural Characterization of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ni Composites Prepared by Electroless Deposition , Surface and Coating Technology, Vol:192, pp.39-42, Korea, 2004.
- [4] Alumina Chemicals, Science and Technology Handbook, the American Ceramic Society, USA, 1990.
- [5] JIN, Y., KATO, K., UMEHARA, N., Tribological Properties of Self Lubricating CMC/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Pairs at High Temperature in Air , Tribology Letters, Vol.4, pp.243-250, 1998.
- [6] ZENG, W., GAO, L., GUI, L., GUO, J., Sintering Kinetics of  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Powder, Ceramic International, No.25, pp.723-726, 1999.
- [7] ASM Handbook: Vol.21, Composites, 2001.
- [8] CALLISTER, W., Materials Science and Engineering an Introduction, Wiley Publication, USA, 2007.
- [9] VEKINIS, G., SOFIANOPOULUS, E., TOMLINSON, W.J., Alumina Toughened with Short Nickel Fibers, Vol.45, No.11, pp.4651-4661, 1997.
- [10] ZUO, K.H., JIANG, D.L., LIN, Q.L., Fabrication and Interfacial Structure of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ni Laminar Ceramics, Ceramic International, Vol.32, pp.613-616, 2005.
- [11] LU, J., GAO, L., SUN, J., Effect of Nickel Content on the Sintering Behaviour, mechanical and dielectrical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni composites from Coated Powders, Material Science and Engineering, Vol.293, pp.223-228, 2000.
- [12] LU, H., HU, J., CHEN, C., Characterization of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al Nano-composite Powder Prepared by a Wet Chemical Method, Ceramic International, Vol.31, pp.481-485, 2005.



- [13] YAN, Q., WANG, G.Y., HUANG, Z., A Microstructure Study of Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Ceramics, *Journal of Alloys and Compounds*, 2008.
- [14] MEKKY, W., NICHOLSON, P.S., R-Curve Modelling for Ni- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Laminates, *Composites PartB:Engineering*, Vol.38, pp.35-43, 2007.
- [15] MEKKY, W., NICHOLSON, P.S., The Fracture Toughness of Ni- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Laminates by Digital Image Correlation II:Bridging-Stresses and R-Curve Models, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.73, pp.583-592, 2006.
- [16] CHEN, R.Z., CHİU, Y.T., TUAN, W.H., Toughening Alumina with Both Nickel and Zirconia Inclusions, *Journal of the European Ceramic Society*, Vol.20, pp.1901-1906, 2000.
- [17] WANG, T.C., CHEN, R.Z., TUAN, W.H., Oxidation Resistance of Ni-Toughened Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, *Journal of the European Ceramic Society*, Vol.23, pp.927-934, 2003.
- [18] SGLAVO, V.M., MARINO, F., ZHANG, B., The Preparation and Mechanical Properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ni<sub>3</sub>Al Composites, *Composites, Science and Technology*, Vol.59, pp.1207-1212, 1999.
- [19] WANG, T.C., CHEN, R.Z., TUAN, W.H., Effect of Zirconia Addition on the Oxidation Resistance of Ni-Toughened Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, *Journal of the European Ceramic Society*, Vol.24, pp. 833-840, 2004.
- [20] Lİ, G., HUANG, X., GUO, J., Fabrication, Microstructure and Mechanical Properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni Nanocomposites by a Chemical Method, *Materials Research Bulletin*, Vol.38, pp.1591-1600, 2003.
- [21] KUIRY, S.C., WANNAPARHUM, S., DAHOTRE, N.B., SEAL, S., In-Situ Formation of Ni- Alumina Nanocomposite During Laser Processing, *Scripta Materialia*, Vol.50, pp.237-1240, 2004.
- [22] BARSOU, W.M., *Fundamentals of Ceramics*, McGraw –Hill Series in Materials Science and Engineering, 1997.
- [23] ŞAHİN, Y., *Kompozit Malzemelere Giriş*, Gazi Kitabevi, Ankara, 2000.
- [24] [http://depts.washington.edu/matseed/mse\\_resources/Webpage/Ceramics/ceramicproperty.htm](http://depts.washington.edu/matseed/mse_resources/Webpage/Ceramics/ceramicproperty.htm), Mart 2008.
- [25] BAŞMAN, G., ATAR, E., KAYALI, E, S., *Seramik Malzemelerin Aşınma Davranışı*, İTÜ Üniversite Teknik Yazı, 2001.
- [26] KAYALI, E. S., *Seramik Malzemelerin Mekanik Davranışları Ders Notları*, 2000.
- [27] WACHTMAN, J.B., *Mechanical Properties of Ceramics*, John Wiley, USA, 1996

- [28] CHAWLA, K.K., Ceramic Matris Composites, Kluwer Academic Publishers, USA, 2003.
- [29] MCMAHON, C.J., Structural Materials, Enfield Publishing, Canada, 2004.
- [30] AKBULUT, H. Kompozit Malzemeler Ders Notları, Sakarya Üniversitesi, 2007.
- [31] ESERCİ, D., Alumina, Zirkonya ve Alumina-Zirkonya Kompozit Malzeme Üretimi, Karakterizasyonu ve Etkin Difüzyon Sabitinin Bulunması, Gazi Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, 2007.
- [32] LEE, W., RAINFORTH, W.M., Ceramic Microstructures: Property Control by Processing, Chapman&Hall, London, 1994.
- [33] Department of Defense Handbook, Composite Materials Handbook, Volume 5., Ceramic Matrix Composites, 2002.
- [34] TENG, X., LIU, H., Effect of Alumina Particle Size On The Mechanical Properties of Alumina Based Ceramics, 2007.
- [35] KIRAN, M., Aluminanın Ekstrüzyonla Şekillendirilmesi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Haziran, 2006.
- [36] ŞAHİN, G., Homojen Çöktürmeyle Alumina Üretimi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Ağustos, 2006.
- [37] COŞKUN, S., ZrO<sub>2</sub> ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Katkılı Biyoseramik Tozların Üretimi ve Karakterizasyonu, Afyonkarahisar Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2007.
- [38] YÜCEL, İ., Toz Enjeksiyon Kalıplanmış Aluminanın Mekanik Özellikleri, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Haziran, 2007.
- [39] <http://sam.davyson.com/as/physics/aluminium/site/resources/bayerpro.jpg>, Şubat 2008.
- [40] İPEK, M., İki Farklı Yolla Üretilmiş Alumina-Zirkonya Kompozitlerin Sinterleme Ve Kırılma Davranışlarının İncelenmesi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Mayıs, 2005.
- [41] GANGULI, D., Ceramic Powder Preparation Handbook, Kluwer Academic Publishers, London, 1997.
- [42] TAŞKIN, E., Boksitten Alumina Ekstraksiyonuna Mekanik Aktivasyonun Etkisi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Eylül 2005.
- [43] ÖZTÜRK, M., SiC İlaveli Alumina Seramik Kompozitler, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Mayıs 2007.

- [44] ASM Handbook: Volume 2, Properties and Selection Nonferrous Alloys and Special Purpose Materials, 2001.
- [45] [http://www.jmo.org.tr/resimler/ekler/91bc5440296cc0e\\_ek.doc?tipi=25&туру=X&sube=0](http://www.jmo.org.tr/resimler/ekler/91bc5440296cc0e_ek.doc?tipi=25&туру=X&sube=0), Mart 2008.
- [46] İPEK, İ., Nikel ve Monel Malzemelerin Kaynağı, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Ocak 2008.
- [47] <http://tr.wikipedia.org/wiki/Nikel>, Nisan 2008.
- [48] [http://www.efunda.com/materials/elements/element\\_info.cfm?Element\\_ID=Ni](http://www.efunda.com/materials/elements/element_info.cfm?Element_ID=Ni), Nisan 2008.
- [49] YILMAZ, Ş., Seramiklerin Fiziksel ve Mekanik Özellikleri Ders Notları, Sakarya Üniversitesi, 2006-2007 Bahar Yarıyılı.
- [50] ÖZDEMİR, A., Seramik Malzemelerin Kırılma Tokluğu Değerlerinin Üç Boyutlu Sonlu Elemanlar Yöntemi ile Teorik Olarak Belirlenmesi, Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kasım, 2006.
- [51] SAVAŞKAN, T., Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Derya Kitabevi, Trabzon, 2000.
- [52] KAYALI, E.S., ERUSLU, N., ÜRGEN, M., Hasar Analizi Seminer Notları, Metalurji Mühendisleri Odası, İstanbul, Nisan, 1997.
- [53] [http://www.twi.co.uk/j32k/protected/band\\_3/jk74.html](http://www.twi.co.uk/j32k/protected/band_3/jk74.html), Mart 2008.
- [54] <http://www.shu.ac.uk/research/meri/pics/hardtest2.GIF>, Ocak 2008.
- [55] CARTER, C., NORTON, G., Ceramic Materials Science and Engineering, Springer Publishing, New York, 2007.
- [56] ARPACI, A., YILDIRIM, İ., Basıncısız Sinterlenmiş Silisyum Karbürde İnyapının Kırılma Tokluğuna Etkisi, İTÜ Dergisi, Cilt:3, Sayı:1, Şubat 2004.
- [57] AWAJI, H., CHOI, S.M., YAGI, E., Mechanisms of Toughening and Strengthening in Ceramic-Based Nanocomposites, Mechanics of Materials, Vol.34, pp.411-422, 2002.
- [58] ONARAN, K., Malzeme Bilimi, Bilim Teknik Yayınevi, İstanbul, 1999.
- [59] ÖZTÜRK. M., SiC İlaveli Alumina Seramik Kompozitler Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Mayıs, 2007.

- [60] ALDRICH, D.E., FAN, Z., Microstructural Characterization of Interpenetrating Nickel/Alumina Composites, *Materials Characterization*, Vol: 47, pp:167-173, 2001.

## ÖZGEÇMİŞ

1984 yılında Balıkesir’de doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Sakarya’da tamamladı. 2003 yılında Sakarya Üniversitesi, Sakarya Meslek Yüksekokulu Makine programından mezun olup, Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği’ne dikey geçiş yaparak 2006 yılında Metalurji ve Malzeme Mühendisliği’nden mezun oldu. Aynı yıl Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalında yüksek lisansa başladı. Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü’nde Araştırma Görevlisi olarak çalışmaktadır.