

**T.C.**

**TRAKYA ÜNİVERSİTESİ**

**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**B<sub>4</sub>C TAKVİYELİ ALÜMİNYUM KOMPOZİT MALZEMELERİN YARI KATI  
KARIŞTIRMA YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

**Rifat YAKUT**


**DOKTORA TEZİ**

**MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**Tez Danışmanı: Yrd. Doç. Dr. Nilhan ÜRKMEZ TAŞKIN**

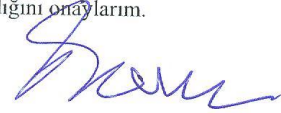
**EDİRNE-2015**

T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü onayı

4  



Prof. Dr. Mustafa ÖZCAN  
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Bu tezin Doktora tezi olarak gerekli şartları sağladığını onaylarım.



Prof. Dr. Taner TIMARCI  
Anabilim Dalı Başkanı

Bu tez tarafımda okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

  
Yrd. Doç. Dr. Nilhan ÜRKMEZ TAŞKIN  
Tez Danışmanı

Bu tez, tarafımızca okunmuş, kapsam ve niteliği açısından Makina Mühendisliği Anabilim Dalında bir Doktora tezi olarak oy birliği ile kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

İmza

Prof. Dr. Mustafa ÖZCAN



Prof. Dr. Metin AYDOĞDU



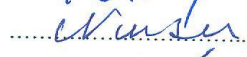
Doç. Dr. Hayrettin DÜZCÜKOĞLU



Yrd. Doç. Dr. Nilhan ÜRKMEZ TAŞKIN



Yrd. Doç. Dr. Nursen ÖNTÜRK

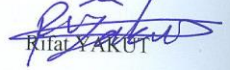


Tarih: 26/06/2015

**T.Ü. FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**  
**MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ DOKTORA PROGRAMI**  
**DOĞRULUK BEYANI**

İlgili tezin akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin kaynak gösterilerek ilgili tezde yer aldığını beyan ederim.

2.6.06/2015

  
Rifat YAKUT

Doktora Tezi

B<sub>4</sub>C Takviyeli Alüminyum Kompozit Malzemelerin Yarı Katı Karıştırma Yöntemi ile Üretimi ve Karakterizasyonu

T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü

Makina Mühendisliği Anabilim Dalı

## ÖZET

Yüksek dayanımlı alüminyum esaslı kompozit malzeme üretiminde düşük yoğunlukları, yüksek ergime sıcaklıkları, üstün mukavemet özellikleri ve yüksek elastiklik modülüne sahip olmaları nedeniyle takviye malzemesi olarak çoğunlukla B<sub>4</sub>C ve SiC seramik tozları tercih edilmektedir. Ancak, SiC ve B<sub>4</sub>C nin ıslatma problemleri sebebiyle Al içerisine karıştırılması oldukça güç olmaktadır. Bu çalışmada, SiC ve B<sub>4</sub>C nin ısıtma işlemi ile alüminyum tarafında ıslatılabilirlikleri arttırılmaya çalışılmış, iki farklı alüminyum alaşımı (AA5754 ve AA7075) kullanılarak, farklı takviye oranlarına sahip hibrit alüminyum kompozitler üretilmiştir. Üretim yöntemi olarak, homojen dağılım sağlama ve sıvı yöntemlerle yapılan çalışmalarda karşılaşılan sorunların çözüldüğü doğrudan yarı katı karıştırma yöntemi uygulanmış ve karıştırma işlemini takiben düşük basınç altında katılaştırma ile farklı takviye oranlarında AA5754/B<sub>4</sub>C, AA7075/B<sub>4</sub>C kompozitleri ile AA7075/SiC/B<sub>4</sub>C hibrit kompozitleri üretilmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin karakterizasyonu için mekanik testler (sertlik, üç noktadan eğme ve basma testleri) uygulanmış, takviye malzemeleri ile matris malzemeleri arasında kimyasal veya mekanik bağ oluşturup oluşturmadığı ve takviye matris ara yüzeyinde oluşan reaksiyon ürünlerinin tespit edilmesi amacıyla mikroyapı (SEM, EDS, XRD) analizleri ve porozite tespiti için yoğunluk ölçümleri yapılmıştır. Yapılan test ve analizler sonucunda takviye tozlarına uygulanan ısıtma işlemi ile takviye yüzeyinde reaksiyon ürünleri oluştuğu, alüminyum tarafından ıslatılabilirliklerinin arttığı ve takviye ile matris arasında hem mekanik hem de kimyasal bağ oluştuğu görülmüştür.

Yıl : 2015

Sayfa Sayısı :98

Anahtar Kelimeler : Alüminyum, B<sub>4</sub>C, SiC, Metal Matrisli Kompozit, Yarı-Katı Karıştırma, Hibrit Kompozit

PhD Thesis

Production and Characterisation of the B<sub>4</sub>C Reinforced Aluminium Composite

Materials By Semi-Solid Stirring Method

T.U. Institute of Science

Mechanical Engineering Department

## ABSTRACT

In production of high resisting aluminium based composite materials, B<sub>4</sub>C and SiC ceramic powders are mostly preferred as reinforced materials because of low densities, high melting temperatures, superior durability features, and highly elastic modules. Because SiC and B<sub>4</sub>C must be wet, mixing them into Al is quite difficult. In this study, heat treating was tried to increase wettability of SiC and B<sub>4</sub>C in aluminium side. Also, by using two different aluminium alloys (AA5754 and AA7075), a hybrid aluminium composite possessing different reinforcement ratios, was produced. By production management, homogeneous distribution was ensured and a direct semi-solid stirring method was applied in solving the problems encountered in studies conducted using liquid methods. With the solidification method under reduced pressure, following the stirring process, AA5754/B<sub>4</sub>C, AA7075/B<sub>4</sub>C composites in different reinforcement ratios and AA7075/SiC/B<sub>4</sub>C hybrid composites, were produced. Mechanical tests (hardness, three-point bending, and compression tests) were applied to characterize the produced composite materials. With the goal of determining whether or not chemical or mechanical bonds occur between the reinforced materials and matrix material, and to determine the reaction occurring in the reinforced matrix interface, some micro structure analysis (SEM, EDS, XRD) and density measurement were applied. Also, density measurements were used to determine porosity. As a result of applied analysis and tests, we have learned that when heat treating is applied to reinforced powders, reaction products occur on the reinforcement surface, the wettability increases on aluminium side; and both chemical and mechanical bonds occur between the reinforcement and matrix.

Year : 2015

Number of Pages : 98

Keywords : Aluminum, B<sub>4</sub>C, SiC, Metal Matrix Composites, Semi-Solid Stirring, Hybrid Composite.

## TEŞEKKÜR

Bu tez çalışması T.C. Trakya Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (TÜBAP) tarafından 2013/12 Nolu “B<sub>4</sub>C Takviyeli Alüminyum Kompozit Malzemelerin Sıkıştırma Döküm Yöntemi ile Üretimi ve Karakterizasyonu” isimli TÜBAP Tez Projesi kapsamında maddi olarak desteklenmiştir. Bu vesile ile ilgili TÜBAP koordinatörlüğü nezdinde T.C. Trakya Üniversitesi Rektörlüğüne teşekkürlerimi sunarım. Tez çalışmalarım esnasında değerli katkılarıyla, yaptığı yapıcı eleştirilerle beni yönlendiren, gerekli yardımlarını ve çabalarını benden esirgemeyen sürekli desteğini gördüğüm, sayın hocam Yrd. Doç. Dr. Nilhan ÜRKMEZ TAŞKIN’ a, çalışmalarım boyunca değerli yardım ve katkılarıyla beni yönlendiren, tecrübelerini paylaşan ve tavsiyeleriyle farklı bakış açıları kazanmamı sağlayan sayın hocam Yrd. Doç. Dr. Vedat TAŞKIN’ a teşekkürü borç bilirim.

Doktora eğitimim süresince Hema Endüstri A.Ş. Arge Merkezinde çalışma fırsatı sağlayan ve eğitim çalışmalarım olumlu desteklerinden dolayı Hattat Holding Yönetim Kurulu Başkanı Sayın Mehmet HATTAT’ a, Hema Endüstri A.Ş. Yönetim Kurulu Başkanı Sayın İbrahim HATTAT’ a, Hema Endüstri A.Ş. Genel Müdürü Sayın Tunç DOĞAN’ a, Hema Endüstri A.Ş. Ar-Ge ve Teknoloji Geliştirme GMY Sayın Aziz ASRAK’ a, Ar-Ge Müdürlerim Sayın Selim GÜNGÖR’e, Sayın Gökay UYMAZ’ a, Sayın Cüneyt KURNAZ’ a, ayrıca, Hema Endüstri A.Ş. Takım Atölyesi Formeni Sayın Davut ÖZCAN’ a, Hema Endüstri A.Ş. Eğitim Bölümünden Sayın İlker SELVİ’ ye, Sayın Rüştü ÖZTÜRK’ e ve çalışma arkadaşlarıma teşekkürü borç bilirim.

Ayrıca çalışmalarım her zaman yanımda olan ve maddi manevi desteklerini esirgemeyen aileme teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım.

# İÇİNDEKİLER

|  |      |
|--|------|
| ÖZET.....  | i    |
| ABSTRACT.....  | ii   |
| TEŞEKKÜR.....  | iii  |
| SİMGELER DİZİNİ.....                                 | vii  |
| KISALTMALAR DİZİNİ.....                              | viii |
| TABLolar LİSTESİ.....                                | ix   |
| ŞEKİLLER LİSTESİ.....                                | x    |
| BÖLÜM 1: GİRİŞ.....                                  | 1    |
| 1.1. Metal Matrisli Kompozitler (MMK).....           | 2    |
| 1.1.2. Matris Malzemeleri.....                       | 2    |
| 1.1.2.1. Magnezyum ve Alaşımaları.....               | 3    |
| 1.1.2.2. Bakır ve Bakır Alaşımaları.....             | 3    |
| 1.1.2.3. Titanyum ve Alaşımaları.....                | 3    |
| 1.1.2.4. Alüminyum ve alaşımaları.....               | 3    |
| 1.1.3. Takviye malzemeleri.....                      | 4    |
| 1.1.3.1. B <sub>4</sub> C Tozu ve Özellikleri.....   | 5    |
| 1.2. Metal Matrisli Kompozitlerde Ara yüzeyler.....  | 6    |
| BÖLÜM 2: METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİM |      |
| YÖNTEMLERİ.....                                      | 11   |
| 2.1. Sıvı-faz Üretim Yöntemleri.....                 | 11   |
| 2.1.1. Sıkıştırma Döküm.....                         | 12   |
| 2.1.2. Sıvı-metal infiltrasyonu.....                 | 13   |
| 2.1.3. Püskürtme Yöntemi.....                        | 14   |
| 2.1.4. Vortex Yöntemi.....                           | 15   |
| 2.1.5. In-situ yöntemi.....                          | 17   |
| 2.2. Katı-faz üretim yöntemleri.....                 | 17   |
| 2.2.1. Difüzyon bağlama.....                         | 17   |
| 2.2.2. Toz metalurjisi (TM).....                     | 18   |
| 2.3. Buhar-faz üretim yöntemleri.....                | 19   |

|  |           |
|--|-----------|
| 2.3.1. Fiziksel Buhar biriktirme (PVD).....  | 19        |
| 2.4. Yarı-katı (thixo-processing) üretim yöntemleri.....                                       | 20        |
| 2.5.1. Kompo-döküm (Compocasting).....   | 21        |
| 2.5.2. Rheocasting.....  | 21        |
| <b>BÖLÜM 3 : MMK ENDÜSTRİYEL UYGULAMA ALANLARI.....</b>  | <b>22</b> |
| 3.1. Otomotiv Endüstrisindeki Uygulamaları.....  | 22        |
| 3.2. Uzay/Havacılık Endüstrisi.....  | 23        |
| 3.3. Elektrik ve Elektronik Sanayi.....  | 24        |
| <b>BÖLÜM 4: KAYNAK ARAŞTIRMASI.....</b>  | <b>26</b> |
| <b>BÖLÜM 5: DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....</b>   | <b>34</b> |
| 5.1. Malzeme seçimi.....   | 34        |
| 5.1.1. Matris Malzemeleri.....   | 34        |
| 5.1.2. Takviye Malzemeleri.....  | 36        |
| 5.2. B <sub>4</sub> C ve SiC Tozlarının Isıl İşlemleri.....                                    | 37        |
| 5.3. Kompozit Malzeme Üretim Fırını.....   | 40        |
| 5.4. Döküm Kalıpları.....  | 41        |
| 5.5. Yarı-katı karıştırma yöntemiyle kompozit malzeme üretimi.....                             | 42        |
| 5.6. Karakterizasyon.....  | 45        |
| 5.7. Test ve Analiz Numunelerinin Hazırlanması.....  | 45        |
| 5.7.1. Üç noktadan eğme deneyi.....  | 45        |
| 5.7.2. Basma deneyi.....   | 46        |
| 5.7.3. Brinell Sertlik Deneyi (BSD).....   | 47        |
| 5.7.4. Mikroyapı incelemeleri (SEM, EDS ve XRD).....   | 47        |
| 5.7.5. Özgül ağırlıkların Tespit Edilmesi ve Porozitenin Belirlenmesi.....                     | 48        |
| <b>BÖLÜM 6: DENEYSEL SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME.....</b>  | <b>49</b> |
| 6.1. Takviye Malzemelerine Isıl İşlemin Etkileri.....  | 49        |
| 6.2. Yarı Katı Karıştırma Yöntemi İle Kompozit Malzeme Üretim İşleminin Değerlendirilmesi..... | 51        |
| 6.3. Özgül Ağırlık ve Porozite Ölçüm Sonuçları.....  | 52        |
| 6.4. Mekanik Test Sonuçları.....   | 54        |
| 6.4.1. Üç Noktadan Eğme Deneyi.....  | 54        |
| 6.4.2. Basma deneyleri.....  | 58        |



|                                     |    |
|-------------------------------------|----|
| 6.4.3. Sertlik Testi Sonuçları..... | 60 |
| 6.4.4. Mikroyapı incelemeleri.....  | 62 |
| BÖLÜM 7: SONUÇLAR ve ÖNERİLER.....  | 74 |
| KAYNAKLAR.....                      | 76 |
| ÖZGEÇMİŞ.....                       | 86 |
| EKLER.....                          | 87 |

## SİMGELER DİZİNİ

|           |                        |
|-----------|------------------------|
| °C        | Santigrad derece       |
| <b>m</b>  | Metre                  |
| <b>mm</b> | milimetre              |
| <b>Po</b> | Porozite               |
| <b>Sn</b> | Saniye                 |
| <b>N</b>  | Uygulanan Yük (Newton) |

## KISALTMALAR DİZİNİ

|                                    |                                  |
|------------------------------------|----------------------------------|
| <b>Al</b>                          | Alüminyum                        |
| <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> | Alüminyum oksit                  |
| <b>Al-Mg</b>                       | Alüminyum magnezyum alaşımı      |
| <b>Al-MMK</b>                      | Alüminyum matrisli kompozit      |
| <b>B<sub>4</sub>C</b>              | Bor karbür                       |
| <b>DIN</b>                         | Alman Kalite Teşkilatı           |
| <b>Mg</b>                          | Magnezyum                        |
| <b>MMK</b>                         | Metal matrisli kompozit          |
| <b>MPa</b>                         | Mega paskal (N/mm <sup>2</sup> ) |
| <b>Ni</b>                          | Nikel elementi                   |
| <b>SEM</b>                         | Taramalı Elektron Mikroskobu     |
| <b>SiC</b>                         | Silisyum karbür                  |
| <b>SiCp</b>                        | Silisyum karbür parçacık         |
| <b>Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub></b> | Silisyum nitrür                  |
| <b>SiO<sub>2</sub></b>             | Silisyum oksit                   |
| <b>TM</b>                          | Toz Metalurjisi                  |
| <b>TS</b>                          | Türk Standartları                |
| <b>TiC</b>                         | Titanyum karbür                  |

## TABLULAR LİSTESİ

|  |    |
|--|----|
| Tablo 3.1. Nextel 610 özellikleri.....   | 25 |
| Tablo 5.1. Matris malzemelerinin yoğunlukları.....                                     | 35 |
| Tablo 5.2. AA5754 Alaşımının Kimyasal Kompozisyonları.....                             | 35 |
| Tablo 5.3. AA5754 Alaşımının Mekanik Özellikleri.....                                  | 35 |
| Tablo 5.4. AA7075 Alaşımının Kimyasal Kompozisyonları.....                             | 35 |
| Tablo 5.5. AA7075 Alaşımının Mekanik Özellikleri.....                                  | 36 |
| Tablo 5.6. SiC ve B <sub>4</sub> C malzemelerinin mekanik ve fiziksel özellikleri..... | 36 |
| Tablo 5.7. AA5754 Alaşımının takviye elemanlarının hacimsel olarak oranları.....       | 43 |
| Tablo 5.8. AA7075 Alaşımının takviye elemanlarının hacimsel olarak oranları.....       | 44 |
| Tablo 6.1. Numunelerin teorik, özgül ağırlıkları ve porozite oranları.....             | 52 |

## ŞEKİLLER LİSTESİ

|   |    |
|---|----|
| Şekil 1.1. Bir sıvı damlasının katı altlık üzerinde yayılmasının temsili bir resim.....     | 7  |
| Şekil 1.2. Katı altlık üzerinde duran sıvı damlasının katı yüzey ile yaptığı temas açısı... | 7  |
| Şekil 2.1. Sıkıştırılmalı döküm infiltrasyon yönteminin şematik gösterimi.....              | 12 |
| Şekil 2.2. Basınçlı infiltrasyon yöntemi.....   | 14 |
| Şekil 2.3. Basıncsız infiltrasyon yöntemi.....  | 14 |
| Şekil 2.4. Vakum infiltrasyon yöntemi.....  | 14 |
| Şekil 2.5. Vortex yönteminin şematik gösterimi.....   | 16 |
| Şekil 2.6. Difüzyonla Bağlama.....  | 18 |
| Şekil 2.7. Toz metalurjisi ile üretilmiş parçalar.....                                      | 19 |
| Şekil 2.8. PVD yöntemi ile üretilmiş MMK görünümü.....                                      | 20 |
| Şekil 3.1. MMK uygulamaları (a) Piston kolu (b) Silindir gömleği.....                       | 23 |
| Şekil 3.2. SiC partikül takviyeli Al matrisli kompozit malzemeden silindir gömleği.....     | 23 |
| Şekil 3.3. Partikül takviyeli MMK kompozit fren elemanları.....                             | 23 |
| Şekil 3.4. Uzay mekiği gövdesinde kullanılan bor fiber takviyeli alüminyum tüpler.....      | 24 |
| Şekil 3.5. Titanyum matrisli F-16 iniş takımları.....                                       | 24 |
| Şekil 3.6. Karbon fiber katkılı Mg matrisli kompozit uydu destek parçaları.....             | 24 |
| Şekil 3.7. Enerji nakil hatları.....  | 25 |
| Şekil 5.1. 500 °C sıcaklıkta kuru olarak işlem gören B <sub>4</sub> C numuneleri.....       | 38 |
| Şekil 5.2. Isıtma işlemi.....   | 39 |
| Şekil 5.3. B <sub>4</sub> C tozuna ait SEM görüntüsü.....                                   | 39 |
| Şekil 5.4. Ergitme fırını imalat resmi.....   | 40 |
| Şekil 5.5. Ergitme fırını sıcaklık-zaman karakteristik eğri grafiği.....                    | 40 |
| Şekil 5.6 5754 alaşımının yarı-katı işlem için sıcaklık değerleri.....                      | 41 |
| Şekil 5.7 7075 alaşımının yarı-katı işlem için sıcaklık değeri.....                         | 41 |
| Şekil 5.8. (a) Üst kalıp, (b)Alt kalıp.....   | 42 |
| Şekil 5.9. Yarı katı sıcaklık aralıklarının tespiti için Al alaşımlarının ergitilmesi.....  | 43 |
| Şekil 5.10. Ergitme fırını.....   | 44 |
| Şekil 5.11. Pres.....   | 44 |
| Şekil 5.12. Dişi kalıp.....   | 44 |

|   |    |
|---|----|
| Şekil 5.13. Kalıptan çıkan numune.....  | 44 |
| Şekil 5.14. (a) Tel Erezyon Tezgahı, (b) numune hazırlama işlemi.....                                       | 45 |
| Şekil 5.15. Deney düzeneği ve deney numuneleri.....   | 46 |
| Şekil 5.16. Basma deney numuneleri ve ölçüleri.....   | 46 |
| Şekil 5.17. Brinell sertlik ölçümünün şematik olarak gösterimi.....   | 47 |
| Şekil 6.1. Isıl işlem sonrası a) B <sub>4</sub> C (x5000) ve b) SiC (x1500) toz SEM görüntüleri.....        | 50 |
| Şekil 6.2. Isıl işlem sonrası B <sub>4</sub> C parçacıklarından alınan XRD spektrumu.....                   | 51 |
| Şekil 6.3. AA5754/B <sub>4</sub> C kompozitlerinde takviye oranının eğilme mukavemeti etkisi.....           | 55 |
| Şekil 6.4. AA5754/B <sub>4</sub> C kompozitlerinde takviye oranının elastiklik modülüne etkisi.....         | 55 |
| Şekil 6.5. AA7075/B <sub>4</sub> C kompozitlerinde takviye oranının eğilme mukavemeti etkisi.....           | 56 |
| Şekil 6.6. AA7075/B <sub>4</sub> C kompozitlerinde takviye oranının elastiklik modülüne etkisi.....         | 56 |
| Şekil 6.7. Takviye oranının AA7075/B <sub>4</sub> C/SiC hibrit kompozit eğilme muk. Etkisi.....             | 57 |
| Şekil 6.8. Takviye oranının AA7075/B <sub>4</sub> C/SiC hibrit kompozit elastiklik modül etkisi.....        | 57 |
| Şekil 6.9. Takviye oranının AA5754/B <sub>4</sub> C kompozitlerinin basma dayanımına etkisi.....            | 58 |
| Şekil 6.10. Takviye oranının AA7075/B <sub>4</sub> C kompozitlerinin basma dayanımına etkisi.....           | 59 |
| Şekil 6.11. Takviye oranının AA7075/B <sub>4</sub> C/SiC hibrit kompozit basma dayanım etkisi.....          | 59 |
| Şekil 6.12. AA7075/B <sub>4</sub> C kompozitlerin BSD değerlerinin takviye oranı ile değişimi.....          | 60 |
| Şekil 6.13. 10% AA7075/SiC/B <sub>4</sub> C ve 20% AA7075/SiC/B <sub>4</sub> C sertlik değerleri.....       | 61 |
| Şekil 6.14. Takviyesiz AA7075 matris alaşımının mikroyapısı (x500).....                                     | 63 |
| Şekil 6.15. Takviyesiz AA5754 matris alaşımının mikroyapısı (x100).....                                     | 64 |
| Şekil 6.16. AA7075/B <sub>4</sub> C ve AA5754/B <sub>4</sub> C kompozitlerin SEM mikroyapı görüntüleri..... | 65 |
| Şekil 6.17. Üretilen %20 takviyeli AA7075/ B <sub>4</sub> C kompozitlerin EDS analizleri.....               | 67 |
| Şekil 6.18. Üretilen %20 takviyeli AA5754/B <sub>4</sub> C kompozitlerinin EDS analizleri.....              | 68 |
| Şekil 6.19. AA5754/B <sub>4</sub> C kompozitinin XRD analizi.....   | 69 |
| Şekil 6.20. AA7075/B <sub>4</sub> C kompozitinin XRD analizi.....   | 69 |
| Şekil 6.21. Isıl işlem görmüş B <sub>4</sub> C tozlarının XRD analizi.....                                  | 70 |
| Şekil 6.22. AA7075/B <sub>4</sub> C/SiC hibrit kompozitlerinin SEM mikroyapı görüntüleri.....               | 71 |
| Şekil 6.23. %20 takviyeli AA7075/B <sub>4</sub> C/SiC hibrit kompozitlerinin EDS analizleri.....            | 73 |

# BÖLÜM 1

## GİRİŞ

Metal matrisli kompozitler (MMK) üzerine çalışmalar, metalik malzemelerin üstün özelliklerini koruyup yapısal etkinliklerini geliştirme amacı ile 1950'lerin sonunda başlamıştır [1]. MMK'lerin üretim ve kullanımları, son yıllarda teknolojik gelişmelerle birlikte, özellikle de otomotiv endüstrisi, uzay ve havacılık sektörlerinde artış göstermiştir. En az biri metal ve metal alaşımı, diğeri sürekli fiber, kılcal kristal veya parçacık şeklindeki iki veya daha fazla aynı veya farklı gruptaki malzemelerin, en iyi özelliklerinin bir araya getirilmesi ile üstün özelliklere sahip MMK'lar üretilmektedir [2, 3, 4]. MMK'ler ve özellikle de süreksiz (parçacık, kısa fiber, wisker) parçacık takviyeli MMK'ların, havacılık ve otomotiv uygulamalarındaki kullanım alanları giderek artmaktadır. Son yıllarda yapısal kompozit uygulamalarında parçacık takviyeli MMK'lere ait pratik uygulamalar ve araştırmalar üzerinde durulmaktadır. Araştırmaların büyük çoğunluğu bu ileri malzemelerin üretim işlemi ve özelliklerinin tespit edilmesi üzerine olmakla birlikte ikincil üretim teknolojileri olan talaşlı işleme, birleştirme, plastik şekil verme üzerine de araştırmaların sayısı giderek artmaktadır. [5].

MMK malzemeler, yüksek elastik modül, yüksek çekme, aşınma, basma ve sürünme dayanımı, yüksek sıcaklıklarda stabilitesini koruyabilme özelliği, süneklik ve tokluk, düşük özgül ağırlık, ısıl şoklara karşı düşük hassasiyet, yüksek elektrik ve ısıl iletkenlik gibi üstün özellikler sergileyebilen ileri teknoloji malzemeleridir.

MMK'lerin yapı ve özelliklerini belirleyen üç önemli unsur bulunmaktadır. Bunlar matris malzemesi, takviye malzemesi ve ara yüzey bağıdır. Takviyenin temel fonksiyonu genelde gelen yükü taşımak, matrisin rijitliğini, dayanımını ve aşınma direncini arttırmaktır[6]. Matrisin fonksiyonu ise, takviye elamanlarının bir arada

tutulmasını ve işlem esnasında malzeme yüzeyini mekanik hasarlanmalardan korumaktır [7].

## **1.1. Metal Matrisli Kompozitler (MMK)**

### **1.1.2. Matris Malzemeleri**

MMK malzemelerin üretilmesinde matris malzemesi seçimi çok önemlidir. Bu seçimde matris malzemesinin kristal yapısından, ısıl, mekanik ve fiziksel özelliklerine kadar birçok karakteristiğın göz önünde bulundurulması gerekir. Matris malzemesinin takviye elemanı ile uyumluluđu, üretilebilirliđi ve üretim yöntemi diđer dikkat edilmesi gereken parametrelerdendir.

Matris, takviye elemanlarını birbirine bağlayarak bir arada tutmaktadır [4]. Matris malzemeleri kendi özelliklerini kompozit malzemeye aktarmanın yanında takviye elemanlarını bir arada tutmak gibi çok kritik bir fonksiyonu da yerine getirirler. Matris malzemeleri takviye elemanlarına yük aktarımı yaparlarken takviye elemanlarını aşınmaya ve korozyona karşı korurlar. Matris malzemeleri kayma, basma, akma, sürünme, dielektrik ve termomekanik özelliklerini de belirlerler. Kompozit malzemelerde matristen beklenen özellikler başta hafiflik olmak üzere korozyon direnci, kırılma tokluğu ve takviye elemanı ile uyumluluđudur [8].

Genellikle kompozit malzemeler yarı mamul ve çeşitli mekanik özellikleri belirlenmiş olarak bulunmamaktadır. Yapılacak her üretim için uygulamada istenilen teknik özelliklere göre, takviye elemanı ve matris malzemesi seçimi yapılmaktadır. Bu nedenle birbirinden farklı teknik özellikler taşıyan matris malzemeleri, önemle ve hassasiyetle belirlenip seçilmektedir. Bunlar, alüminyum, magnezyum, titanyum, bakır, kursun, vb. gibi metal malzemelerdir. İyi ıslatılabilirlik özelliğinden dolayı alüminyum ve alüminyum alaşımları endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak kullanılmakla birlikte, magnezyum, bakır, kursun, titanyum ve bunların alaşımları da matris olarak kullanılmaktadır [4].



### **1.1.2.1. Magnezyum ve Alařımları**

Magnezyum  $1.74 \text{ gr/cm}^3$  yoğunluęu olup, en hafif metaldir. Ergime sıcaklıęı dūřuktur ( $650 \text{ }^\circ\text{C}$ ) ve iyi kaynak edilebilme özellięine sahip olan magnezyum aęırlık olarak alüminyumun üçte ikisi, demirin dōrtte biri, bakır ve nikelin ise beřte biridir. Magnezyum alařımları, yüksek özgül dayanımlara, iyi dōkūlebilirlik özelliklerine ve yüksek sōnūmleme kapasitelerine sahiptirler. Oksijene olan ilgisinin fazla olması, dūřük elastik modūlūne ve dūřük yorulma direncine sahip olması yüksek sıcaklıklarda sūrūnme dayanımlarının dūřük olması gibi nedenlerden dolayı kullanım alanları sınırlıdır. Alařım elementleri olarak Alüminyum (%2.5-8) ve çinko (%0.5-4) katılarak dayanımları arttırılmaktadır [9].

### **1.1.2.2. Bakır ve Bakır Alařımları**

MMK malzemelerde bakır ve bakır alařımları genelde elektrik devre elemanlarında elektronik sistemlerde görūlmektedir. Genelde bakır, matris ięerisine grafit parçacıklar ilave edilerek dūřük termal genleřme katsayısına sahip iletken malzemeler elde edilebilir. Bunların dıřında, katı yaęlayıcı olarak grafit kullanıldıęı MMK malzemenin yatak malzemesi olarak kullanımı, kurřun kullanmaktan kaynaklanan zehirleyici etki ortadan kaldırmaktadır[10].

### **1.1.2.3. Titanyum ve Alařımları**

Ti ve alařımları MMK malzemelerde, matris malzemesi olarak çok yaygın kullanılmaktadır. Bu malzemeler yūzeylerinde ince bir  $\text{TiO}_2$  tabakası oluřturduęundan korozyon dirençleri çok iyidir. Titanyum ve alařımları biyouyum özellięine sahip olduęundan biyomalzeme olarak da kullanılmaktadır (Ni-Ti alařımları). Çok pahalı bir malzeme olmakla birlikte ısıl genleřme katsayısı çok dūřük olduęundan yüksek sıcaklık uygulamalarında tercih edilmektedir. Özellikle de çok iyi mukavemet / Özgül aęırlık oranına sahip olduklarından dolayı uzay ve uęak sanayisinde yaygın olarak kullanılmaktadır [10].

### **1.1.2.4. Alüminyum ve alařımları**

Saf alüminyumun, özgül aęırlık, elektrik ve ısı iletkenlięinin büyük olması, ve korozyona karřı dayanıklı olması, teknik alanlarda kullanımını arttırmaktadır. Saf

alüminyumun özelliğini en fazla etkileyen katkı elemanları, silisyum, demir, bakır ve çinko'dur. Artan katkı elemanı miktarına bağlı olarak, mukavemet artarken, elektrik iletkenliği önemli oranda azalma göstermektedir [4].

Alüminyum (Al), yumuşak ve hafif bir metal olmakla birlikte mat bir renkte sünek bir metaldir. Bu renk, havaya maruz kaldığı durumlarda üzerinde oluşan ince oksit tabakası sebebiyle oluşmaktadır. Alüminyum, zehirleyicidir, fakat manyetik değildir ve kıvılcım çıkarmaz. Atom numarası 13 olup, doğada genel olarak boksit cevheri halinde bulunur ve oksidasyona karşı üstün özellik gösterir. Alüminyum diğer metal malzemeler ile birleşmiş olarak yer kabuğunun %8'ini oluşturmaktadır [11].

%99,996 saflıktaki alüminyumun çekme mukavemeti yaklaşık 49 MPa iken alaşımlandırıldığında veya ısıl işlem yöntemi uygulaması sonucu bu değer 220 MPa 'a kadar çıkabilmektedir [12]. Yoğunluğu, çelik veya bakır malzemelerin yaklaşık olarak üçte biri kadardır. Dövülebilirler, işlenebilirler ve kolaylıkla dökülebilirler [13].

Ticari olarak sadece yüksek elektrik iletkenliği istenen uygulamalarda kullanılan saf alüminyum, oldukça yumuşak ve düşük dayanımlıdır. Mekanik özelliklerini iyileştirmek için, alüminyum matris malzemesi içerisine Cu, Si, Mg ve Zn gibi alaşım elemanları ilave edilir. Bu elemanların çoğu alüminyumu alaşımlandırarak, çökeltme sertleşme mekanizması ile mukavemet değerlerini önemli ölçüde artırır. Mühendislik malzemesi olarak en fazla kullanılan alaşım, Al-%4 Cu alaşımıdır [4]. Bu alaşım motor bloğu, piston, silindir gömleği, biyel kolu uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaktadır.

### **1.1.3. Takviye malzemeleri**

MMK malzemelerin üretiminde, temin edilmelerindeki kolaylık, matris malzemesi ile uyumluluk, elastiklik modülü, çekme dayanımı, yoğunluk, ergime sıcaklığı, ısıl kararlılık, ısıl genleşme katsayısı, boyut ve şekil, kimyasal bileşimi, parçacık yapı gibi özellikler göz önünde tutularak, kimyasal yapı özelliklerine göre oksitler, karbürler, nitrürler takviye malzemesi olarak kullanılmaktadır [12].

Kompozit malzemelerde iki ya da daha fazla sayıdaki farklı fazlar bir araya geldiklerinde, malzemelerden beklenen özelliklerin gerçekleşmesi için fazlar arasında belirli fiziksel ve kimyasal uyumun oluşması gerekir. Takviye elemanı seçimi, yönlendirilmeleri ve hacimsel oranları, kompozit malzemenin fiziksel ve mekaniksel

özelliklerini etkiler [4]. MMK uygulamalarında en çok kullanılan takviye malzemeleri  $Al_2O_3$ , SiC,  $B_4C$ , TiC, AlN dir.

Alüminanın ( $Al_2O_3$ ) takviye malzemesi olarak en çok kullanıldığı matris malzemesi alüminyum ve alaşımlarıdır. Alümina sahip olduğu yüksek sıcaklık dayanımı, yüksek elastiklik modülü takviye elemanı olarak kullanılmasının en önemli nedenlerindendir [9].

SiC,  $Al_2O_3$  ve AlN gibi seramik takviye elemanlarına oranla sıvı alüminyum tarafından iyi ıslatılabilme özelliği ve ucuz olması sebebiyle çok fazla tercih edilmektedir [14]. SiC fiberlerin oksidasyon dirençleri, sıcaklıkları arttırıldığında mukavemet ve rijitliği koruma özelliği bor fiberlerden daha iyidir. Ergimiş alüminyumların SiC fiber üzerindeki etkisi, bor fiberlere göre daha düşüktür [15].

#### **1.1.3.1. $B_4C$ Tozu ve Özellikleri**

Alüminyum ve alaşımları, aşınma davranışını ve mekaniksel dayanımı geliştirmek için seramiklerle takviye edilirler. Alüminyumun kolay elde edilebilir olması, düşük yoğunluklu olması ve uygun üretim şartları altında  $B_4C$  ile tepkime oluşturması nedeniyle takviye elemanı olarak  $B_4C$  tercih edilmektedir.  $B_4C$ 'ün yoğunluğu 2,51 g/cm<sup>3</sup>, Ergime Sıcaklığı 2450°C, Çekme Dayanımı 155 N/mm<sup>2</sup>, (980°C)-162 N/mm<sup>2</sup>(1425°C), Eğme dayanımı 345 N/mm<sup>2</sup>, ve Basma Mukavemeti 2850 N/mm<sup>2</sup> dir ve yalnızca HF, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub> karışımlarında yavaşta olsa çözünebilmektedir [75].

$B_4C$ , elmas ve kübik yapılu bor nitrürden sonra bilinen en sert (9.5+Mohs skalasında) üçüncü malzemedir. Nötron absorpsiyonu, sürünme direnci ve darbe dayanımı isteyen uygulamalar için farklı avantajlara sahip, kovalent bağlı seramik yapıdadır. Ayrıca seramiklerin en hafifidir. Bu yüzden kompozitin toplam ağırlığını arttırmadan mekanik özelliklerini geliştirmede kullanılabilir.  $B_4C$  ile çalışılırken dikkat edilmesi gereken dezavantajı,  $B_4C$ 'nin yüksek sertliğinden dolayı kompozitin ekstrüzyon yapabilme kabiliyetinin limitli olmasıdır. Tamamen yoğun mikroyapıların üretiminde karşılaşılan sorunlar ve gevrek kırılmaya karşı  $B_4C$ 'ün aşırı hassasiyeti bu takviye malzemesinin sahip olduğu sınırlılıklardır [76].

$B_4C$ , sahip olduğu yüksek sertlik, mukavemet ve düşük yoğunluk özelliklerine rağmen yüksek maliyeti sebebiyle kompozit malzemelerdeki kullanımı henüz istenen seviyeye gelmemiştir.  $B_4C$  bilinen en kararlı bileşiklerden biridir. Asit ve bazlarla kolay

olarak reaksiyona girmezler. Bilinen diğer birçok karbür ve nitrürler erimeden buharlaşma yoluyla bozulma eğilimi gösterirlerken  $B_4C$ , 2450 °C' de eriyerek sıvı faz oluşturur. Yüksek sertliğinden dolayı  $B_4C$ ' ün aşınma direnci çok yüksektir. Çok az malzemede bulunan, sıcaklıkla çekme mukavemetinin artması da  $B_4C$ ' yi diğer takviye malzemelerine göre ön plana çıkarmaktadır.  $B_4C$  takviyeli kompozitin işleme problemleri ve mekanik özelliklerdeki sınırlamalar matris malzemesi olarak Alüminyumun kullanımıyla önemli ölçüde azaltılabilmektedir [16].

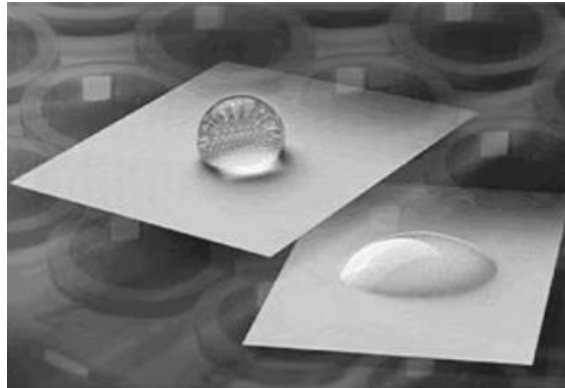
## **1.2. Metal Matrisli Kompozitlerde Ara yüzeyler**

Ara yüzey, iki faz arasında sınır teşkil eden bir veya daha fazla malzeme parametresinde süreksizliklerin meydana geldiği iki boyutlu bölgelerdir. Kompozit malzemelerde ara yüzeyin kapladığı alan takviye boyutunun küçülmesi ve takviye hacim oranlarının artışı ile birlikte artmaktadır. Matris ile takviye termodinamik olarak dengede olmayan bir sistem oluşturmaktadırlar. Kompozit malzemelerde ara yüzeyler, istenen amaçlara göre MMK üretilebilmesi, termal, elektriki ve mekanik özelliklerin malzemeye kazandırılması için iyi kontrol edilmesi gereken bölgelerdir. Bu kontrolü sağlayabilmek için, seçilen kompozit sisteminde mümkün olan bağ tipi veya bağ tiplerinden hangilerinin oluştuğunu bilmek gereklidir. Ara yüzeyde genelde mekanik bağ ve kimyasal bağ oluşmaktadır. Mekanik bağ, iki yüzey arasında mekanik kilitleme ile oluşur ve kompozit malzemenin özelliklerini önemli derecede iyileştirmektedir. Bu tür bağlanma, kimyasal veya fiziksel yöntemlerle takviye yüzeyinde işlem yaparak yüzeyin pürüzlendirilmesi ile yapılır. Takviye yüzeyinde matris fazının çekirdeklenmesi ile takviyenin matrisle çevrelenip sarılmasına sebep olur. Bu tür bağlanmada basma yükleri altında iyi sonuçlar elde edilirken, farklı yükleme durumlarında mekanik bağın yanında kimyasal bağın da oluşması ile kompozit malzemelerin dayanım özellikleri artmakta, mekanik bağın kontrollü kimyasal reaksiyonlar ile oluşturduğu bağlar ile desteklenmesi durumunda ise çok daha iyi özellikler ortaya çıkmaktadır. Mekanik bağlanma, genel olarak takviye-matris ara yüzeyinde kimyasal etkileşiminin olmadığı veya kontrol edilemediği malzemelerde tercih edilmektedir.

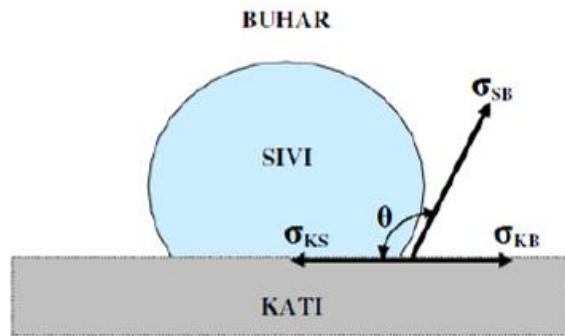
MMK sistemleri, çoğu zaman termodinamik olarak dengesiz sistemlerdir. Belirli sıcaklık ve sürede, belirli kinetik şartlarda farklı fazların ara yüzeylerinde difüzyon ve/veya kimyasal reaksiyon oluşmaktadır. Reaksiyon bağı olarak adlandırılan bu tür

reaksiyonlar ile meydana gelmiş ara yüzey oluşumları, genelde kompoziti oluşturan fazlardan farklı özelliklere sahiptirler. Ara yüzeyde güçlü bir bağın oluşması için istenen ara yüzey reaksiyonları kontrollü bir şekilde gerçekleştirilmeli, istenenden daha fazla reaksiyon ürünü ara yüzeyin kabalaşmasına ve bundan dolayı da kompozit malzemenin istenen özelliklerinin olumsuz yönde etkilenmesine sebep oluşturmaktadır. Seramik-metal ara yüzey reaksiyonları genelde yüksek sıcaklıklarda oluşur. Difüzyon veya kimyasal reaksiyon kinetiği yüksek sıcaklıklarda daha hızlı olarak gerçekleşmektedir. Ara yüzey reaksiyonlarının kontrol edilebilmesi ve istenen özelliklerin elde edilebilmesi için reaksiyon kinetiği ve termodinamiğinin bilinmesi gerekmektedir [17].

Islatabilirlik, sıvının katı yüzeyinde yayılabilme yeteneğidir. Katı altlık üzerinde duran sıvı damlasının katı yüzeyi ile yaptığı temas açısı ( $\theta$ ) ıslatabilirliğin fiziksel bir ölçüsüdür. Bir sıvı damlasının katı altlık üzerinde yayılmasını gösteren temsili bir resim Şekil 1.1 ve Şekil 1.2' de görülmektedir [9].



Şekil 1.1. Islatabilirlik, Bir sıvı damlasının katı altlık üzerinde yayılmasını gösteren temsili bir resim,



Şekil 1.2. Katı altlık üzerinde duran sıvı damlasının katı yüzey ile yaptığı temas açısı

Şekil 1.2. 'den de görüleceği üzere, ıslatabilirliğin ölçüsü olan  $\theta$  değeri, Young- Dupre eşitliği kullanılarak hesaplanmaktadır:

$\theta = 0^\circ$  ise mükemmel ıslatabilirlik

$0 < \theta < 180^\circ$  ise kısmen ıslatabilirlik

$\theta = 180^\circ$  ise ıslatabilirliğin olmadığını gösterir.

Şekil 1.2. 'de,  $\theta$  temas açısını,  $\sigma_{KB}$  katı-buhar ara yüzey enerjisi,  $\sigma_{KS}$  katı-sıvı ara yüzey enerjisi ve  $\sigma_{SB}$  sıvı-buhar ara yüzey enerjisini gösterir. Young-Dupre denklemine göre aralarındaki ilişki aşağıda görülen eşitlik ile verilmiştir:

$$\sigma_{KB} = \sigma_{KS} + \sigma_{SB} \cdot \cos \theta$$

Sıvı, katı altlık üzerine damlatıldığında, katı-buhar ara yüzey enerjisinin bir kısmı sıvı-katı ve sıvı-buhar ara yüzey enerjisi ile yer değiştirmektedir. Sıvının yayılma durumu, sistemin serbest enerjisinde bir azalma meydana gelmesi durumu ile mümkündür. Katı-sıvı arasında mevcut olan ara yüzey gerilmelerinden dolayı katının yüzey gerilmelerini ölçmek oldukça zordur. Katı yüzeyinde olabilecek herhangi bir çekme gerilmesi, sistemin denge konumunda olmasına engel durum oluşturmaktadır. Katı-buhar ara yüzey gerilmesi ( $\sigma_{KB}$ ) ile katının vakum altındaki yüzey gerilmeleri ( $\sigma_K$ ) arasında aşağıdaki görülen ilişki mevcuttur:

$$\sigma_{KB} = \sigma_K - \pi_e$$

Denklemden,  $\pi_e$  yayılma basıncını göstermektedir. Young-Dupre denkleminin aşağıda görüldüğü gibi yeniden yazılması mümkündür.

$$\sigma_{KB} = \sigma_{KS} + \sigma_{SB} \cdot \cos \theta + \pi_e$$

Temas açısındaki azalma, sıvı damlasının yüzey alanının artmasına ve bununla birlikte sıvının toplam yüzey serbest enerjisinin de artmasına sebep olur. Bu şekilde katının

toplam yüzey serbest enerjisinde azalma meydana gelir. Islatabilirlik için gerekli itici güç (  $\sigma_{KB} - \sigma_{KS}$  ) ile ifade edilir.

Seramik parçacık takviyeli MMK' larda parçacık boyutları, ıslatmayı etkileyen önemli faktörlerden biridir. Parçacık boyutu küçüldükçe, ıslatabilirlik de azalmaktadır. Bunun sebebi, parçacıkların matris malzemesine ilavesi sırasında, sıvı metal yüzeyinin küçük yarıçaptaki takviye fazı üzerinde yayılabilmesi için yüzey enerjisindeki gerekli artıştan kaynaklanmaktadır. Ayrıca, küçük boyutlu parçacıkların, yüksek yüzey alanına sahip olması sebebiyle matris alaşımına ilavesi zordur. Parçacığın yüzey özellikleri, ıslatmayı etkileyen başka bir faktördür. Parçacık yüzeyindeki kirlilikler, takviye fazını matris tarafından iyi bir şekilde ıslatılmasını olumsuz yönde etkilemektedir.

Takviye parçacıklarının, ergiyik matris tarafından iyi ıslatılabilirliğini arttırmanın temel prensibi, katının yüzey enerjisini artırmak, sıvı alaşımın yüzey gerilmelerini azaltmak veya takviye fazı ile matris malzemesi arasındaki ara yüzey enerjisini azaltmaktır [19].

Al/SiC ara yüzeylerinde kimyasal potansiyel farklılıkları vardır. Bundan dolayı yüksek sıcaklıklarda ara yüzey tepkimeleri için itici bir güç söz konusudur. Al metalinin ergime sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda, atmosferik basınçta, SiC ısıl devinimsel olarak kararsız hale gelmekte ve  $650 \pm 3$  °C'de  $Al_4C_3$  oluşturmak üzere Al ile tepkimeye girmektedir [20].

$Al_2O_3$  partiküllerin Al ile ara yüzey bağ yapısına bağlı olarak ıslatabilirliği genel olarak zayıftır. Bu sorunu ortadan kaldırmak için, takviye ile matris arasında güçlü bir bağ kurulmalıdır. Mekanik özelliklerde iyileşme elde etmek amacıyla, takviye elemanlarının kaplanması (nikel, kobalt, ve paladyum gibi), matris alaşımına alaşımlama yapılması (Mg ilavesi gibi), partiküllerin oksitlenmesi gibi yöntemler uygulanmaktadır[21].

Al- $B_4C$  kompozitleri, üstün özellikler göstermesine rağmen, yaygın olarak kullanılmasının önünde ekonomik ve teknik engeller vardır.  $B_4C$  tozlarının maliyetinin, SiC veya  $Al_2O_3$  gibi takviye malzemelerine göre daha yüksek olması,  $B_4C$  takviyeli Al-MMK'ler ile ilgili yapılan araştırmaların sınırlı kalmasına yol açmaktadır. Al-MMK'lerin düşük sıcaklıklarda uygulanan düşük maliyetli üretim yöntemleri ile üretilmesinin önünde en büyük engel ıslatılabilirliktir[22]. Al- $B_4C$  kompozitlerin sıvı faz üretim yöntemleri ile üretiminde ara yüzey açısından dikkat edilmesi gereken

önemli iki konu, alüminyumun  $B_4C$  üzerindeki düşük ıslatılabilirliği ve sistemin reaktifliğidir. Özellikle  $900\text{ }^{\circ}C$ 'nin üzerinde, oluşan fazlar daha komplike yapıda olmaktadır. Bu fazların oluşumu kompozitin mikro yapısını ve mekanik özelliklerini direkt olarak etkilediği görülmektedir. Sistemin faz kompozisyonu, başlangıç malzemesine, proses öncesi  $B_4C$ 'e uygulanan ısı veya kimyasal işlemlere, proses sıcaklığına ve proses süresine bağlıdır [23].

$Al-B_4C$  kompozitlerin ıslatılabilirliğini artırmak amacıyla titanyum ihtiva eden flaks kullanılarak matris/takviye ara yüzeyinde Ti-C ve Ti-B içeren reaksiyon tabakası oluşturularak ıslatılabilirlik artırılmaktadır[24].  $Al-B_4C$  kompozitlerinin üretiminde, diğer pek çok  $Al-MMK$ 'lerde olduğu gibi, karşılaşılan en önemli sorun, özellikle ağırlıkça %10'un üzerindeki takviye oranları ve  $1100\text{ }^{\circ}C$  ve altı gibi düşük sıcaklıklarda alüminyum metalinin takviye malzemesi olan  $B_4C$  yüzeyini, etkili bağlanmayı sağlayabilecek ve bunun sonucunda kompozitin istenilen mekanik özelliklere sahip olmasını sağlayacak şekilde ıslatamamasıdır[22].  $B_4C-Al$  kompozitlerin seramik ile metal arasındaki tepkime miktarı ve hızı kontrol edilip, üretim koşulları optimize edilerek nihai kompozitlerin kimyasal bileşimi, mikroyapısı ve mekanik özellikleri ilavesi ile ısı işlemlerden de faydalanılarak geniş bir aralıkta ihtiyaca göre ayarlanabilmektedir [25].



## BÖLÜM 2

### METAL MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ

MMK malzemeler birçok teknikle üretilmektedir. Uygun yöntemin seçiminde MMK malzemedeki istenen özellikler, sınıf, maliyet, ürün sayısı, takviye elamanının dağılımı (parçacık yada fiber), matris alaşımı, ve uygulama alanı dikkate alınır. MMK malzemenin üretim yöntemi seçiminde işlenebilirlik de göz önüne alınması gereken bir özelliktir. MMK'lerin üretimlerini, sıvı faz, katı hal ve buhar fazı üretim tekniği olarak üç ana gruba ayırmak mümkündür. Farklı matris ve takviye fazlarının kullanılıyor olması MMK'lerin üretiminde farklı tekniklerin geliştirilmesine sebep olmuştur [19].

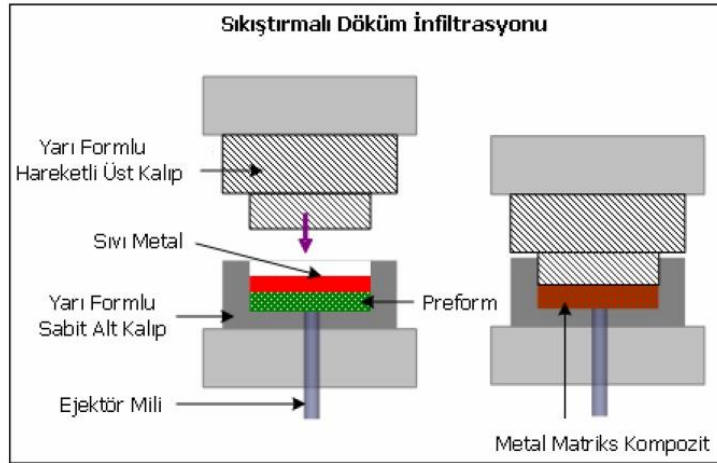
#### 2.1. Sıvı-faz Üretim Yöntemleri

Sıvı faz üretim yöntemi, geleneksel döküm yönteminin kompozit malzemeler üzerine uygulanması ile geliştirilmiş yöntemlerdir. Değişik metodların uygulandığı bu yöntemlerde ana malzeme, seramik takviye ile temas sağlandığında, kısmen veya tamamen eriyik haldedir. Bu durumda, ana malzeme ile takviye malzemeleri arasında iyi temas sağlandığından ara yüzey bağı kuvvetli olur. Ancak sıcaklık, basınç, temas süresi gibi değişkenlerin kontrol edilememesi durumlarında ara yüzey reaksiyonları oluşabileceğinden dolayı kırılabilir bir yapı ile karşılaşılabilir. Buna rağmen yöntemin; basit ve ucuz olması, karmaşık ve şekilli parçaların elde edilmesi, çeşitli metal malzemeler ve fiberler için uygun olması, gibi avantajlara sahip olmaları ticari uygulamalarda tercih edilmesine neden olmaktadır [26]. Sıvı hal üretim tekniklerine örnek olarak, vakum infiltrasyonu, gaz basınçlı infiltrasyon, mekanik basınçlı metal

enjeksiyon infiltrasyonu, sıkıştırımlı döküm infiltrasyonu ve karıştırımlı döküm gösterilebilir [13].

### 2.1.1. Sıkıştırma Döküm

Yapılan araştırmalar, sıkıştırma döküm yöntemi ile elde edilen MMK malzemelerin ucuz ve yüksek dayanımlı olarak elde edilebilmesini ve gelecekte bu yöntemin çok kullanılacağını göstermektedir. Sıkıştırma döküm yöntemi, metalin basınç kullanılarak katılaştırılmasıdır. Bu yöntem sayesinde, her tip takviye malzemesi kullanılarak MMK malzeme üretilmektedir. Dökümü yapılacak sıcaklığa çıkarılmış sıvı metal, belirli bir sıcaklığa ısıtılan takviye malzemesi üzerine kontrollü bir şekilde dökülür. Katılma işlemi tamamlanmaya kadar sıvı metal üzerine yüksek oranda basınç uygulanır. Basınç altında katılma işlemi yapılarak takviye malzemesi ile Matris malzemesi arasında ara yüzey bağ mukavemeti olumlu etkilenmektedir [27]. Sıkıştırımlı döküm infiltrasyon yönteminin şematik gösterimi Şekil 2.1. 'de görülmektedir.



Şekil 2.1. Sıkıştırımlı döküm infiltrasyon yönteminin şematik gösterimi [13].

Yöntemin Avantajları;

- Uygulanan basınç ile katkı fazın, sıvı metal tarafından ıslatılabilirliğinin artması,
- Katılmanın basınç altında gerçekleşmesi ile, makro-mikro porozitelerin giderilmesine ve alüminyum matris alaşımının daha iyi metalurjik bir yapıya sahip olmalarını sağlar,
- Yüksek mekanik özellikler,

- Yüksek sıcaklık değerlerinde ısıl kararlılık,
- Daha ince bir mikro yapı,
- Geleneksel döküm yöntemine göre segregasyonunun en aza indirgenmesi
- Elde edilecek üründe boyut tamlığının net veya net şekle yakın olarak sağlanması,
- Karmaşık şekillerin üretilebilmesi,
- Yüzey bitirme işlemlerine gerek kalmaması,
- Daha az enerji ihtiyacı,
- Kompozit üretimlerine uygulanabilmesi ve özel alaşımların dökülmesi gibi avantajlar sağlamaktadır [7].

### 2.1.2. Sıvı-metal infiltrasyonu

Yöntemde, preform denilen takviye malzemesinden hazırlanmış düzenli gözenekli yapı arasındaki boşluklara sıvı metalin basınçlı veya basınçsız biçimde enjekte edilmesi esastır. Preform genelde döküm sonrası nihai parçanın şeklini alacak şekilde tasarlanır. Şekillerini bozmamak için bağlayıcı kullanılır. İnfiltrasyon işlemi vakum, atmosferik veya inert gaz ortamlarında yapılabilir. En çok tercih edileni vakumdur. Çünkü vakum altında takviyelerin yüzey aktiviteleri daha iyi olduğundan ıslatabilirlik daha fazladır.

Vakum infiltrasyon yönteminde sıvı matrise negatif bir basınç uygulanarak gözenekli takviye içerisine infiltre edilmektedir.

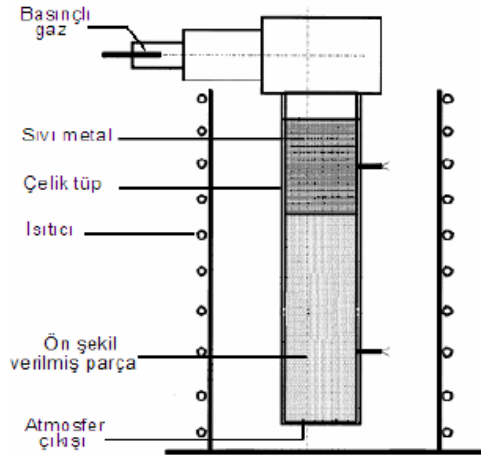
Tekniğin avantajları;

- Hızlı ve yüksek üretim kapasitesine sahip olması
- Son ürün şekline yakın üretim imkanı
- Yöntem kolay ve ekonomik olması

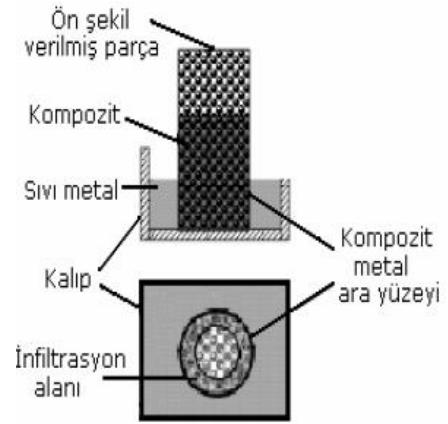
Tekniğin dezavantajları;

- Al alaşımlarında sıvı matrisin yüzeyinde oksit tabakası oluşması, takviyenin ıslatılmasını zorlaştırdığından infiltrasyonu olumsuz etkilemektedir.

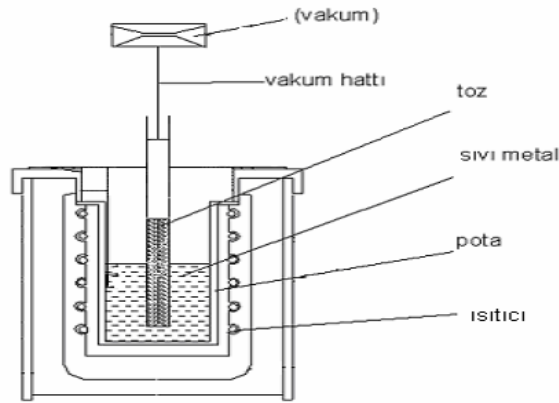
Sıvı matrise, takviyeyi ıslatma kabiliyetini artırıcı elementler ilavesiyle ve seramik takviyenin Cu ve Ni gibi elementlerle kaplanması ıslatılabilirliği arttırmaktadır.. Aşağıda değişik infiltrasyon uygulamaları şematik olarak verilmektedir (Şekil 2.2-2.4.) [19].



Şekil 2.2. Basınçlı infiltrasyon yöntemi



Şekil 2.3. Basıncsız infiltrasyon yöntemi



Şekil 2.4. Vakum infiltrasyon yöntemi [19].

### 2.1.3. Püskürtme Yöntemi

Bu yöntem özellikle parçacık takviyeli MMK malzemelerin üretiminde kabul görmüş bir yöntemdir. Püskürtme yöntemleri, sıvı metal damlaları halindeki matris malzemesi ve takviye parçacıklarının çıkarılabilir bir alt tabakaya püskürtülmesi

şeklinde uygulanmaktadır. Püskürtülen ergiyik metal parçacıkları, takviye elemanlarına yapışmakta ve hızla katılaşmaya başlamaktadır. Bu tip üretim yöntemi, alüminyum gibi ergime sıcaklığı düşük olan metallerde uygulanır [23].

Tekniğin avantajları;

- Matrisin hızlı katılaşması sebebiyle kazanılan mukavemet artışı,
- Takviye ile matris arasındaki reaksiyon süresinin kısalması,
- İnce taneli yapı elde edilebilmesi
- Toz metalürjisi yönteminde tipik olarak uygulanan harmanlama gibi kademelerin kaldırılmış olması

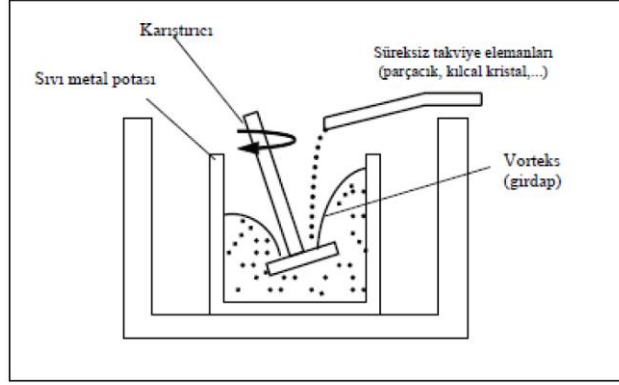
Tekniğin dezavantajları;

- Sadece süreksiz takviye fazları için uygulanabilir olması,
- Maliyetinin yüksek olması
- Sadece basit şekilli parçaların üretimine olanak sağlaması

#### **2.1.4. Vortex Yöntemi**

Vorteks (Girdap) metodunda, parçacıklarının bir karıştırıcı vasıtasıyla oluşturulan girdap üzerinden eklendiği yöntemde, ergitilen metal matrisin içine daldırılan bir karıştırıcı yardımıyla oluşturulan girdap içine seramik takviye malzemesi kontrollü bir şekilde verilerek kompozit malzeme elde edilir. Bu metod MMK çalışmalarında yaygın olarak kullanılan metotlardan birisidir. Vortex metodu ile MMK malzeme elde edebilmek için karıştırma hızı, karıştırıcı kabiliyeti, karıştırma sıcaklığı, takviye hızı gibi işlem parametrelerinin hassas olarak kontrol edilmesi gerekir. Kontrolün sağlanamadığı sistemler ise düşük parçacık boyutu ve yüksek hacim oranlarında, özellikle de parçacıkların etrafında porozite oluşmakta ve parçacık yığılması görülmektedir.

Vortex (karıştırma) yönteminde kullanılan deney düzeneği Şekil 2.5 'de verilmiştir.



Şekil 2.5. Vortex yönteminin şematik gösterimi [10].

Tekniğin avantajları;

- Yaygın olarak kullanılan yöntemlerden biridir.
- Klasik döküm işlemlerinden daha düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilir.
- Islanmayan malzemelerin vorteks oluşturarak karıştırma işlemi ile ıslanabilirliği artar.

Tekniğin dezavantajları;

- Takviye malzemesinin içyapıya homojen bir şekilde dağılımının zorluğu
- Matris malzemesinin seramik esaslı takviye malzemelerini ıslatmasının kötü olması,
- Karıştırma, vakum ve soygaz ortamlarında yapılmaz ise içyapıda oksit inklüzyonlarının oluşması,
- Sıvı metal ile takviye parçacıklarının uzun süre temas etmesi sebebi ile istenmeyen kimyasal reaksiyonların oluşması,
- Karıştırma sırasında veya karıştırma sonrasında bölgesel parçacık topaklanmalarının (kümelenme) oluşması, uzun elyafların kullanılamaması ve takviye yönlenmesinin yapılamaması [10].
- Mekanik hareketlilik sırasında seramik parçacıkların kırılması,
- Çekilmeden kaynaklanan poroziteden ayrı olarak karıştırma ile oluşturulan girdabın takviye elemanı ile birlikte hava kabarcıklarının sıvı içine girmesi ile sıvı metalin gaz içeriğinin artması ve bundan dolayı üretilen kompozit malzemelerin poroziteli olmasıdır [28].

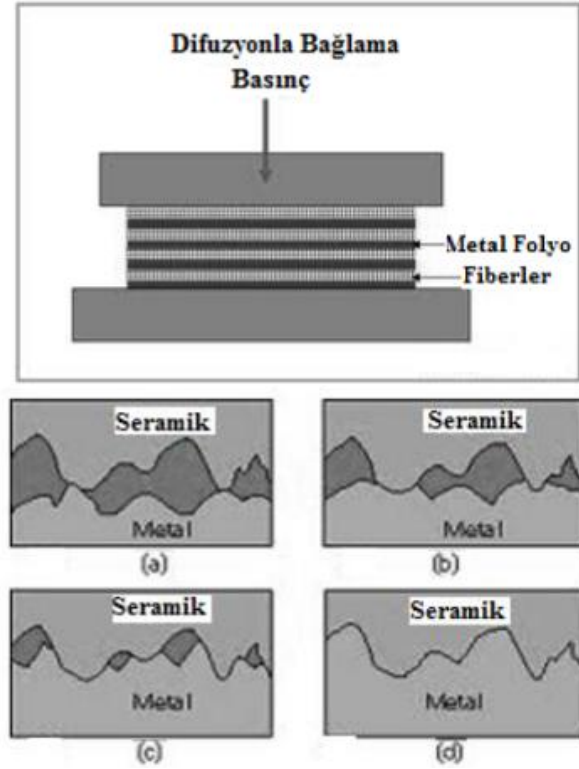
### **2.1.5. In-situ yöntemi**

Takviye fazın ergiyik malzeme içerisinde çekirdeklendiği yöntemler olarak tanımlanan in-situ üretim yöntemleri, ekonomik ve teknik açıdan önemli avantajlar sağlamaktadır. In-situ üretim yöntemlerinde, parçacık miktarının ve şeklinin kontrol edilmesi mümkündür. Bu durum, kompozit malzemenin özelliklerinin iyileşmesine olanak tanır. Diğer üretim yöntemlerinde görülen ıslatılabilirlik problemi ve matris ve takviye faz arasındaki ara yüzey uyumsuzluğu, bu yöntemde görülmemektedir. Ergiyik bileşimi ve reaksiyon kimyası kontrol edilerek karbürler, nitrürler, oksitler, borürler ve silikatlar oluşturulabilmektedir. Başlangıç fazlarına bağlı olarak reaksiyonlar genellikle gaz-sıvı, sıvı-katı ve sıvı-sıvı olarak kategorize edilebilir. Düşük ve yüksek sıcaklık alaşım sistemlerinde ergiyik faz içinde çekirdeklenecek oluşan takviye fazın bulunması, ana alaşım malzemesinin dayanımını ve elastiklik modülünü olumlu yönde etkilemektedir. Diğer bir faydası da, yüksek sıcaklık performansını arttırmasıdır. Ti ve B tozlarının karıştırılarak Al-TiB<sub>2</sub> kompozit malzeme üretimi bu yöntemde örnek olarak verilebilir. Sıvı-gaz reaksiyon metodu ile TiC takviyeli alüminyum bazlı kompozit malzemeler üretilmektedir. Örneğin Al-Ti eriyik içerisine metanol gibi karbon bazlı gaz gönderip yüksek sıcaklıklarda Al-TiC kompozit malzeme üretilmektedir [29].

## **2.2. Katı-faz üretim yöntemleri**

### **2.2.1. Difüzyon bağlama**

Bu yöntemle genelde ince sac ve yaprak formunda metal matrisli fiber takviyeli MMK'lar üretilmektedir. Difüzyonla bağlama için matris ve takviye fazı kimyasal yüzey işlemleri aktif hale getirilir. Fiberler metal sac üzerine yerleştirilir ve sıkıştırma (presleme) uygulanarak bağlanma sağlanır. Uygulanan basınç, sıcaklık ve bekleme süresi kompozit sistemine göre değişiklik göstermektedir. Yöntemin en büyük sakıncası ara yüzeyde çok sayıda kimyasal reaksiyonun gerçekleşmesidir. Difüzyonla bağlama yöntemi aynı zamanda MMK'lerin kullanım yerine göre diğer malzemelerle birleştirilmesinde de kullanılan bir yöntemdir (Şekil 2.6.) [10].

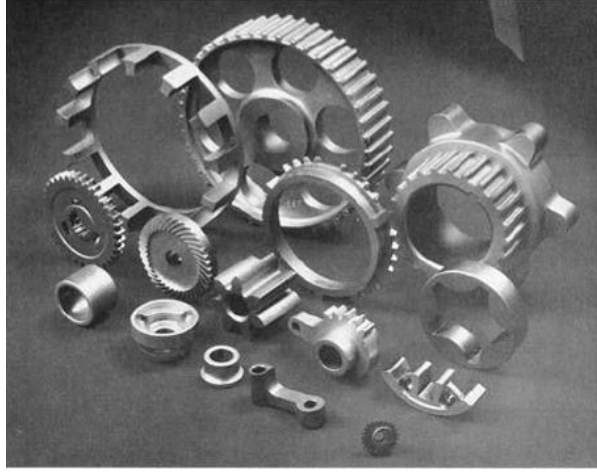


Şekil 2.6. Difüzyonla Bağlama[10].

### 2.2.2. Toz metalurjisi (TM)

Toz metalurjisi yöntemi, metal tozlarını birbirine bağlamak suretiyle ürün haline getirme işlemidir. Daha genişletilmiş ifadeyle olarak toz metalurjisi, toz şeklindeki malzemelerin pres altında yüksek sıcaklıklarda sinterlenmesi ile parça imalatıdır. Saf metal malzemeler, alaşımlar, karbonlar, seramikler ve polimer malzemeler birbiri ile karıştırılarak basınç altında şekillendirilebilmektedir. Bu parçalar, ana bileşenin (matris malzemesi) ergime sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta sinterlenerek parçacıkların temas yüzeyleri arasında kuvvetli bağlar oluşturulur ve bu şekilde istenilen özelliklerde malzeme elde edilir. Toz metalurjisi yöntemi ile küçük, karmaşık ve boyutsal hassasiyetleri yüksek parçalar seri imalata uygun olarak üretilebilir (Şekil 2.7). Malzeme kayıplarının az olması ile birlikte belirli derecelerde gözenek ve geçirgenlik elde edilir [10].



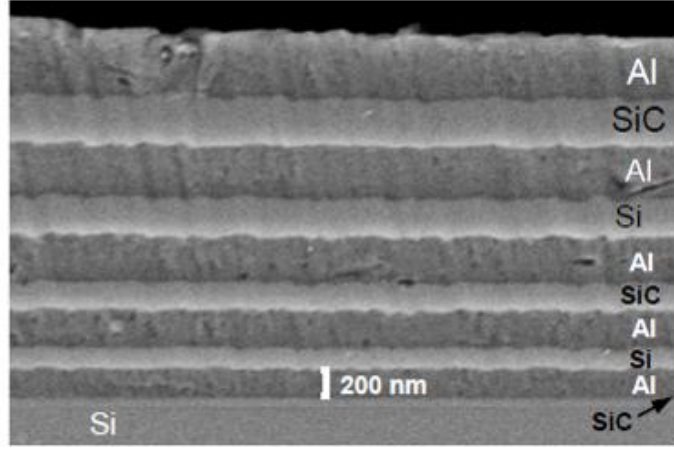


Şekil 2.7. Toz metalürjisi ile üretilmiş parçalar [10].

### **2.3. Buhar-faz üretim yöntemleri**

#### **2.3.1. Fiziksel Buhar biriktirme (PVD)**

PVD, nanometre ölçeğinde, çok katmanlı MMK'lerin üretiminde de kullanılmaktadır. Nanometre ölçeğinde tekil katmanlarıyla çok katmanlı bir Al/SiC kompozitinin mikro yapısı Şekil 1' de gösterilmiştir. Toplam katman, 25 nm civarı tekil SiC katmanları ile 105 nm civarı Al katmanlarıyla birlikte 500 nm kalınlıkta olmuştur. Oluşan bu kompozitin benzer kalınlıktaki saf bir Al tabakadan daha yüksek oranda mukavemet değerlerine sahiptir[30]. Bu yöntemde, takviye elemanları üstlerine çökeltilecek metal buharı içerisinde geçirilir ve üstlerinde bir katman oluşturulur. Maliyeti diğer yöntemlere göre çok daha fazladır[31]. Fiberler katot görevi gören bir mandrel etrafına sarılır ve istenilen matris materyalinin anoduyla birlikte kaplama banyosu içerisinde yerleştirilir (Şekil 2.8). [30].



Şekil 2.8. PVD yöntemi ile üretilmiş MMK görünümü

#### 2.4. Yarı-katı (thixo-processing) üretim yöntemleri

Yarı katı döküm işlemi çift faz kullanılan üretim yöntemidir ve bu yöntemde; parçacıklar veya kısa fiberlerin sıvıya ilave edilip karıştırılması ve yarı katı hale getirilerek veya önceden yarı katı hale getirilmiş sıvı içerisine takviye elemanlarının katılarak dökülmesi işlemidir. Bu yöntemde parçacıkların yüzme ve çökme gibi problemlerinin en aza indirilmesi mümkündür [77].

Çift faz kullanılan üretim yöntemleri araştırmacılar tarafından son zamanlarda oldukça ilgi görmektedir. Bu yöntemlerin metal malzemelerin tiksotropik davranışı ile açıklanabilen çok sayıda avantajı vardır. Yöntemin başlıca avantajları;

- Düşük sıcaklıklarda ve kısa süreli karıştırma işlemi nedeniyle diğer sıvı karıştırma yöntemlerine nazaran daha az enerji tüketimi
- Alaşım tarafından takviye malzemesine kimyasal atakların azaltılması
- Daha uzun kalıp ömrü
- Vizkoz yarı katı malzemenin laminer akışı
- Daha az katılaşma büzülmesi
- Sıcak yırtılmaya daha az eğilim
- Daha hızlı proses çevrimi
- Kompozit malzemenin dayanımını düşüren reaksiyon ürünlerinin daha az oluşması
- Karıştırıcılarda aşınmanın ve karışım içinde istenmeyen elementlerin azalması
- Ortamdan gaz alma oranının düşmesi ile daha az gözenekli iç yapı

k) Dentritik olmayan eş eksenli tanelere sahip katı faz oluşumu [32-33]

Yarı katı üretim yöntemlerinin başlıca dezavantajları;

- a) Yüksek vizkozite nedeniyle karıştırma zorluğu
- b) İşlem parametrelerinin sabit tutulma zorluğu (sıcaklık, kayma gerilmeleri v.b.) [32-34]

### **2.5.1. Kompo-döküm (Compocasting)**

Bu yöntem kuvvetli bir karıştırma uygulanırken katılaşmaya başlayan ergiyik içersine takviye parçacıklarının eklendiği çift fazlı bir işlemdir. Yarı katı bulamaç içersinde katılaşmaya başlayan matris tanecikleri takviye parçacıklarını mekanik olarak kendi bünyelerine hapsederler. Böylece takviye parçacıkları hem matris malzemesinden ayrılmaz hem de bir araya toplanarak aglomorasyon oluşturmaz. Bu şekilde takviye parçacıklarının matris içersinde daha homojen dağılımı sağlanabilir.

Kompo-döküm özellikle düşük maliyet ve kolay üretim bakımından magnezyum matrisli kompozitlerin üretimi için idealdir [35, 36, 37].

### **2.5.2. Rheocasting**

Bu yöntem, kısa fiber veya parçacık takviyeli MMK malzemeler için uygulanan yöntemlerin en ekonomiklerinden biridir. Matris malzemesi, karıştırma üniteli bir ergitme fırınının içine yerleştirilip ergime sıcaklığının 40-50 °C üzerinde ısıtılmakta, sıcaklık homojenize edilmekte ve sıvı metal sıcaklığı kontrollü olarak düşürülmektedir. Alaşım %40-50 katı hale geldiğinde matris malzemesinin içine takviye malzemesi eklenmeye başlamaktadır. Takviyenin ilavesi esnasında sıcaklık yükseltilmeye başlamakta ve takviyenin tamamı iyi şekilde ıslatılıncaya kadar sıcaklık arttırılarak karıştırma işlemi devam etmektedir. Döküm işlemi ergime sıcaklığının üzerinde gerçekleştirilir[38].

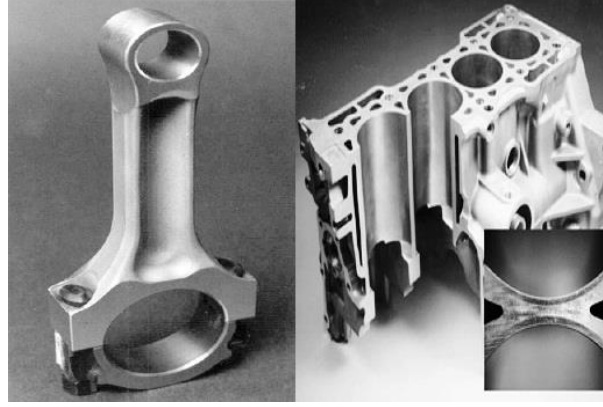
## BÖLÜM 3

### METAL MATRİSLİ KOMPOZİTLERİN ENDÜSTRİYEL UYGULAMA ALANLARI

Kompozit malzemeler günümüzde, Otomotiv Endüstrisi, Uzay/Havacılık Endüstrisi, ev aletleri, elektrik ve elektronik sanayi, iş makineleri, tarım sektörü, inşaat sektörü, taşımacılık sektörü, şehir planlama, mobilya sanayi gibi alanda kullanılmaktadır[39].

#### 3.1. Otomotiv Endüstrisindeki Uygulamaları

Otomobilin ağırlığını azaltarak yakıt tüketiminde tasarruf sağlanması, otomobil üreticilerini, hafif ama istenen özellikleri karşılayabilecek yeni malzeme arayışlarına yöneltmiştir[40]. Otomobillerde ihtiyaç duyulan, yüksek spesifik modül, yüksek yorulma direnci, aşınma dayanımı ve düşük termal genleşme katsayısı gibi üstün özellikleri MMK'lerin otomotiv sektöründe kullanımını cazip hale getirmektedir. MMK'lar otomotiv sektöründe en çok, fren pedalı, piston kolu, segman, kasnaklar, selektör çatalları, kadran milleri, fren diskleri, motor blokları ve silindir astarları, silindir gömleği, bağlantı çubukları, valfler ve çekiç millerinde kullanılırlar[16]. Bunlara ilave olarak yüksek aşınma dayanımı, yüksek ısı kararlılık, iyi ısı iletkenliği, yüksek sıcaklıkta dayanım özelliklerinden dolayı dizel motor pistonlarında da kullanılmaktadır [41]. Şekil 3.1-3.3 MMK'ların otomotiv sektöründeki kullanım alanlarına örnek olarak gösterilebilir.



Şekil 3.1. MMK uygulamaları (a) Piston kolu (b) Silindir gömleği [16].



Şekil 3.2. SiC partikül takviyeli Al



Şekil 3.3. Partikül takviyeli

matrisli kompozit malzemedan silindir gömleği MMK kompozit fren elemanları [42]

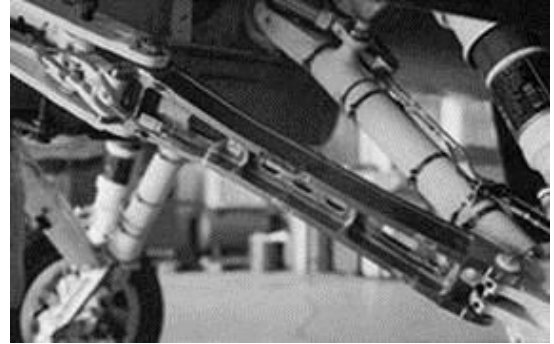
### 3.2. Uzay/Havacılık Endüstrisi

Uzay araçları maruz kaldıkları yüksek sıcaklık ve basınçlara karşı, yüksek dayanımlı ve hafif malzemelerin kullanılmasına gereksinim duymaktadır. Uzay araçlarının karşılaştıkları yüksek sıcaklıklar dikkate alındığında, geleneksel metaller ve alaşımların kullanım yerlerine göre oldukça yüksek değerlerdedir[43]. MMK malzemeler özellikle uçakların gövde, iskelet ve kanat omurga sisteminde yoğun bir biçimde kullanılmaktadır [16]. Ayrıca, uzay teleskobu, platform taşıyıcı parçalar, uzay haberleşme cihazlarının reflektörü ve destek parçalarının yerlerinde çok fazla kullanılmaktadır. Titreşim, yorulma ve ısı dayanımları uzay ve havacılık sanayinde birleşik malzemelerin önde gelen avantajları arasındadır [44]. Şekil 3.4-3.6 arasında,

Uzay/Havacılık Endüstrisinde kullanılan MMK'lerin uygulama alanlarına ait örnekler görülmektedir.



Şekil 3.4. Uzay mekiği gövdesinde kullanılan bor fiber takviyeli alüminyum tüpler



Şekil 3.5. Titanyum matrisli F-16 iniş takımları



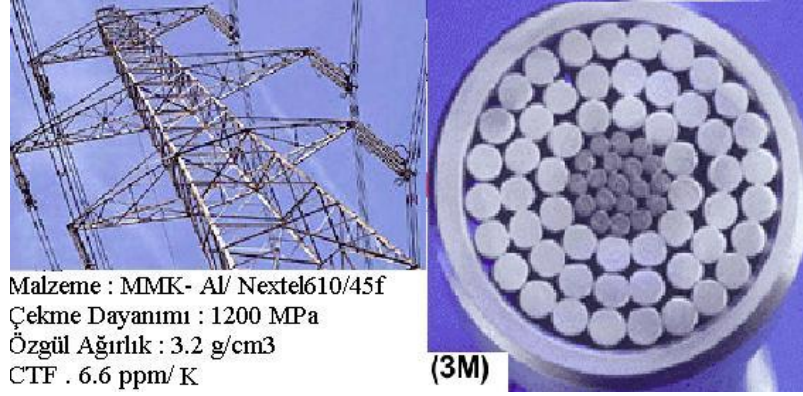
Şekil 3.6. Karbon fiber katkıli Mg matrisli kompozit uydu destek parçaları

### 3.3. Elektrik ve Elektronik Sanayi

Uygun malzemelerin seçilmesi ile üstün elektriksel özelliklere sahip kompozit ürünler elde edilebilmektedir. Oksit elyaf takviyeli Alüminyum Kompozitler, oksit liflerinin oksidasyon ve korozyona karşı yüksek direnç göstermelerinden dolayı, üstün özelliklere sahip olmaktadır. Şekil 3.7'de görüldüğü gibi Nextel 610 elyaf takviyesi ile yüksek iletkenlik, dayanım (>1500 MPa) ve yüksek esneme modülüne sahip olan alüminyum kompozitler enerji nakil hatlarında kullanılabilirler [45]. Nextel 610 özellikleri Tablo 3.1.'de verilmiştir [46].

Tablo 3.1. Nextel 610 özellikleri

| Lif Tipi   | Bileşimi wt %                       | Çap $\mu\text{m}$ | Yoğunluk $\text{gcm}^{-3}$ | Gerilme direnci GPa | Youn modelleri GPa |
|------------|-------------------------------------|-------------------|----------------------------|---------------------|--------------------|
| Nextel 610 | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -99+ | 10-12             | 3.9                        | 3.1                 | 370                |



Şekil 3.7. Enerji nakil hatları

## BÖLÜM 4

### KAYNAK ARAŞTIRMASI

B<sub>4</sub>C takviyeli alüminyum kompozitlerin üretimi ve B<sub>4</sub>C tozlarının oksitlendirme işlemleri ile ilgili olarak literatür taranmış ve bu alana ait bulunan makale ve çalışmaların içerikleri aşağıda özetlenmiştir.

Krishna ve arkadaşları; B<sub>4</sub>C parçacıklarıyla güçlendirilmiş AA6061 alüminyumun, mekanik özelliklerini (sertlik ve çekme mukavemeti) geliştirmek için çalışmışlar. 200 gram 6061 alüminyum grafit potaya koyup 750 °C sıcaklıkta fırında ergitmişler. Grafit pota içindeki ergiyik, mekanik karıştırıcı yardımı ile 300 devirde 5 dakika iyice karıştırıldıktan sonra ergiyik içine 3 gram gaz arındırma tableti (C<sub>2</sub>Cl<sub>6</sub> - katı heksakloro etan) ilave edilmiş. Karıştırma döküm tekniği kullanılarak 37 µ, 44 µ, 63 µ, 105 µ, 250 µ olan B<sub>4</sub>C parçacıkları iyice karıştırılmış olan alüminyumun içine %6, %8, %10, %12 oranlarında katılmış. Yapılan çalışma neticesinde; malzemenin gerilme mukavemeti ve sertliğinin, parçacık boyutunun artması ve takviye oranının artışı ile arttığı tespit edilmiştir [47].

Aksöz ve arkadaşları; gaz atomizasyonu yöntemi kullanılarak üretilen AA2014 alaşımı tozlarına, basınçlı infiltrasyon yöntemi ile, %10 ve %20 B<sub>4</sub>C takviye edilmek sureti ile kompozit malzeme elde edilmiş. Üretilen AA2014-B<sub>4</sub>C kompozit yapıya uygulanan; sıvı faz sinterleme, yaşlandırma ve kriyojenik soğutma işlemlerinin sertlik ve mikro yapıya etkilerini incelemişler. Mikro yapı incelemesinde, SEM ve MAP analizinden yararlanılarak, ısıl işlemlerin mikro yapıya etkileri belirlenmiş. Kriyojenik soğutma işlemi sonrasında elde edilen sertlik değeri, sinterleme ve yaşlandırma sonrasında elde edilen sertlik değerinden yüksek olması, kriyojenik işlemin yaşlandırılabilir alaşımlar üzerindeki etkinliğini belirlemiştir [48].

Uvaraja ve arkadaşları; AA7075 malzemesine, SiC (%5, %10 ve %15) ve B<sub>4</sub>C (%3) ağırlık oranlarında takviye yapılarak karıştırma döküm tekniği kullanarak hibrit



kompozit malzemeler üretmişler. Al matris malzemesini, 600 °C de 500-600 devirde karıştırma işlemi uygulanırken, SiC ve B<sub>4</sub>C takviyeleri 10 dakikalık sürede matris malzemesinin içine ilave etmişler. Takviye karıştırılmış ergiyik, önceden 300 °C' ye ısıtılmış olan çelik kalıp içerisine dökülüp normal hava koşullarında soğumaya bırakılmış. Daha sonra kalıptan çıkarılan kütük malzemelerden numuneler alınarak Rockwell sertlik test cihazında, oda sıcaklığında sertlik değerleri incelenerek, kullanılan takviye oranlarının artış miktarına bağlı olarak sertlik değerlerindeki artış oranları tespit etmişlerdir [15].

Taşçı ve arkadaşları; Toz metalürjisi (TM) yöntemi uygulanarak, AA2014 toz metal alaşımlarına, ağırlıkça %1, 2, 4 ve 8 oranlarında B<sub>4</sub>C parçacık takviyeleri yapılarak, kompozit numuneler üretilmiştir. Hazırlanan matris/takviye toz karışımlarına 700 MPa basınç altında presleme işlemi uygulanarak, atmosfer kontrollü fırınlarda 560 °C sıcaklıkta 1 saat sinterleme işlemi yapılarak kompozit numuneler üretilmiş. Üretilmiş olan kompozit malzelerin; gözeneklilik, yoğunluk, sertlik değişimleri ve aşınma özelliklerini incelemişler. Takviye miktarının artması ile sertlik değerinde artış olduğunu belirlemişler. Ayrıca, deneylerin sonucunda, en yüksek sertlik değerleri, %8 takviye oranında 90 HV olarak ölçmüşler. Kompozit numunelerdeki aşınma dirençlerini ise, takviye fazlarının artan hacim oranları ile birlikte arttığını gözlemlemişlerdir [49].

Hasırcı ve arkadaşları; Toz metalürjisi tekniği ile üretilmiş Al matrisli B<sub>4</sub>C parçacık takviyeli kompozitin kuru kayma koşullarındaki aşınma davranışlarını, mikroyapı incelemeleri, sertlik ölçümleri ve abrasif aşınma deneyleri yaparak incelemişler. Abrasif aşınma testleri, 180 ve 400 Mesh Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zımpara kullanılarak 10 N ve 20 N yük altında 0,2 m s-1 kayma hızında gerçekleştirilmiş. Kompozitin sertlik değeri, B<sub>4</sub>C parçacık ilavesinin artması ile arttığını belirlemişler. % 20 B<sub>4</sub>C parçacık takviyeli kompozit en yüksek sertlik gösterirken, % 10 B<sub>4</sub>C parçacık takviyeli kompozit en yüksek aşınma direnci göstermiştir [50].

Orhan ve arkadaşları; Gaz atomizasyon tekniği ile üretilmiş ve %99 saflıktaki Al tozlarını matris malzemesi olarak, %99 saflıktaki B<sub>4</sub>C tozlarını ise takviye elemanı olarak kullanmışlar. Toz metalürjisi yöntemini kullanarak alüminyum matris malzemesine ağırlıkça %10, 20 ve 30 oranlarında B<sub>4</sub>C takviyesi katmışlar. Kompozit malzemeler, soğuk izostatik presleme işleminden sonra, sıcak presleme işlemine tabi tutulmak sureti ile porozite minimum değerlere indirilmiştir. Sıcak presleme işleminde,

çalışma sıcaklığını 500 ve 550 °C olarak belirlemişlerdir. Üretilen Al matrisli B<sub>4</sub>C takviyeli kompozitlerin homojen dağılım gösterdikleri ve B<sub>4</sub>C takviye oranlarının artması ile mikrosertlik değerlerindeki artış arasında doğru orantı olduğu, tespit edilmiştir [51].

Özel ve arkadaşları; Cu-Al/B<sub>4</sub>C MMK, toz metalurjisi (TM) tekniği kullanılmak sureti ile sıcak presleme ile üretilmiş. Cu-%5 Al toz karışımları içinde ağırlıkça %5, %10 ve %20 oranlarında B<sub>4</sub>C ilavesi yapılarak toz karışımlar hazırlanmış. Hazırlanmış olan toz karışımlar argon gazı atmosferinde, 30 MPa basınç altında, 600 °C'de 4 dakika bekletilerek sıcak presleme işlemleri uygulanmış. Preslenen malzemelerin optik mikroyapı incelemeleri sonucu sertlik değerleri analiz edilmiş. B<sub>4</sub>C takviyesinin artması ile gözenek miktarlarında kısmen artmalar görülmüş. En yüksek gözenek miktarları %20 B<sub>4</sub>C numunelerinde görülmüş. Gözeneklilik miktarlarındaki kısmi artışlara nazaran, B<sub>4</sub>C ilavesinin artması ile sertlik değerlerinde artışlar görülmüş. En yüksek sertlik değerleri %20 takviyeli kompozit malzemelerde tespit edilmiştir [52].

Toptan ve arkadaşları; Matris malzemesi olarak kullanılan 400 gram saf alüminyum (AA-1070) malzemeye, 32 ve 52 µm boyutlarında ağırlıkça % 10 B<sub>4</sub>C takviye edilerek bor nitrür kaplı grafit potada 850 °C'ta döküm yoluyla kompozit malzeme üretmişler. Üretim esnasında, ıslatılabilirliği artırmak için titanyum ihtiva eden flaks kullanılarak matris/takviye ara yüzeyinde Ti-C ve Ti-B içeren reaksiyon tabakası oluşturularak ıslatılabilirliği arttırmışlar. Ara yüzeydeki reaksiyon tabakasının, kullanılan Ti miktarına ve döküm yöntemine göre değişimini, SEM incelemeleriyle inceleyerek, titanyum, bor parçacıklarının spesifik yüzey alanlarına göre, belirli bir değere kadar ara yüzeyde reaksiyon tabakası oluştururken, yükselen miktarlarda, alüminyum matris ile birleşerek dokuda Al<sub>3</sub>Ti bileşiği oluşturmuşlardır [24].

Atik ve arkadaşları; Matris malzemesi olarak kullanılan AlSi12CuNiMg alüminyum alaşımına, ortalama 90 µm boyutlarında ağırlıkça % 4 SiC, ortalama 60 µm boyutlarında ağırlıkça % 4 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve ortalama 45 µm boyutlarında ağırlıkça % 2-4-6-8 TiO<sub>2</sub> toz olarak parçacık takviyesi kullanılarak, döküm yöntemi ile üretim yapılmış. %4 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, %4 SiC ve %2 TiO<sub>2</sub> parçacık takviyelerinin aşınma direncinde sırasıyla %6, %4 ve %2 oranlarında iyileştirici etkiye sahip olduklarını belirlemişler. AlSi12CuNiMg alüminyum alaşımına ilave edilen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiC ve TiO<sub>2</sub> parçacık takviyesinin çekme dayanımını azalttığı, sertliği ve basma dayanımını arttırdığı tespit edilmiştir [6].

Aydın ve arkadaşları; Gaz atomizasyon yöntemiyle üretilmiş, ortalama 90,95 µm tane boyutlarında % 99.9 saflıkta alüminyum tozu ile ortalama 81.58 µm tane boyutlarında B<sub>4</sub>C tozları ağırlıkça % 5, % 10 ve % 20 oranlarında takviye edilerek 500 MPa yük altında, tek eksenli pres ile preslenmiş. Kompozit malzemeler, tüp fırın içinde argon atmosferi altında 600 °C'de 1 saat sinterlenmiş. V tipi karıştırıcıda B<sub>4</sub>C takviye parçacıklarının, küçük parçalara ayrıldığı, kırıldığı ve yapı içinde dağıldığı görülmüş. V tipi karıştırıcılarla % 20 B<sub>4</sub>C takviye oranlarında en yüksek sertlik değerleri elde edilmiştir [53].

Özdin ve arkadaşları; Vorteks metodu ile 63 µm ve 128 µm boyutlarında ve hacimsel olarak %4, %8 ve %12 oranlarındaki SiC partiküllerini, 2011Al matris malzemesine takviye malzemesi olarak karıştırarak MMK üretmişler. Kompozit malzeme üretim esnasında, karıştırıcı devir sayısı, kalıbın ön ısıtma sıcaklığı, partikül katma hızı ve döküm hızının kompozit malzeme üretiminde önemli parametreler olduğunu belirlemişler. Bu parametrelerden birinde oluşacak uygunsuzluk, üretim hatalarına da sebebiyet vereceğini tespit etmişler. Döküm işleminden hemen sonra, kompozit jel kıvamından biraz daha katı iken hidrolik preste 5 MPa basınç altında presleme işlemi yapılarak porozite oranı azaltılmış. Yapılan çalışma ile partikül takviyeli MMK üretiminde takviye oranlarının artması ve takviye boyutlarının küçülmesi ile porozite oranının arttığını belirtmişlerdir [54].

Narushima ve arkadaşları; B<sub>4</sub>C/SiC (25-60vol%) kompozitlerin oksijen-argon atmosferinde oksidasyon davranışları, termogravimetrik tekniği (Artan sıcaklığın fonksiyonu olarak, sistemin veya bileşiğin kütesinin değişiminin ölçülmesi ile yapılan kimyasal analiz.) kullanılarak 1073-1773K sıcaklık aralığında incelenmiş. Oksidasyonu sırasında, oksitlenme sebebiyle 1073 K sıcaklıkta B<sub>4</sub>C ve SiC numunelerinde kütle artışı gözlenmiş. 1273 K ve daha yüksek sıcaklıklara çıkıldığında buharlaşma nedeniyle kütle kaybı gözlenmiş. 1073K de B<sub>4</sub>C/SiC (50 vol%) kompozit için parabolik hız sabitleri, 30 kPa ve 100 kPa arasında değişen oksijen basıncı ile orantılı olduğunu belirlenmiştir [55].

Dominguez ve arkadaşları; 0.2 - 0.8 bar arasındaki kısmi buhar basıncında, 1200–1800 °C arasındaki sıcaklık değerlerinde, 1.01 - 5.34 m/s gaz hızları ile 2.5 - 10 g/min arasında toplam (buhar + argon) akış, buhar / argon karışımlarında B<sub>4</sub>C parçacıklarının parçacıklarının oksidasyon kinetiği araştırılmış. Sıcaklık, kısmi buhar

basıncı ve akış hızına bağlı olarak B<sub>4</sub>C parçacıklarının oksidasyonu için, kinetik bir model oluşturulmuş. Oksitleme işleminin aktivasyon enerjisi  $163 \pm 8$  kJ/mol olarak belirlenmiş. Sıcaklık ile B<sub>4</sub>C oksidasyon kinetiği üzerinde, kısmi buhar basıncının güçlü bir etkiye sahip olduğu görülmüştür [56].

Li ve Qiu; küçük(1.52  $\mu$ m), orta (22.5  $\mu$ m) ve büyük (59.6  $\mu$ m) tane boyutlu B<sub>4</sub>C toz numunlerinin izotermik oksidasyon davranışı 15-210 dakika arasında 500-800 °C arasındaki değişen sıcaklıklarda, 3-10 Mpa, %81 nem oranı olan ortam atmosferi altında incelenmiş. Oksidasyon oranının, B<sub>4</sub>C parçacık boyutuna ve sıcaklığa bağlı olarak değiştiğini tespit etmişler. Yüksek sıcaklıklarda, B<sub>4</sub>C toz numunelerinin oksidasyon davranışı dikey bir tüp fırın içinde ağırlık değişimleri izlenerek belirlenmiştir [57].

Kutbay ve Kuşkonmaz; Mikrodalga enerjisinin 300 MHZ ile 300 GHZ aralığında frekansa sahip iyonize olmamış elektro manyetik radyasyon olduğunu belirtmişler. Seramiklerin sentezlenmesi, kurutulması, kalsinasyonu ve sinterlenmesinde mikrodalga enerjisi kullanılabileceğini belirtmişler. Mikrodalga enerjisi kullanılan yöntemin avantajları olarak, çok hızlı ve uniform olarak ısıtmanın yapılması, uçucu kimyasal maddelerin ortadan kaldırılması ve işlemler sırasında çatlamaya neden olan termal gerilmelerin azalması olduğu belirtilmiştir [58].

Yıldız ve Alp; Ekstraktif metalurjide mikrodalganın kullanımı ile ilgili uygulamalar olduğunu, mikrodalga enerjisi, ısıtma, kurutma, öğütme, liç işlemleri, kavurma, ergitme, oksitli minerallerin karbotermik redüksiyonu, refraktör özellikteki altın konsantresi yada cevherlerinin ön işlemleri ve atık yönetimi gibi mineral işleme ve ekstraksiyon proseslerinde uygulanabileceğini belirlemişler. Mikrodalga enerjisi temel olarak elektrik enerjisinden düşük dönüşüm randımanı (2450 MHz için %50 ve 915 MHz için %85) nedeniyle elektrik enerjisinden daha pahalı olduğu, bununla birlikte mikrodalga ile ısıtmanın etkinliği geleneksel ısıtmadan daha yüksek olduğunu belirtmişlerdir [59].

Gui ve arkadaşları; SiC takviyeli Al-Si matrisli kompozit malzemeleri döküm yöntemi kullanarak üretmeyi kapsayan çalışmalarında, sıvı karıştırma prosesinin hemen ardından yarı-katı karıştırma prosesi uygulamışlar. Düşük devirli karıştırma işlemi neticesinde SiC parçacıklarının matris malzemesi tarafından tam olarak ıslatılabildiği, karıştırma işleminin düşük sıcaklıklarda yapılması ile Al- SiC ara yüzeyinde istenmeyen

Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> oluşumu minimize edilmiş ve %15 ve %20 hacimsel takviyeli kompozit malzemelerin çekme dayanımlarının, takviye edilmemiş matris malzemelerine göre sırası ile %15 ile %26, akma dayanımlarının %40 ile %54 oranında arttığını belirtmişlerdir [65].

Ünlü yaptığı çalışmasında; Saf Al matrisli, SiC ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli, döküm yöntemi ve toz metalurjisi yöntemini kullanarak kompozit malzeme üretilmiş. Üretilen kompozitlerin mekanik özelliklerinin üretim yöntemleriyle ilişkisini incelemiştir. Döküm yöntemiyle elde ettiği numunelerini yarı-katı halde karıştırarak elde etmiş. Toz metalurjisi yöntemini kullanarak elde ettiği numunelerini ise 360 MPa basınç ve 600 °C sıcaklıkta 30 dakika sinterleme işlemleriyle elde etmiş. Basma testleri sonucunda, ağırlıkça takviye oranlarının artması ile birlikte basma mukavemet değerlerinin düştüğü ve döküm yöntemi kullanılarak üretilen kompozitlerin mukavemet değerlerinin toz metalurjisi yöntemi kullanılarak üretilen malzemelerden daha iyi olduğu gözlenmiştir [66].

Min ve arkadaşları; 7xxx serisi Al matrisli kompozit malzemelerin sinterleme karakteristiklerini ve mekanik özelliklerini incelemişler. 7xxx serisi AMB7775 (Al-7,0Zn-2,5Mg-1,0Cu) alüminyum alaşımı kullanmışlar. Ağırlıkça %5 olacak şekilde SiC ilavesiyle elde ettikleri kompozitleri 620 °C sıcaklıkta kuru N<sub>2</sub> atmosferinde 10 dakikadan 240 dakikaya kadar değişen sinterleme sürelerinde, 100 °C/dakika ısı oranıyla sinterlemişler. Basma deneylerini  $v=1 \times 10^{-3}$ /s sabit deformasyon hızında, 20 mm çapında silindirik numuneler kullanarak gerçekleştirmişler. Çökme sertleşmesinin teyidi için kompozitlere T6 ısıl işlemini 475 °C sıcaklıkta 60 dakika uygulamışlar. Yaşlandırma işlemini, 175 °C sıcaklıkta 24 saat uygulamışlar. SiC takviyesiyle basma mukavemetinin arttığını belirlemişler. T6 ısıl işlemi sonucu SiC takviyeli AMB7775 matrisli kompozitin basma mukavemetinin AMB7775 alaşımına oranla, daha az değiştiğini belirlemişler. Bunun sebebi olarak; matrisin zayıf olduğunu, Al matris ile SiC arasında büyük termal genleşme katsayısı farklılıklarından dolayı ara yüzeylerde ayrılmalar olduğunu düşünmüşler [67].

Bauri ve Surappa; karıştırma döküm yöntemiyle Al-Li-SiC<sub>p</sub> kompozitleri üretmişler. Oda sıcaklığında ekstrüzyon ve ısıl yaşlandırma işlemi uygulayarak 8090 serisi Al-Li alaşım matrisli, takviye malzemesi olarak ortalama 40µm boyutlarında, hacimce %8, %12, %18 oranlarında SiC takviye içeren kompozitlerin basma

dayanımlarını araştırmışlar. Hacimcel olarak %8, %12, %18 oranlarında SiC takviye içeren kompozitlerin AMC 8, AMC 12 ve AMC 18 olarak ifade etmişlerdir. Basma deneylerini  $v=1 \times 10^{-3}$ /s sabit deformasyon hızında oda sıcaklığında gerçekleştirmişler. Deneyler sonucunda, AMC 18'in takviyesiz Al'dan önemli bir fark olmadığı ve dayanımının AMC 8 ve AMC 12'den daha düşük olduğunu görmüşler. AMC 18 kompozitindeki SiC kümelenmesinin basma dayanımını düşürdüğünü belirtmişler [68].

Mondal ve arkadaşları; karıştırma döküm yöntemi kullanılarak hacimce %10, %15 ve %25 SiC partikülleri içeren Al 2024 matrisli kompozit malzemelerin değişik deformasyon hızlarındaki basma dayanımlarını incelemişler. Basma deneylerini değişik deformasyon hızlarında yapmışlar. Testlerden elde ettikleri gerilim ve gerinimlerini; düzgün deformasyon şartları kabul ederek, gerçek gerilim ve gerinimlere dönüştürmüşler. %25 SiC<sub>p</sub>, Al 2024 kompozitin en az deformasyona uğrayabildiğini, ayrıca akma gerilmesi ve maksimum gerilmenin gerinim hızına bağlı özgül bir değişim göstermediğini belirtmişler. Takviye partiküllerinin kırılma olasılığının, partiküllerin ebatlarının büyümesi ve partikül kümelenmelerinin artmasıyla birlikte artacağını belirtmişler. Partikül kırılmalarının çoğunlukla partikül kümelenmelerinin hacimce çok yüksek olduğu bölgelerde olacağı ve bütün bunların kompozitin dayanımının düşmesine neden olacağını söylemişler [69].

Yıldırım yaptığı çalışmasında; toz metalurjisi yöntemiyle %10 ve %20 SiC takviyeli saf Al matrisli kompozit malzeme üreterek statik ve dinamik yükler altındaki ezilme davranışlarını incelemiştir. Isıl işlem görmüş kompozit numunelerine 1mm/dk çene hızı ve  $1.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  deformasyon hızıyla %60 şekil değiştirinceye kadar statik basma yükü uygulanmıştır. Test ettikleri elastik-plastik kompozit sistemlerinin gerçek gerilme-genleme eğrilerini eşit gerilme yöntemi kullanarak tahmin etmiştir. Numunelerin tipik bir elastik-plastik davranış gösterdiğini, lineer elastik bir bölge ve gerinimin artmasıyla gerinim serleşmesi hızının azaldığını, plastik deformasyon bölgesinin oluştuğunu belirtmiştir. SiC takviyesinin; akma gerilmesi ve gerinim serleşme hızını arttırdığını gözlemlemiştir [70].

Dombaycı yaptığı çalışmasında; AlSi5 matrisli, SiC takviyeli kompozit malzemeleri döküm yöntemiyle üretmiştir. Ürettiği numunelerin özelliklerinin iyileştirilmesi için 530 °C'de ekstrüzyon işlemine tabi tutmuş. Ekstrüzyon işleminin malzemenin mekanik özelliklerini iyileştirdiği görülmüş [71].

Wang ve arkadaşları; %20 SiCw takviye içeren Al 6061 kompozitini karıştırma döküm yöntemiyle üretmişler. Deformasyon sıcaklığı arttıkça, hem kompozitin hem de alaşımın akış gerilimlerinin düştüğü gözlenmiş. Deformasyon sıcaklığının, alaşımın tam katılaşma sıcaklığından daha yüksek olduğu zaman kompozitin akış geriliminin alaşımdan çok az yüksek olduğunu ve benzer plastik şekil değiştirme kabiliyeti gösterdiğini belirtmiş [72].

Xu ve Palmiere; deformasyon işlemi süresince SiC partikül ebatları ve dağılımlarındaki değişimler izlenerek termomekanik işlemlerin kompozitlerin mikroyapı üzerindeki etkilerinin ölçülmesi için çalışmışlar. Sıcaklığın, kompozitlerin akış davranışı üzerinde önemli bir etkisi olduğunu belirtmişler. Sıcaklık değeri yükseldikçe matris içinde dinamik toparlanma ve yeniden kristelleşme olduğundan akış gerilimlerinde düşmeler olduğu gözlenmiş. Bundan dolayı, kompozitte deformasyon sıcaklığının artmasıyla birlikte sünekliğin de arttığını belirtmişler. Yüksek deformasyon sıcaklıklarının ve deformasyon gerinimlerinin sonucunda; SiC partiküllerinin kırılmalarının ve alaşım matrisi içinde yeniden dağılmalarıyla; partiküllerin kompozit içinde daha homojen dağılmasını sağlamışlar [73].

Jiang ve arkadaşları; toz metalurjisi yöntemi ile ürettikleri, 3 µm boyutlarında, hacimce %17 SiC partikül takviyeli Al 2124 alaşım matrisli kompozit malzemelerin soğuk şekillendirilebilirliğini incelemişler. Deneyler sonuçlarında farklı ısıl işlemlerin; malzemenin çekme ve basma davranışlarında güçlü bir etkiye sahip olduğunu vurgulamışlar. Aşırı yaşlandırma ısıl işleminin çekme ve basma dayanımlarını düşürdüğünü belirtmişler. Kompozitlerin soğuk şekillendirilebileceğini belirtmişler. Çekme uzamasının, bir malzemenin soğuk şekillendirilebilirliğinin belirlenmesinde yeterli olmadığını, kompozitlerin soğuk şekillendirilebilirliğini etkileyen birçok faktörün olduğunu, mevcut çalışmada basma ve ısıl işlem etkilerinin incelendiğini belirtmişler [74].

## BÖLÜM 5

### DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmalar üç aşamada gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın ilk aşamasında, ön çalışmalar sırasında B<sub>4</sub>C tozlarının alüminyum tarafından ıslatılamadığı tespit edilmiştir. İslatmanın artırılabilmesi için B<sub>4</sub>C tozlarının yüzeylerinin alüminyum tarafından ıslatılabilir hale gelmesi için literatürde de önerilen oksitleme işleminin gerçekleştirilebilmesi için ısıl işlem yapılmıştır. ikinci aşamada, AA5754 ve AA7075 matris malzemelerine farklı oranlarda B<sub>4</sub>C ve SiC malzemesi takviye edilerek hibrit kompozit malzeme üretimi, üçüncü aşamada ise, üretilen hibrit kompozit malzemelerin takviye oranlarının mekanik, fiziksel ve mikro yapı özellikleri üzerine etkileri incelenmiştir.

#### 5.1. Malzeme seçimi

##### 5.1.1. Matris Malzemeleri

B<sub>4</sub>C ve SiC takviyeli hibrit kompozit malzemelerin üretimi için matris malzemesi olarak AA5XXX ve AA7XXX serisi olmak üzere iki alaşım seçilmiştir. Matris malzemesi olarak seçilen AA5754 alüminyum alaşımı ısıl işleme sertleştirilebilme özelliği olmayan, Magnezyum oranları arttıkça sertlik ve mukavemet değerleri de artan buna karşın sünekliği azalan, iyi kaynak edilebilme ve iyi şekil verilebilme özelliğine sahip Alüminyum alaşımıdır. Kompozit malzeme üretmek için seçilen diğer alaşım AA7075 Alüminyum alaşımıdır. 7XXX serisi bu alaşım yüksek mukavemete sahiptir. Bu alaşımında, bakır esas alaşım elementi olup, magnezyum, krom ve zirkonyum ilave alaşım elementleridir. AA5754 ve AA7075 alüminyum alaşımının özellikleri Tablo 5.1 - 5.5 'de verilmiştir [63].



Deneylerde kullanılan AA5754 ve AA7075 alüminyum malzemeleri matris malzemesi olarak kullanılmak üzere Tuncel Metal San. Tic. Ltd. Şti.' den temin edilmiştir.

Tablo5.1. Matris malzemelerinin yoğunlukları

|                                       |      |
|---------------------------------------|------|
| AA-5754 yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> ) | 2.68 |
| AA-7075 yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> ) | 2.8  |

Tablo 5.2. AA5754 Alaşımının Kimyasal Kompozisyonları

| Ağırlık % | Si  | Fe  | Cu  | Mg  | Mn  | Cr  | Zn  | Ti   |
|-----------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------|
| Minimum   | -   | -   | -   | 2,6 | -   | -   | -   | -    |
| Maximum   | 0,4 | 0,4 | 0,1 | 3,6 | 0,5 | 0,3 | 0,2 | 0,15 |

Tablo 5.3. AA5754 Alaşımının Mekanik Özellikleri

| Isıl İşlem (Temper) | Çekme Dayanımı, Rm MPa | Akma Dayanımı, Rp 0,2 MPa | Uzama Dayanımı % | Kesme Modülü MPa | Elastisite Modülü Gpa |
|---------------------|------------------------|---------------------------|------------------|------------------|-----------------------|
| O, H111             | 215                    | -                         | 25               | 140              | 68                    |
| H22                 | 245                    | -                         | 15               | 150              | 68                    |
| H24                 | 270                    | -                         | 14               | 160              | 68                    |
| H26                 | 290                    | -                         | 10               | 170              | 68                    |

Tablo 5.4. AA7075 Alaşımının Kimyasal Kompozisyonları

| Ağırlık % | Si  | Fe  | Cu  | Mg  | Mn  | Cr   | Zn  | Ti  |
|-----------|-----|-----|-----|-----|-----|------|-----|-----|
| Minimum   | -   | -   | 1,2 | 2,1 | -   | 0,18 | 5,1 | -   |
| Maximum   | 0,4 | 0,5 | 2   | 2,9 | 0,3 | 0,28 | 6,1 | 0,2 |

Tablo 5.5. AA7075 Alaşımının Mekanik Özellikleri

| Isıl İşlem | Çekme Dayanımı, Rm MPa | Akma Dayanımı, Rp 0,2 MPa | Uzama Dayanımı % | Kesme Modülü MPa | Elastisite Modülü Gpa |
|------------|------------------------|---------------------------|------------------|------------------|-----------------------|
| T651       | 572                    | 503                       | 11               | 331              | 72                    |
| T7351      | 503                    | 434                       | 13               | 303              | 72                    |
| T7651      | 503                    | 434                       | 13               | 303              | 72                    |

### 5.1.2. Takviye Malzemeleri

B<sub>4</sub>C, hafifliği ve sahip olduğu üstün mekanik özellikleri sebebiyle, aşınma ve darbe direnci gereken yerlerde geniş bir şekilde kullanım alanlarına sahiptir. Balistik uygulamalardaki malzemeler incelendiğinde, B<sub>4</sub>C gibi seramik malzemelerin zırh plakası uygulamalarında çelik ve alüminyum gibi malzemelere alternatif oluşturduğu görülmektedir [25].

SiC' de benzer şekilde, mekanik dayanımları, yüksek oksitlenme dirençleri ve termal şok direnci gibi özellikleri ile kompozit malzeme uygulamalarında ve aşınmaya dirençli nozullar, döküm filtreleri, döküm potaları ve seramik fırınlarda kullanılmaktadır [64].

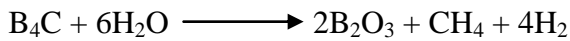
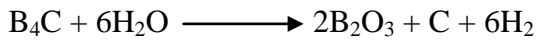
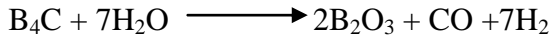
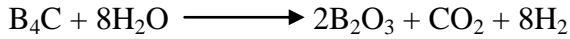
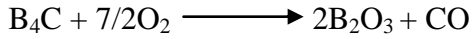
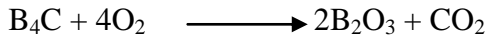
Bu çalışmada kullanılan B<sub>4</sub>C (%98 saflıkta <10µm) ve SiC takviye malzemelerinin özellikleri Tablo 5.6' de verilmiştir.

Tablo 5.6 SiC ve B<sub>4</sub>C malzemelerinin bazı mekanik ve fiziksel özellikleri [9].

| Takviye Malzemesi | Yoğunluk (x10 <sup>3</sup> kgm <sup>-3</sup> ) | Isıl Genleşme Katsayısı (10 <sup>-6</sup> C <sup>-1</sup> ) | Ergime Sıcaklığı (°C) | Basma Dayanımı (MPa) | Elastiklik Modülü (GPa) | Knoop Sertliği |
|-------------------|--|---|-----------------------|----------------------|-------------------------|----------------|
| SiC               | 3.21   | 5.40  | 2750                  | 1725-2500            | 390                     | 2500           |
| B <sub>4</sub> C  | 2.52   | 6.08  | 2420                  | 2900                 | 460                     | 2800           |

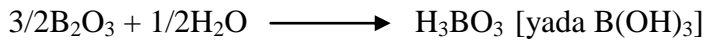
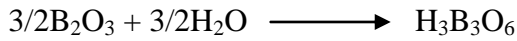
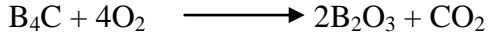
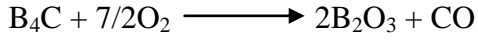
## 5.2. B<sub>4</sub>C ve SiC Tozlarının Isıl İşlemleri

Yapılan literatür arařtırmalarında oksitlendirilmemiş B<sub>4</sub>C' nin, alüminyum matris malzemesi tarafından ıslatılmadığı ve takviye malzemesi ile matris malzemesi arasında bađ oluřturulmadığı durumlarda takviyenin kompozit malzeme içinde kendinden beklenen fonksiyonu yerine getiremediđi ve oluřturulan kompozitin beklenen mekanik özellikleri gösteremediđi görülmüřtür. Takviye tozlarının üzerinde ısıl işlemle reaksiyon ürünleri oluřturulması; takviye ve matris malzemesinin birlikte hareket edebilmeleri, aralarında bađ oluřturulması, takviye ile matris malzemesinin birbirlerine özellik aktarımı sađlayabilmesi ve kompozit malzeme oluřturma amacının gerçekeřtirebilmesi ve beklenen fonksiyonel davranıřı sergileyebilmeleri için gereklidir. Oksitlendirme iřlemi B<sub>4</sub>C tozlarının yüksek sıcaklıkta oksijen gazı ile reaksiyona girip yüzeylerinde reaksiyon ürünü olarak oksit tabakaları oluřturulması esasına dayanmaktadır. Ortam sıcaklığı ve bekleme süresi kimyasal reaksiyon sonucu oluřan oksit tabakalarının yüzeyde birikme oranını dođrudan etkilemektedir. Ařađdaki kimyasal reaksiyonlar B<sub>4</sub>C oksidasyonu sırasında oluřan reaksiyonlardır [23].

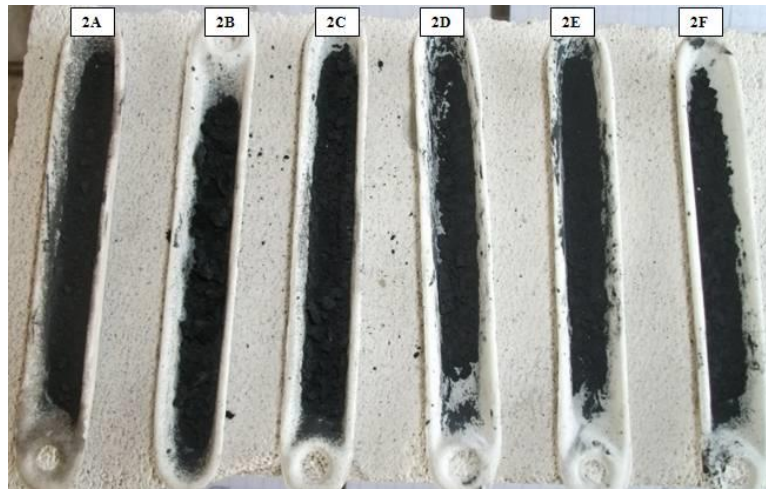


Yukarıdaki reaksiyonlar göz önüne alınarak B<sub>4</sub>C tozlarının su buharı ve oksijen ile yüksek oranda temasını sađlayarak B<sub>4</sub>C üzerinde bir kimyasal reaksiyon ürünü oluřturma prosedürü ve düzeneđi hazırlanmıřtır.

Mikrodalga fırında yapılan oksitlendirme çalışmasında aşağıda da görüldüğü üzere çift tepkime oluşmuş. Isıl işlem sırasında birinci tepkimede  $B_2O_3$  oluşmuş ve ardında ikinci tepkime gerçekleşerek  $B(OH)_3$  oluşmuştur.



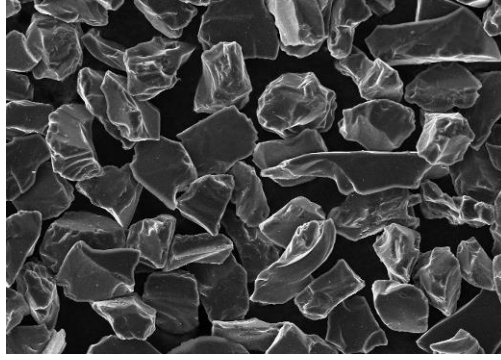
Mikrodalga enerjisi 300 MHz-300 GHz aralığında frekansa sahip iyonize olmamış elektromanyetik bir radyasyondur. Bu enerji; ısıtma, kurutma, liç işlemi, kavurma, ergitme, oksitli minerallerin karbotermik redüksiyonu ve atık yönetimi gibi metalurjik proseslere sahiptir [66]. İnterlap firmasından temin edilen  $B_4C$  tozları (Şekil 5.3) kuru olarak ve su ile %50 oranında liç edilmiş olarak bir seramik numune kaptı mikrodalga fırın içerisine konmuş ve 5 dakika süreyle 1200 W, 2450 MHz şartlarında 290-312°C aralığında ısıl işlem uygulanmıştır (Şekil 5.1). Mikrodalga fırın içerisinden çıkarılan numune normal hava koşullarında soğumaya bırakılmış. Soğuma işleminden sonra homojenleştirme amacı ile numuneler 220 °C' de (Şekil 5.2) 1 saat süre ile karıştırmak sureti ile ikinci bir ısıl işleme tabi tutulmuştur.



Şekil 5.1. 500 °C sıcaklıkta kuru olarak işlem gören  $B_4C$  numuneleri



Şekil 5.2. Isıtma işlemi



Şekil 5.3. B<sub>4</sub>C tozuna ait SEM görüntüsü

Yapılan ısıtma işlemleriyle B<sub>4</sub>C tozlarının üzerinde oksitlenme yada herhangi bir bileşik oluşup oluşmadığının tespit edilmesi için numunelere SEM, EDS ve XRD analizleri TÜBİTAK-MAM analiz merkezinde yapılmıştır.

Numunelerin mikroyapı görüntüleri LEICA DFC-320 dijital kamera bağlantılı Leica DM 4000 m optik mikroskopta değişik büyütme oranlarında değişik bölgelerden alınmıştır. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile fotoğrafları da alınmış olup, bu çalışma JEOL marka JSM-5600 Model taramalı elektron mikroskobunda yapılmıştır.

B<sub>4</sub>C kompozit tozların X ışınları analizi X ışınları difraktometreleri (XRD) ( Şekil 2.6 ) kullanımıyla 40kV ve 30mA koşullarında ve Cuk $\alpha$  (1,54059 Å ) radyasyonu altında gerçekleştirilmiştir.

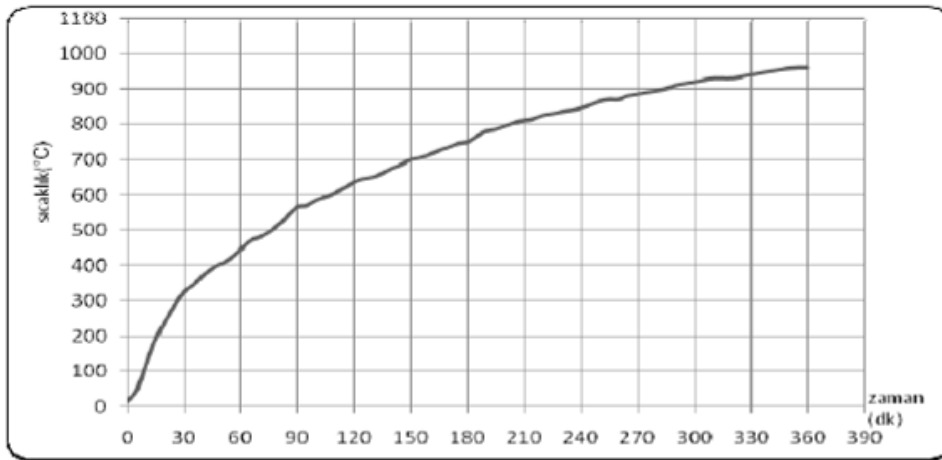
Takviye malzemesi olarak seçilen ortalama 12 µm boyutunda SiC parçacıkları hacımsal karışım oranı belirlendikten sonra ısıtım işlem fırınına alınarak 1100 °C sıcaklıkta 5 saat oksitlendirilmiştir.

### 5.3. Kompozit Malzeme Üretim Fırını

Alüminyum matris malzemelerini yarı-katı hale getirmek ve takviye malzemelerini yarı katı haldeki matris malzemesi ile homojen olarak karıştırmak için Şekil 5.4’ de görülen ergitme fırını kullanılmıştır. Ergitme fırının sıcaklığının zaman ile artış karakteristiği Şekil 5.5’ de verilmiştir.

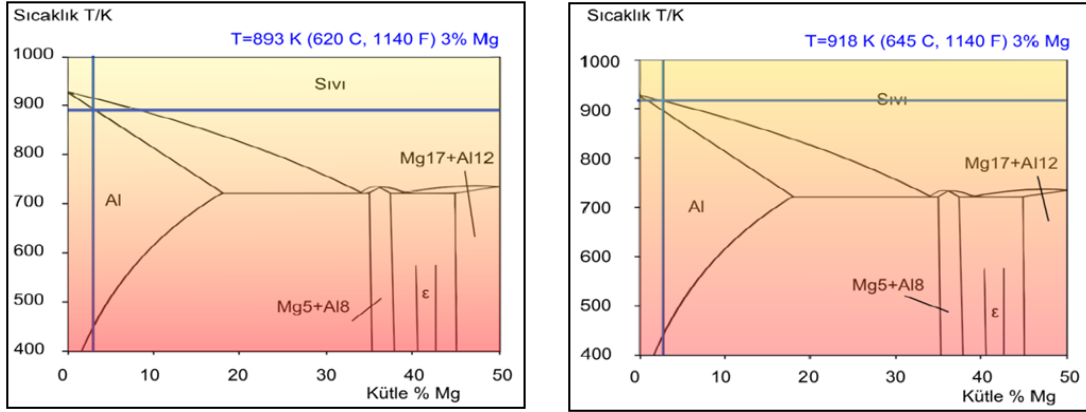


Şekil 5.4. Ergitme fırını imalat resmi

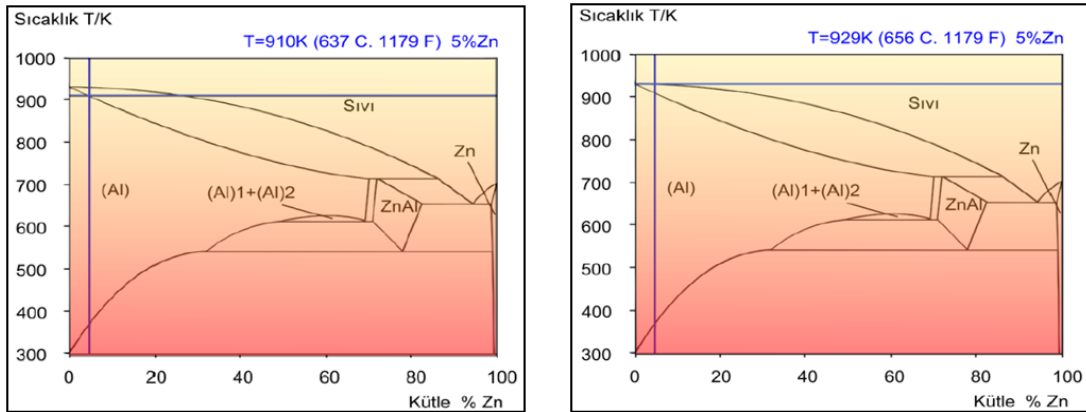


Şekil 5.5. Ergitme fırını sıcaklık-zaman karakteristik eğri grafiği

Alüminyum alaşımlarının yarı-katı sıcaklık aralıkları deneyler yapılarak tespit edilmiştir. Yarı katı sıcaklık aralıklarının tespiti ergitme fırını içinde yapılmış ve malzemenin hal değişimi izlenmiştir. Tespit edilen sıcaklık aralıklarının aşağıda verilen (Şekil 5.6-5.7) faz diyagramları [64] ile uyumlu olduğu görülmüştür.



Şekil 5.6. 5754 alaşımının yarı-katı işlem için sıcaklık değerleri



Şekil 5.7. 7075 alaşımının yarı-katı işlem için sıcaklık değeri

#### 5.4. Döküm Kalıpları

Sıcak iş takım çelikleri, yüksek sıcaklıklar altında sertliğini yitirmeyen, meneviş dayanımları, çekme mukavemetleri, tokluk ve aşınma dayanımları yüksek olan çelik malzemelerdir [67]. Kompozit malzemelerin üretiminde Şekil 5.8.' de görülen sıcak iş takım çeliğinden yapılan döküm kalıpları kullanılmıştır.



Şekil 5.8. (a) Üst kalıp (b)Alt kalıp

### 5.5. Yarı-katı karıştırma yöntemiyle kompozit malzeme üretimi

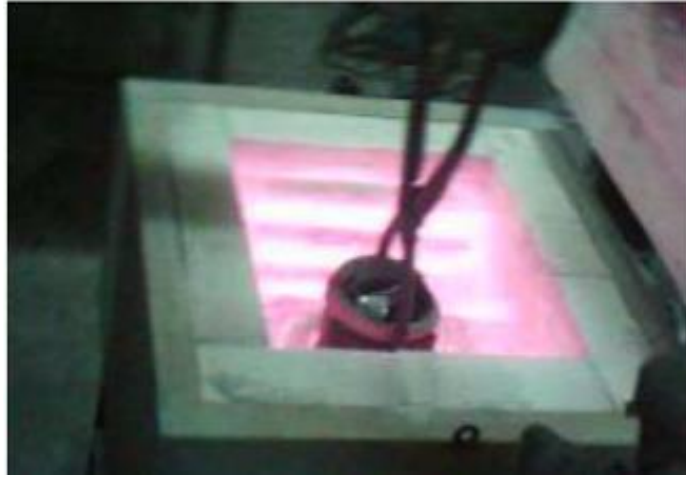
Matris malzemesi olarak seçilen AA5754 ve AA7075 alaşımı, 2 mm 'lik sac plakalar halinde temin edilmiş ve kompozit malzeme üretimi için küçük parçalara bölünerek hazırlanmıştır. Ergitme fırınının (Şekil 5.10.) sıcaklığı 720 °C 'ye çıkarılarak sabit tutulmaya çalışılmıştır. Azot gazı tesisatı, gazın ergimiş olan metalin üzerine sıcak olarak verilmesini sağlayacak şekilde yerleştirilmiştir. Ergitme ve karıştırma işlemlerinin yapıldığı SiC potanın içine matris malzemesi konulduktan sonra, yarı-katı sıcaklık aralığına çıkarılmış ve içine 5 gr/dak hızla 220 °C' ye ısıtılmış takviye malzemesi katılmıştır. Uç kısmı özel profile sahip çelik çubuklar kullanılarak matris içine katılan takviye malzemeleri ( $B_4C$  ve SiC) bitene kadar karışım aynı sıcaklıkta tutulmuştur. Matris malzemesi yarı katı sıcaklıkta iken karıştırıcılar ile düşük hızlı karıştırma ve yoğurma işlemi ile, takviyenin matris malzemesi içine karışması sağlanmıştır. Takviye ilavesi işlemlerinin tamamlanması ile birlikte hızla sıcaklığı yükselen karışıma kısa süreli, yüksek devirli karıştırma işlemi uygulanarak homojenleştirme yapılmış, karıştırma ve homojenleştirme işlemlerinden sonra döküm sıcaklığı olarak akıcılığın sağlandığı en düşük sıcaklık aralığı seçilerek karışım ergitme ünitesinden çıkarılarak önceden 540-550 °C aralığına ısıtılmış (Şekil 5.12) çelik kalıba alınmıştır. Üzerine üst kalıp kapanıp pres tablasının altına sürülmüş ve birkaç saniye içinde sıkıştırma işlemi başlatılmış, 10MPa basınç altında 3-4 saniye sıkıştırma basıncı (Şekil 5.11) uygulandıktan sonra kalıp dışarıya alınarak kompozit malzemenin kalıp içinde bir süre soğuması beklenmiş ve daha sonra kalıptan çıkarılarak ortam sıcaklığında soğumaya bırakılmıştır. Bu şekilde 110x110x20mm boyutlarında prizmatik metal matrisli kompozit malzemeler (Şekil 5.13) üretilmiştir.



Isıl işlem görmüş B<sub>4</sub>C ve SiC takviye malzemeleri Tablo 5.7 ve 5.8’da belirtilmiş olan oranlarda yarı katı haldeki iki farklı tür alüminyum alaşımı (AA7075 ve AA5754) içine karıştırılarak B<sub>4</sub>C ve SiC takviyeli kompozit malzemeler üretilmiştir.

AA5754 ve AA7074 Alüminyum alaşımlarının yarı-katı sıcaklık aralıkları deneyler yapılarak tespit edilmiştir. Yarı katı sıcaklık aralıklarının tespit edilme işlemi ergitme fırını içinde yapılmış ve malzemenin hal değişimleri izlenmiştir (Şekil 5.9).

Sıcaklık değerleri fırının içinde bulunan ve pota içindeki karışımın içine daldırılan K tipi termokupllar vasıtası ile tespit edilmiştir.



Şekil 5.9. Yarı katı sıcaklık aralıklarının tespiti için Al alaşımlarının ergitilmesi

Tablo 5.7. AA5754 Alaşımının takviye elemanlarının hacimsel olarak oranları

| <b>Kompozit numune</b>             | <b>% Al (cm<sup>3</sup>)</b> | <b>% B<sub>4</sub>C (cm<sup>3</sup>)</b> | <b>% SiC(cm<sup>3</sup>)</b> |
|------------------------------------|------------------------------|--|------------------------------|
| % 100 Al                           | 242                          | -  | -                            |
| % 20 B <sub>4</sub> C- % 80 AA5754 | 193.6                        | 48.4                                     | -                            |

Tablo 5.8. AA7075 Alaşımının takviye elemanlarının hacimsel olarak oranları

| Kompozit numune                | % Al (cm <sup>3</sup> ) | % B <sub>4</sub> C (cm <sup>3</sup> ) | % SiC(cm <sup>3</sup> ) |
|--------------------------------|-------------------------|---------------------------------------|-------------------------|
| % 100 Al                       | 242                     | -                                     | -                       |
| % 10 B <sub>4</sub> C          | 217.8                   | 24.2                                  | -                       |
| % 20 B <sub>4</sub> C          | 193.6                   | 48.4                                  | -                       |
| % 5 B <sub>4</sub> C + % 5 SiC | 217.8                   | 12.1                                  | 12.1                    |
| %10B <sub>4</sub> C + % 10 SiC | 193.6                   | 24.2                                  | 24.2                    |

Her bir takviye oranı için 3 adet numune dökümü yapılmış, elde edilen kompozit malzemelerin özelliklerinin, matris alaşımının özellikleri ile kıyaslanabilmesi için takviyesiz matris alaşımı da aynı üretim şartlarında üretilerek kontrol numuneleri hazırlanmıştır.



Şekil 5.10. Ergitme fırını



Şekil 5.11. Pres



Şekil 5.12. Dişi kalıp



Şekil 5.13. Kalıptan çıkan numune

## 5.6. Karakterizasyon

Üretimi yapılan kompozit malzemelerin mekanik ve fiziksel özelliklerinin tespiti için aşağıdaki test ve analizler yapılmıştır.

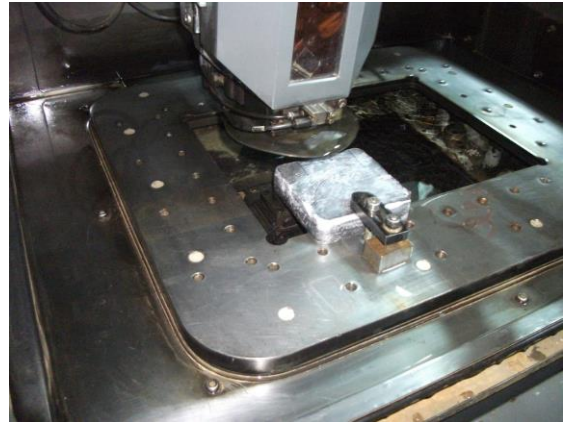
1. Üç noktadan eğme testi
2. Basma testi
3. Makro sertlik testi ( Brinell ve Vickers )
4. Yoğunluk analizi
5. SEM, EDS, XRD analizleri

## 5.7. Test ve Analiz Numunelerinin Hazırlanması

Üç noktadan eğme numuneleri TS-205, basma numuneleri ASTM-E9 ve sertlik numuneleri TS-139 standartlarına uygun olarak Hema endüstri A.Ş. de Şekil 5.14.' de görülen tel erezyon tezgahında hazırlanmış ve basma numuneleri hazırlanırken sert karbür uçlu torna tezgahı kullanılmış ve her takviye malzemesi için 7 adet numune hazırlanmıştır.



a)



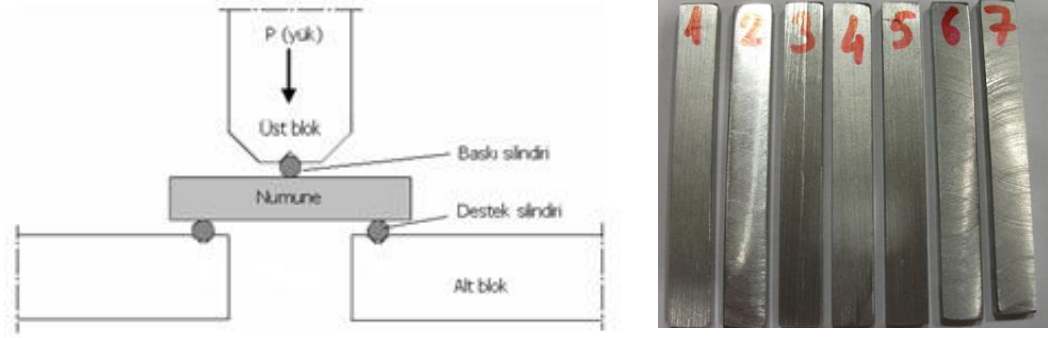
b)

Şekil 5.14. (a) Tel Erezyon Tezgahı ve (b) numune hazırlama işlemi

### 5.7.1. Üç noktadan eğme deneyi

Eğme deneylerinde genellikle iki ucundan mesnetlenmiş dikdörtgen plakalar veya dairesel kesitli çubuklar kullanılır. Kompozitlerin eğme deneylerinde numuneler dikdörtgen plakalar şeklinde hazırlanır. Şekil 5.15. 'de görüldüğü gibi tek noktadan etkili ve orta noktada düşey doğrultuda etki eden P kuvvetinin oluşturduğu eğme

momenti numune kesitinde yayılı normal gerilmeleri oluşturur. Farklı oranlarda takviye edilmiş her kompozitten ölçme işlemi için 4x10x80 mm boyutlarında 7 numune hazırlanmıştır (Şekil 5.15). Ölçümler, TÜBİTAK-MAM' da ZWICK Z250 Üniversal Test Cihazında yapılmıştır.



Şekil 5.15. Deney düzeneği ve deney numuneleri

### 5.7.2. Basma deneyi

Basma deneylerinde homojen gerilim dağılımı sağlamak için yuvarlak kesitli numuneler kullanılmıştır. Basma deneyi numunelerinde, numune yüksekliği ( $h_0$ ) ve çapı ( $d_0$ ) arasındaki  $h_0/d_0$  oranı önemlidir. Numunelerin  $h_0/d_0$  oranlarının büyük olması, deney esnasında numunelerin bükülme ve homojen olmayan gerilim dağılımlarına sebep olmaktadır. Bu oran küçüldükçe numuneler ile basma plakaları arasında meydana gelen sürtünmeler deney sonuçlarını etkilemektedir. Bu sebeple numunelerin basma plakalarıyla temas eden yüzeyleri mümkün olduğu kadar küçük olacak şekilde ölçülendirilmiştir. Farklı oranlarda takviye edilmiş her kompozitten ölçme işlemi için  $\text{Ø}10 \times 10$  mm boyutlarında 7 numune hazırlanmıştır. (Şekil 5.16). Ölçümler, TÜBİTAK-MAM' da ZWICK Z 250 üniversal test cihazında yapılmıştır.

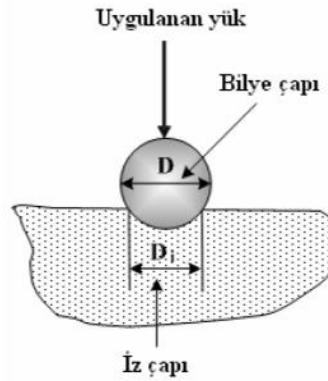


Şekil 5.16. Basma deney numuneleri ve ölçüleri

### 5.7.3. Brinell Sertlik Deneyi (BSD)

Takviye oranlarındaki artış miktarına bağlı olarak sertlik değerlerindeki değişimleri tespit etmek amacıyla Brinell yöntemi ile sertlik ölçümleri yapılmıştır. Bu yöntemde (Şekil 5.17) bilyeli batıcı uç, belirli bir yük altında numuneye uygulandığında belirli bir süre sonra yük kaldırılıp, bilyeli ucun malzeme üzerinde yapmış olduğu küresel izlerin çaplarının ölçülmesi şeklinde uygulanır. Brinell sertlik değeri numuneye uygulanan yük değerinin oluşan iz yüzey alanına bölünmesiyle elde edilir.

Brinell sertlik deneyinde, kompozit numunelere 31.2 kg yük altında 2.5 mm çaplı bilya kullanarak ölçülmüştür. Farklı oranlarda takviye edilmiş her kompozitten 20x20x50 mm boyutlarında 5 farklı numune alınmış ve bu numunelerin her iki yüzeyinden 3 farklı noktadan ölçüm yapılarak ortalamaları o malzemeye ait sertlik değeri olarak kaydedilmiştir. Numune ölçümleri, TÜBİTAK-MAM' da EMCO Test Universal sertlik cihazında TS EN ISO 6506-1 standardına göre yapılmıştır.



Şekil 5.17. Brinell sertlik ölçümünün şematik olarak gösterimi [14].

### 5.7.4. Mikroyapı incelemeleri (SEM, EDS ve XRD)

Matris fazı yumuşak olduğundan farklı sertlikteki takviyelerin birlikte parlatılması oldukça zordur. Takviye ile matris fazını aynı düzleme getirebilmek, takviye taneciklerini yerinden oynatmadan veya sökmeden bu işlemi gerçekleştirmek oldukça zordur. Seçilen numuneler sırasıyla 280, 400, 600, 800, 1000, 1200, 2000 ve 4000 Mesh SiC zımparasından geçirilmiş ve sırası ile uygun keçeler kullanılarak 6µm, 3µm, 1µm diamond paste ile parlatılmış, son işlem olarak da kolloidal silika ile parlatılarak mikroyapı incelemeleri için hazırlanmıştır. Farklı oranlarda takviye edilmiş her kompozitten ölçme işlemi için 5x5x10 mm boyutlarında 7 numune hazırlanmıştır.

Hazırlanan numunelerin mikro yapı incelemeleri ve analizleri optik laboratuvar mikroskobu ve yarı kantitatif elementel analiz sistemine sahip, JOEL-FEG-SEM /INCA/ EDS tarama elektron mikroskobu kullanılarak TÜBİTAK-MAM' da yapılmıştır.

Al-B<sub>4</sub>C kompozitlerinin sıvı faz üretim yöntemleri ile üretiminde ara yüzey açısından dikkat edilmesi gereken en önemli iki konu, alüminyum B<sub>4</sub>C üzerindeki düşük ıslatılabilirliği ve sistemin reaktifliğidir. Al ile B<sub>4</sub>C'ün reaksiyonu sonucu çeşitli ikili ve üçlü bileşikler oluşmaktadır. Hazırlanan tüm numune çeşitlerinde bu bileşiklerin oluşup oluşmadığı ve B<sub>4</sub>C'ün üzerinde ısıl işlem sonucu oluşması muhtemel bileşiklerin tespiti için XRD analizleri X ışınları difraktometresi kullanımıyla 40kV ve 30mA koşullarında ve Cuk $\alpha$  (1,54059 Å) radyasyonu altında TÜBİTAK-MAM'da gerçekleştirilmiştir.

#### **5.7.5. Özgül ağırlıkların Tespit Edilmesi ve Porozitenin Belirlenmesi**

Kompozit malzeme numunelerinin deneysel olarak özgül ağırlıkları Arşimed prensibine göre ölçülmüştür. Her bir numune türünden 20x20x50 mm ölçülerinde 3'er adet numune hazırlanmıştır. Numunelerin yüzeyleri sırası ile 280, 400, 600, 800 ve 1200'lük su zımparaları ile zımparalandıktan sonra 1/1000 gr hassasiyetli tartı kullanılarak, havada ve saf su içerisindeki ağırlıkları tespit edilmiştir.

Hacim hesaplaması için, numunelerin havadaki ağırlıklarından, sudaki ağırlıkları çıkarılarak hacimleri bulunduktan sonra özgül ağırlıkları hesaplanmıştır. Kompozit malzemelerle aynı şartlarda üretilen takviyesiz AA5754 ve AA7075 alaşımlarının da deneysel özgül ağırlık ölçümü Arşimed prensibine göre yapılmıştır. Matris malzemesi (AA5754 ve AA7075) ile farklı oranlarda takviye edilmiş (B<sub>4</sub>C ve SiC) kompozit malzemelerin teorik özgül ağırlıkları hesaplanmış ve Arşimed prensibine göre ölçülen deneysel özgül ağırlıkları ile karşılaştırılmıştır.

## BÖLÜM 6

### DENEYSEL SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME

Bu çalışmada, düşük yoğunluğa sahip ancak yüksek ergime sıcaklığı, mukavemet ve elastiklik modülüne sahip seramik parçacıklar ile farklı takviye oranlarına sahip hibrit alüminyum kompozitlerin yarı katı karıştırma ve düşük basınç altında kalıpta katılaştırma yöntemi ile üretimi gerçekleştirilmiştir.

Deneysel sonuçların anlatılacağı ve tartışılacağı bu bölümde, deneysel çalışmalar bölümündeki anlatım sırası takip edilecektir. İlk olarak, B<sub>4</sub>C ve SiC tozlarına uygulanan ısıtma işlemlerinin sonuçları SEM görüntüleri ve analiz sonuçları ile birlikte verilecek, daha sonra yarı katı karıştırma yöntemi ile kompozit malzeme üretimi, üretim parametrelerinin etkileri ile birlikte tartışılacak özgül ağırlıkların Tespit Edilmesi ve Porozite oluşumu incelenecek, üretilen kompozitlerin mekanik özelliklerinin tespiti için yapılan test sonuçları verilecek ve takviye oranlarının değişimi ile birlikte mekanik özelliklerinin değişimi irdelenecek ve son olarak da mikroyapı inceleme sonuçları verilerek sonuçlar tartışılacaktır.

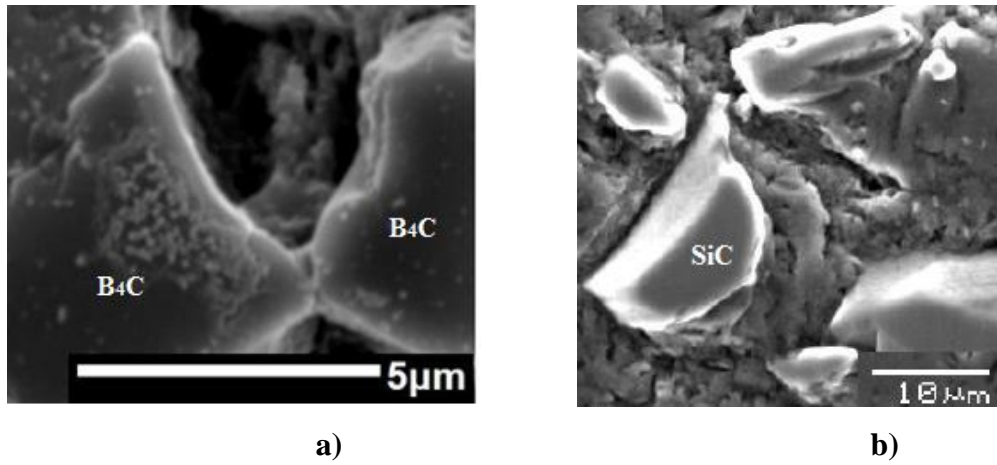
#### 6.1. Takviye Malzemelerine Isıl İşlemin Etkileri

Literatürde, B<sub>4</sub>C ve SiC takviye malzemeleri alüminyum esaslı kompozit malzeme oluşturmada, hafiflikleri yüksek sertlik ve dayanım özelliklerinden dolayı tercih edilmektedir. Ancak, SiC ve B<sub>4</sub>C nin ısıtma problemleri sebebiyle Al içerisine karıştırılması oldukça güç olmaktadır. Yapılan bu çalışmada SiC ve B<sub>4</sub>C nin ısıtma işlemi ile alüminyum tarafında ısıtılabilirlikleri artırılmaya çalışılmış ve aynı zamanda homojen dağılım sağlama ve sıvı yöntemlerle yapılan çalışmalarda karşılaşılan sorunların çözüldüğü doğrudan yarı katı karıştırma yöntemi uygulanarak farklı takviye oranlarında SiC ve B<sub>4</sub>C ayrı ayrı alüminyum içerisine katılarak kompozit malzemeler

oluşturulmuştur. Bunun yanında, belirli oranlarda SiC ve B<sub>4</sub>C beraberce hibrit kompozit malzeme oluşturabilecek şekilde kompozisyonlar hazırlanarak hibrit kompozit üretimi de gerçekleştirilmiştir. Daha sonra, takviye malzemelerinin iki farklı alüminyum çeşidiyle uygulanan şartlarda kimyasal veya mekanik bağ oluşturup oluşturmadığının, uygulanan yöntemin sorunlarının ve takviye matris ara yüzeyinde oluşan reaksiyon ürünlerinin tespit edilmesi amacıyla mekanik ve fiziksel testler ile mikroyapı analizleri yapılmış elde edilen sonuçlar bu bölümde incelenmiştir.

İnterlap firmasından temin edilen B<sub>4</sub>C tozları kuru olarak ve su ile %50 oranında liç edilmiş olarak bir seramik numune kapta mikrodalga fırın içerisine konmuş ve 5 dakika süreyle 1200 W, 2450 MHz şartlarında 290-312°C aralığında ısıtılmıştır. Mikrodalga fırın içerisinden çıkarılan numune normal hava koşullarında soğumaya bırakılmış. Soğuma işleminden sonra homojenleştirme amacı ile numuneler 220 °C' de 1 saat süre ile karıştırmak sureti ile ikinci bir ısıtma işlemine tabi tutulmuştur. Takviye malzemesi olarak seçilen ortalama 12 µm boyutunda SiC parçacıkları hacımsal karışım oranı belirlendikten sonra ısıtma fırınına alınarak 1100 °C sıcaklıkta 5 saat oksitlendirilmiştir.

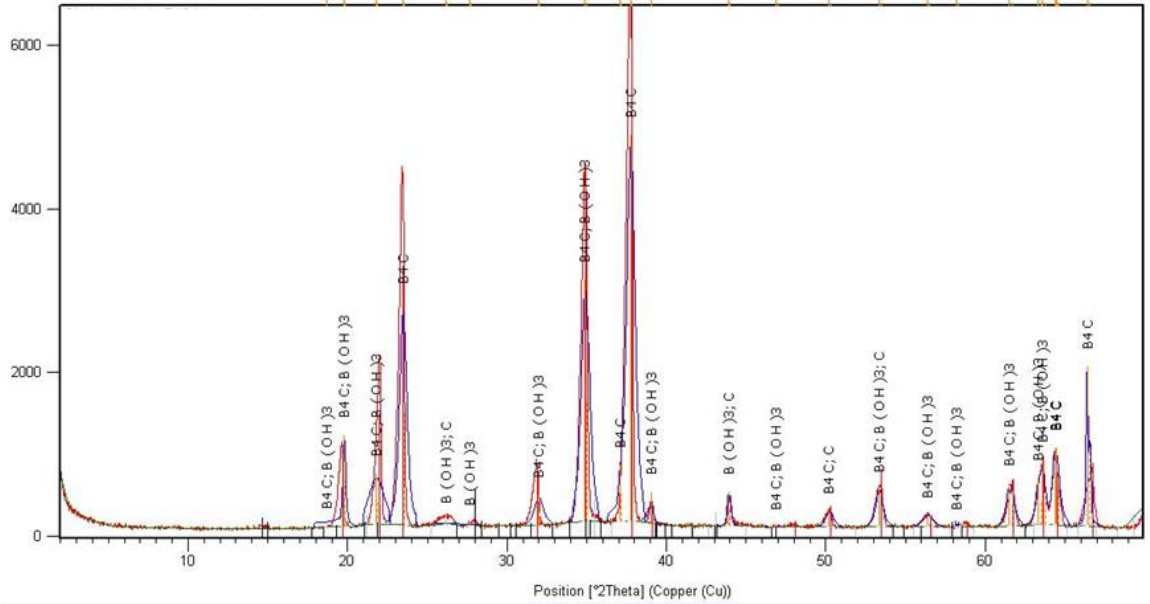
Takviye malzemelerinin alüminyum tarafından ıslatılma birliğini arttırmak için yarı katı alüminyuma ilave işlemi öncesinde B<sub>4</sub>C tozlarına mikrodalga fırında ısıtma işlemi uygulanmıştır. Bu işlemden sonra yapılan XRD spektrumunda (Şekil 6.2) B<sub>4</sub>C parçacıklarının üzerinde yoğun olarak B(OH)<sub>3</sub> fazı saptanmıştır. Şekil 6.1' de B<sub>4</sub>C ve SiC tozlarının üzerinden alınan SEM görüntüleri verilmiştir.



Şekil 6.1. Isıtma işlem sonrası a) B<sub>4</sub>C (x5000) ve b) SiC (x1500) tozlarının üzerinden alınan SEM görüntüleri



Görüntüler üzerinden yapılan ölçümlerde oluşan reaksiyon tabakasının kalınlığının 30-150 nm arasında değiştiği tespit edilmiştir. Tabaka tamamen parçacıkların yüzeyini kaplamamakla birlikte alüminyum ile reaksiyona girebilecek yeterlilikte olduğu düşünülmüştür. Daha sonradan yapılan kompozit yapılarında oluşan ara yüzey fazları incelendiğinde de bu tespit doğrulanmıştır.



Şekil 6.2. Isıl işlem sonrası B<sub>4</sub>C parçacıklarından alınan XRD spektrumu

## 6.2. Yarı Katı Karıştırma Yöntemi İle Kompozit Malzeme Üretim İşleminin Değerlendirilmesi

Ancak bu çalışmada, MMK malzemelerde hedeflenen dayanım özelliklerine ulaşabilmek için takviye parçacıklarının matris malzemesi tarafından ıslatılabilmesi ara yüzde mekanik veya kimyasal bağ oluşturulması ve takviyenin matris içersine homojen dağılmış olması gerekmektedir. Ancak, sıvı karıştırma yöntemleri ile MMK üretiminde karşılaşılan başlıca sorunlar; Takviyenin matris içerisinde homojen dağıtılamaması, takviyenin çökmesi, takviyenin sıvı dışına itilmesi ve topaklanma sorunlarıdır. Ayrıca, takviye ve matris arasında ıslatma gerçekleşmediğinde ve bir ara yüz oluşmadığında üretilen kompozitten beklenen fiziksel ve mekanik özelliklerin sağlanamadığı görülmektedir [17]. Takviye parçacıkları üzerinde ıslatmayı iyileştirme amacıyla herhangi bir işlem yapmadan yapılan kompozit üretme çalışmalarında topaklanmalar oluştuğu ve homojen karışımın sağlanamadığı belirlenmiştir. Literatürde, yarı katı

karıştırma işlemi ile üretilen Al-B<sub>4</sub>C kompozitlerinin üretimi ile ilgili çok sınırlı sayıda bilgi mevcuttur. Çanakçı A. vortex yöntemiyle AA2024 matrisli B<sub>4</sub>C partikül takviyeli kompozit ürettiği çalışmada ilave edilmeye çalışılan takviye oranı arttıkça, takviyenin karışma oranının azaldığını, topaklanmaların arttığını ve homojen dağılımın zorlaştığını belirtmiştir. Aynı şekilde, Toptan F. 'de B<sub>4</sub>C takviyeli kompozit malzemeyi sıvı faz üretim yöntemi ile ürettiği çalışmada ıslatılabilirliğin geliştirilebilmesi için takviye malzemesine ön işlemler uygulanması gerektiğini partikül ilave proseslerinin vakum altında ve sıkıştırma döküm yöntemi ile basınç altında gerçekleştirilmesi durumunda nispeten başarılı bir karıştırma gerçekleştirilebildiğini belirtmiştir. Bu çalışmada ise, Isıl işlem ile takviye parçacıklarının üzerinde oluşturulan reaksiyon tabakaları takviye malzemesinin matris tarafından ıslatılmasını sağlamış, topaklanmalar oluşmamış ve nispeten homojen karışım sağlanmıştır. Takviye malzemesinin yarı katı haldeki matris içine karıştırıcılarla katılması ve işlem süresince karıştırma işleminin devam etmesi, takviyenin matris ile birlikte yoğrulmasının ıslatmanın başarımına katkısı olduğu düşünülmektedir.

### 6.3. Özgül Ağırlık ve Porozite Ölçüm Sonuçları

B<sub>4</sub>C parçacık takviyeli, B<sub>4</sub>C + SiC takviyeli olarak üretilen numunelerin yoğunlukları Arşimet prensibine göre hesaplanmıştır. Üretilen numunelerin teorik ve deneysel yoğunlukların parçacık oranına bağlı değişimi tablo 6.1' de verilmiştir.

Tablo 6.1. Numunelerin teorik, özgül ağırlıkları ve porozite oranları

| Malzeme                                   | %B <sub>4</sub> C veya %SiC (Hacimce) | Teorik Özgül ağırlık (g/cm <sup>3</sup> ) | Deneysel Özgül ağırlık (g/cm <sup>3</sup> ) | % Porozite |
|---|---------------------------------------|---|---|------------|
| AA 5754 -                                 | -                                     | 2.68                                      | 2.67  | 0.3        |
| AA 5754 + % 20 B <sub>4</sub> C           | 20                                    | 2.65                                      | 2.48  | 6.3        |
| AA7075 -                                  | -                                     | 2.80                                      | 2.74  | 2.0        |
| AA7075 + % 10 B <sub>4</sub> C            | 10                                    | 2.77                                      | 2.50  | 9.8        |
| AA7075 + % 20 B <sub>4</sub> C            | 20                                    | 2.74                                      | 2.43  | 11.4       |
| AA7075 + % 5 B <sub>4</sub> C + % 5 SiC   | 10                                    | 2.81                                      | 2.55  | 9.0        |
| AA7075 + % 10 B <sub>4</sub> C + % 10 SiC | 20                                    | 2.81                                      | 2.54  | 9.7        |

Hacimsel takviye oranlarının artması ile birlikte genel anlamda kompozit malzemelerin deneysel özgül ağırlıklarında azalma olmuştur. Deneysel ve teorik özgül ağırlık sonuçları karşılaştırıldığında, porozite oranlarının yüksek olduğu görülmüştür.

Literatür ile kıyaslandığında vakum altında döküm ve sıkıştırma döküm prosesleri uygulandığında porozite değerlerinin oldukça düşük olduğu görülmüştür. Çanakçı, vortex yöntemiyle ürettiği %10 B<sub>4</sub>C takviyeli kompozitlerde %3 porozite tespit ettiğini belirtmiştir. Ürkmez, sıkıştırma döküm yöntemi ile ürettiği kompozit malzemelerde yüksek oranlarda takviyeye rağmen (hacimce %35 SiC) maksimum % 4.5 porozite oranı rapor etmiştir. Bu çalışmada elde edilen porozite oranlarının yüksek olma sebebinin uzun süreli karıştırma prosesi ve basınçsız döküm yöntemi uygulanması olduğu düşünülmektedir.

Hidrojenin sıvı alüminyumda yüksek, katıda ise düşük çözünürlüğe sahip olması, katılaşma sonrası gaz boşluklarının oluşumuna sebebiyet vermektedir. Gaz boşluklarının oluşumunda, katılaşma sırasında uygulanan basınç, alaşımın kimyasal bileşimi ve katılaşma aralığı, katılaşma veya soğuma hızı gibi faktörlerde etkili olmaktadır.

Düşük gözenek oranlarında maksimum çekme dayanımı hacimsel gözenek oranı ile doğru orantılıdır. Gözenek oranı artarken gözenekler çevresindeki homojen olmayan gerilme dağılımları üst üste gelmekte ve hasar gözenegın doğrusal olmayan bir fonksiyonu haline gelmektedir. MMK'larda çözülmüş gazlar ve çekme boşluklarından meydana gelen normal döküm gözeneklerin dışında üretim prosesinden kaynaklanan gözenekler söz konusudur.

Sıvı veya yarı katı karıştırma, artan gaz çözünürlüğüne neden olurken, karıştırma sırasında oluşan vorteks gazın sıvı alaşım içerisinde hapsolmesine neden olmakta, bu durumda karıştırıcı hızı ve içerisindeki pozisyonu önem kazanmaktadır. Bununla beraber bu proses parametrelerinin gözenegi azaltacak şekilde optimize edilmesi, sıvıya parçacık karıştırılmasını olumsuz yönde etkileyebilir. Döküm kompozitlerde poroziteler; takviyeden uzakta ve matris takviye sınırında olmak üzere iki tiptir. İkinci tip, düşük gerilmeler altında parçacığın matristen ayrılmasına neden olduğu için, oluşumu özellikle arzu edilmemektedir. Ayrıca parçacık yüzeyinde yapışık haldeki gaz, parçacığın yüzmesine neden olmaktadır. MMK'larda gözenekler, dökülen kompozitin beslenmesini etkileyen, uygun olmayan kalıp sıcaklığından ortaya çıkan çekme boşluğu

sebebiyle olduğu kadar, mil ve pervanenin grafit kirlilikleri sıvıca yabancı partiküllerin inklizyonların bulunması, sıvı yüzeyinde oluşmuş oksitler, sıvıyı çevreleyen havadaki hidrojen gazı nedeniyle ortaya çıkabilmektedir. Öte yandan SiC takviyeli alüminyum alaşımlarında takviye hacimsel oranı arttıkça gözenek oranı da artmaktadır. Bu artış kompozitlerin gözenek açısından geleneksel alaşımlara göre oldukça dezavantajlı konuma getirmektedir. Karıştırma sırasında oluşan vorteks etkisi ile sıvıya giren hava, artan viskozite sıvıdan atılamamaktadır. Bu gaz boşluklar çevresinde parçacık topaklanmasının meydana gelmesi kompozitin parçacık homojenliğini bozmaktadır. Ayrıca geleneksel gaz giderme yöntemleri kompozitte ıslatmanın bozulmasına ve takviye kaybına neden olmaktadır. Diğer taraftan inklizyonların mekanik özellikler üzerinde önemli olumsuz etkileri bulunmaktadır. [78-80]

#### **6.4. Mekanik Test Sonuçları**

##### **6.4.1.Üç Noktadan Eğme Deneyi**

Bu çalışmada 5 farklı çeşit kompozit malzeme üretilmiş ve üretilen kompozit malzemeler karşılaştıma amacıyla takviyesiz alaşımlarla birlikte üç noktadan eğme testine tabii tutulmuştur. Numunelerin eğme dayanımları (ASTM B528-05) standardında belirtilen Eşitlik. 6.1 yardımıyla hesaplanmıştır.

$$TRS = \frac{3PL}{2t^2w} \quad (6.1)$$

Eşitlikte;

P: Kırılma anında numuneye uygulanan yük (N)

L: Destekler arası uzaklık (mm)

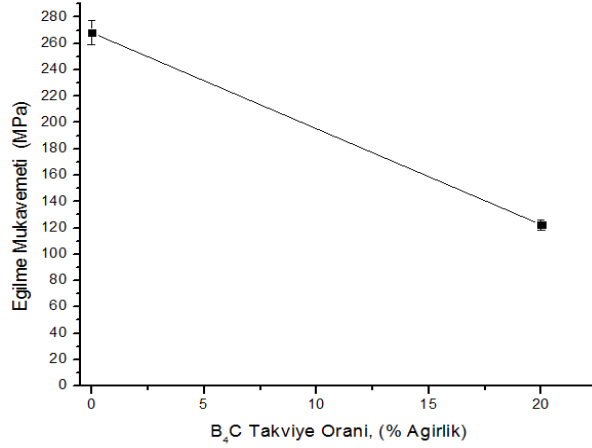
t: Numunenin kalınlığı (mm)

w: Numunenin genişliği (mm)

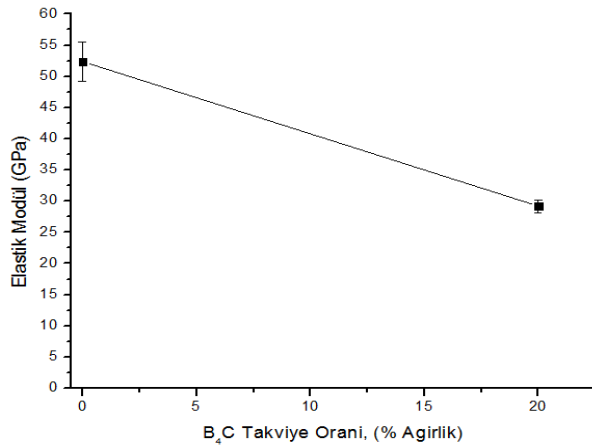
TRS: Eğilme dayanımı (MPa)

Takviyesiz AA5754 alaşımının eğilme mukavemeti ortalamasının 268.2 N/mm<sup>2</sup> ve elastik modülünün ortalamasının 52.3 GPa olduğu görülmüştür. AA5754 Alüminyum alaşımına hacimce % 20 B<sub>4</sub>C takviyesi yapılarak üretilen numunelere uygulanan test sonucunda ise; eğilme mukavemeti ortalamasının 122.3 N/mm<sup>2</sup> ve elastik modülü ortalamasının 29.1 GPa olduğu görülmüştür. Şekil 6.3.'ve 6.4. 'deki

deki grafiklerde B<sub>4</sub>C takviye oranının hacimce % 20' ye çıkarılması ile birlikte eğilme mukavemeti ve elastik modülünün düştüğü görülmüştür.



Şekil 6.3. AA5754/B<sub>4</sub>C kompozitlerinde takviye oranının eğilme mukavemetine etkisi

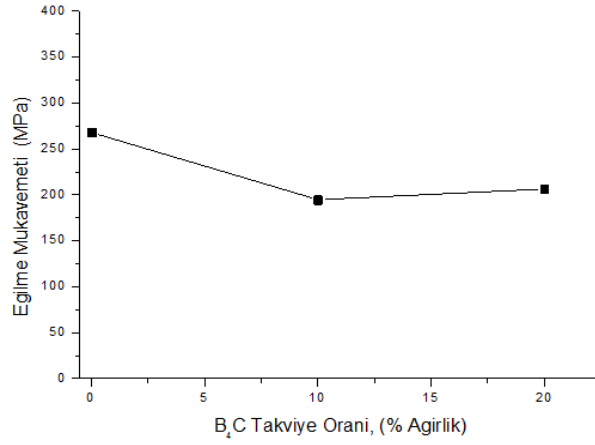


Şekil 6.4. AA5754/B<sub>4</sub>C kompozitlerinde takviye oranının elastiklik modülüne etkisi

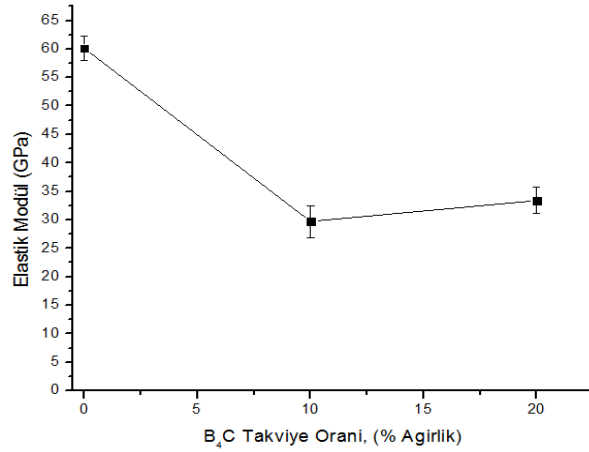
Hacimce % 10 ve % 20 B<sub>4</sub>C takviyeli AA7075/B<sub>4</sub>C kompozitlerine takviyesiz AA7075 Alüminyum alaşımından hazırlanmış numunelerle birlikte üç noktadan eğme testi uygulanmıştır. Takviyesiz matris malzemesinin eğilme mukavemeti ortalamasının 268 N/mm<sup>2</sup> (Şekil 6.5.) ve elastik modülünün ortalamasının 60.1 GPa (Şekil 6.6.) olduğu görülmüştür.

Hacimce % 10 B<sub>4</sub>C takviyeli AA7075/B<sub>4</sub>C kompozitlerine uygulanan test sonucunda ise; eğilme mukavemeti ortalamasının 194.6 N/mm<sup>2</sup> ve elastik modülü ortalamasının 29.7 GPa olduğu görülmüştür.

Hacimce % 20 B<sub>4</sub>C takviyeli AA7075/B<sub>4</sub>C kompozitlerine uygulanan test sonucunda ise; eğilme mukavemeti ortalamasının 206.3 N/mm<sup>2</sup> ve elastik modülü ortalamasının 33.4 GPa olduğu görülmüştür.



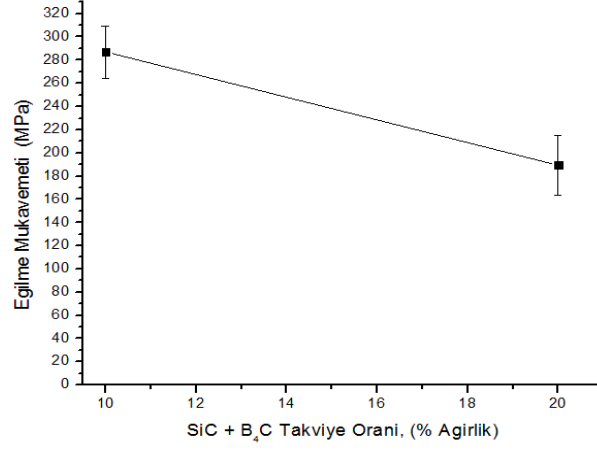
Şekil 6.5. AA7075/B<sub>4</sub>C kompozitlerinde takviye oranının eğilme mukavemetine etkisi



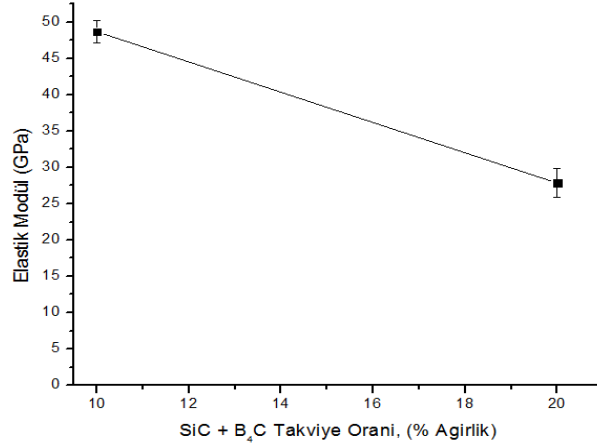
Şekil 6.6. AA7075/B<sub>4</sub>C kompozitlerinde takviye oranının elastiklik modülüne etkisi

Hacimce %10 ve %20 parçacık takviyeli AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC hibrit kompozitlerine uygulanan üç noktadan eğme test sonuçları incelendiğinde %10 takviyeli AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC hibrit kompozitlerinin eğilme mukavemeti ortalamasının 287 N/mm<sup>2</sup>

ve elastik modülünün ortalamasının 48.7 GPa olduğu görülmüştür (Şekil 6.7.). Hacimce %20 takviyeli AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC hibrit kompozitlerinin eğilme mukavemeti ortalamasının ise 189.3 N/mm<sup>2</sup> ve elastik modülü ortalamasının 27.8 GPa olduğu görülmüştür (Şekil 6.8.).



Şekil 6.7. Takviye oranının AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC hibrit kompozitlerinin eğilme mukavemetine etkisi



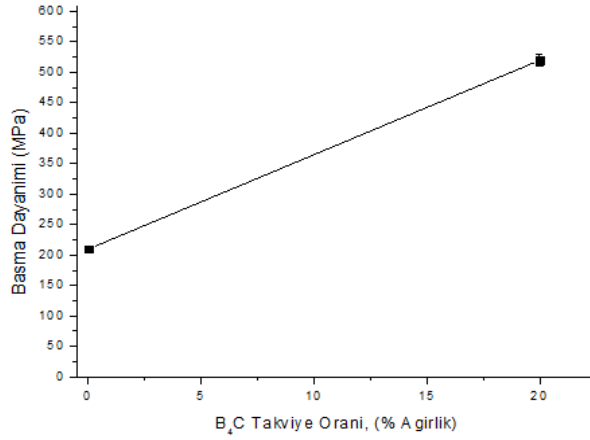
Şekil 6.8. Takviye oranının AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC hibrit kompozitlerinin elastiklik modülüne etkisi

Eğilme test sonuçları genel olarak değerlendirildiğinde B<sub>4</sub>C takviye oranının artışı ile birlikte eğilme mukavemeti değerlerinin artış eğiliminde olduğu ancak karıştırma sırasında absorbe edilen gaz miktarının yüksek oluşu nedeniyle oluşan

porozitenin mekanik dayanım değerlerini düşürdüğü kanısına varılmıştır. Hibrit konpozitlerde ise, takviye oranlarının artışı ile hem mekanik dayanımda hemde elastik modülünde azalma görülmüş olup takviye ile matris arasında mekanik yada kimyasal bağın yeterli derecede oluşmadığı düşünülmektedir.

#### 6.4.2. Basma deneyleri

AA5754/B<sub>4</sub>C kompozitlerine ve takviyesiz AA5754 Alüminyum alaşımından hazırlanmış numunelerle birlikte basma testi uygulanmıştır. Takviyesiz AA5754 Alüminyum alaşımının basma dayanımı (%60 Şekil değişimin de ölçülen kuvvet değeri basma dayanımı hesaplamasında kullanılmıştır.) ortalaması 210 N/mm<sup>2</sup> olarak ölçülmüştür. AA5754 Alüminyum alaşımına hacimce % 20 B<sub>4</sub>C takviyesi yapılarak üretilen numunelere uygulanan test sonucunda basma dayanımı ortalamasının 519.7 N/mm<sup>2</sup> olduğu görülmüştür. Şekil 6.9' daki grafikte B<sub>4</sub>C takviye oranının hacimce % 20' ye çıkarılması ile birlikte basma dayanımının arttığı görülmüştür.

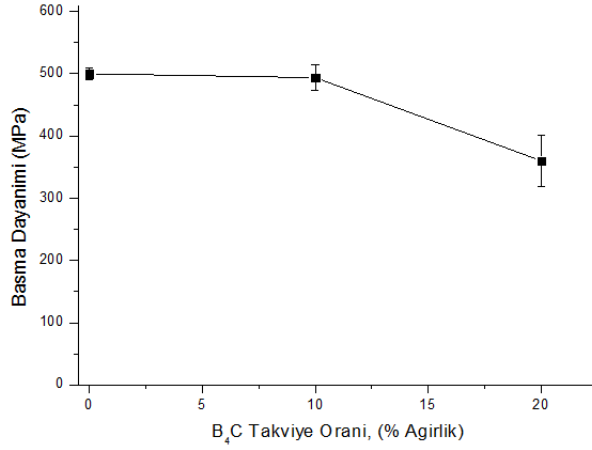


Şekil 6.9. Takviye oranının AA5754/B<sub>4</sub>C kompozitlerinin basma dayanımına etkisi

AA7075 alaşımına hacimce % 10 ve % 20 B<sub>4</sub>C takviyesi yapılarak takviyesiz AA7075 Alüminyum alaşımından hazırlanmış numunelerle birlikte basma testi uygulanmıştır. Takviyesiz AA7075 Alüminyum alaşımının basma dayanımı ortalamasının 500 N/mm<sup>2</sup> olduğu görülmüştür. AA7075 Alüminyum alaşımına hacimce % 10 B<sub>4</sub>C takviyesi yapılarak üretilen numunelere uygulanan test sonucunda basma dayanımı ortalamasının 493.7 N/mm<sup>2</sup> olduğu görülmüştür. AA7075 Alüminyum alaşımına hacimce % 20 B<sub>4</sub>C takviyesi yapılarak üretilen numunelere uygulanan test

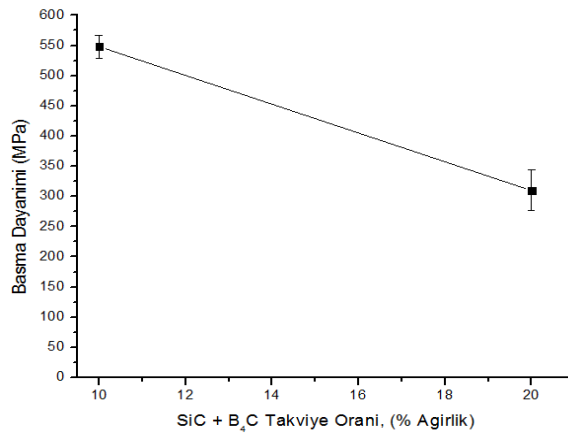


sonucunda ise; basma dayanımı ortalamasının  $360 \text{ N/mm}^2$  olduğu görülmüştür. Şekil 6.10.'daki grafikte  $\text{B}_4\text{C}$  takviye oranının hacimce % 10 ve %20'ye çıkarılması ile birlikte kompozit malzemelerin basma dayanımları nispeten düşmüştür.



Şekil 6.10. Takviye oranının AA7075/ $\text{B}_4\text{C}$  kompozitlerinin basma dayanımına etkisi

AA7075 alaşımına % 5  $\text{B}_4\text{C}$  + % 5 SiC ve % 10  $\text{B}_4\text{C}$  + % 10 SiC takviyesi yapılarak hazırlanmış hibrit kompozit numunelere uygulanan basma testleri sonucunda; % 5  $\text{B}_4\text{C}$  + % 5 SiC takviyeli AA7075 Alüminyum alaşımının basma dayanımı ortalamasının  $548 \text{ N/mm}^2$ , % 10  $\text{B}_4\text{C}$  + % 10 SiC takviyeli AA7075 Alüminyum alaşımının basma dayanımı ortalamasının  $310 \text{ N/mm}^2$  olduğu görülmüştür. Şekil 6.11.'deki grafikte  $\text{B}_4\text{C}$  takviye oranının hacimce % 10'dan %20'ye çıkarılması ile birlikte basma dayanımları düşmüştür.



Şekil 6.11. Takviye oranının AA7075/ $\text{B}_4\text{C}$ /SiC hibrit kompozitlerinin basma dayanımına etkisi

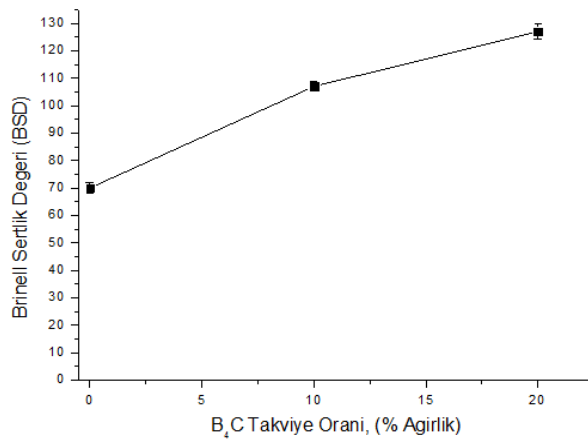
Basma testi sonuçları genel olarak değerlendirildiğinde B<sub>4</sub>C takviye oranının artışı ile birlikte üretilen tüm kompozit malzemelerde basma mukavemeti değerlerinin azalma eğiliminde olduğu bunun sebebi olarak karıştırma sırasında absorbe edilen gaz miktarının yüksek olması nedeniyle oluşan porozitenin basma dayanım değerlerini düşürdüğü kanısına varılmıştır.

#### 6.4.3. Sertlik Testi Sonuçları

Takviye cinsi ve oranlarındaki değişime bağlı olarak sertlik değerlerindeki değişimleri tespit etmek amacıyla yapılan sertlik ölçümlerinde aşağıda verilen sonuçlara ulaşılmıştır.

Takviyesiz AA5754 ve AA7075 alaşımlarına da takviyeli kompozit numunelere uygulanan karıştırma işlemleri ve kalıp içinde presleme ile katılaştırma işlemleri aynı şekilde uygulanmıştır. Bu işlem ve ölçümler sonucunda takviyesiz AA5754 numunelerinin ortalama sertlik değeri 56 BSD olarak tespit edilmiştir. Takviyesiz AA7075 Alüminyum alaşımından hazırlanan numunelerin sertlik ortalaması ise 70 BSD ölçülmüştür.

Hacimce % 10 takviyeli AA7075/ B<sub>4</sub>C kompozit numunesinin ortalama sertliği 107 BSD ve hacimce % 20 takviyeli AA7075/ B<sub>4</sub>C kompozit numunesinin ortalama sertliği 127 BSD ölçülmüş ve takviye oranının artışıyla sertlik değerlerinde artış olduğu gözlenmiştir (Şekil 6.12).

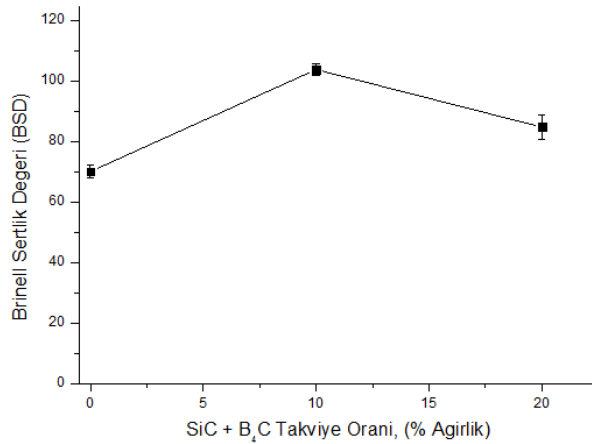


Şekil 6.12. AA7075/B<sub>4</sub>C kompozitlerinin BSD değerlerinin takviye oranı ile değişimi

Benzer olarak Toptan F. Çalışmasında hacimce %15 ve %20 takviyeli Al-B<sub>4</sub>C kompozitlerini sıvı faz üretim yöntemleri ile üretmiş, matris malzemesi olarak AlSi9Cu3Mg (3xxx serisi) alaşımı kullanılan bu çalışmada üretim işlemleri vakum altında ve sıkıştırma dokum yöntemi uygulanarak gerçekleştirildiği için üretilen kompozitler %15 B<sub>4</sub>C takviyesi için %0,33 poroziteye, %20 B<sub>4</sub>C takviyesi için %1,22 poroziteye sahip olarak oldukça düşük porozite miktarları ile üretilmiştir. Kompozit malzemelerin vickers sertlikleri ölçümü sonucunda ise 115-140 HV değerleri elde edilmiştir.

Ekici E., toz metalürjisi yöntemiyle B<sub>4</sub>C parçacık takviyeli ve Gr katkılı metal matrisli (MMK) kompozit malzeme ürettiği çalışmasında matris malzemesi olarak 200 µm altı ön alaşımlı Alumix 123 tozu, takviye elemanı olarak ise ortalama 22~32 µm boyutunda B<sub>4</sub>C ve ortalama 150 µm boyutlarında nikel kaplı grafit parçacıklar kullanmıştır. Ağırlıkça %5- %15 B<sub>4</sub>C parçacık takviyeli, ayrıca %10 B<sub>4</sub>C'e ilave olarak %1 Gr, %3 Gr, %5 Gr katkılı olmak üzere yedi farklı numuneyi sıcak presleme yöntemiyle üretmiştir. Üretilen tüm kompozitlerde takviye oranının artışına bağlı olarak 65-110 BSD arasında sertlik değerleri elde etmiştir.

AA7075/SiC/B<sub>4</sub>C hibrit kompozitlerinin sertlik ortalamasının %10 parçacık takviyeli kompozitlerde 103.7 BSD olduğu ve % 20 parçacık takviyeli AA7075/SiC/B<sub>4</sub>C hibrit kompozitlerinin sertlik ortalamasının ise 84.7 BSD olduğu görülmüştür. Takviye oranının hacimce % 10' dan %20' ye çıkarılması ile hibrit kompozitlerin sertlik değerlerinin düştüğü görülmüştür (Şekil 6.13).



Şekil 6.13. Hacimce 10% parçacık takviyeli AA7075/SiC/B<sub>4</sub>C ve hacimce 20% parçacık takviyeli AA7075/SiC/B<sub>4</sub>C kompozitleri için sertlik değerleri

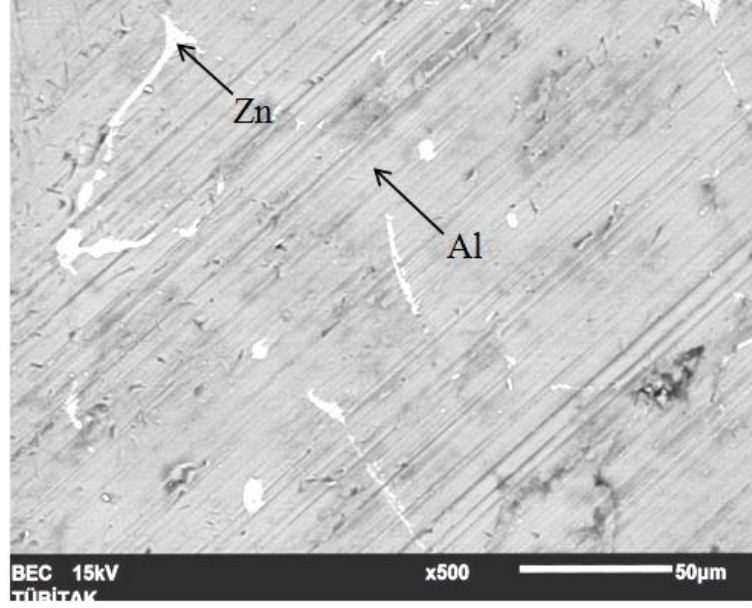
Literatür ile karşılaştırıldığında da benzer bir çalışma yapan Soy U., çalışmasında matris alaşımı olarak AlSi10Mg alaşımı seçmiştir. Bu alaşımı SiC, B<sub>4</sub>C ve SiC/B<sub>4</sub>C seramikleri ile takviye ederek metal matrisli kompozitler üretmiştir. Sıvı faz üretim tekniklerinden basınçlı infiltrasyon yöntemi kullanılan bu çalışmanın sonucunda; tüm kompozitlerin sertlik değerlerinin 102-135 HB arasında değiştiği görülmüştür.

Bu çalışmada üretilen kompozit türleri arasında genel bir değerlendirme yapılırsa AA7075/B<sub>4</sub>C kompozitlerinin sertlik değerinin artan takviye oranı ile arttığı, bunun sebebi olarak B<sub>4</sub>C ile alüminyum matris alaşımı arasında bağ oluşturulduğu ve porozite oranının düşük olması nedeniyle sertlik değerlerinin yüksek çıktığı düşünülmektedir. AA7075/SiC/B<sub>4</sub>C hibrit kompozitlerinin sertlik değerlerinde ise artan takviye oranlarına bağlı olarak artış görülmüştür. Hacimce %20 takviye hibrit kompozitlerdeki sertlik düşüşünün sebebi olarak hibrit olarak hazırlanan kompozitlerde karıştırma süresinin yüksek olması, B<sub>4</sub>C parçacıklarının matris alaşımı ile iyi bir şekilde bağ yapamaması ve ara yüzeydeki ve matris içindeki porozite oranının yüksek olmasının sertlik değerlerinde düşüşe neden olduğu düşünülmektedir.

Sonuç olarak tüm kompozitlerin BSD değerlerinin 100-130 HB arasında değiştiği, takviyesiz matriks alaşımının 70 BSD değeri ile karşılaştırıldığında, takviye parçacıklarının kompozitlerin sertliğini takviye miktarı ile orantılı olarak arttırdığı görülmüştür.

#### **6.4.4. Mikroyapı incelemeleri**

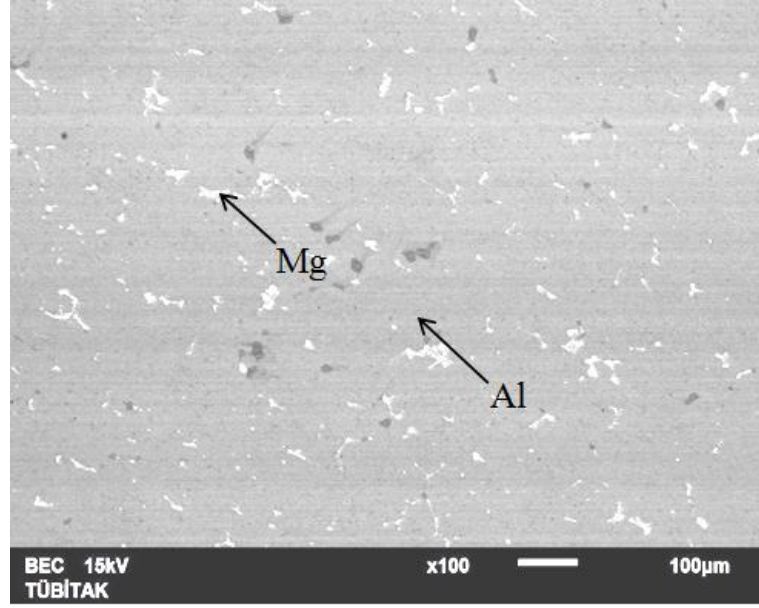
Üretilen kompozit malzemelerde takviye fazı ve matris arasında mekanik yada kimyasal bağ oluşup oluşmadığı takviye fazının matris içersinde homojen dağılıp dağılmadığının incelenmesi için farklı büyütmelemlerle SEM görüntüleri alınarak mikroyapıları incelenmiştir. Bu çalışmada iki farklı tür alüminyum alaşımı kullanılmıştır. Bunlardan biri AlMg3 (AA5754), diğeri de AlZn5.5MgCu (AA7075) alaşımlarıdır.



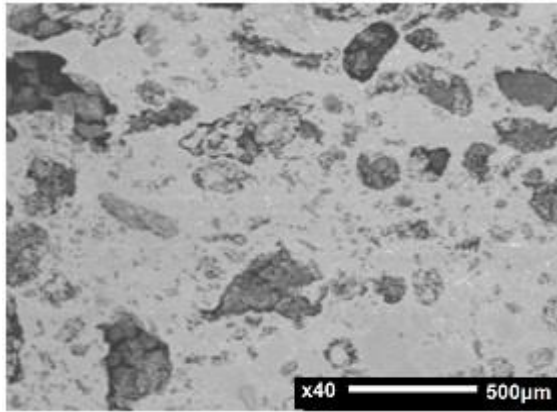
Şekil 6.14. Takviyesiz AA7075 matris alaşımının mikroyapısı (x500)

Şekil 6.14. de takviyesiz AA7075 alüminyum alaşımının mikroyapısı görülmektedir. Alüminyum içerisinde homojen olarak dağılmış Zn bölgeleri görülmektedir. Zn elementi alüminyum içersine alüminyumun dökülebilirliğini arttırmak amacıyla katılır. Alüminyumda %4-8 Zn ve %1-6 Mg kombinasyonları, dövülmüş ısıtılabilir alüminyum alaşımlarının yüksek dayanımlı 7XXX serilerini üretmek için kullanılır. 7075Alaşımı %5,6 Zn, %2,5 Mg, %1,6 Cu ve %0,3 Cr içerir. Çinko ve magnezyumun her ikisi de alüminyumda yüksek katı eriyebilirliğe sahiptir ve genellikle yüksek-çökeltme sertleşmesi özellikleri geliştirirler. Alaşımın içine katılan Cr alaşımın gerilmeli korozyon direncini geliştirir.

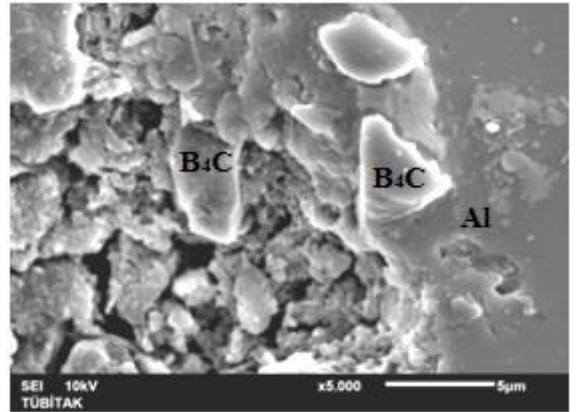
Şekil 6.15' de takviyesiz AA5754 alaşımının mikroyapısı görülmektedir. Alüminyum içerisinde homojen olarak dağılmış Mg bölgeleri görülmektedir. Mg alüminyumun sıvı haldeyken yüzey gerilimini düşürmekte, katılan takviye malzemesinin ıslatabilirliğini arttırmaktadır. Magnezyum %33 oranında alüminyum ile ötektik bileşim verir. Özgül ağırlığı az olduğu için girdiği alaşımın özgül ağırlığını düşürür. % 6 dan fazla Mg içeren alaşımlarda çökeltme sertleşmesi oluşur. Magnezyum alaşımı sertleştirir ve mukavemeti artırır. Daha düşük oranlarda çökeltme sertleşmesi meydana gelmez. Isıl işlemle sertleştirilemeyen alüminyum alaşımları oluşturulur. Mg aynı zamanda tuzlu su korozyonuna karşı da alüminyumun direncini artırır.



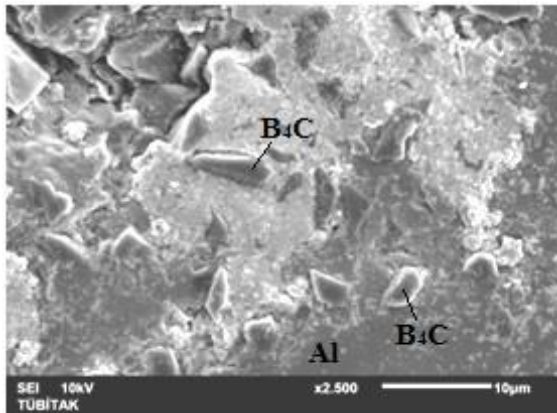
Şekil 6.15. Takviyesiz AA5754 matris alaşımının mikroyapısı (x100)



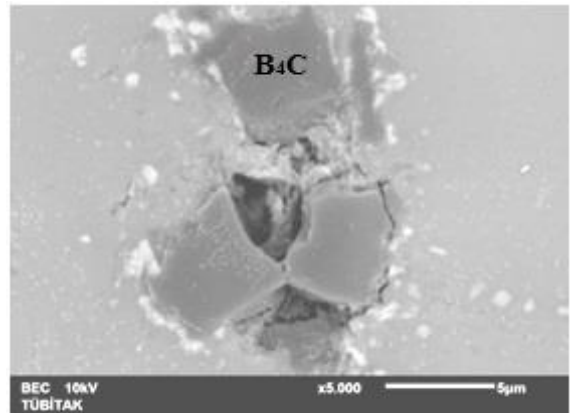
a) AA7075 /B<sub>4</sub>C kompoziti (vol %10, x40)



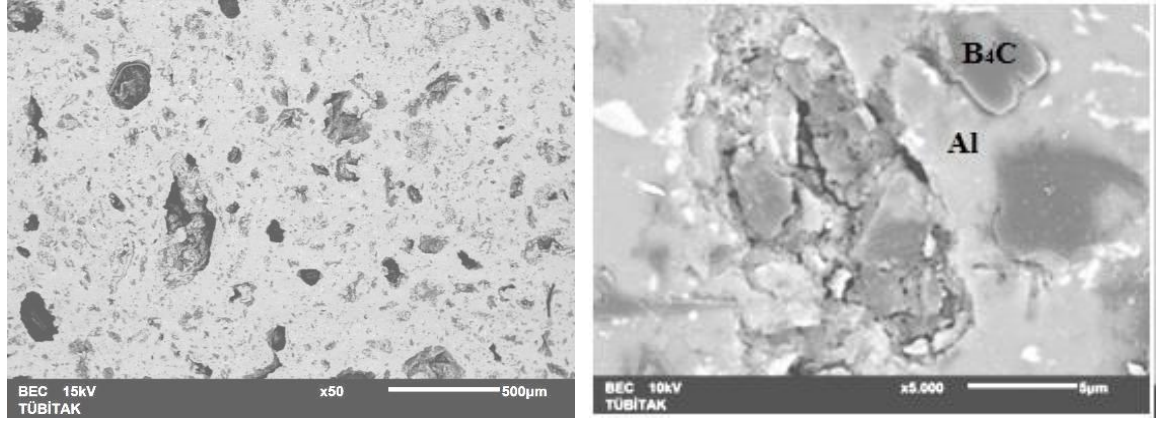
b) AA7075/ B<sub>4</sub>C kompoziti (vol %20, x5000)



c) AA7075/ B<sub>4</sub>C kompoziti (vol %20, x2500)



d) AA7075/ B<sub>4</sub>C kompoziti (vol %20, x5000)



e) AA5754/B<sub>4</sub>C kompozit (vol %20, x50)

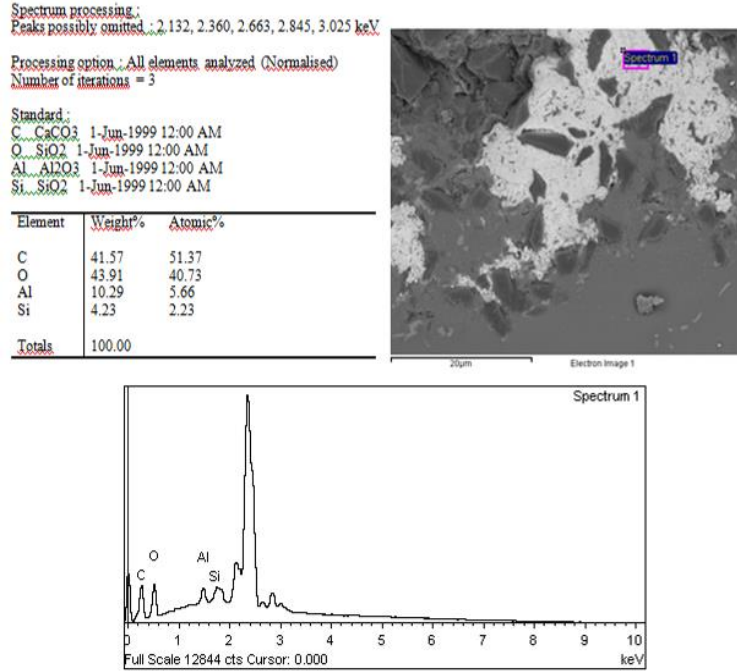
f) AA5754/B<sub>4</sub>C kompozit (vol %20, x5000)

Şekil 6.16 AA7075/B<sub>4</sub>C ve AA5754/B<sub>4</sub>C kompozitlerinin SEM mikroyapı görüntüleri

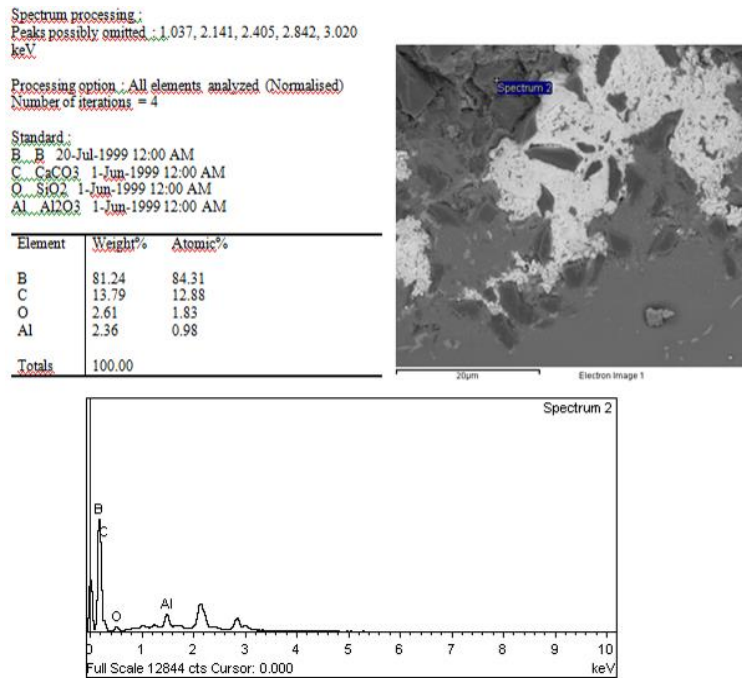
Şekil 6.16' de hacimce %10 ve %20 takviyeli AA7075/B<sub>4</sub>C ve AA5754/B<sub>4</sub>C kompozitlerinin SEM mikroyapı görüntüleri verilmiştir (Şekil 6.18). Şekil 6.16 (a)' da %10 takviyeli AA7075/B<sub>4</sub>C kompozitine ait x40 büyütme mikroyapı resminde B<sub>4</sub>C takviyelerin yapı içinde homojen dağıldığı aynı zamanda da küçük topaklar oluşturduğu gözlenmektedir. Topak oluşumu alüminyum tarafından iyi ıslatılmayan B<sub>4</sub>C tanelerinin karıştırma sırasında bir araya toplanması sebebiyle oluşmuştur. Ayrıca karıştırma süresinin uzun sürmesi nedeniyle gaz absorpsiyonunun fazla olması yapı içerisinde mikro boşluklar oluşturmuş ve B<sub>4</sub>C parçacıkları bu mikro boşluklarda toplanmışlardır. Ancak bu yapıların en büyüğü 100 µm civarında olup içerisinde 5-10 B<sub>4</sub>C taneciği bulunmaktadır. Bu oluşumlar Şekil 6.16 (b)' de %20 B<sub>4</sub>C takviyeli AA7075/B<sub>4</sub>C kompozitinin x5000 büyütme mikroyapı görüntüsünde de görülmektedir. Şekil 6.16 (c)' de hacimce %20 takviyeli AA7075/B<sub>4</sub>C kompozitinin x2500 büyütme SEM görüntülerinde B<sub>4</sub>C parçacıklarının Alüminyum tarafından iyi ıslatılmış olduğu görülmektedir. Görüntüler incelendiğinde B<sub>4</sub>C parçacıklarının etrafının Alüminyum tarafından iyice sarıldığı, gözenek ve topaklanma görüntüleri olmadığı gözlenmektedir. Bu da takviye malzemesi ile matris malzemesi arasında mekanik bağ oluşturulduğunu kanıtlamaktadır. Ayrıca Şekil 6.17 ve Şekil 6.18' deki EDS analizleri de, bu gözlemi doğrulamaktadır. Hacimce %20 B<sub>4</sub>C takviyeli AA7075/B<sub>4</sub>C kompozitinin üç bölgesinde yapılan analizlerde matris malzemesi olarak kullanılan Alüminyum oluşturulan Al pikleri, B<sub>4</sub>C yi oluşturan B ve C pikleri, B<sub>4</sub>C üzerinde oluşturulan B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve B(OH)<sub>3</sub>



reaksiyon ürünlerini doğrulayacak şekilde O pikleri tespit edilmiştir ve her iki matris malzemesi için de alaşımın içeriği doğrulanmıştır.

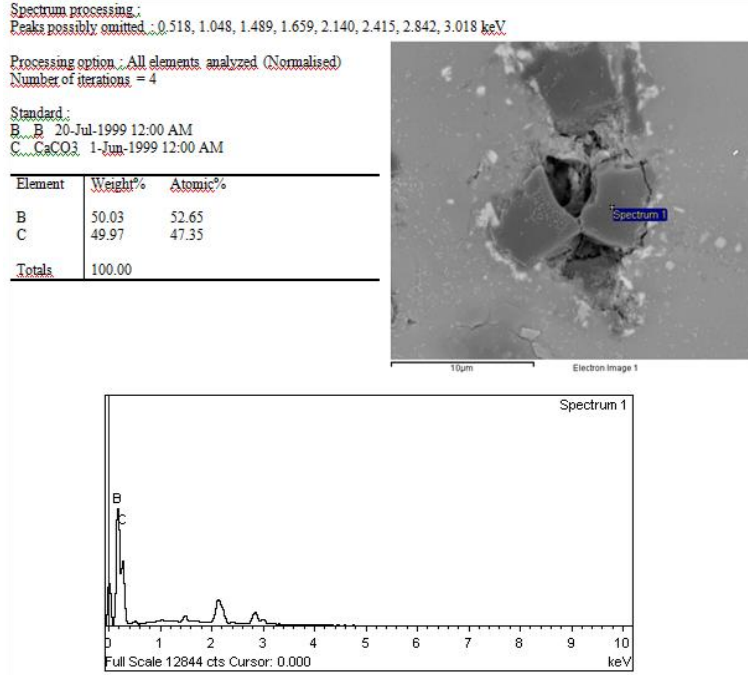


a)



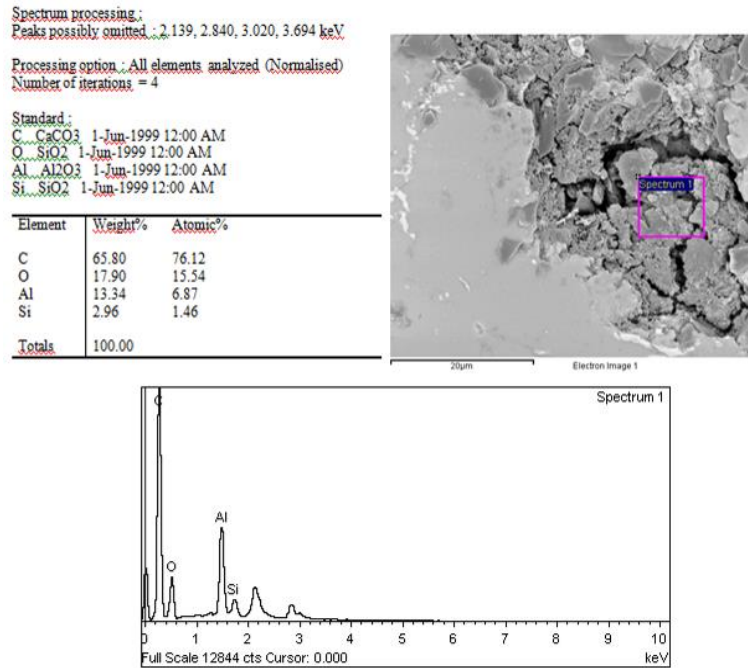
b)



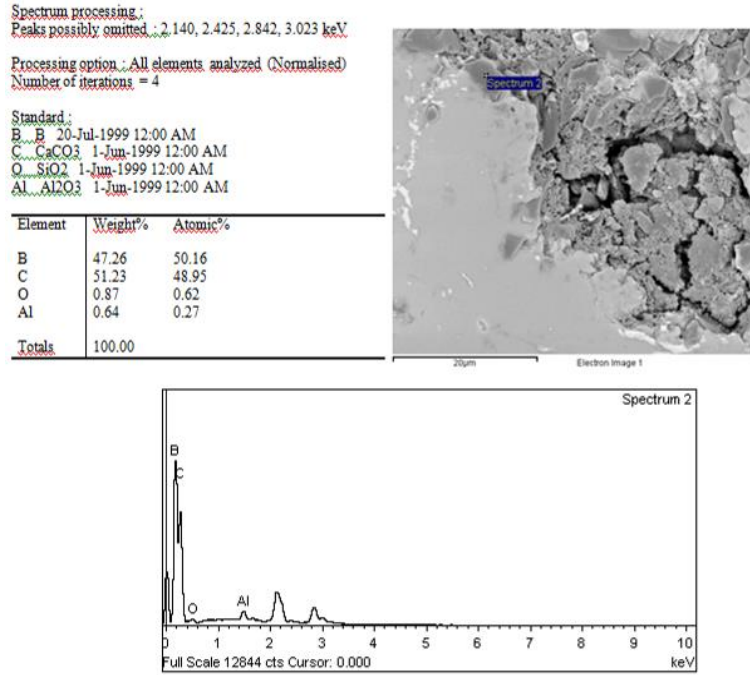


c)

Şekil 6.17. Üretilen %20 takviyeli AA7075/ B<sub>4</sub>C kompozitlerinin a) matris malzemesinde b) takviye bölgesinde c) takviyenin üzerinde yapılan EDS analizleri



a)



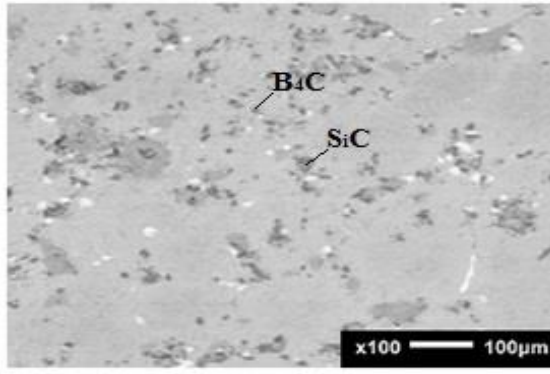
b)

Şekil 6.18. Üretilen %20 takviyeli AA5754/B<sub>4</sub>C kompozitlerinin a) matris malzemesinde b) takviye bölgesinde yapılan EDS analizleri

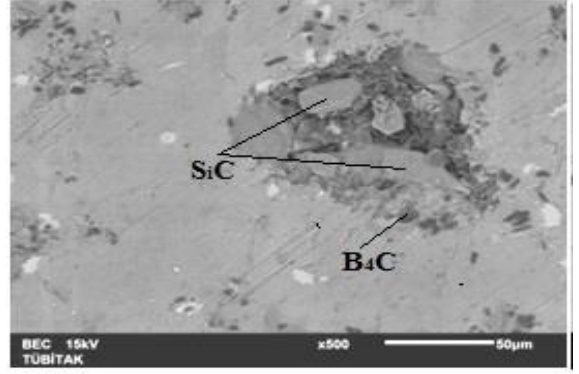
Üretilen kompozitler için yapılan XRD analizleri ile de takviye malzemesi ile her iki matris malzemesinin ara yüzünde Al<sub>3</sub>BC, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ağırlıklı reaksiyon ürünleri oluştuğu, bu reaksiyonlarla takviye ve matris malzemesi arasında kimyasal bağ oluştuğu tespit edilmiştir (Şekil 6.19 ve 6.20). Ayrıca, B<sub>4</sub>C tozlarının Alüminyum tarafından ıslatılabilirliğini arttırmak amacıyla yapılan ısıl işlemlerin başarılı olduğu Şekil 6.21' de verilen XRD analizinden de görülmektedir. Bu analizde B<sub>4</sub>C tozlarının üzerinde B(OH)<sub>3</sub> reaksiyon ürünleri oluşmuştur.



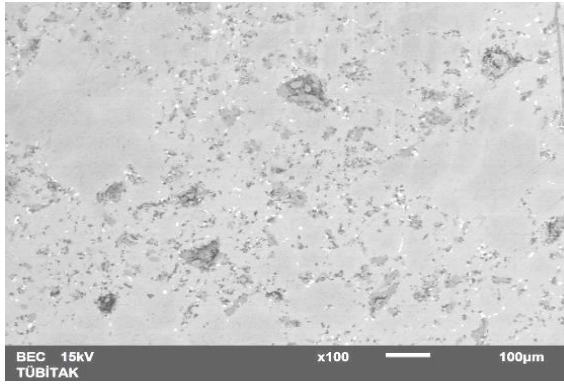




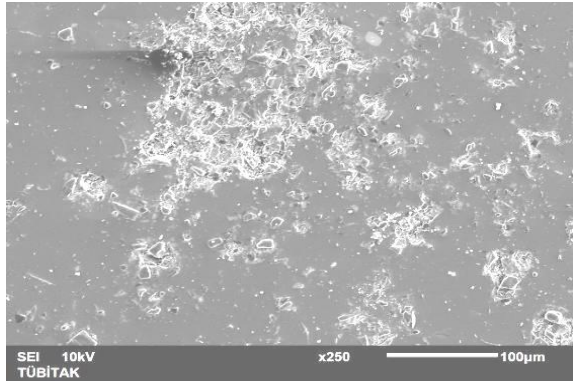
a) AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC kompozit (vol %10, x100)



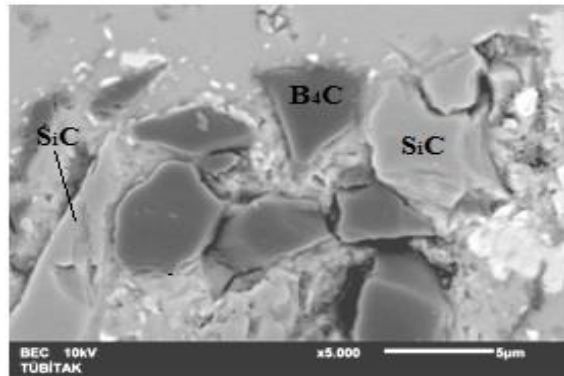
b) AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC kompozit (vol %10, x500)



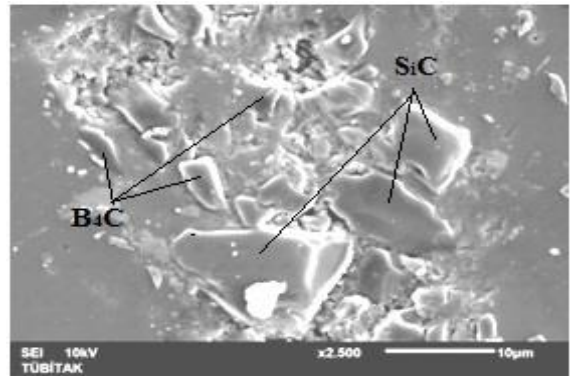
c) AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC kompozit (vol %10, x100)



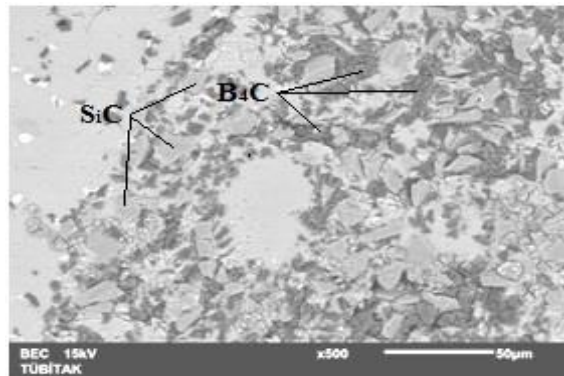
d) AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC kompozit (vol %20, x250)



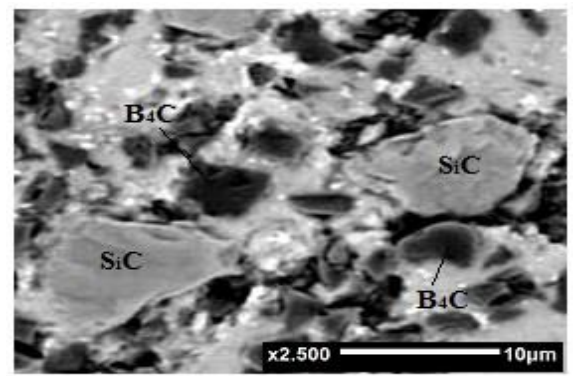
e) AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC kompozit (vol %20, x5000)



f) AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC kompozit (vol %20, x2500)



g) AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC kompozit (vol %20, x500)



h) AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC kompozit (vol %20, x2500)

Şekil 6.22. AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC hibrit kompozitlerinin SEM mikroyapı görüntüleri

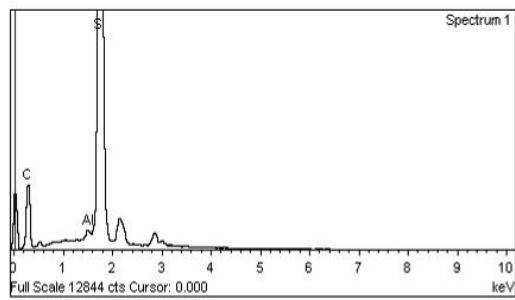
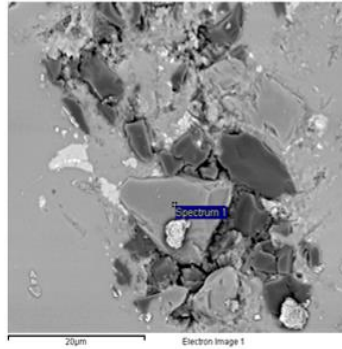


Spectrum processing:  
 Peaks possibly omitted: 0.514, 2.142, 2.841, 3.023 keV

Processing option: All elements analyzed (Normalised)  
 Number of iterations = 3

Standard:  
 C...CaCO<sub>3</sub> 1-Jun-1999 12:00 AM  
 Al...Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1-Jun-1999 12:00 AM  
 Si...SiO<sub>2</sub> 1-Jun-1999 12:00 AM

| Element       | Weight%       | Atomic% |
|---------------|---------------|---------|
| C             | 34.64         | 55.33   |
| Al            | 0.65          | 0.46    |
| Si            | 64.72         | 44.21   |
| <b>Totals</b> | <b>100.00</b> |         |



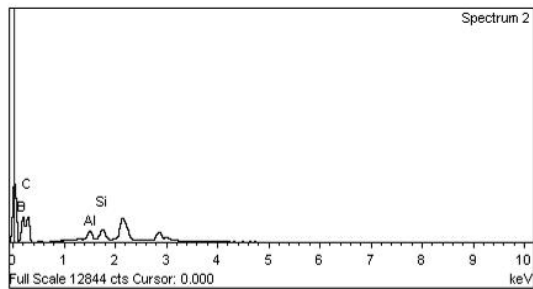
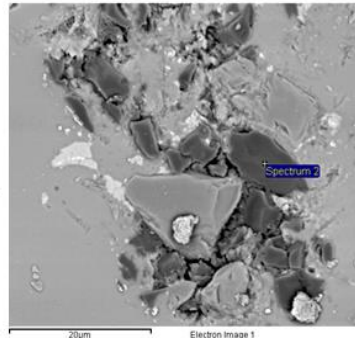
a)

Spectrum processing:  
 Peaks possibly omitted: 0.518, 2.140, 2.842, 3.019 keV

Processing option: All elements analyzed (Normalised)  
 Number of iterations = 5

Standard:  
 B...B 20-Jul-1999 12:00 AM  
 C...CaCO<sub>3</sub> 1-Jun-1999 12:00 AM  
 Al...Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1-Jun-1999 12:00 AM  
 Si...SiO<sub>2</sub> 1-Jun-1999 12:00 AM

| Element       | Weight%       | Atomic% |
|---------------|---------------|---------|
| B             | 46.68         | 50.78   |
| C             | 47.90         | 46.91   |
| Al            | 2.31          | 1.01    |
| Si            | 3.11          | 1.30    |
| <b>Totals</b> | <b>100.00</b> |         |

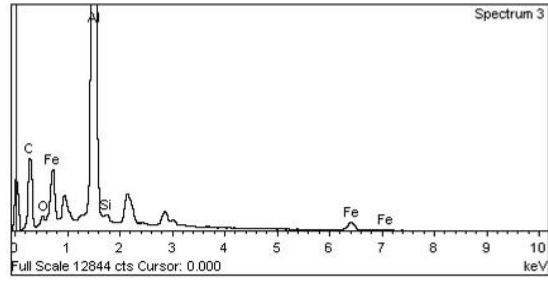
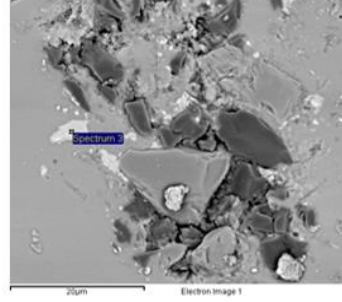


b)

Spectrum processing:  
Peaks possibly omitted: 2.141, 2.410, 2.841, 3.017, 3.685 keV  
Processing option: All elements analyzed (Normalised)  
Number of iterations = 4

Standard:  
C...CaCO<sub>3</sub> 1-Jun-1999 12:00 AM  
O...SiO<sub>2</sub> 1-Jun-1999 12:00 AM  
Al...Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1-Jun-1999 12:00 AM  
Si...SiO<sub>2</sub> 1-Jun-1999 12:00 AM  
Fe...Fe 1-Jun-1999 12:00 AM

| Element | Weight% | Atomic% |
|---------|---------|---------|
| C       | 23.83   | 45.82   |
| O       | 2.46    | 3.56    |
| Al      | 44.93   | 38.46   |
| Si      | 0.61    | 0.50    |
| Fe      | 28.17   | 11.65   |
| Totals  | 100.00  |         |



c)

Şekil 6.23. Üretilen hacimce %20 takviyeli AA7075/B<sub>4</sub>C/SiC hibrit kompozitlerinin a) SiC b) B<sub>4</sub>C, c) matris malzemesi üzerinden yapılan EDS analizleri

## BÖLÜM 7

### SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Bu çalışmada, AA7075 ve AA5754 Alüminyum alaşımları B<sub>4</sub>C ve SiC takviye malzemeleri ile farklı oranlarda takviye edilerek kompozit malzemeler üretilmiştir. Kompozit malzemeler yarı katı karıştırma ve kalıpta basınç altında katılaştırma işlemi uygulanarak üretilmişlerdir. Üretilen kompozit malzemelerin sertlik, eğme ve basma dayanımlarının tespit edilmesi için mekanik testler uygulanmış ve sonuç olarak da mikroyapı analizleri yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi özetlenmiştir.

1. %10 ve %20 B<sub>4</sub>C parçacık takviyeli ve aynı oranlarda B<sub>4</sub>C +SiC hibrit kompozit malzemelerin yarı katı karıştırma yöntemi ve kalıp içinde sıcak presleme yöntemi ile üretimleri gerçekleştirilmiştir.
2. Yarı katı karıştırma yöntemi ile takviye malzemesinin matris malzemesi içine homojen olarak karıştırılabildiği, topaklanma, ayrışma, çökme ve matris tarafından takviyenin dışarı itilme sorunlarının oluşmadığı görülmüştür.
3. B<sub>4</sub>C takviye malzemesine yapılan ısıl işlem B<sub>4</sub>C üzerinde reaksiyon ürünleri oluşturmuş ve böylelikle alüminyum tarafından ıslatılabilirliğini arttırmıştır.
4. Mikroyapıların SEM görüntüleri incelendiğinde, yarı katı karıştırma ve basınç altında katılaştırma işleminin etkisi ile B<sub>4</sub>C ve SiC parçacıklarının matris malzemesi tarafından iyi bir şekilde sarıldığı ve arada mekanik bağ olduğu görülmüştür.
5. Üretilen kompozit malzemelerin sertliğinin hacimce artan takviye oranları ile kısmen arttığı gözlemlenmiştir. Üretilen kompozitlerde ara yüzey özelliklerinin iyileştirildiği, ancak nispeten yüksek porozite miktarlarına bağlı olarak ara yüzey özelliklerindeki bu iyileşmenin mekanik özelliklere yeterince aktarılamadığı düşünülmektedir.



6. Geleneksel alařımlarda olduĐu gibi üretimi yapılan kompozit malzemelerde de gözenekler mekanik özellikleri olumsuz yönde etkilemekte ve bu etki geleneksel alařımlardan daha fazla olmaktadır.
7. Sıvı veya yarı katı karıřtırma, artan gaz çözünürlüĐüne neden olurken, karıřtırma sırasında oluřan vorteks gazın sıvı alařım içerisinde hapsolmesine neden olmakta, bu durumda karıřtırıcı hızı ve içerisindeki pozisyonu önem kazanmaktadır.

Elde edilen bu sonuçlar ışığında, bu sonraki çalışmalar için ařaĐıdaki öneriler yapılabilir:

1. Kompozit malzemelerin üretiminde karıřtırma işlemlerinin vakum altında yapılması üretilen kompozitlerin porozite oranlarını düşüreceĐi düşünölmektedir.
2. Karıřtırma işlemlerinin sonunda kompozit malzemelerin sıkıřtırma döküm yöntemi ile üretilmesinin porozite oranını düşüreceĐi ve dolayısı ile yüksek dayanım özellikleri göstermesini saĐlayacaĐı düşünölmektedir

## KAYNAKLAR

- [1] F. Toptan, *Alüminyum Matrisli B<sub>4</sub>C Partikül Takviyeli Aşınma Direnci Yüksek Kompozit Malzeme Üretimi*, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora tezi, İstanbul, (2011).
- [2] H. Ahlatçı, E. Candan ve H. Çimenoglu, *% 60 SiC-Al Kompozitlerin Aşınma Davranışına SiC Parçacık Boyutunun Etkisi*, İstanbul Teknik Üniversitesi Kimya-Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 34469, Ayazağa, İstanbul.
- [3] E. Ekici, *Alüminyum Matrisli B<sub>4</sub>C Takviyeli ve Grafit Katkılı Kompozitlerin Üretilmesi, Mekanik Özellikleri ve Frezede İşlenebilirliğinin İncelenmesi*, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora tezi, Ankara, (2012).
- [4] M.P. Groover, *Fundamentals of modern Manufacturing*, Materials, Processes and Systems 4 th Edition. U.S.A. (2009).
- [5] X.P. Zhang, L. Ye, Y.W. Mai, G.F. Quan ve W. Wei, *Investigation on diffusion bonding characteristics of SiC particulate reinforced aluminium metal matrix composites (Al/SiCp-MMC)*, Composites: Part A, 30, 1415-1421, (1999).
- [6] E. Atik, B.S. Ünlü, O. Sen, U. Çavdar, *Partikül takviyeli AlSi12CuNiMg Kompozitinin Aşınma ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi*, Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Dergisi, 2 (2): 75-87, (2006).
- [7] C. Kılıç, *Sıkıştırma Döküm Yöntemi İle Üretilmiş Ve Soğuk Haddelenmiş Almg3/SiCp Kompozitinin Aşınma Özelliklerinin İncelenmesi*, Trakya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Edirne, (2008).

- [8] U. Taşcı, *AA2014-B<sub>4</sub>C Metal Matrisli Kompozitinin Toz Metalurjisi ve İnfiltrasyon Yöntemiyle Üretilebilirliği, Karakterizasyonu ve Aşınma Özelliklerinin İncelenmesi*, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Ankara, (2012).
- [9] C. Nazık, *Alüminyum Matrisli B<sub>4</sub>C Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi*, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Konya, (2013).
- [10] T. Varol, *AA2024 Matrisli B<sub>4</sub>C Parçacık Takviyeli Metal Matrisli Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi Ve Özelliklerinin İncelenmesi*, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Trabzon, (2012).
- [11] Y.S. Serfiçeli, *Malzeme Bilgisi*, Form Ofset, Ankara, (2000).
- [12] F. Toptan, *Alüminyum Matrisli B<sub>4</sub>C Takviyeli Kompozitlerin Döküm Yöntemi ile Üretimi*, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, (2006).
- [13] U. Soy, *SiC/B<sub>4</sub>C Takviyeli Metal Matris Kompozit Üretimi ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi*, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora tezi, Sakarya, (2009).
- [14] F. Gül, M. Acılar, *Basınçlı İnfiltrasyon Yöntemi İle Üretilen Al- SiCp Kompozitlerde Parçacık Boyutunun Abrasif Aşınma Davranışına Etkisi*, Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Dergisi, Cilt 22, No 2, 323-327, (2007).
- [15] V. C. Uvaraja, N. Natarajan, *Optimization Of Friction And Wear Behaviour In Hybrid Metal Matrix Composites Using Taguchi Technique*, Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering, 11, 757-768, (2012).

- [16] F. Kumdalı, *Alüminyum Matrisli B<sub>4</sub>C Takviyeli Kompozitlerin Toz Metalürjisi Yöntemi İle Üretimi*, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, (2008).
- [17] N. Ürkmez, *AlMg<sub>3</sub> / SiCP Kompozitlerinin Üretimi ve Mekanik Özelliklerdeki Değişimlerin İncelenmesi*, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, İstanbul, (2004).
- [18] <http://www.ssm.gov.tr/katalog2007/data/064/uruntr/uruntr1.html> (09/07/2015)
- [19] U. Çavuşoğlu, *Magnezyum Matrisli B<sub>4</sub>C Takviyeli Kompozit Malzeme Üretimi*, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, (2013).
- [20] A. Kalemtaş, G. Arslan, *Silisyum Karbür-Alüminyum Karma Yapılarında Alüminyum Karbür Oluşumunun Taramalı Elektron Mikroskobu İle İncelenmesi*, Anadolu Üniversitesi Bilim Ve Teknoloji Dergisi Anadolu University Journal Of Science And Technology Cilt/Vol.:10-Sayı/No: 1 : 249-257, (2009).
- [21] S. Altuner, E. Keleşoğlu, *Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompozitlerde Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ara yüzey Kaplamasının İslatma Özelliklerine Etkileri*, Journal of Engineering and Natural Sciences, Mühendislik ve Fen Bilimleri Dergisi, Sigma 30, 252-258, (2012).
- [22] F. Toptan, F. Kumdalı, I. Kerti, *Al-B<sub>4</sub>C Kompozitlerinin Fren Diski Olarak Kullanılabilirliğine Genel Bir Bakış*, Metalurji, 145, 11-18, (2006).
- [23] F. E. Kılıç, *Alüminyum Alaşımli SiC Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Toz Metalürjisi Yöntemiyle Üretimi ve Aşınma Davranışlarının İncelenmesi*, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Ankara, (2007).

- [24] F. Toptan, A. Kılıçarslan, A. Karaaslan, I. Kerti, *Ti İlavesi ile üretilen Al-B<sub>4</sub>C kompozitlerinde matris/takviye ara yüzeyinin mikro yapısal karakterizasyonu*, 5. Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu (IATS'09), Karabük, Türkiye, 13-15 Mayıs, (2009).
- [25] G. Arslan, A. Kalemtaş, N. Tunçer, S. Yeşilay, *Emdirme Sonrası Isıl İşlemlerin B<sub>4</sub>C-Al Kompozitlerin Mikro Yapı ve Özelliklerine Etkileri*, Anadolu üniversitesi bilim ve teknoloji dergisi, cilt 10, sayı 1, 267-276, (2009).
- [26] A. Yaşar, *Mekanik Metalurji Yöntemi İle Metal (Matris) Esaslı Kompozit Malzeme Üretimi (MEK)*, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Ankara, (2012).
- [27] F. Köksal, *Al-Cu-SiC ve Al-Cu-B<sub>4</sub>C Kompozitlerin Sıcak Presleme Yöntemi İle Üretimi ve Aşınma Özelliklerinin Araştırılması*, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Isparta, (2004).
- [28] I. Kerti, *Aşınmaya Dirençli Alüminyum Matrisli Kompozit Malzeme Üretim Prosesinin Tasarımı*, Ders Notu, Yıldız Teknik Üniversitesi, İstanbul, (2010).
- [29] Ö. BİCEN, E. ÇAM, S. ORUÇ, Y. GÖREN, T. TAŞKIRAN, İ. ERTAN, *Magnezyum Matrisli Kompozit Üretim Proses Tasarımı*, Yıldız Teknik Üniversitesi, İstanbul, (2009).
- [30] <http://enpub.fulton.asu.edu/chawla/papers/Wileymmcfinal.pdf> (09/07/2015).
- [31] <https://prezi.com/snxvduxesv-q/copy-of-copy-of-magnezyum-matrisli-parcack-takviyeli-kompozitler-ve-uretim/> (09/07/2015).
- [32] F. Aklaghi, A. Lajevardi, H. M. Maghanaki, *Effect of Casting Temperature On The Microstructure And Wear Resistance of Compcast A356/SiCp*

- Composites: A Comparison Between SS and SL Routes*, J. Mat. Proc. Tech, (2004).
- [33] J. M., Hallen, H. M. Balmori, D. Jaramillo-Vigueras, J. L. Estrada, J. L. Gonzalez, A. Manzano-Ramírez, *Influence of Mg and Stirring on the Strength of an Aluminium Matrix Composite Obtained by Compocasting*, Journal Key Engineering Materials (Volumes 127 - 131), 495-502, (1997).
- [34] Q.D. Qin, Y.G. Zhao, P.J. Cong, W. Zhou and B. Xu, *Semisolid Microstructure of Mg<sub>2</sub>Si/Al Composite by Cooling Slope Cast And Its Evolution During Partial Remelting Process*, Materials Science and Engineering: A, 444, 99-103, (2007).
- [35] B. Abbasipour, B. Niroumand and S.M. Monir Vaghefi, *Compocasting of A356-CNT Composite*, Trans Nonferrous Met. Soc., 20, 1561-1566, China, (2010).
- [36] G. Sasaki, M. Yoshida, N. Fuyama ve T. Fujii, *Modeling of Compocasting process and fabrication of AZ91D Magnezyum Alloy Matrix composites*, Journal of Materials Processing Technology, 130-155, (2002).
- [37] H. Yılmaz, *Alüminyum Esaslı SiCp Partikül Takviyeli Metal Matrisli Kompozit Malzemeler*, Erciyes Üniversitesi, Sivil Havacılık Yüksekokulu Uçak Gövde-Motor Bölümü Bitirme Ödevi, (2007).
- [38] A. A. Eker, *Metal Matrisli Kompozit Malzemeler ve Üretim Yöntemleri*, Yıldız Teknik Üniversitesi, Ders notları, İstanbul, (2008).
- [39] [https://www.google.com.tr/?gfe\\_rd=cr&ei=NcvdVO-YKYeu8wfj9IKoCA#q=%C5%9EAH%C4%B0N+%C3%96ZG%C3%9CR+ppt+metal+matrisli+kompozitler](https://www.google.com.tr/?gfe_rd=cr&ei=NcvdVO-YKYeu8wfj9IKoCA#q=%C5%9EAH%C4%B0N+%C3%96ZG%C3%9CR+ppt+metal+matrisli+kompozitler) (09/07/2015).
- [40] <http://www.bilgiustam.com/kompozit-malzemeler-hakkinda-hersey/> (04/07/2015)

- [41] A. Aran, *Metal Matrisli Kompozit Malzemeler*, İstanbul Teknik Üniversitesi, Makine Fakültesi.
- [42] [https://www.google.com.tr/?gfe\\_rd=cr&ei=NcvdVO-YKYeu8wfj9IKoCA#q=metal+matrisli+k12+ppt](https://www.google.com.tr/?gfe_rd=cr&ei=NcvdVO-YKYeu8wfj9IKoCA#q=metal+matrisli+k12+ppt) (06/07/2015).
- [43] D. Güneş, *Al Matrisli SiCp Takviyeli Kompozit ile Ç1030 Çeliğinin Sürtünme Kaynak Yöntemiyle Kaynak Edilebilirliğinin Araştırılması*, Balıkesir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir, (2010).
- [44] O. Ünal, *Kompozit Malzemeler*, Yapı Malzemesi Ders Notları.
- [45] <http://www.ae2project.com/modern-kompozitler/> (09/07/2015).
- [46] [http://www9.3m.com/market/industrial/ceramics/pdfs/Stat\\_Tensile\\_Strength\\_610\\_720.pdf](http://www9.3m.com/market/industrial/ceramics/pdfs/Stat_Tensile_Strength_610_720.pdf) (09/07/2015).
- [47] U. B. Gopal Krishna., K. V. Sreenivas Rao, B. Vasudeva, *Effect Of Boron Carbide Reinforcement On Aluminium Matrix Composites*, *International Journal of Metallurgical & Materials*, Science and Engineering (IJMMSE), ISSN 2278-2516 Vol. 3, Issue 1, 41-48, (2013).
- [48] S. Aksöz, T. Özdemir, R. Çalın, Z. Altınok, B. Bostan, *Sinterleme, yaşlandırma ve kriyojenik ısıt işlemlerinin AA2014-B<sub>4</sub>C kompozit yapısına ve mekanik özelliklerine etkileri*, Gazi Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi, Cilt 28, No 4, 831-839, (2013).
- [49] U. Taşçı, H. Gökmeşe, B. Bostan, *AA 2014 Al Matrisli B<sub>4</sub>C Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Mikro Yapı ve Aşınma Davranışının İncelenmesi*, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, Part:C, Tasarım Ve Teknoloji, GU J Sci Part:C, 1(4):161-168, (2013).

- [50] H. Hasırcı, F. Gül, *B<sub>4</sub>C /Al Kompozitlerin Takviye Hacim Oranına Bağlı Olarak Abrasif Aşınma Davranışlarının İncelenmesi*, SDU International Technologic Science, Mechanical Technology, Vol. 2, No 1, pp. 15-21, (2010).
- [51] A. Orhan, A. K. Gür, U. Çalığülü, *Al Matrisli B<sub>4</sub>C Takviyeli Kompozitlerin Sıcak Presleme Yöntemiyle Üretimi*, Teknolojik Araştırmalar, Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi, (4) 8-13, (2007).
- [52] S. Özel, E. Çelik, H. Turhan, *Sıcak Presleme İle Üretilen Cu-Al/B<sub>4</sub>C Kompozit Malzemenin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerinin Araştırılması*, New World Sciences Academy, Volume: 4, Number: 1, Article Number: 1A0012, (2009).
- [53] M. Aydın, S. H. Yetgin, *MMK Üretiminde Farklı Tasarımlardaki Karıştırıcıların Etkisinin Araştırılması*, Teknoloji, Cilt 9, Sayı 1, 39-46, (2006).
- [54] K. Özdin, *Alüminyum Esaslı SiC Takviyeli Kompozitlerin Üretimi ve Aşınma Özelliklerinin Araştırılması*, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Ankara, (2006).
- [55] T. Narushima, T. Goto, M. Maruyama, H. Arashi, Y. Iguchi, *Oxidation of Boron Carbide–Silicon Carbide Composite at 1073 to 1773K*, Materials Transactions, Vol. 44, No. 3, 401-406, (2003).
- [56] C. Dominguez, N. Cocuau, D. Drouan, A. Constant, *Investigation on Boron Carbide Oxidation for Nuclear Reactor Safety: Experiments in Highly Oxidising Conditions Jacquemain D.*, Journal of Nuclear Materials 374, 473–481, (2008).
- [57] Y.Q. Li, T. Qiu, *Oxidation Behaviour of Boron Carbide Powder*, Materials Science and Engineering A 444, 184–191, (2007).



- [58] I. Kutbay, N. Kuşkonmaz, ***Mikrodalga Isıtmanın Seramik Üretiminde Kullanımı***, Metalurji, TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası Yayın Organı, sayı:137, sayfa: 52-56, (2004).
- [59] K. Yıldız ve A. Alp, ***Metalurjik Proseslerde Mikrodalga Kullanımı***, Metalurji Dergisi, Cilt 24, Sayı:125, s.24-29, (2000).
- [60] [http://www.referansmetal.com/urun\\_kalip.htm#ac](http://www.referansmetal.com/urun_kalip.htm#ac) (09/07/2015).
- [61] <http://nurolteknoloji.com/tr/referanslarimiz/silisyum-karbur-sic.html> (08/07/2015).
- [62] Richard P. Pohanish, ***Glossary of Metalworking Terms***, January (2003).
- [63] [http://www.osmanli-bohler.com/index.php?option=com\\_content&view=article&id=50&Itemid=57](http://www.osmanli-bohler.com/index.php?option=com_content&view=article&id=50&Itemid=57) (09/07/2015).
- [64] J. Banhart, ***Manufacture, Characterisation and Application of Cellular Metals and Metal Foams***, , Progress in Materials Science, Vol. 46, No. 6, 559–632, (2001).
- [65] M.C. Gui, D.B. Wang, J. Wu, G. Yuan, C.G. Li, ***Microstructure and Mechanical Properties of Cast (Al-Si)/SiCp Composites Produced by Liquid and Semisolid Double Stirring Process***, Material Science and Technology, Vol. 16, 556-563, (2000).
- [66] B. Ünlü, ***Investigation of Tribological and Mechanical Properties Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC Reinforced Al Composites Manufactured by Casting or P/M Method***, Materials and Design, 29, 2002–2008, (2008).
- [67] K. Min, B. Lee, S. Chang, Y. Kim, ***Mechanical Properties of Sintered 7xxx Series Al/SiCp Composites***, Materials Letters 61, 2544–2546, (2007).

- [68] R. Bauri, M. K. Surappa, *Processing and Compressive Strength of Al–Li–SiCp Composites Fabricated by a Compound Billet Technique*, PROTEC-12138, (2008).
- [69] D. P. Mondal, N. V. Ganesh, V. S. Muneshwar, S. Das, N. Ramakrishnan, *Effect of SiC Concentration and Strain Rate on The Compressive Deformation Behaviour of 2014Al-SiCp Composite*, Materials Science and Engineering A 433, 18–31, (2006).
- [70] U. Yildirim, *Investigation of Quasi – Static and Dynamic Mechanical Properties of Functionally Graded SiC–Particulate Reinforced Aluminium Metal Matrix Composites*, İzmir, (2004).
- [71] M. Dombaycı, *Production and Characterization of Some Aluminium Based Composites*, İzmir, (1996)
- [72] G. S. Wang, L. Geng, Z. Z. Zheng, D. Z. Wang, C. K. Yao, *Investigation of Compression of SiCw/6061Al Composites Around The Solidus of The Matrix Alloy*, Materials Chemistry and Physics 70, 164–167, (2001).
- [73] H. Xu, E. J. Palmiere, *Particulate Refinement And Redistribution During The Axisymmetric Compression of an Al/SiCp Metal Matrix Composite*, Composites: Part A 30, 203–211, (1999).
- [74] J. Jiang, Z. Kampus, B. Dodd, *A Study on the Cold Plastic Formability and Fracture Behaviour of Particle Reinforced Metal Matrix Composites*, Key Engineering Materials Vols. 104-107, pp. 665-672, (1995).
- [75] TMMOB Metalürji Mühendisleri Odası, *Bor Raporu*, TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası Dergisi, Ankara, 134: 11-14, 17-19, (2003).

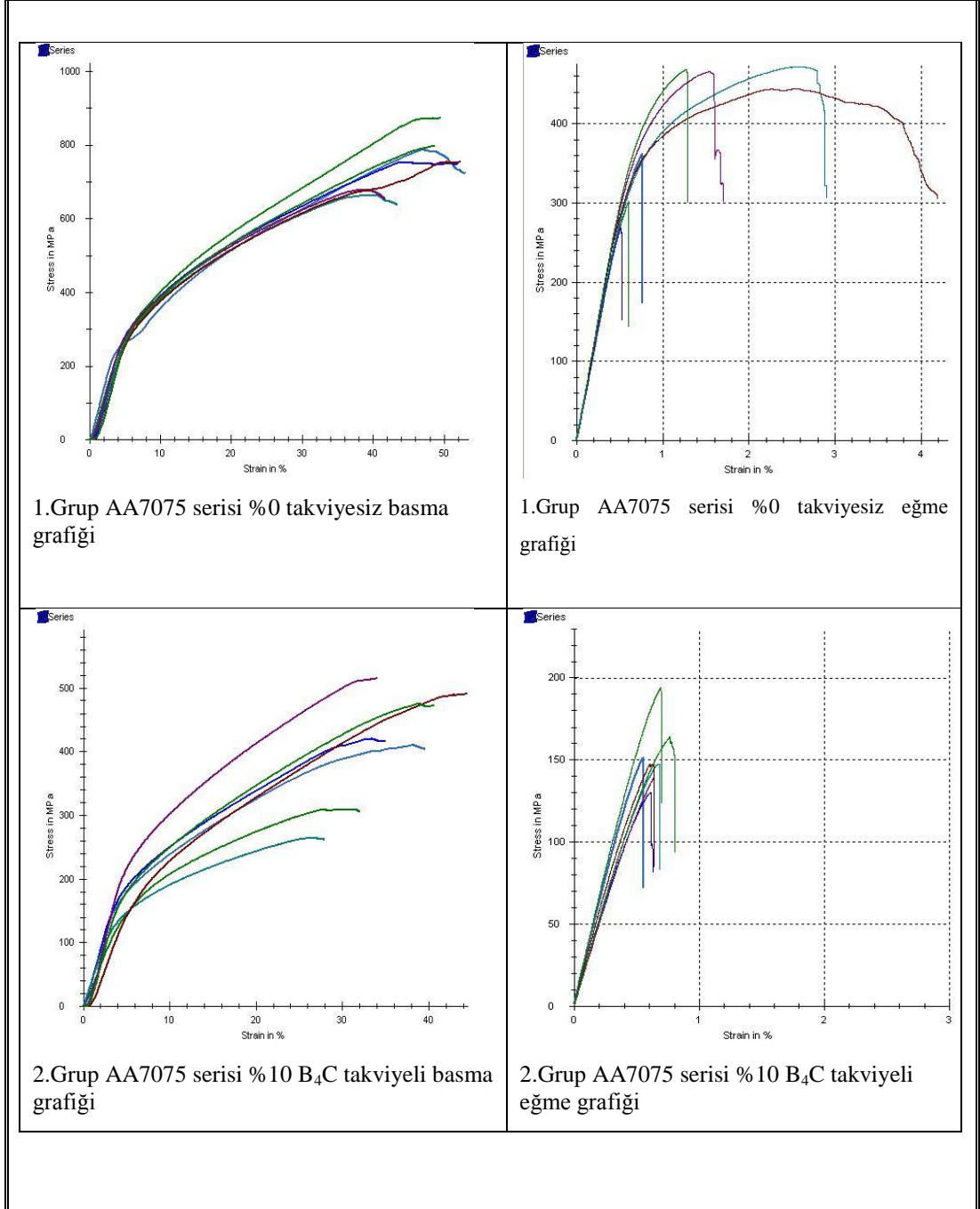
- [76] S. H. Yetgin, A. Köken, M. Aydın, R. Ünal, *Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretilmiş Al-B<sub>4</sub>C MMK'lerde Karıştırıcı Tipi ve Takviye Oranının Mekanik ve Mikroyapı Özelliklerine Etkisi*, 4. Ulusal Toz Metalürjisi Konferansı, 18-22 Mayıs, Sakarya, 622-631, (2005).
- [77] C. Vives, al. Et, *Fabrication of Metal Matrix Composites Using a Helical Induction Stirrer*, Mat Sci and Eng., Elsevier Sequoia, A 173, 239, (1993).
- [78] S. Ray, *Review Synthesis of Cast Metal Matrix Particulate Composites*, Material Science and Engineering, 28, pp. 5397-5413, (1993).
- [79] A. M. Samuel, and F. H. Samuel, *The Reduced Pressure Test as a Measuring Toll in the Evaluation of Porosity/Hydrogen Content in Al-7wt. Pct Si-10 Vol Pct SiC<sub>p</sub> Metal Matrix Composite*, Metallurgical Transactions A, Vol 24A, pp. 1857-1868, (1993).
- [80] H. Liu and F. H. Samuel, *Rycycling an Al-Si-Mg/SiC/10p Composites*, AFS Transactions, 93-82, pp. 873-878, (1993).

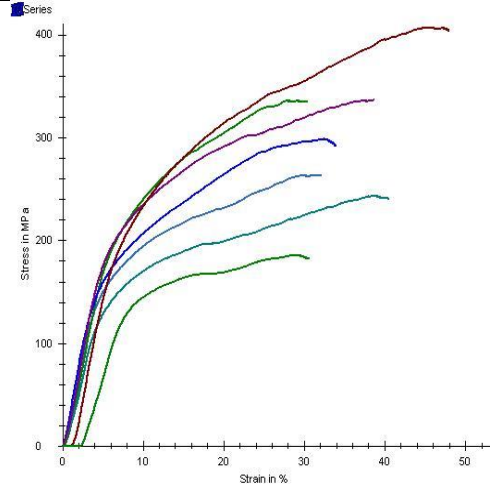
## ÖZGEÇMİŞ

1981 yılında Kırklareli’de doğmuştur. İlk, orta ve lise öğrenimini Kırklareli’de tamamlamıştır. 2005 yılında Fırat Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Otomotiv Öğretmenliği lisans diplomasını almıştır. 2008 yılında Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Teknik Eğitim Fakültesi Otomotiv Programında yüksek lisans diplomasını almıştır. Halen Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makina Mühendisliği Anabilim Dalı doktora eğitimine devam etmektedir. 2010 yılında başlamış olduğu Hema Endüstri A.Ş. Ar-Ge departmanında çalışmaktadır.

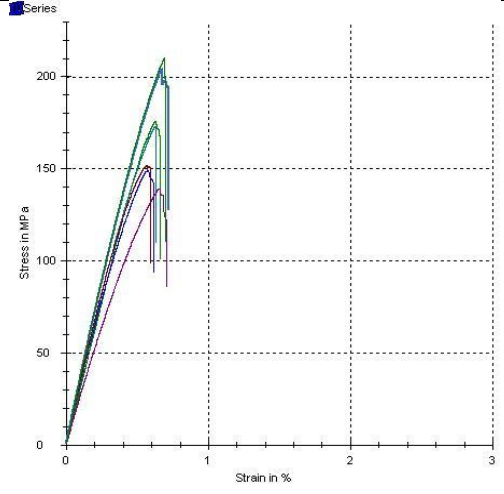
## EKLER

### Ek-A TÜBİTAK-MAM'dan Gelen Test Sonuçları

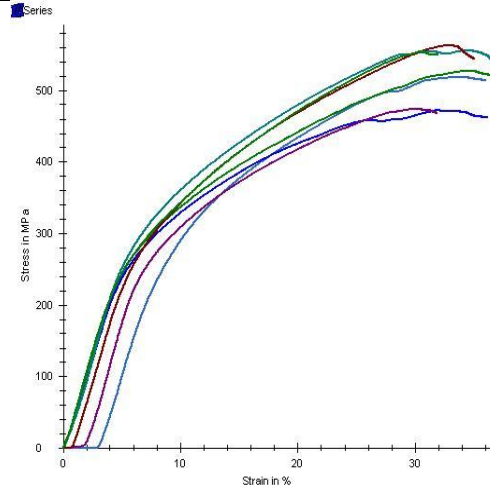




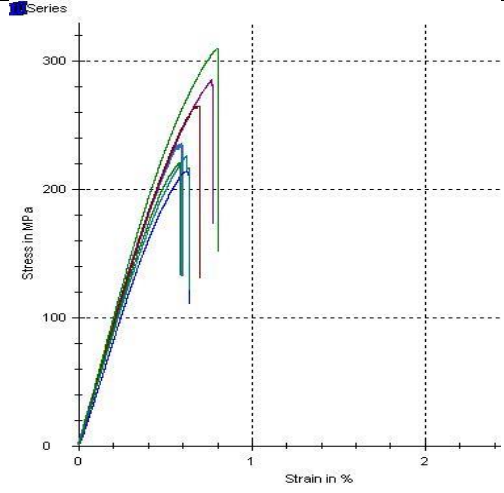
3.Grup AA7075 serisi %20 B<sub>4</sub>C takviyeli basma grafiği



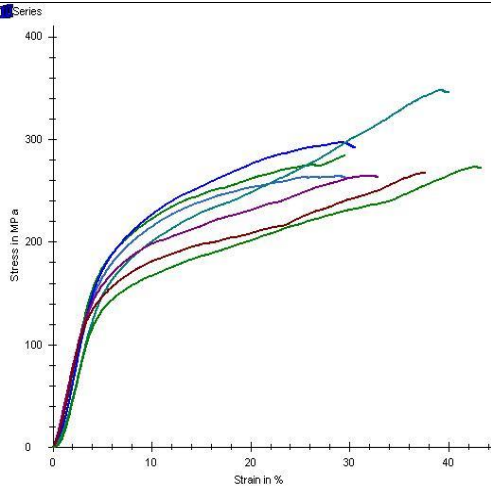
3.Grup AA7075 serisi %20 B<sub>4</sub>C takviyeli eğme grafiği



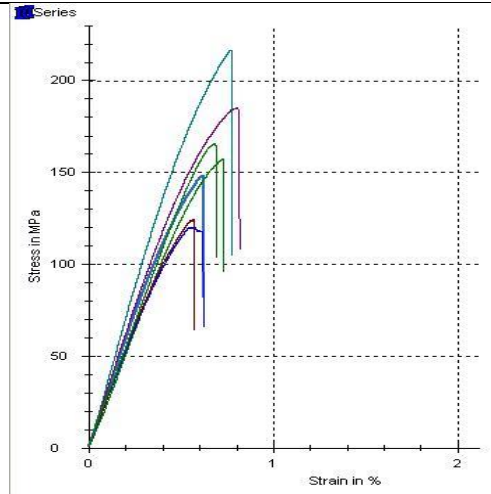
4.Grup AA7075 serisi %5 B<sub>4</sub>C + %5 SiC takviyeli basma grafiği



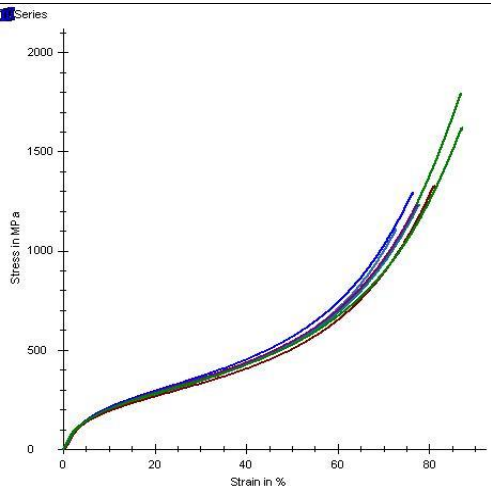
4.Grup AA7075 serisi %5 B<sub>4</sub>C + %5 SiC takviyeli eğme grafiği



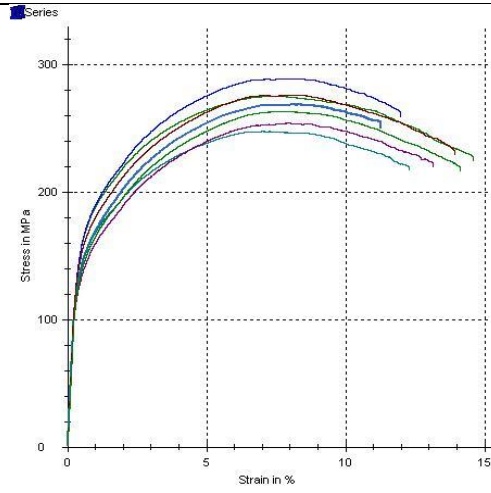
5. Grup AA7075 serisi %10 B<sub>4</sub>C + %10 SiC takviyeli basma grafiđi



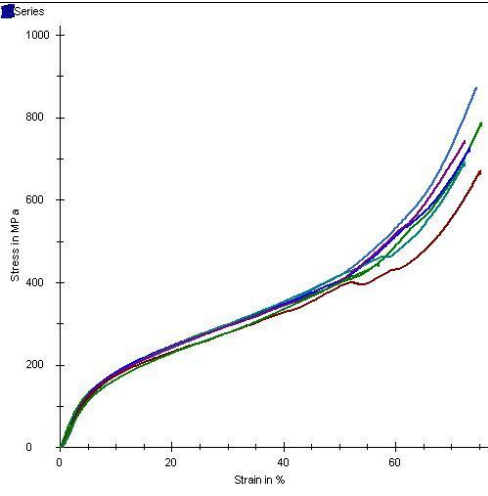
5. Grup AA7075 serisi %10 B<sub>4</sub>C + %10 SiC takviyeli eđme grafiđi



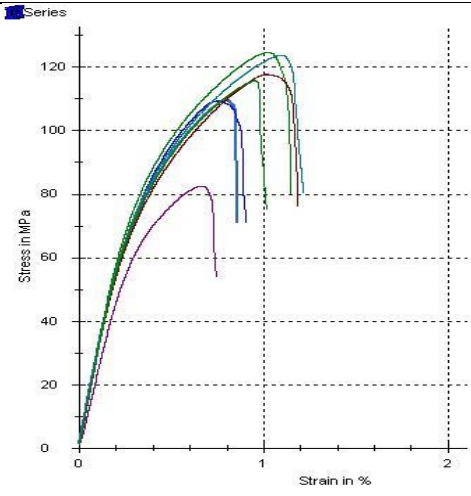
6. Grup 5754 serisi %0 takviyesiz basma grafiđi



6. Grup 5754 serisi %0 takviyesiz eđme grafiđi



7. Grup AA5754 serisi %20 B<sub>4</sub>C takviyeli basma grafiđi



7. Grup AA5754 serisi %20 B<sub>4</sub>C takviyeli eđme grafiđi



# Ek-B TÜBİTAK-MAM' dan Gelen Analiz Sonuçları

04-011-6299

Sep 8, 2014 10:42 AM (Bim)

Status Primary QM: Indexed (I) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: Al3 B C  
 Empirical Formula: Al3 B C Weight %: Al78.01 B10.42 C11.57 Atomic %: Al60.00 B20.00 C20.00 ANX: NOP3  
 Compound Name: Aluminum Boron Carbide

Radiation: CuKα1 : 1.5406Å d-Spacing: Calculated Intensity: Calculated I/Ic: 1.17

SYS: Hexagonal SPGR: P63/mmc (194)  
 Author's Cell [ AuthCell a: 3.4840(7)Å AuthCell c: 11.5202(18)Å AuthCell Vol: 121.10Å<sup>3</sup> AuthCell Z: 2.00  
 AuthCell MolVol: 60.55 ] Author's Cell Axial Ratio [ c/a: 3.307 ] Dcalc: 2.846g/cm<sup>3</sup> Dstruc: 2.85g/cm<sup>3</sup>  
 SS/FOM: F(30) = 999.9(0.0000, 30) R-factor: 0.038

Space Group: P63/mmc (194) Molecular Weight: 103.77  
 Crystal Data [ XtlCell a: 3.484Å XtlCell b: 3.484Å XtlCell c: 11.520Å XtlCell : 90.00° XtlCell : 90.00°  
 XtlCell : 120.00° XtlCell Vol: 121.10Å<sup>3</sup> XtlCell Z: 2.00 ]  
 Crystal Data Axial Ratio [ c/a: 3.307 a/b: 1.000 c/b: 3.307 ]  
 Reduced Cell [ RedCell a: 3.484Å RedCell b: 3.484Å RedCell c: 11.520Å RedCell : 90.00°  
 RedCell : 90.00° RedCell : 120.00° RedCell Vol: 121.10Å<sup>3</sup> ]

TDP Type: U Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

### SG Symmetry Operators:

| Seq | Operator  | Seq | Operator  | Seq | Operator   | Seq | Operator      | Seq | Operator       | Seq | Operator      |
|-----|-----------|-----|-----------|-----|------------|-----|---------------|-----|----------------|-----|---------------|
| 1   | x,y,z     | 5   | -x+y,-x,z | 9   | x,x-y,z    | 13  | -x,-y,z+1/2   | 17  | x-y,x,z+1/2    | 21  | -x,-x+y,z+1/2 |
| 2   | -x,-y,-z  | 6   | x-y,x,-z  | 10  | -x,-x+y,-z | 14  | x,y,-z+1/2    | 18  | -x+y,-x,-z+1/2 | 22  | x,x-y,-z+1/2  |
| 3   | -y,x-y,z  | 7   | -y,-x,z   | 11  | -x+y,y,z   | 15  | y,-x+y,z+1/2  | 19  | y,x,z+1/2      | 23  | x-y,-y,z+1/2  |
| 4   | y,-x+y,-z | 8   | y,x,-z    | 12  | x-y,-y,-z  | 16  | -y,x-y,-z+1/2 | 20  | -y,-x,-z+1/2   | 24  | -x+y,y,-z+1/2 |

### Atomic Coordinates:

| Atom | Num | Wyckoff | Symmetry | x       | y       | z       | SQF | IDP     | AFT |
|------|-----|---------|----------|---------|---------|---------|-----|---------|-----|
| Al   | 1   | 4f      | 3m.      | 0.33333 | 0.66666 | 0.07621 | 1.0 | 0.0079  |     |
| Al   | 2   | 4e      | 3m.      | 0.0     | 0.0     | 0.27052 | 0.5 | 0.0068  |     |
| B    | 3   | 2a      | -3m.     | 0.0     | 0.0     | 0.0     | 1.0 | 0.01456 |     |
| C    | 4   | 2c      | -6m2     | 0.66666 | 0.33333 | 0.75    | 1.0 | 0.0043  |     |

### Anisotropic Thermal Displacement Parameters:

| Atom | Num | ADP11  | ADP22  | ADP33  | ADP12  | ADP13 | ADP23 |
|------|-----|--------|--------|--------|--------|-------|-------|
| Al   | 1   | 0.0106 | 0.0106 | 0.0025 | 0.0053 | 0.0   | 0.0   |
| Al   | 2   | 0.0042 | 0.0042 | 0.012  | 0.0021 | 0.0   | 0.0   |
| B    | 3   | 0.0025 | 0.0025 | 0.0386 | 0.0012 | 0.0   | 0.0   |
| C    | 4   | 0.0044 | 0.0044 | 0.0041 | 0.0022 | 0.0   | 0.0   |

Pearson: hP10.00 LPF Prototype Structure: Al3 B C,hP12,194 LPF Prototype Structure (Alpha Order): Al3 B C  
 Subfile(s): Metals & Alloys, Inorganic, LPF Pattern, Primary Pattern Entry Date: 12/04/2007  
 Last Modification Date: 01/19/2012 Former PDF's #: 01-087-2171  
 Cross-Ref PDF #'s: 00-047-1628 (Alternate), 00-050-1470 (Primary)

### References:

| Type              | Reference  |
|-------------------|--|
| Primary Reference | Calculated from LPF using POWD-12++.   |
| Structure         | "Synthesis and crystal structure of Al3BC, the first boridecarbide of aluminium". Meyer, F.D., Hillebrecht, H. J. Alloys Compds. 252, 98,102 (1997). |

ANX: NOP3. Color: black bluish. Habit: plate-like. LPF Collection Code: 1613574. Sample Preparation: STARTING MATERIALS:Al (powder). Compound Preparation: heated up to 1123 K for 160 h, cooled to rt at a rate of 150 K h<sup>-1</sup>. CRUCIBLE: corundum. ATMOSPHERE: argon. Sample crystals grown from melt, excess of Al removed with dilute HCl. Temperature of Data Collection: 293 K. Minor Warning: Minor warning from the LPF Editor exist. short interatomic distances for partly occupied sites. occupancy of site Al2 is assumed to be misprinted as 1/6 instead of 1/2;in table 3;(agreement with description of structure). Unit Cell Data Source: Single Crystal.

### d-Spacings (60) - 04-011-6299 (Fixed Slit Intensity) - Cu K(Avg) 1.54184Å

| 2       | d(Å)     | T   | h | k | l | * | 2       | d(Å)     | T   | h | k | l | * | 2       | d(Å)     | T   | h | k | l | * |
|---------|----------|-----|---|---|---|---|---------|----------|-----|---|---|---|---|---------|----------|-----|---|---|---|---|
| 15.3829 | 5.760100 | 7   | 0 | 0 | 2 |   | 47.3458 | 1.920030 | 257 | 0 | 0 | 6 |   | 62.2899 | 1.490550 | 44  | 1 | 1 | 4 |   |
| 29.6071 | 3.017230 | 7   | 1 | 0 | 0 |   | 49.7947 | 1.831190 | 368 | 1 | 0 | 5 |   | 63.7743 | 1.459390 | 94  | 2 | 0 | 2 |   |
| 30.6298 | 2.918780 | 999 | 1 | 0 | 1 |   | 52.5332 | 1.742000 | 889 | 1 | 1 | 0 |   | 64.4962 | 1.444790 | 27  | 1 | 0 | 7 |   |
| 31.0520 | 2.880050 | 99  | 0 | 0 | 4 |   | 55.0768 | 1.667420 | 1   | 1 | 1 | 2 |   | 64.7358 | 1.440020 | 5   | 0 | 0 | 8 |   |
| 33.5288 | 2.672750 | 645 | 1 | 0 | 2 |   | 56.8382 | 1.619860 | 45  | 1 | 0 | 6 |   | 66.6015 | 1.404140 | 122 | 2 | 0 | 3 |   |
| 37.9240 | 2.372490 | 777 | 1 | 0 | 3 |   | 61.4623 | 1.508620 | 1   | 2 | 0 | 0 |   | 70.4616 | 1.336380 | 83  | 2 | 0 | 4 |   |
| 43.4369 | 2.083310 | 432 | 1 | 0 | 4 |   | 62.0452 | 1.495840 | 85  | 2 | 0 | 1 |   | 72.7685 | 1.299600 | 79  | 1 | 0 | 8 |   |

© 2014 International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

Page 1 / 2

04-011-6299

Sep 8, 2014 10:42 AM (Bim)

| $2\theta$ | $d(\text{\AA})$ | I   | h | k | l  | * | $2\theta$ | $d(\text{\AA})$ | I  | h | k | l  | * | $2\theta$ | $d(\text{\AA})$ | I  | h | k | l  | * |
|-----------|-----------------|-----|---|---|----|---|-----------|-----------------|----|---|---|----|---|-----------|-----------------|----|---|---|----|---|
| 73.3889   | 1.290140        | 316 | 1 | 1 | 6  |   | 95.4778   | 1.041660        | 31 | 2 | 0 | 8  |   | 127.2993  | 0.860309        | 35 | 2 | 0 | 11 |   |
| 75.2960   | 1.262130        | 77  | 2 | 0 | 5  |   | 97.9251   | 1.022060        | 65 | 2 | 1 | 5  |   | 129.7490  | 0.851488        | 35 | 2 | 1 | 9  |   |
| 81.0651   | 1.186250        | 11  | 2 | 0 | 6  |   | 100.0848  | 1.005740        | 96 | 3 | 0 | 0  |   | 132.9536  | 0.840791        | 55 | 1 | 1 | 12 |   |
| 81.7219   | 1.178370        | 58  | 1 | 0 | 9  |   | 102.3731  | 0.989385        | 51 | 1 | 0 | 11 |   | 134.2156  | 0.836830        | 2  | 3 | 1 | 0  |   |
| 84.0091   | 1.152020        | 1   | 0 | 0 | 10 |   | 103.6737  | 0.980497        | 11 | 2 | 1 | 6  |   | 134.9360  | 0.834631        | 21 | 3 | 1 | 1  |   |
| 85.0641   | 1.140410        | 2   | 2 | 1 | 0  |   | 104.3429  | 0.976034        | 26 | 2 | 0 | 9  |   | 135.2428  | 0.833708        | 10 | 2 | 2 | 4  |   |
| 85.5793   | 1.134860        | 51  | 2 | 1 | 1  |   | 106.8404  | 0.960017        | 13 | 0 | 0 | 12 |   | 137.1542  | 0.828136        | 22 | 3 | 1 | 2  |   |
| 87.1222   | 1.118690        | 61  | 2 | 1 | 2  |   | 108.5661  | 0.949513        | 9  | 3 | 0 | 4  |   | 138.4432  | 0.824549        | 2  | 3 | 0 | 8  |   |
| 87.7716   | 1.112080        | 9   | 2 | 0 | 7  |   | 110.6602  | 0.937354        | 10 | 2 | 1 | 7  |   | 139.0635  | 0.822871        | 7  | 0 | 0 | 14 |   |
| 87.9883   | 1.109900        | 8   | 1 | 1 | 8  |   | 114.8518  | 0.914826        | 10 | 1 | 0 | 12 |   | 141.0751  | 0.817640        | 31 | 3 | 1 | 3  |   |
| 89.6886   | 1.093220        | 81  | 2 | 1 | 3  |   | 119.1546  | 0.894014        | 41 | 2 | 1 | 8  |   | 144.2891  | 0.809932        | 8m | 2 | 0 | 12 |   |
| 91.5011   | 1.076240        | 1   | 1 | 0 | 10 |   | 119.8362  | 0.890918        | 79 | 3 | 0 | 6  |   | 144.2891  | 0.809932        | m  | 2 | 1 | 10 |   |
| 93.2827   | 1.060310        | 66  | 2 | 1 | 4  |   | 124.5271  | 0.871000        | 67 | 2 | 2 | 0  |   | 147.2101  | 0.803595        | 35 | 3 | 1 | 4  |   |

Status Primary QM: Indexed (I) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: B2 O3  
 Empirical Formula: B2 O3 Weight %: B31.06 O68.94 Atomic %: B40.00 O60.00 ANX: A2X3  
 Compound Name: Boron Oxide

Radiation: CuKα1 : 1.5406Å d-Spacing: Calculated Intensity: Calculated I/σ: 1.3

SYS: Hexagonal SPGR: P3121 (152)

Author's Cell [ AuthCell a: 4.3358Å AuthCell c: 8.3397Å AuthCell Vol: 135.77Å<sup>3</sup> AuthCell Z: 3.00  
 AuthCell MolVol: 45.26 ] Author's Cell Axial Ratio [ c/a: 1.923 ] Dcalc: 2.554g/cm<sup>3</sup> Dstruc: 2.55g/cm<sup>3</sup>  
 SS/FOM: F(30) = 354.2(0.0026, 32) R-factor: 0.052

Space Group: P3121 (152) Molecular Weight: 69.62  
 Crystal Data [ XtlCell a: 4.336Å XtlCell b: 4.336Å XtlCell c: 8.340Å XtlCell : 90.00° XtlCell : 90.00°  
 XtlCell Vol: 135.77Å<sup>3</sup> XtlCell Z: 3.00 ]  
 Crystal Data Axial Ratio [ c/a: 1.923 a/b: 1.000 c/b: 1.923 ]  
 Reduced Cell [ RedCell a: 4.336Å RedCell b: 4.336Å RedCell c: 8.340Å RedCell : 90.00°  
 RedCell : 90.00° RedCell Vol: 135.77Å<sup>3</sup> ]

TDP Type: U Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

SG Symmetry Operators:

| Seq | Operator | Seq | Operator      | Seq | Operator      | Seq | Operator | Seq | Operator       |   |             |
|-----|----------|-----|---------------|-----|---------------|-----|----------|-----|----------------|---|-------------|
| 1   | x,y,z    | 2   | -y,-x,y,z+1/3 | 3   | -x+y,-x,z+2/3 | 4   | y,x,-z   | 5   | -x,-x+y,-z+1/3 | 6 | x,-y,-z+2/3 |

Atomic Coordinates:

| Atom | Num | Wyckoff | Symmetry | x      | y      | z       | SOF | IDP    | AET |
|------|-----|---------|----------|--------|--------|---------|-----|--------|-----|
| B    | 1   | 6c      | 1        | 0.3954 | 0.2299 | 0.2244  | 1.0 | 0.0102 |     |
| O    | 2   | 6c      | 1        | 0.6009 | 0.1477 | 0.1282  | 1.0 | 0.0101 |     |
| O    | 3   | 3a      | .2.      | 0.1607 | 0.0    | 0.33333 | 1.0 | 0.0092 |     |

Pearson: hP15.00 LPF Prototype Structure: B2 O3,h P15,152 LPF Prototype Structure (Alpha Order): B2 O3  
 Subfile(s): Inorganic, Primary Pattern, Metals & Alloys, LPF Pattern Entry Date: 11/20/2009  
 Last Modification Date: 01/19/2012 Former PDF's #: 01-070-5604

#### References:

Type Reference

Primary Reference Calculated from LPF using POWD-12++.

Structure "Trigonal B2O3 with Higher Space-Group Symmetry: Results of a Reevaluation". Effenberger H., Lengauer C.L., Parthe E. Monatsh. Chem. 132, 1515,1517 (2001).

Database Comments: ANX: A2X3. LPF Collection Code: 1815623. Calculated Pattern Original Remarks: unit for isotropic displacement parameters omitted, assumed to be angstrom 2. Minor Warning: Minor warning from the LPF Editor exist. No e.s.d reported/abstracted on the cell dimension. Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.

#### d-Spacings (78) - 04-013-9388 (Fixed Slit Intensity) - Cu K(Avg) 1.54184Å

| 2       | d(Å)     | I   | h | k | l | * | 2        | d(Å)     | I   | h | k | l | * | 2        | d(Å)     | I  | h | k | l  | * |
|---------|----------|-----|---|---|---|---|----------|----------|-----|---|---|---|---|----------|----------|----|---|---|----|---|
| 23.6953 | 3.754910 | 11  | 1 | 0 | 0 |   | 77.0454  | 1.237780 | 7   | 0 | 3 | 1 |   | 111.6784 | 0.931665 | 5  | 1 | 3 | 4  |   |
| 26.0246 | 3.423870 | 489 | 1 | 0 | 1 |   | 80.0432  | 1.198800 | 33  | 3 | 0 | 2 |   | 111.9616 | 0.930108 | 13 | 3 | 0 | 6  |   |
| 32.0771 | 2.790320 | 999 | 1 | 0 | 2 |   | 82.1586  | 1.173210 | 43  | 1 | 2 | 4 |   | 112.6009 | 0.926633 | 6  | 0 | 0 | 9  |   |
| 40.3694 | 2.234240 | 358 | 1 | 0 | 3 |   | 82.4244  | 1.170100 | 4   | 1 | 1 | 6 |   | 114.6597 | 0.915808 | 2  | 4 | 0 | 2  |   |
| 41.6613 | 2.167900 | 17  | 1 | 1 | 0 |   | 84.9831  | 1.141290 | 19  | 3 | 0 | 3 |   | 115.3122 | 0.912491 | 4  | 1 | 2 | 7  |   |
| 43.1138 | 2.098170 | 395 | 1 | 1 | 1 |   | 85.5102  | 1.135600 | 17  | 0 | 1 | 7 |   | 115.5305 | 0.911393 | 2  | 2 | 0 | 8  |   |
| 47.2557 | 1.923480 | 60  | 1 | 1 | 2 |   | 87.2754  | 1.117120 | 8   | 2 | 0 | 6 |   | 116.0342 | 0.908883 | 2  | 2 | 2 | 5  |   |
| 48.4874 | 1.877460 | 3   | 2 | 0 | 0 |   | 90.6675  | 1.083950 | 2   | 2 | 2 | 0 |   | 117.9443 | 0.899644 | 3  | 1 | 0 | 9  |   |
| 49.7822 | 1.831620 | 21  | 0 | 2 | 1 |   | 90.9962  | 1.080890 | 28  | 2 | 1 | 5 |   | 120.1774 | 0.889388 | 2  | 0 | 4 | 3  |   |
| 50.0399 | 1.822790 | 44  | 1 | 0 | 4 |   | 91.6467  | 1.074910 | 1   | 2 | 2 | 1 |   | 121.5477 | 0.883374 | 4  | 3 | 1 | 5  |   |
| 53.5284 | 1.711940 | 88m | 0 | 2 | 2 |   | 91.8436  | 1.073120 | 5   | 0 | 3 | 4 |   | 126.5954 | 0.862951 | 6  | 3 | 0 | 7  |   |
| 53.5284 | 1.711940 | m   | 1 | 1 | 3 |   | 94.5897  | 1.049080 | 5   | 2 | 2 | 2 |   | 126.9974 | 0.861436 | 6  | 3 | 2 | 0  |   |
| 59.4047 | 1.555860 | 29  | 2 | 0 | 3 |   | 95.1823  | 1.044110 | 3   | 1 | 1 | 7 |   | 128.2336 | 0.856877 | 1  | 3 | 2 | 1  |   |
| 60.7619 | 1.524320 | 46  | 1 | 0 | 5 |   | 95.5057  | 1.041430 | 9   | 3 | 1 | 0 |   | 128.4849 | 0.855968 | 2  | 0 | 4 | 4  |   |
| 61.7290 | 1.502740 | 1   | 1 | 1 | 4 |   | 96.4907  | 1.033400 | 24  | 3 | 1 | 1 |   | 128.8216 | 0.854760 | 4  | 2 | 2 | 6  |   |
| 65.8035 | 1.419220 | 19  | 2 | 1 | 0 |   | 99.5244  | 1.009890 | 14m | 1 | 3 | 2 |   | 129.5849 | 0.852061 | 1  | 1 | 1 | 9  |   |
| 66.8723 | 1.399110 | 54  | 2 | 1 | 1 |   | 99.5244  | 1.009890 | m   | 2 | 2 | 3 |   | 132.0770 | 0.843622 | 11 | 2 | 3 | 2  |   |
| 67.0867 | 1.395160 | 68  | 2 | 0 | 4 |   | 100.0577 | 1.005940 | 9   | 0 | 2 | 7 |   | 133.1495 | 0.840167 | 5  | 2 | 1 | 8  |   |
| 67.3717 | 1.389950 | 3   | 0 | 0 | 6 |   | 100.2579 | 1.004470 | 2   | 1 | 0 | 8 |   | 135.3327 | 0.833439 | 4  | 1 | 3 | 6  |   |
| 70.0309 | 1.343540 | 10  | 2 | 1 | 2 |   | 100.7195 | 1.001110 | 1   | 3 | 0 | 5 |   | 136.1806 | 0.830936 | 1  | 2 | 0 | 9  |   |
| 71.3475 | 1.321950 | 20  | 1 | 1 | 5 |   | 101.8516 | 0.993031 | 11  | 1 | 2 | 6 |   | 139.0770 | 0.822835 | 4  | 2 | 3 | 3  |   |
| 72.5155 | 1.303510 | 14  | 0 | 1 | 6 |   | 104.4636 | 0.975237 | 16  | 1 | 3 | 3 |   | 140.3887 | 0.819389 | 1  | 4 | 1 | 0  |   |
| 75.1639 | 1.264020 | 13  | 2 | 1 | 3 |   | 106.5645 | 0.961738 | 1   | 2 | 2 | 4 |   | 140.9069 | 0.818065 | 1  | 0 | 4 | 5  |   |
| 76.0387 | 1.251640 | 14  | 3 | 0 | 0 |   | 110.2849 | 0.939487 | 11  | 1 | 1 | 8 |   | 141.9502 | 0.815463 | 6  | 4 | 1 | 1  |   |
| 76.3776 | 1.246930 | 13  | 0 | 2 | 5 |   | 111.4665 | 0.932837 | 13  | 0 | 4 | 1 |   | 142.4977 | 0.814131 | 6  | 1 | 0 | 10 |   |

04-013-9388

| 2        | d(Å)     | I | h | k | l | * |
|----------|----------|---|---|---|---|---|
| 147.0083 | 0.804013 | 2 | 1 | 4 | 2 |   |

| 2        | d(Å)     | I | h | k | l | * |
|----------|----------|---|---|---|---|---|
| 148.1107 | 0.801766 | 2 | 2 | 2 | 7 |   |

Sep 8, 2014 10:42 AM (Bim)

| 2        | d(Å)     | I | h | k | l | * |
|----------|----------|---|---|---|---|---|
| 148.4858 | 0.801021 | 2 | 0 | 3 | 8 |   |

Status Primary QM: Star (S) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: Al Empirical Formula: Al  
 Weight %: Al100.00 Atomic %: Al100.00 Compound Name: Aluminum Mineral Name: Aluminum, syn

Radiation: CuK $\alpha$ 1 : 1.5406 $\text{\AA}$  Filter: Ni Beta Intensity: Diffractometer I/Ic: 3.62

SYS: Cubic SPGR: Fm-3m (225)

Author's Cell [ XtiCell a: 4.0494 $\text{\AA}$  XtiCell b: 4.0494 $\text{\AA}$  XtiCell c: 4.0494 $\text{\AA}$  XtiCell : 90.00 $^\circ$  XtiCell : 90.00 $^\circ$   
 Dcalc: 2.699g/cm $^3$  SS/FOM: F(9) = 91.8(0.0109, 9)

Space Group: Fm-3m (225) Molecular Weight: 26.98

Crystal Data [ XtiCell a: 4.049 $\text{\AA}$  XtiCell b: 4.049 $\text{\AA}$  XtiCell c: 4.049 $\text{\AA}$  XtiCell : 90.00 $^\circ$  XtiCell : 90.00 $^\circ$   
 XtiCell : 90.00 $^\circ$  XtiCell Vol: 66.40 $\text{\AA}^3$  XtiCell Z: 4.00 ] Crystal Data Axial Ratio [ a/b: 1.000 c/b: 1.000 ]  
 Reduced Cell [ RedCell a: 2.863 $\text{\AA}$  RedCell b: 2.863 $\text{\AA}$  RedCell c: 2.863 $\text{\AA}$  RedCell : 60.00 $^\circ$   
 RedCell : 60.00 $^\circ$  RedCell : 60.00 $^\circ$  RedCell Vol: 16.60 $\text{\AA}^3$  ]

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

CAS: 7429-90-5 Pearson: cF4.00 Prototype Structure: Cu Prototype Structure (Alpha Order): Cu

LPF Prototype Structure: Cu.cF4.225 LPF Prototype Structure (Alpha Order): Cu

Mineral Classification: Gold (Supergroup), 1C-disordered (Group)

Subfile(s): Primary Pattern, Inorganic, Forensic, Mineral Related (Mineral, Synthetic), Pigment/Dye, Common Phase, Metals & Alloys, Educational Pattern, Explosive, NBS Pattern

Last Modification Date: 01/14/2012

Cross-Ref PDF #'s: 01-085-1327 (Alternate), 04-001-0564 (Alternate), 04-001-1007 (Alternate), 04-001-7364 (Alternate),  
 04-002-3717 (Alternate), 04-002-6895 (Alternate), 04-002-8919 (Alternate), 04-003-1376 (Alternate),  
 04-003-4137 (Alternate), 04-003-4850 (Alternate), 04-003-6600 (Alternate), 04-003-7059 (Alternate),  
 04-004-2353 (Alternate), 04-004-8465 (Alternate), 04-004-8742 (Alternate), 04-004-8743 (Alternate),  
 04-005-9305 (Alternate), 04-006-2586 (Alternate), 04-006-6522 (Alternate), 04-007-0410 (Alternate),  
 04-007-5139 (Alternate), 04-007-9709 (Alternate), 04-007-9967 (Alternate), 04-010-6160 (Alternate),  
 04-012-3402 (Alternate), 04-012-3461 (Alternate), 04-012-7848 (Primary)

#### References:

##### Type Reference

Primary Reference Swanson, Tatge, Natl. Bur. Stand. (U. S.), Circ. 539 I, 11 (1953).

#### Database Comments:

Additional Patterns: See PDF 01-085-1327. Analysis: The chemical analysis (%): Si 0.011, Cu 0.006, Fe 0.007, Ti 0.0001, Zr 0.003, Ga 0.004, Mo 0.00002, S 0.0001, Al 99.9+ (by difference). Color: Light gray metallic. General Comments: Mineral species of doubtful validity, Am. Mineral., 65 205 (1980). Sample Preparation: The material used for the NBS sample was a melting point standard sample of aluminum prepared at NBS, Gaithersburg, Maryland, USA. Temperature of Data Collection: Pattern taken at 298 K. Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.

#### d-Spacings (9) - 00-004-0787 (Fixed Slit Intensity) - Cu K(Avg) 1.54184 $\text{\AA}$

| 2 $\theta$ | d( $\text{\AA}$ ) | I   | h | k | l | * | 2 $\theta$ | d( $\text{\AA}$ ) | I  | h | k | l | * | 2 $\theta$ | d( $\text{\AA}$ ) | I | h | k | l | * |
|------------|-------------------|-----|---|---|---|---|------------|-------------------|----|---|---|---|---|------------|-------------------|---|---|---|---|---|
| 38.5054    | 2.338000          | 100 | 1 | 1 | 1 |   | 78.3046    | 1.221000          | 24 | 3 | 1 | 1 |   | 112.1827   | 0.928900          | 8 | 3 | 3 | 1 |   |
| 44.7776    | 2.024000          | 47  | 2 | 0 | 0 |   | 82.5189    | 1.169000          | 7  | 2 | 2 | 2 |   | 116.7231   | 0.905500          | 8 | 4 | 2 | 0 |   |
| 65.1942    | 1.431000          | 22  | 2 | 2 | 0 |   | 99.1893    | 1.012400          | 2  | 4 | 0 | 0 |   | 137.7002   | 0.826600          | 8 | 4 | 2 | 2 |   |

Status Primary QM: Blank (B) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: B2 O3  
 Empirical Formula: B2 O3 Weight %: B31.06 O68.94 Atomic %: B40.00 O60.00  
 Compound Name: Boron Oxide

Radiation: CuKα : 1.5418Å Intensity: Visual

SYS: Hexagonal SPGR: P31 (144)  
 Author's Cell [ AuthCell a: 4.334Å AuthCell c: 8.334Å AuthCell Vol: 135.57Å<sup>3</sup> AuthCell Z: 3.00  
 AuthCell MolVol: 45.19 ] Author's Cell Axial Ratio [ c/a: 1.923 ] Dcalc: 2.558g/cm<sup>3</sup> Dmeas: 2.44g/cm<sup>3</sup>  
 SS/FOM: F(2θ) = 9.0(0.083, 35)

Space Group: P31 (144) Molecular Weight: 69.62  
 Crystal Data [ XtlCell a: 4.334Å XtlCell b: 4.334Å XtlCell c: 8.334Å XtlCell : 90.00° XtlCell : 90.00°  
 XtlCell : 120.00° XtlCell Vol: 135.57Å<sup>3</sup> XtlCell Z: 3.00 ]  
 Crystal Data Axial Ratio [ c/a: 1.923 a/b: 1.000 c/b: 1.923 ]  
 Reduced Cell [ RedCell a: 4.334Å RedCell b: 4.334Å RedCell c: 8.334Å RedCell : 90.00°  
 RedCell : 90.00° RedCell : 120.00° RedCell Vol: 135.57Å<sup>3</sup> ]

Crystal (Symmetry Allowed): Non-centrosymmetric, Enantiomorphic, Optical Activity, Pyro / Piezo (p), Piezo (2nd Harm.)

CAS: 1303-86-2 Pearson: hP15.00 Prototype Structure: B2 O3 Prototype Structure (Alpha Order): B2 O3  
 LPF Prototype Structure: B2 O3-a,hP15,144 LPF Prototype Structure (Alpha Order): B2 O3  
 Subfile(s): Inorganic, Metals & Alloys, Primary Pattern, Common Phase Last Modification Date: 01/14/2012  
 Cross-Ref PDF #'s: 04-004-2998 (Primary), 04-005-4275 (Primary), 04-005-7259 (Alternate), 04-007-2178 (Alternate)

#### References:

| Type              | Reference                                |
|-------------------|--|
| Primary Reference | Berger. Acta Chem. Scand. 7, 611 (1953). |

Database Comments: Additional Patterns: See PDF 01-073-1550. Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.

#### d-Spacings (2θ) - 00-006-0634 (Fixed Slit Intensity) - Cu K1 1.54056Å

| 2θ      | d(Å)     | I   | h | k | l | * | 2θ      | d(Å)     | I  | h | k | l | * | 2θ      | d(Å)     | I  | h | k | l | * |
|---------|----------|-----|---|---|---|---|---------|----------|----|---|---|---|---|---------|----------|----|---|---|---|---|
| 23.7068 | 3.750000 | 5   | 1 | 0 | 0 |   | 53.5459 | 1.710000 | 50 | 2 | 0 | 2 |   | 76.2256 | 1.248000 | 10 | 2 | 0 | 5 |   |
| 26.0326 | 3.420000 | 50  | 1 | 0 | 1 |   | 59.2190 | 1.559000 | 10 | 2 | 0 | 3 | E | 77.1749 | 1.235000 | 5  | 3 | 0 | 1 |   |
| 32.1719 | 2.780000 | 90  | 0 | 0 | 3 |   | 60.8084 | 1.522000 | 20 | 1 | 0 | 5 |   | 80.1079 | 1.197000 | 50 | 3 | 0 | 2 |   |
| 40.4145 | 2.230000 | 70  | 1 | 0 | 3 |   | 65.8056 | 1.418000 | 10 | 2 | 1 | 0 |   | 82.2641 | 1.171000 | 50 | 1 | 1 | 6 |   |
| 41.6834 | 2.165000 | 10  | 1 | 1 | 0 |   | 66.6001 | 1.403000 | 50 | 2 | 1 | 1 |   | 85.1069 | 1.139000 | 50 | 3 | 0 | 3 |   |
| 43.1230 | 2.096000 | 100 | 1 | 1 | 1 |   | 70.0563 | 1.342000 | 10 | 2 | 1 | 2 |   | 85.6652 | 1.133000 | 10 | 1 | 0 | 7 |   |
| 47.3049 | 1.920000 | 20  | 1 | 1 | 2 |   | 71.4006 | 1.320000 | 10 | 1 | 1 | 5 |   | 87.2943 | 1.116000 | 5  | 2 | 0 | 6 |   |
| 48.5950 | 1.872000 | 5   | 2 | 0 | 0 |   | 72.5431 | 1.302000 | 10 | 1 | 0 | 6 |   | 90.9954 | 1.080000 | 50 | 2 | 1 | 5 |   |
| 50.0187 | 1.822000 | 20  | 1 | 0 | 4 |   | 75.2317 | 1.262000 | 10 | 2 | 1 | 3 |   |         |          |    |   |   |   |   |



Status Primary QM: Star (S) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: B (OH)<sub>3</sub>  
 Empirical Formula: B H3 O3 Weight %: B17.48 H4.89 O77.62 Atomic %: B14.29 H42.86 O42.86  
 Compound Name: Hydroxide Boron Mineral Name: Sassolite, syn Common Name: boric acid

Radiation: CuKα : 1.5418Å Intensity: Diffractometer I/Ic: 2.0

SYS: Anorthic SPGR: P-1 (2)

Author's Cell [ AuthCell a: 7.039(2)Å AuthCell b: 7.053(2)Å AuthCell c: 6.578(2)Å AuthCell : 92.58(2)°  
 AuthCell : 101.17(2)° AuthCell : 119.83(2)° AuthCell Vol: 274.07Å<sup>3</sup> AuthCell Z: 4.00 AuthCell MolVol: 68.52  
 ] Author's Cell Axial Ratio [ c/a: 0.935 a/b: 0.998 c/b: 0.933 ] Dcalc: 1.498g/cm<sup>3</sup> Dmeas: 1.46g/cm<sup>3</sup>  
 SS/FOM: F(30) = 12.7(0.0193, 122) Melting Point: 433 K

Space Group: P-1 (2) Molecular Weight: 61.83

Crystal Data [ XtlCell a: 7.039Å XtlCell b: 7.053Å XtlCell c: 6.578Å XtlCell : 92.58° XtlCell : 101.17°  
 XtlCell : 119.83° XtlCell Vol: 274.07Å<sup>3</sup> XtlCell Z: 4.00 ]

Crystal Data Axial Ratio [ c/a: 0.935 a/b: 0.998 c/b: 0.933 ]

Reduced Cell [ RedCell a: 6.578Å RedCell b: 7.039Å RedCell c: 7.053Å RedCell : 119.83°

RedCell : 92.58° RedCell : 101.17° RedCell Vol: 274.07Å<sup>3</sup> ]

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

CAS: 10043-35-3 Pearson: aP28.00 Pearson w/o H: aP16

Subfile(s): Common Phase, Primary Pattern, Forensic, Inorganic, Pharmaceutical (Excipient), Mineral Related (Mineral , Synthetic)

Last Modification Date: 01/14/2012 Cross-Ref PDF #'s: 04-013-2440 (Alternate), 04-013-3944 (Primary)

#### References:

| Type              | Reference   |
|-------------------|---|
| Primary Reference | Wang, P., Polytechnic Institute of New York, Brooklyn, New York, USA. ICDD Grant-in-Aid (1979). |
| Unit Cell         | Zachariasen. Acta Crystallogr. 7, 305 (1954).   |

Database Comments: Additional Patterns: See PDF 01-073-2158. Color: White. General Comments: Exhibits 00l preferred orientation. Melting Point: 433 K. Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.

#### d-Spacings (34) - 00-030-0199 (Fixed Slit Intensity) - Cu K(Avg) 1.54184Å

| 2       | d(Å)     | I   | h  | k  | l | * | 2       | d(Å)     | I  | h  | k  | l | * | 2       | d(Å)     | I  | h  | k  | l | * |
|---------|----------|-----|----|----|---|---|---------|----------|----|----|----|---|---|---------|----------|----|----|----|---|---|
| 14.6416 | 6.050000 | 30  | 0  | 1  | 0 |   | 30.6060 | 2.921000 | 10 | 0  | -2 | 1 |   | 43.0743 | 2.100000 | 5  | -1 | 3  | 1 |   |
| 14.9904 | 5.910000 | 20  | 1  | 0  | 0 |   | 31.5012 | 2.840000 | 7  | -2 | 2  | 1 |   | 43.2040 | 2.094000 | 5  | -2 | -1 | 2 |   |
| 17.7389 | 5.000000 | 3   | -1 | 0  | 1 |   | 32.9047 | 2.722000 | 7  | 1  | -1 | 2 |   | 46.6255 | 1.948000 | <1 | 1  | -1 | 3 |   |
| 18.5233 | 4.790000 | 6   | 0  | -1 | 1 |   | 33.9440 | 2.641000 | 10 | 0  | 1  | 2 | E | 46.9060 | 1.937000 | <1 | 2  | 0  | 2 |   |
| 19.2956 | 4.600000 | 6   | -1 | 1  | 1 |   | 34.9958 | 2.564000 | 6  | 0  | 2  | 1 |   | 54.2452 | 1.691000 | 2  | -4 | 1  | 1 |   |
| 21.1027 | 4.210000 | 8   | 1  | -1 | 1 |   | 35.2084 | 2.549000 | 5  | 1  | 0  | 2 |   | 54.9132 | 1.672000 | 2  | 4  | -3 | 0 |   |
| 21.8918 | 4.060000 | 6   | 0  | 1  | 1 |   | 35.9218 | 2.500000 | 6  | -2 | 0  | 2 |   | 56.0038 | 1.642000 | 3  | -1 | 0  | 4 |   |
| 26.9034 | 3.314000 | <1  | -2 | 1  | 1 |   | 39.3454 | 2.290000 | 2  | -1 | -2 | 1 |   | 57.9661 | 1.591000 | 15 | 0  | 0  | 4 |   |
| 28.0507 | 3.181000 | 100 | 0  | 0  | 2 |   | 39.4530 | 2.284000 | 2  | -3 | 1  | 1 |   | 58.6119 | 1.575000 | 2  | -2 | 0  | 4 |   |
| 28.4062 | 3.142000 | 15  | 1  | -2 | 1 |   | 39.9634 | 2.256000 | 5  | 1  | 2  | 0 |   | 62.5958 | 1.484000 | <1 | -2 | -1 | 4 |   |
| 29.4994 | 3.028000 | 10  | 0  | -1 | 2 |   | 40.3551 | 2.235000 | 7  | 2  | 1  | 0 |   |         |          |    |    |    |   |   |
| 30.2244 | 2.957000 | 10  | 2  | 0  | 0 |   | 41.6593 | 2.168000 | 2  | 2  | -3 | 1 |   |         |          |    |    |    |   |   |

Status Primary QM: Star (S) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: B4 C  
 Empirical Formula: B4 C Weight %: B78.26 C21.74 Atomic %: B80.00 C20.00  
 Compound Name: Boron Carbide Common Name: carbon tetraboride, norbide

Radiation: CuK $\alpha$ 1 : 1.5406Å Filter: Graph Mono d-Spacing: Diff. Cutoff: 17.70 Intensity: Diffractometer

SYS: Rhombohedral SPGR: R-3m (166)

Author's Cell [ AuthCell a: 5.6003(5)Å AuthCell c: 12.086(2)Å AuthCell Vol: 328.27Å<sup>3</sup> AuthCell Z: 9.00  
 AuthCell MolVol: 36.47 ] Author's Cell Axial Ratio [ c/a: 2.158 ] Dcalc: 2.515g/cm<sup>3</sup>  
 SS/FOM: F(25) = 58.0(0.0127, 34)

Space Group: R-3m (166) Molecular Weight: 55.25  
 Crystal Data [ XtlCell a: 5.600Å XtlCell b: 5.600Å XtlCell c: 12.086Å XtlCell : 90.00° XtlCell : 90.00°  
 XtlCell : 120.00° XtlCell Vol: 328.27Å<sup>3</sup> XtlCell Z: 9.00 ]  
 Crystal Data Axial Ratio [ c/a: 2.158 a/b: 1.000 c/b: 2.158 ]  
 Reduced Cell [ RedCell a: 5.166Å RedCell b: 5.166Å RedCell c: 5.166Å RedCell : 65.65°  
 RedCell : 65.65° RedCell : 65.65° RedCell Vol: 109.42Å<sup>3</sup> ]

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

CAS: 12069-32-8 Pearson: hR15.00 Prototype Structure: B13 C2 Prototype Structure (Alpha Order): B13 C2  
 Subfile(s): Common Phase, Metals & Alloys, Inorganic, NBS Pattern, Primary Pattern, Educational Pattern  
 Entry Date: 11/30/1984 Last Modification Date: 01/15/2012  
 Cross-Ref PDF #'s: 00-001-1163 (Alternate), 00-006-0555 (Deleted), 04-002-0198 (Primary), 04-004-5369 (Alternate)

#### References:

| Type                        | Reference  |
|-----------------------------|--|
| Primary Reference Structure | Natl. Bur. Stand. (U. S.) Monogr. 25 21, 43 (1985).<br>Clark, H., Hoard, J. J. Am. Chem. Soc. 65, 2115 (1943). |

Database Comments: Additional Patterns: To replace 00-006-0555. Color: Greenish black. Sample Source or Locality: The compound was obtained from the Aesar Division of Johnson Matthey, Inc., Seabrook, New Hampshire, USA. Temperature of Data Collection: The mean temperature of data collection was 296.5 K. Unit Cell: Rhombohedral cell: a=5.166,  $\alpha$ =65.65°. Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.

#### d-Spacings (25) - 00-035-0798 (Fixed Slit Intensity) - Cu K(Avg) 1.54184Å

| 2       | d(Å)     | I   | h | k | l | * | 2       | d(Å)     | I  | h | k | l | * | 2       | d(Å)     | I  | h | k | l | * |
|---------|----------|-----|---|---|---|---|---------|----------|----|---|---|---|---|---------|----------|----|---|---|---|---|
| 19.7311 | 4.499450 | 14  | 1 | 0 | 1 |   | 53.5267 | 1.711990 | 11 | 2 | 0 | 5 |   | 71.9212 | 1.312810 | 8  | 3 | 1 | 2 |   |
| 22.0400 | 4.033030 | 21  | 0 | 0 | 3 |   | 56.6008 | 1.626090 | 2  | 1 | 0 | 7 |   | 73.9328 | 1.281990 | 2  | 2 | 0 | 8 |   |
| 23.5182 | 3.782780 | 49  | 0 | 1 | 2 |   | 58.9240 | 1.567400 | <1 | 2 | 1 | 4 |   | 75.4097 | 1.260510 | 3  | 3 | 0 | 6 |   |
| 31.9264 | 2.803140 | 11  | 1 | 1 | 0 |   | 61.8372 | 1.500370 | 9  | 3 | 0 | 3 |   | 75.6494 | 1.257110 | 6  | 2 | 1 | 7 |   |
| 34.9861 | 2.564690 | 64  | 1 | 0 | 4 |   | 63.7202 | 1.460500 | 13 | 1 | 2 | 5 |   | 79.0631 | 1.211180 | <1 | 1 | 1 | 9 |   |
| 37.8507 | 2.376920 | 100 | 0 | 2 | 1 |   | 64.6215 | 1.442290 | 10 | 0 | 1 | 8 |   | 79.4273 | 1.206540 | 1  | 4 | 0 | 1 |   |
| 39.1659 | 2.300080 | 4   | 1 | 1 | 3 |   | 66.8507 | 1.399510 | 12 | 2 | 2 | 0 |   | 80.8608 | 1.188730 | 4  | 0 | 4 | 2 |   |
| 48.1282 | 1.890630 | <1  | 0 | 2 | 4 |   | 70.4284 | 1.336930 | 8  | 1 | 3 | 1 |   |         |          |    |   |   |   |   |
| 50.3363 | 1.812750 | 4   | 2 | 1 | 1 |   | 71.2971 | 1.322760 | 7  | 2 | 2 | 3 |   |         |          |    |   |   |   |   |

Status Primary QM: Indexed (I) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: C  
 Empirical Formula: C Weight %: C100.00 Atomic %: C100.00 Compound Name: Carbon  
 Mineral Name: Graphite-2H Common Name: C.I. Pigment Black 10, plumbago, cliftonite

Radiation: CuK $\alpha$ 1 : 1.5405Å Filter: Ni Beta d-Spacing: Diff. Cutoff: 22.10 Intensity: Diffractometer  
 I/c: 7.78

SYS: Hexagonal SPGR: P63/mmc (194)  
 Author's Cell [ AuthCell a: 2.4704(15)Å AuthCell c: 6.7244(38)Å AuthCell Vol: 35.54Å<sup>3</sup> AuthCell Z: 4,00  
 AuthCell MolVol: 8.88 ] Author's Cell Axial Ratio [ c/a: 2.722 ] Dcalc: 2.245g/cm<sup>3</sup> Dmeas: 2.16g/cm<sup>3</sup>  
 SS/FOM: F(10) = 18.5(0.042, 13)

Space Group: P63/mmc (194) Molecular Weight: 12.01  
 Crystal Data [ XtlCell a: 2.470Å XtlCell b: 2.470Å XtlCell c: 6.724Å XtlCell : 90.00° XtlCell : 90.00°  
 XtlCell : 120.00° XtlCell Vol: 35.54Å<sup>3</sup> XtlCell Z: 4,00 ]  
 Crystal Data Axial Ratio [ c/a: 2.722 a/b: 1.000 c/b: 2.722 ]  
 Reduced Cell [ RedCell a: 2.470Å RedCell b: 2.470Å RedCell c: 6.724Å RedCell : 90.00°  
 RedCell : 90.00° RedCell : 120.00° RedCell Vol: 35.54Å<sup>3</sup> ]

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

CAS: 7782-42-5 Pearson: hP4.00 Prototype Structure: C Prototype Structure (Alpha Order): C  
 LPF Prototype Structure: C-a,hP4,194 LPF Prototype Structure (Alpha Order): C

Subfile(s): Pigment/Dye, Common Phase, Metals & Alloys, Educational Pattern, Forensic, Mineral Related (Mineral, Natural),  
 Inorganic, Primary Pattern

Entry Date: 06/07/1990 Last Modification Date: 01/15/2012

Cross-Ref PDF #'s: 00-001-0640 (Deleted), 00-001-0646 (Deleted), 00-002-0456 (Deleted), 00-003-0401 (Deleted), 00-023-0064  
 (Alternate), 00-025-0284 (Deleted), 00-034-0567 (Deleted), 04-006-5764 (Primary)

#### References:

| Type                        | Reference  |
|-----------------------------|--|
| Primary Reference Structure | Sanc, I., Polytechna, Foreign Trade Corporation, Panska, Czechoslovakia. ICDD Grant-in-Aid (1990).<br>Aust. J. Chem. 42, 479 (1989). |

Database Comments: Additional Patterns: To replace 00-001-0640, 00-001-0646, 00-002-0456, 00-003-0401, 00-023-0064,  
 00-025-0284 and 00-034-0567 and validated by calculated pattern 00-025-0284. Color: Black. Sample  
 Source or Locality: Specimen from Netolice, Czechoslovakia. Temperature of Data Collection: Pattern  
 taken at 298(1) K. Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.

#### d-Spacings (10) - 00-041-1487 (Fixed Slit Intensity) - Cu K(Avg) 1.54184Å

| Z       | d(Å)     | I   | h | k | l | * | Z       | d(Å)     | I | h | k | l | * | Z       | d(Å)     | I  | h | k | l | * |
|---------|----------|-----|---|---|---|---|---------|----------|---|---|---|---|---|---------|----------|----|---|---|---|---|
| 26.4032 | 3.375630 | 100 | 0 | 0 | 2 |   | 54.5911 | 1.681100 | 4 | 0 | 0 | 4 |   | 86.9133 | 1.120840 | <1 | 0 | 0 | 6 |   |
| 42.2582 | 2.138650 | 2   | 1 | 0 | 0 |   | 59.7467 | 1.547770 | 1 | 1 | 0 | 3 |   | 93.6958 | 1.056720 | <1 | 2 | 0 | 1 |   |
| 44.4303 | 2.039010 | 6   | 1 | 0 | 1 |   | 77.3192 | 1.234080 | 3 | 1 | 1 | 0 |   |         |          |    |   |   |   |   |
| 50.4967 | 1.807370 | <1  | 1 | 0 | 2 |   | 83.2678 | 1.160380 | 3 | 1 | 1 | 2 |   |         |          |    |   |   |   |   |