

**T.C.
MANİSA CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
MAKİNA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
KONSTRÜKSİYON VE İMALAT BİLİM DALI**

**SOĞUK PRESLENMİŞ ALÜMİNYUM-GRAFEN NANOPLATE
TOZLARININ GELENEKSEL METOT İLE SİNERLENMESİ VE
MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

Onur AKKURT

**Danışman
Doç. Dr. Uğur ÇAVDAR**



MANİSA-2017

TEZ ONAYI

Onur AKKURT tarafından hazırlanan “Soğuk Preslenmiş Alüminyum-Grafen Nanoplate Tozlarının Geleneksel Metot ile Sinterlenmesi ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi” adlı tez çalışması 19/06/2017 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri önünde Manisa Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makina Mühendisliği Anabilim Dalı’nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak başarı ile savunulmuştur.

Danışman

Doç. Dr. Uğur ÇAVDAR
Manisa Celal Bayar Üniversitesi



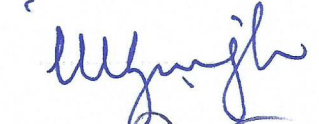
Jüri Üyesi

Doç. Dr. Uğur ÇAVDAR
Manisa Celal Bayar Üniversitesi



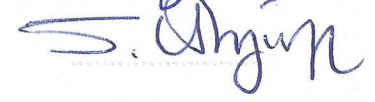
Jüri Üyesi

Doç. Dr. İhsan Murat KUŞOĞLU
Dokuz Eylül Üniversitesi



Jüri Üyesi

Yrd. Doç. Dr. Selda KAYRAL
Manisa Celal Bayar Üniversitesi



TAAHHÜTNAME

Bu tezin Manisa Celal Bayar Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Makina Mühendisliği Bölümü'nde, akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilerek tezde yer aldığını beyan ederim.

Onur AKKURT



İÇİNDEKİLER

	Sayfa
İÇİNDEKİLER.....	I
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	II
ŞEKİLLER DİZİNİ	III
TABLO DİZİNİ.....	V
TEŞEKKÜR	VI
ÖZET	VII
ABSTRACT	VIII
1. GİRİŞ	1
2. TOZ METALURJİSİ	6
2.1. Toz Metalurjisi Yönteminin Uygulama Alanları	8
2.2. Toz Metalurjisi Yönteminin Avantaj, Dezavantaj ve Sınırları	9
2.3. Toz Üretim Yöntemleri.....	11
2.3.1. Mekanik Yöntemler	11
2.3.2. Kimyasal Yöntemler	13
2.3.3. Elektroliz Yöntemi.....	15
2.3.4. Atomizasyon Yöntemleri.....	16
2.4. Toz Karakterizasyonu ve Özellikleri.....	22
2.5. Tozların Şekillendirilmesi ve Toz Metalurjisi ile Parça Üretimi	24
2.5.1. Tozların Şekillendirilmesi veya Preslenmesi.....	25
2.5.2. Sinterleme	31
2.5.2.1. Sinterleme Atmosferi.....	37
2.5.2.2. Sinterleme Fırınları.....	37
2.5.2.3. Hızlı Sinterleme Teknikleri.....	38
2.5.2.4. Sinterleme Sonrası İşlemler	39
3. ALÜMİNYUM VE ALÜMİNYUM ALAŞIMLARI	41
3.1. Alüminyumun Fiziksel, Kimyasal ve Mekanik Özellikleri	42
4. GRAFEN	44
4.1. Grafene Ait Üstün Özellikler	47
4.2. Grafen Üretim Yöntemleri.....	49
4.3. Grafenin Kullanım Alanları	50
5. MATERYAL VE YÖNTEMLER	51
5.1. Yoğunluk Değerlerinin Belirlenmesi (Arşimed Deneyi).....	58
5.2. Yüzey Pürüzlülüğü Testi.....	60
5.3. Vickers Sertlik Ölçüm Deneyi	60
5.4. Aşınma Testi	61
5.5. SEM ve EDX Analizleri	62
5.6. XRD Ölçümü ve Analizi.....	63
6. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	65
6.1. Yoğunluk Değerleri	65
6.2. Yüzey Pürüzlülüğü Değerleri.....	66
6.3. Vickers Sertlik Değerleri	67
6.4. Aşınma Testi Sonucu Ağırlık Kayıpları	68
6.5. SEM ve EDX Analizleri	69
6.6. XRD Ölçümü ve Analizi.....	77
7. SONUÇ VE ÖNERİLER	79
KAYNAKLAR.....	80
ÖZGEÇMİŞ.....	83

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

A°	Angstrom
Al	Alüminyum
B₄C	Bor Karbür
CO	Karbonmonoksit
Cr	Krom
Cu	Bakır
CVD	Kimyasal Buhar Biriktirme
EDX	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy
Fe	Demir
FeO	Demiroksit
GNP	Grafen
He	Helyum
K	Denge Sabiti
Mg	Magnezyum
µm	Mikrometre
Mn	Mangan
Ni	Nikel
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
Si	Silisyum
SiC	Silisyum Karbür
Sn	Kalay
T/M	Toz Metalurjisi
UHV	Epitaksiyel Büyütme
XRD	X-ışını Kırınımı
Zr	Zirkonyum

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 2.1. Toz metalurjisi yöntemiyle parça üretimi akış şeması	7
Şekil 2.2. Toz metalurjisi yöntemi ile üretilmiş parça örnekleri	8
Şekil 2.3. Toz metalurjisi yöntemi ile üretilmiş parça örnekleri	9
Şekil 2.4. Bilyalı öğütme.....	12
Şekil 2.5. Denge sabiti (K) ve sıcaklığa bağlı olarak FeO kararlılığı	14
Şekil 2.6. Kimyasal yöntemde parçanın reaksiyon durumu.....	14
Şekil 2.7. Elektroliz ile toz üretimi	15
Şekil 2.8. Elektrolitik olarak üretilmiş nikel-kobalt tozlarının dentritik morfolojisi	16
Şekil 2.9. Elektroliz ile üretilmiş kobalt ve nikel tozlarının morfolojisi	16
Şekil 2.10. Düşey gaz atomizasyon ünitesi	17
Şekil 2.11. Su atomizasyon işlemi.....	18
Şekil 2.12. Gaz atomizasyon ünitesi şematik gösterimi	19
Şekil 2.13. Küresel şekilli gaz atomize kalay (Sn) tozlarının SEM ile elde edilmiş genel yüzey görüntüleri.....	19
Şekil 2.14. Döner disk atomizasyon yöntemi.....	20
Şekil 2.15. Döner elektrot atomizasyon yöntemi	20
Şekil 2.16. Vakum atomizasyon yöntemi	21
Şekil 2.17. Ultrasonik gaz atomizasyonu	21
Şekil 2.18. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile görüntülenmiş ve atomizasyon yöntemleri ile elde edilmiş değişik tozların genel yüzey görüntüleri. a) alüminyum, b) bakır (sıvı atomizasyonu), c) magnezyum, d) titanyum, e) demir, f) bakır (gaz atomizasyonu).....	22
Şekil 2.19. Metal tozlarının sıkıştırılmasında yoğunluk ve basınç değişimi.....	27
Şekil 2.20. Tek eksenli presleme işlemi.....	29
Şekil 2.21. Toz metal üretiminde çift yönlü presleme: (1) kalıbın otomatik besleyici tarafından tozla doldurulması; (2), (3) presleme sırasında alt ve üst zımbaların ilk ve son durumları; (4) parçanın çıkarılması	30
Şekil 2.22. (a) Sıkıştırma sırasında uygulanan basıncın etkisi (1-2-3) (b) tozların yoğunluğunun, basınca bağlı olarak değişimi	31
Şekil 2.23. Sinterleme işleminde birleşme mekanizması.....	32
Şekil 2.24. Sinterleme sırasında oluşan boyunların SEM görüntüsü.....	32
Şekil 2.25. Sinterlemede ısı işlem çevrimi ve sürekli sinterleme fırını şematik gösterimi.....	33
Şekil 2.26. Katı hal sinterlemesinin aşamaları	34
Şekil 2.27. Sıvı hal sinterlemesinde değişimler.....	35
Şekil 2.28. Sıvı hal sinterlemesi evrelerinin şematik gösterimi	36
Şekil 2.29. Sürekli sinterleme fırını şematik gösterimi.....	37
Şekil 2.30. Parti sinterleme fırını şematik gösterimi	38
Şekil 4.1. Karbon yapılarının gösterimi	45
Şekil 4.2. Karbon yapılarının gösterimi	45
Şekil 4.3. Grafen malzemeye ait SEM görüntüsü	46
Şekil 4.4. Grafenin arı peteği şeklinde dizilişi	47
Şekil 4.5. Bazı özellikler bakımından grafen ve çeşitli malzemelerin karşılaştırılması	48
Şekil 5.1. Çalışmada kullanılan % 99 saflıktaki alüminyum tozu.....	51
Şekil 5.2. Çalışmalarda kullanılan grafen tozu.....	52

Şekil 5.3. Acculab Sartorius Group marka hassas terazi	53
Şekil 5.4. Çalışmalarda kullanılan pres kalıbı.....	54
Şekil 5.5. Çalışmalarda kullanılan pres kalıbı.....	54
Şekil 5.6. Hidropir marka presleme cihazı.....	55
Şekil 5.7. Protherm marka sinterleme fırını	56
Şekil 5.8. Deney numuneleri	57
Şekil 5.9. Isıtma cihazı.....	59
Şekil 5.10. Arşimed deney cihazı	59
Şekil 5.11. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü test cihazı	60
Şekil 5.12. Mikrosertlik ölçüm cihazı.....	61
Şekil 5.13. CSM Instruments marka aşınma deney düzeneği	62
Şekil 5.14. Taramalı elektron mikroskobu (SEM).....	63
Şekil 5.15. XRD analiz cihazı	63
Şekil 5.16. XRD analiz cihazı	64
Şekil 6.1. Deney numunelerinin % yoğunluk değişimleri	65
Şekil 6.2. Deney numunelerinin sertlik değerlerinin değişimi.....	67
Şekil 6.3. Deney numunelerinin aşınma sonrası ağırlık kayıpları.....	68
Şekil 6.4. C0 kodlu deney numunesi SEM analiz sonuçları	70
Şekil 6.5. C0,2 kodlu deney numunesi SEM analiz sonuçları	71
Şekil 6.6. C0,5 kodlu deney numunesi SEM analiz sonuçları	72
Şekil 6.7. C1 kodlu deney numunesi SEM analiz sonuçları	73
Şekil 6.8. C2 kodlu deney numunesi SEM analiz sonuçları	74
Şekil 6.9. C2 kodlu deney numunesi SEM analiz sonuçları	74
Şekil 6.10. EDX analiz sonuçları.....	76
Şekil 6.11. EDX analiz sonuçları.....	73
Şekil 6.12. C0,8 XRD ölçüm verileri grafiği	78
Şekil 6.13. C2 XRD ölçüm verileri grafiği	78

TABLO DİZİNİ

	Sayfa
Tablo 1.1. İncelenen akademik çalışmalarda Al bazlı malzemelerin sinterleme parametreleri.....	5
Tablo 2.1. Tozların önemli özellikleri ve etki ettiği bazı faktörler.....	24
Tablo 3.1. Saf alüminyuma ait özellikler	42
Tablo 3.2. Alüminyum metaline eklenen çeşitli alaşım elementlerinin fiziksel ve mekanik özellikler üzerindeki etkileri	43
Tablo 4.1. Grafene ait fiziksel özellikler.....	47
Tablo 5.1. Çalışmada kullanılan grafen tozunun özellikleri	52
Tablo 5.2. Deney numunelerinin üretilmesinde kullanılan parametreler.....	57
Tablo 5.3. Üretilen deney numunelerine verilen kodlar	58
Tablo 6.1. Deney numunelerinin teorik, ölçülen ve yüzde yoğunlukları.....	65
Tablo 6.2. Deney numunelerinin ortalama yüzey pürüzlülüğü değerleri	66
Tablo 6.3. Deney numunelerinin sertlik değerleri	67
Tablo 6.4. Deney numunelerinin aşınma sonrası ağırlık kayıpları.....	68

TEŐEKKÜR

Yüksek lisans eğitiminin boyunca ve tez çalışmamın hazırlanması sürecinde bana her anlamda destek olan; bilgi, görüş ve deneyimleri ile yol gösteren danışman hocam Sayın Doç. Dr. Uğur ÇAVDAR'a, deneysel çalışmalarımda yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen Sayın Yük. Mak. Müh. Ayberk ALTINTAŐ'a, SEM cihazı konusunda her türlü imkan ve desteęi veren Sayın Elif AKHÜSEYİN YILDIZ'a, akademik çalışmalarıma zaman ayırabilmem konusunda desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen, mesleki kariyerime devam etmekte olduğum kuruluş olan Skyline Teknik Eğitim A.Ő.'nin yönetici personellerine ve öğrenim hayatım boyunca beni maddi ve manevi olarak destekleyen ve hep yanımda olan aileme yürekten teşekkür ederim.

Onur AKKURT
Manisa, 2017



ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

Soğuk Preslenmiş Alüminyum-Grafen Nanoplate Tozlarının Geleneksel Metot İle Sinterlenmesi Ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi

Onur AKKURT

Manisa Celal Bayar Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makina Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Uğur ÇAVDAR

Toz metalurjisi (T/M), metal ve seramik tozlarının yüksek basınç ve sıcaklık yardımıyla katı ve dayanıklı parçalar haline getirilmesi yöntemi olarak ifade edilir.

Bu doğrultuda, yapılan çalışmada alüminyum ve grafen tozları, farklı birleşim oranlarında karıştırılmış ve geleneksel metot ile sinterlenmiştir. Farklı birleşim oranlarında toz karışımları elde etmek için alüminyum tozu içerisine ağırlıkça % 0,1, % 0,2, % 0,3, % 0,4, % 0,5, % 0,6, % 0,8, % 1 ve % 2 oranlarında grafen tozu eklenmiştir. Toz karışımları homojen bir dağılım elde etmek için V-tipi karıştırıcıda 35 d/dak'lık devirle 2 saat boyunca karıştırılmıştır. Toz karışımları tek eksenli ve tek tesirli presleme cihazında 400 MPa basınç altında soğuk presleme yöntemi ile preslenmiştir. Sinterleme işlemi 620°C sıcaklıkta, 1 saat süre ile argon gazı altında gerçekleştirilmiştir. Sinterleme atmosferi olarak argon gazının tercih edilmesinin nedeni, argon gazının nötr bir atmosfer ortamı oluşturabilmesinden kaynaklanmaktadır.

Deney numunelerinin üretilmesinden sonra alüminyum içerisindeki ağırlıkça grafen tozu artışının sinterleme parametreleri ile beraber, elde edilen kompozitin mekanik özelliklerinde nasıl değişimlere yol açtığını belirlemek amacıyla yoğunluk, yüzey pürüzlülük, aşınma sonrası ağırlık kayıpları ve sertlik değerleri belirlenmiştir. Ayrıca deney numunelerinin mikroyapılarında meydana gelen değişimleri görmek için SEM, EDX ve XRD analizleri yaptırılmış ve elde edilen sonuçlar irdelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Toz metalurjisi, alüminyum, grafen, sinterleme, kompozit

2017, 94 sayfa

ABSTRACT

M.Sc. Thesis

Sintering By Conventional Method Of Cold Pressed Aluminum-Graphene Nanoplatelets Powders and Investigation Of Their Mechanical Properties

Onur AKKURT

**Manisa Celal Bayar University
Graduate School of Applied and Natural Sciences
Department of Mechanical Engineering**

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Uğur ÇAVDAR

Powder metallurgy (PM) is defined as a method of making metal and ceramic powders turn into solid and durable parts with the help of high pressure and temperature.

In the study conducted in this direction, aluminum and graphene powders were mixed with different combination ratios and sintered by the conventional method. In order to obtain powder mixtures with different combination ratios, it is preferred to use at a rates of 0,1 %, 0,2 %, 0,3 %, 0,4 %, 0,5 %, 0,6 %, 0,8 %, 1 % and 2 % graphene powder was added into the aluminum powder. The powder mixtures were stirred for 2 hours at a speed of 35 rpm in a V-type mixer to obtain a homogeneous dispersion. Powder mixtures were pressed by cold pressing method under pressure of 400 MPa in single axis and single effect pressing device. Sintering was carried out at 620°C for 1 hour under argon gas. The reason why the argon gas is preferred as the sintering atmosphere is that argon gas can form a neutral atmospheric environment.

After the production of the test samples, density, surface roughness, weight loss after abrasion and hardness values were determined in order to determine how the graphene increase by weight in aluminum leads to changes in the mechanical properties of the resulting composite together with the sintering parameters. In addition, SEM, EDX and XRD analyzes were performed to see the changes in the microstructures of the test samples and the results obtained were examined.

Keywords: Powder metallurgy, aluminum, graphene, sintering, composite

2017, 94 pages

1. GİRİŞ

Toz metalurjisi (T/M) yöntemiyle üretilen metal esaslı makine parçalarının kullanımı sanayi üretimlerinde gittikçe yaygınlaşmıştır. Toz metalurjisi, çeşitli üretim süreçlerinin yardımıyla farklı boyut ve biçimlerde şekillendirilebilme özelliğine sahip metal tozlarını dayanıklı ve istenilen özelliklere sahip parçalara dönüştüren modern bir üretim yöntemidir. Bu parçalar, genellikle ısıl işlem yapılmadan sinterlenmiş halde kullanılmaktadırlar [1].

Toz metalurjisi, metal tozlarının üretimi ve bu tozların mekanik ve ısıl işlemler yardımıyla birleştirilmesi işlemidir. Günümüzde toz metalurjisi yöntemiyle parça üretimi yaygın olarak kullanılmakta ve giderek bilinen üretim yöntemlerinin yerini almaktadır. Alüminyum ve alüminyum alaşımları da düşük yoğunlukları, yüksek dayanımları, kolay işlenebilirlikleri, yüksek ısı ve elektrik iletkenliğine sahip olmaları gibi özelliklerinden dolayı geniş bir uygulama ve kullanım alanı bulmaktadırlar. Alüminyum alaşımları özellikle otomotiv ve havacılık endüstrisinde tercih edilmektedirler. Otomotiv endüstrisinde kullanılan ve toz metalurjisi ile üretilen parçalar dişlilerde, çarklarda ve bağlantı millerinde yaygın olarak tercih edilmektedir. Daha önce üretilen birçok parça için geleneksel olarak demir tozu tercih edilirken son dönemde ağırlık avantajı dolayısıyla alüminyum alaşımlarının kullanımı giderek yaygınlaşmaktadır. Genel olarak, alüminyum tozunun sinterlenmesinin zorluğundan ve özelliklerinin de zayıflığından söz edilebilir; ancak bazı elementlerin ilave edilmesi ile alüminyum tozlarının preslenmesi ve sinterlenmesi kolaylaşmaktadır. Bu nedenle alüminyum alaşımlarının, preslenmesi ve sinterlenmesine bağlı olarak elde edilen mukavemet ve yoğunluk değerleri geliştirilebilmektedir [2].

Toz metalurjisinin en ayırt edici özelliği ise metal esaslı parçaların ergitme işlemi yapılmadan toz malzemeler kullanarak ihtiyaca uygun bir şekilde istenilen boyutlarda şekillendirilmesidir [3].

Sinterleme işlemi ise toz metalurjisi yönteminin en kompleks konusudur. Bununla beraber sinterleme işlemi yüksek performanslı bir parça elde edilmesini sağladığı için toz metalurjisinin en önemli tekniğidir [4].

Sinterleme, yüksek sıcaklıklarda toz parçacıklarını/partiküllerini birbirine bağlayan ve malzemenin mukavemet değerinin artmasını sağlayan ısıl işlemdir. Bu işlem ergime noktası altındaki sıcaklıklarda katı-hal atom taşınım olaylarıyla meydana getirilebilir. Mikroyapısal ölçeklerde incelenirse bu birleşmenin partiküller arasında gerçekleşen boyun verme oluşumuyla gerçekleştiği görülebilir. Böylece boyun büyümesi meydana gelir. Bu boyun büyümesi ile malzemenin özelliklerinde değişimler meydana gelebilir [5].

Avşar ve ark. [6] yaptığı çalışmada, toz alaşımlarının ve toz tane boyutlarının dayanımları incelemiş ve bağ dayanım değerlerinin 50 ile 270 MPa arasında değiştiğini görmüşlerdir.

Garbiec ve ark. [7] alüminyum ve alümina tozlarını hacimce farklı oranlarda karıştırmıştır. Kullanılan tozlardan alümina metal esaslı yumuşak ve sünek bir malzeme iken alümina ya da alüminyum oksit sert ve gevrek bir malzemedir. Karıştırılan malzemeler vakum altında 2,5 dakika süreyle 50 MPa basınçla 600°C sıcaklıkta spark plazma sinterleme metoduyla sinterlenmiş ve alüminyumun mekanik özelliklerindeki değişimler incelenmiştir. Alüminyuma alümina eklendiğinde yapıdaki porozite oranı % 1,27 ile % 5,07 arasında değişen oranlarda artış göstermiştir. Ayrıca yoğunluk, sertlik ve gerilme mukavemetinde iyileşme meydana gelmiştir.

Rahimian ve ark. [8] farklı tane boyutlarına sahip alüminyum ve alümina tozlarını ağırlıkça % 0 ile % 20 arasında değişik oranlarda alümina içermek suretiyle karıştırmıştır. Karıştırılan tozlar tek eksenli preste 440 MPa basınç altında preslendikten sonra argon atmosferinde 500, 550 ve 600°C sıcaklıklarında 30, 45, 60 ve 90 dakika boyunca sinterlenmiştir. Sinterlenen numunelerin mikroyapıları, aşınma dayanımları ve diğer özellikleri incelenmiş ve alüminanın kompozit malzeme üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Alüminyumun yapısındaki alümina artışı kompozitin aşınma dayanımının arttırmaktadır. Ayrıca % 20 oranında sertlik artış meydana gelmiştir.

Kim ve ark. [9] Al-Si-Fe bazlı (Al-17Si-5Fe-2Cu-1Mg-1Ni-1Zr) toz metal alaşımını bir gaz atomizasyon prosesi kullanarak hazırlamışlar ve spark plazma

sinterleme metodu ile sinterlemiştirlerdir. Üretilen alaşımın mikroyapı, sıkışma deformasyonu ve diğer özellikleri incelenmiş; yapılan diğer çalışmalarla karşılaştırılarak yapıya eklenen alaşım oranlarının etkileri araştırılmıştır. Alüminyumun yapısına katılan farklı oranlarda farklı alaşımlar alüminyumun başta mukavemet olmak üzere yoğunluk ve mikroyapısında gelişmeler olmuştur.

7075 serisi Al alaşımına (% 90,57 Al, % 5,2 Zn, % 2,28 Mg, % 1,53 Cu, % 0,21 Cr, % 0,21 Fe) Wu ve ark. [10] ağırlıkça % 7,5 oranında B₄C ekleyip 20 MPa tek eksenli yüklemeye altında plazma aktif sinterleme metoduyla 450, 480, 510, 530 ve 540°C sıcaklıklarında 0-7 dakika bekleme süresinde sinterlemiştirlerdir. Sinterlenen numunelerin yoğunluk, mikroyapı ve mekanik özelliklerini incelemiştirler ve sıcaklığın ve bekleme süresinin kompozit malzemeye etkilerini belirlemiştirlerdir. Yapısına B₄C katılan alüminyum alaşımının mikroyapısı incelendiğinde artan sıcaklıkla birlikte gözenekliliğin azaldığı teyit edilmiştir. Ayrıca sıcaklığın artışıyla kompozit malzemenin yoğunluğu % 96,65'ten % 99,18'e çıkmıştır. Farklı oranlarda karışan Al-SiC-B₄C kompoziti sinterlenirken incelendiğinde 700°C'de Al₈B₄C₇ ile 1000°C'de AlB₁₂ fazları iyi bir şekilde görülmüştür.

Rodriguez ve ark. [11] alüminyumun yapısına ağırlıkça % 0,5, % 1 ve % 1,5 oranlarında Zr eklemiş ve 625°C sıcaklıkta farklı bekleme sürelerinde (3 dakika, vakum altında, ayrıca 30 mbar dinamik nitrojen sıvısı altında ve 1 saat vakum altında) spark plazma sinterleme metoduyla sinterlemiştirlerdir. Üretilen numunelerin mekanik özellikleri Rodriguez ve ark. tarafından araştırılmıştır. Alüminyumun yapısına eklenen zirkonyum 1 saatte ve vakum altında spark plazma sinterlemeye tabi tutulduğunda sertlik ve akma dayanımı artarken sünekliği ve tokluğu da azalmıştır.

Alüminyumun yapısına Madej [12] tarafından farklı oranlarda (% 0, % 5, % 10 oranlarında) SiC eklenmiştir. Oluşturulan karışımlar 300 MPa basınç altında soğuk preslenmiş ve 580 ile 620°C sıcaklıkta sinterlenmiştir. Sinterlenen numunelerin mekanik davranışları incelenmiştir. Alüminyumun içine farklı oranlarda SiC eklendiğinde ve yüksek sıcaklıkta sinterlendiğinde daha iyi mekanik özellikler ve yoğunluk değeri elde edilmiştir.

Sahani ve ark. [13] tarafından SiC-B₄C yapısının içerisinde ağırlıkça % 5, % 10, % 20 oranlarında Al eklenmiş ve geleneksel sinterleme ile spark plazma sinterleme metoduyla sinterlenmiştir. Geleneksel yöntemle 1950°C sıcaklıkta argon atmosferi altında 30 dakika, spark plazma yöntemiyle 1300°C sıcaklıkta 50 MPa basınç altında 3 dakika boyunca sinterlenmiştir. Sinterlenen numunelerin sinterleme metotları ve içerdiği farklı oranlardaki Al oranlarına göre mekanik özellikleri karşılaştırılmıştır. Sahani ve ark. yaptığı çalışmada en iyi özellikler spark plazma sinterleme ile sinterlenen SiC-B₄C-10Al kompozitinde tespit edilmiştir.

Latief ve ark. [14] tarafından % 99 saflık oranındaki alüminyum tozunun içerisinde sırasıyla ağırlıkça % 1, % 3 ve % 5 oranlarında grafit eklenmiş ve 500 MPa basınç altında preslenerek deney numuneleri elde edilmiştir. Elde edilmiş olan numuneler 5 saat süreyle 400, 500 ve 600°C sıcaklıklarında sinterlenmiştir. Numuneler üzerinde yapılan deneyler ve incelemeler sonucunda; sinterleme sıcaklığının ve alaşım içerisinde eklenen grafit miktarı artışının alüminyum ve alaşımları için yoğunluk değerlerini düşürdüğü ancak basınç dayanımlarını arttırdığı, sıcaklık artışının atom difüzyonunun kolaylaştırdığı ve sertlik artışı sağladığı sonuçlarına ulaşılmıştır.

İncelenen akademik çalışmalarda Al esaslı toz metal malzemelerin sinterleme parametreleri aşağıda Tablo 1.1.'de verilmiştir.

Tablo 1.1. İncelenen akademik çalışmalarda Al bazlı malzemelerin sinterleme parametreleri

Referanslar	Presleme Basıncı ve Sinterleme Sıcaklığı	Sinterleme Süresi
Ref. [7]	50 MPa basınçta ve 600°C	2,5 dakika
Ref. [8]	440 MPa basınçta ve 500, 550,600°C	30, 45, 60 ve 90 dakika
Ref. [9]	-	-
Ref. [10]	20 MPa tek eksenli yüklemde 450, 480, 510, 530, 540°C	0-7 dakika
Ref. [11]	80 MPa tek eksenli yüklemde 625°C	3 dakika ve 30 mbar dinamik nitrojen sıvısı altında 1 saat
Ref. [12]	300 MPa soğuk preslemede 580 ve 620°C	1 saat
Ref. [13]	1300°C (SPS) ve 1950°C (GS)	30 dakika (GS), 5 dakika (SPS)
Ref. [14]	500 MPa basınçta 400, 500 ve 600°C	5 saat

Yapılan çalışmada; hızla gelişen, klasik ve bilinen üretim yöntemlerinin yerini alan toz metalurjisi yönteminde klasik sinterleme tekniği ile alüminyum-grafen nanoplate tozlarından imal edilen deney numunelerindeki mekanik özelliklerin değişiminin ve gelişiminin belirlenmesi amaçlanmaktadır.

Bu doğrultuda değişik birleşim oranlarına sahip alüminyum ve grafen nanoplate tozlarından soğuk presleme tekniği ile 10 farklı numune üretilmiş olup deney numunelerinin yoğunluk, yüzey pürüzlülük ve sertlik değerleri ile aşınma sonrası ağırlık kayıpları belirlenmiş ve karşılaştırılmalı olarak sunulmuştur. Ayrıca söz konusu deney numunelerinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri, EDX analizleri ve X-ışını kırınımı (XRD) deney sonuçları ayrıntılı olarak verilmiştir.

2. TOZ METALURJİSİ

Toz metalurjisi (T/M), metal ve seramik tozlarının yüksek basınç ve sıcaklık yardımıyla katı ve dayanıklı parçalar haline getirilmesi yöntemi olarak ifade edilebilir. Kısaca çeşitli toz malzemelerden istenilen şekil ve özelliklere sahip ürünlerin üretilmesi tekniğidir [15].

Toz metalurjisi yönteminde, toz parçacıkları bir araya getirilir, özellikleri kontrol edilir, talep edilen şekle göre sıkıştırılır ve belirli ve yüksek bir sıcaklık değerine kadar ısıtılıp parçacıklar arasında bağ oluşumu sağlanarak güçlü bir ürün elde edilir [16].

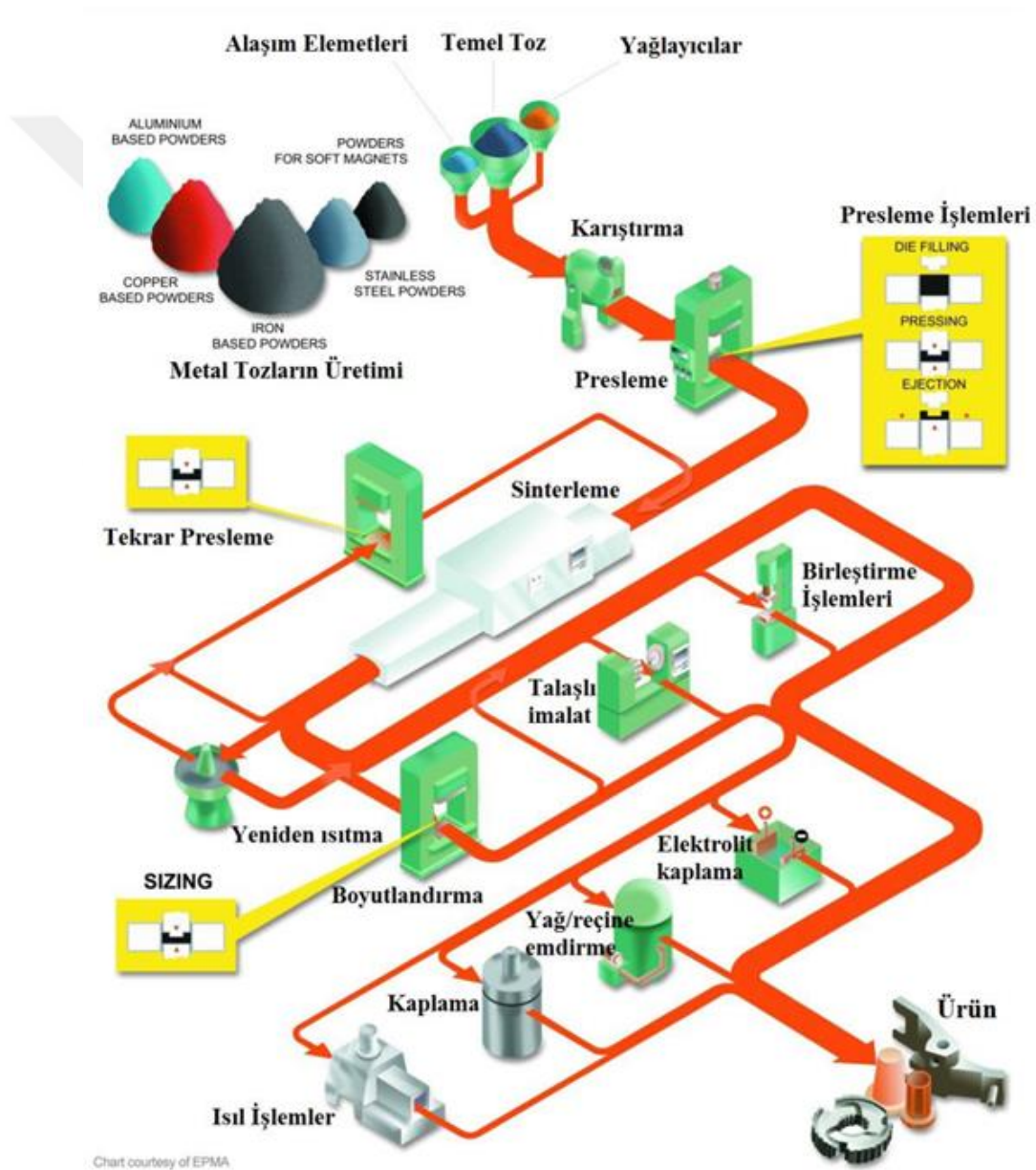
Toz metalurjisi tekniği yardımıyla döküm, kaynak, talaşlı imalat ve plastik şekil verme gibi geleneksel yöntemlerle üretilmesi zor ve hatta imkânsız olan çeşitli alaşımlar kolaylıkla yararlı birer ürün haline getirilebilmektedir. Ergime sıcaklığı çok yüksek olan molibden, tungsten ve platin gibi metallere parça üretiminde yaygın bir şekilde T/M yöntemi tercih edilmektedir. Aynı zamanda bu yöntemin kullanılmasıyla döküm ve talaşlı imalat işlemlerinde oluşan kayıplar önlenmektedir. Toz metalurjisi, bahsedilen kayıpları önlemesi ve gereken işçilik saatinin az olması bakımından ekonomik bir üretim sağlamaktadır [15].

T/M yönteminde işlem sırası, toz şeklindeki malzemelerin preslenerek ön şekillendirilmesi ve daha sonra yüksek sıcaklıklarda ve koruyucu bir atmosfer altında sinterlemesi şeklindedir. Sinterleme sırasında preslenmiş olan tozlar yayınma bağı ile bağlanarak parça mukavemetinde artış sağlanır. Bu yöntemde kaliteli bir üretim sağlanabilmesi, metal tozlarının saflık derecesine, bir başka deyişle tozların kalitesine bağlıdır. Kullanılan metal tozlarının boyutları mikrometre seviyesindedir. Presleme işlemi oda sıcaklığında (soğuk presleme ile) ve bazen de yüksek sıcaklıklarda (sıcak presleme ile) yapılır. Sinterlenmiş parçaların yoğunluğunu, boyut ve biçim uyumunu/hassasiyetini arttırmak amacıyla yeniden presleme işlemi uygulanabilir. İstenirse presleme sonrasında sinterleme işlemi de tekrarlanarak hem presleme sırasında oluşan artık gerilmeler giderilir hem de yayınma bağı kuvvetlendirilebilir. Bazı durumlarda sinterlenmiş parçalara plastik şekil verme yöntemleri de uygulanabilir. Toz metalurjisi ile üretilen parçaların büyük kısmında elde edilen boyut

hassasiyeti ve yüzey kalitesi talaşlı işlem gibi ilave işlemlere olan ihtiyacı ortadan kaldırmaktadır [1].

Toz metalurjisi ile parça üretimi, üretilen tozların karıştırılması, tozların preslenmesi, sinterleme ve isteğe bağlı yağ emdirme, çapak alma gibi işlemler olmak üzere belirli aşamalardan oluşur.

Bu yönteme ait üretim basamakları aşağıda Şekil 2.1.'de gösterilmiştir.



Şekil 2.1. Toz metalurjisi yöntemiyle parça üretimi akış şeması [18]

Toz metalurjisi yönteminin çeşitlilik, malzeme tasarrufu, karmaşık şekillerde parça üretimi, mikroyapısal ve kimyasal bakımdan üstün homojenlik gibi özelliklerinden dolayı yüksek teknoloji ihtiva eden malzemelerin üretiminde önemi giderek artmaktadır [16].

2.1. Toz Metalurjisi Yönteminin Uygulama Alanları

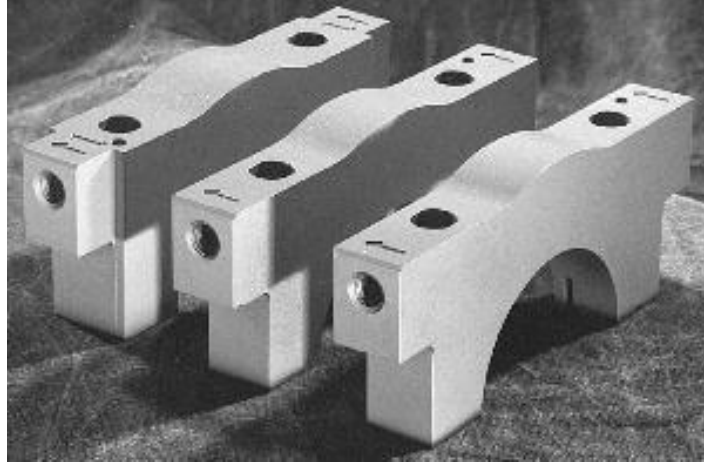
Toz metalurjisi, parça üretiminde çeşitli alanlarda kullanılabilir. Bunlar takım çelikleri, paslanmaz çelikler, süper alaşımlar, tungsten ve molibden gibi malzemelerin kullanılmasıyla üretilen aşınmaya dayanıklı parçalar, manyetik alaşımlar, bakır, alüminyum ve titanyum alaşımları, nükleer malzemeler olarak sıralanabilir [15].

Ayrıca toz metalurjisi yöntemi ile üretilen parçalara sürtünme altında çalışan yağlamalı yatak burçları, metalik filtreler, metal veya metal olmayan alaşımlar, mıknatıslar, elektrik ampullerindeki teller, tel çekme kalıplarının ağız yüzükleri, petrol kuyularındaki toprağı delmek için kullanılan matkap uçları, freze çakıları, torna kalemlerinin uçlarında kullanılan sert (elmas) uçlar, dişliler ve pompalar örnek olarak verilebilir [17].

Aşağıda verilmiş olan örnek resimlerde (Şekil 2.2. ve 2.3.'te), toz metalurjisi yöntemi ile üretilen çeşitli parçalara ait ürünler yer almaktadır.



Şekil 2.2. Toz metalurjisi yöntemi ile üretilmiş parça örnekleri [17]



Şekil 2.3. Toz metalurjisi yöntemi ile üretilmiş parça örnekleri [16]

2.2. Toz Metalurjisi Yönteminin Avantaj, Dezavantaj ve Sınırları

Toz metalurjisinin önemi, geleneksel üretim yöntemleri olan döküm, talaşlı imalat ve plastik şekil verme yöntemleri ile şekillendirilmesi oldukça zor olan çeşitli metal ve metal olmayan alaşım parçalarının kolaylıkla ve ekonomik bir şekilde ürün haline getirilebilmesinden kaynaklanmaktadır.

Toz metalurjisi diğer üretim yöntemleri ile karşılaştırıldığında aşağıda sıralanan avantajları ortaya çıkmaktadır [15]:

- Üretim hızı oldukça yüksek olup ihtiyaç duyulan işçilik süresi azdır. Bu yönden seri imalata uygundur.
- Karmaşık şekilli ve hassasiyet gerektiren parçalar kolaylıkla üretilebilir.
- Birbiri içinde çözünmeyen farklı karakterdeki malzemeler bir araya getirilerek üretim yapılabilir. Bu açıdan yoğunluk ve ergime noktasındaki farklılıklar nedeniyle başka yöntemlerle üretimi mümkün olmayan alaşımlar veya karışımlar bir diğer ifadeyle kompozitler imal edilebilir.
- Üretilen malzemeler üstün fiziksel ve mekanik özelliklere sahiptir. Üretilen parçaların tane boyutu küçük, çekme mukavemeti yüksek ve işlenebilirlik kabiliyeti yüksektir.
- Toz metalurjisiyle üretimde malzeme kaybı oldukça azdır. Döküm ve talaşlı imalat yöntemlerinde meydana gelen malzeme kaybı düşünüldüğünde büyük ölçüde malzeme tasarrufu sağlar. Ergitme kayıpları yoktur.

- Toz metalurjisi ile üretilen parçalara genellikle talaşlı imalat gibi ek işlemler gerekmez.
- Üretimin hızlılığı, malzeme israfı ve işçiliğin az olması nedeniyle ekonomik bir üretim sağlar.
- Dar toleranslarda düzgün yüzeyli parçalar üretilebilir.
- Aşınma dayanımını arttırmak için gözeneklere yağ emdirilebilir.
- Hızlı katılaştırılmış toz üretimi yapılabilir.

Toz metalurjisi, yukarıda sıralanan avantajların yanında aşağıda belirtilen bazı dezavantajlara da sahiptir [15]:

- Mikroyapı içerisinde gözeneklerin bulunmasından dolayı bazı yöntemlere göre bazen düşük mekanik özellikler elde edilebilir. Üretilen parçaların mekanik ve fiziksel özelliklerini iyileştirmek için ek işlemler gerekebilir.
- Üretim için gerekli olan kalıpların üretim maliyetleri yüksektir.
- Kalınlık/çap oranı çok büyük olan parçaların üretiminde zorluklar vardır. Parça boyutları, pres kapasitesinin belirlediği sınırlarda olmak zorundadır. Aynı zamanda homojen yoğunlukların elde edilebilmesi için parça boyutlarında sınırlamalar olmaktadır.
- Preslenen parçaların geometrisinin kalıptan bozulmadan çıkabilecek şekilde olması gerekmektedir.
- Presleme aşamasında heterojen basınç dağılımı nedeniyle parça kesiti boyunca yoğunluk ve özelliklerde farklılıklar görülebilmektedir.
- Metal tozları ingot/külçe halindeki malzemelerden daha pahalıdır.
- Seri üretim yapılmazsa üretim ekonomik değildir.
- Boyut toleransları talaşlı işleme göre biraz daha azdır.

Toz metalurjisi yönteminde uygulanan presleme ve sinterleme işlemleri ile birçok metalde teorik yoğunluğun ancak % 80'ine ulaşılabilir. Yeniden presleme ile teorik yoğunluğun ancak % 90'ı ve daha üstüne çıkarılabilir. Ayrıca elde edilebilen en büyük yoğunluk parçanın boyutları ile biçimine de bağlıdır [1]. Genellikle 20 kg'a kadar toz metal parça üretimi yapılabilmektedir [15]. Bu durumlar toz metalurjisi yönteminin sınırlarını belirleyen önemli parametrelerdir.

2.3. Toz Üretim Yöntemleri

Metal tozlarının üretiminde kullanılan teknikler, tozların özelliklerini belirler. Tozun geometrik şekli üretim yöntemine bağlı olarak küreselden karmaşık şekle kadar çok farklı olabilmektedir. Aynı zamanda tozun yüzey durumu da üretim yöntemine göre değişiklik göstermektedir. Malzemelerin çoğu, özelliklerine uygun bir teknik kullanılarak toz haline getirilebilir [19, 20].

Toz oluşumunda amaç daha fazla yüzey alanına sahip küçük boyutlu partiküllerin oluşturulmasıdır. Metalik malzemelerin ergime sıcaklarının, reaksiyon, tutuşma ve soğuma hızlarının, özgül ağırlıklarının, ısı iletkenliklerinin farklı olması farklı toz üretim yöntemlerinin ortaya çıkmasına neden olmuştur [18].

Birçok toz üretim tekniği arasından, ticari olarak şu teknikler yaygın olarak kullanılmaktadır:

- Mekanik yöntemler
- Kimyasal yöntemler
- Elektroliz yöntemi
- Atomizasyon yöntemleri

2.3.1. Mekanik Yöntemler

Mekanik yöntemlerde temel amaç enerji kullanarak serbest yüzeylerin oluşturulmasıdır. Toz üretimi, serbest yüzeylerin enerji kullanılarak ortaya çıkartılması ve bunun sonucunda parçacık diye nitelenen küçük boyutta malzemelerin üretilmesi işlemidir; ancak toz üretim yöntemlerinin neredeyse hepsinde üretim için kullanılan enerji, oluşan yeni yüzeylerin ihtiyaç duyduğu enerji miktarından daha fazladır. Bir başka deyişle toz üretimi düşük verimli bir imal sürecidir [21].

Günlük hayatımızda kolayca edinebileceğimiz neredeyse tüm malzemeler toz formunda üretilirler. Malzemenin niteliklerine bağlı olarak ve maliyetler göz önünde bulundurularak en uygun üretim metodu belirlenmelidir [21].

Mekanik yöntemlerle yapılan toz üretimi dört ana başlıkta ele alınabilir [21]:

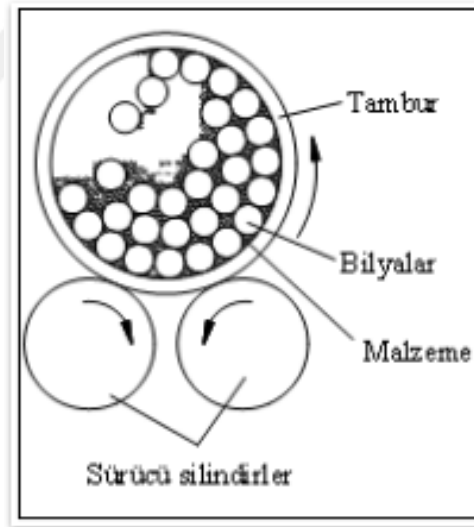
1. Darbe (vurma) yardımı ile toz haline getirmek,

2. Öğütme ile toz haline getirmek,
3. Kırpma (kesip kopartmak) ile toz üretimi ve
4. Basma (ezmek, ufalamak) ile toz üretimi.

Vurma veya darbe yardımı ile toz üretimi kütleli parçacıkların küçük tanelere ayrıştırılmasında hızlı ve etkili bir yöntemdir.

Öğütme ile toz üretimi, toz haline getirilecek olan malzemenin cinsine bağlı olarak seçilmiş olan öğütme bilyaları kullanılarak bunların yüksek enerjili bir sistemde birbirleri ile çarpıştırılmaları sonrası parçacıkların parçalanarak ufalanması ilkesine dayanmaktadır. Gevrek yapıdaki alaşımlar mekanik olarak bilyalı değirmenlerde öğütülmek suretiyle toz haline getirilmektedirler.

Aşağıda Şekil 2.4.'te bilyalı öğütme işleminin teorik şekli verilmiştir.



Şekil 2.4. Bilyalı öğütme [1]

Kırpmak veya kesip kopartma ile toz üretimi ise daha çok talaşlı imalatta olduğu üzere kesici bir takımın malzeme yüzeyinden kaldırdığı talaşların kullanılması ilkesine dayanmaktadır [21]. Bu yöntemle tornalama, frezeleme ve taşlama gibi talaş kaldırma teknikleri kullanılarak çok iri ve karmaşık tozlar üretilir. Üretilen tozlar, öğütülerek ince tozlar haline getirilebilir. Toz özelliklerinin kontrolündeki zorluk

oksitleme, yağlanma, kir tutma ve diğer malzeme hurdaları ile karışarak kirlenme problemleri olabilir. Yüksek karbonlu çelik tozları bu yöntemle üretilir [22].

Son olarak özellikle gıda sektöründe uygulanan ezme ilkesine dayalı basma kuvveti etkisi ile toz üretiminin gerçekleştirilmesidir. Mekanik yöntemler ile toz üretiminde yukarıda belirtilen birkaç yöntem veya tümü etkili olabilmektedir.

2.3.2. Kimyasal Yöntemler

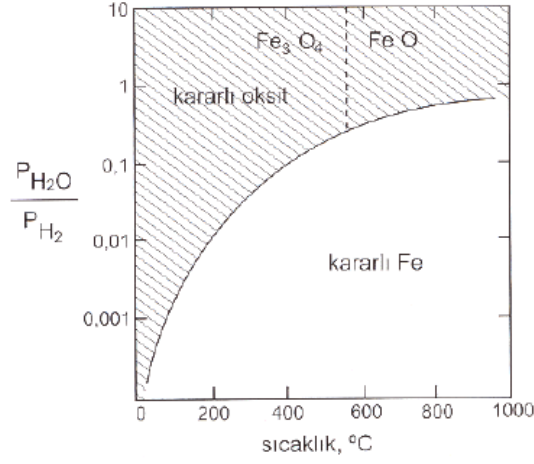
Metal tozlarının kimyasal yöntemle üretimi, metal oksitlerin (demir, bakır, tungsten, molibden, nikel ve kobalt) karbonmonoksit (CO) veya hidrojen (H) gibi gazlarla oksitlerinden kimyasal olarak indirgenmesidir [20].

Çok değişik kimyasal teknikler olmakla birlikte toz üretimi genel olarak katı, sıvı ve gaz fazı reaksiyonları sonucunda gerçekleştirilir. Metal tozu üretim teknikleri arasında en klasik olanı oksit redüksiyonu ile üretimdir. Proses, manyetik separatörden geçirilmiş demir oksit gibi saf bir oksit ile başlar. Bu tür oksitler genel olarak öğütme ile kolayca daha küçük boyutlara indirgenir. Oksit, grafit ve kireç taşı gibi indirgeyiciler ile karıştırılır ve ısıtılır. Öğütülmüş oksit doğrudan hidrojene maruz bırakılırsa da indirgenme olayı gerçekleşir. Oksit redüksiyonu, CO veya H gibi redükleyici gazların kullanımı ile termokimyasal reaksiyonlar sonucunda gerçekleşir. Oksitlerin indirgenmesi hem termodinamik hem de kinetik olduğundan sıcaklık önemlidir [18].



Oksidin indirgeyici gaza kararlılığını ve termodinamik bir kapalı sistemde ürünün indirgeyiciye son derişim oranını denge sabiti (K) belirler.

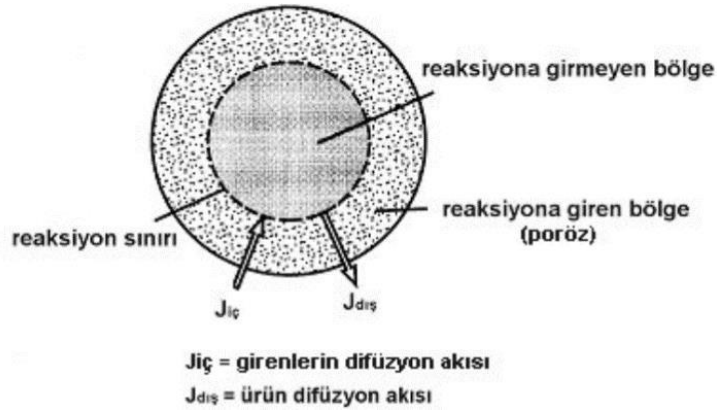
Şekil 2.5.'te denge sabiti ve sıcaklığa bağlı olarak FeO kararlılığını gösteren diyagram verilmiştir.



Şekil 2.5. Denge sabiti (K) ve sıcaklığa bağlı olarak FeO kararlılığı [18]

Denge çizgisinin altında metal kararlıdır ve indirgenme bu alanda olur. İçinde FeO ve H₂ bulunan kapalı ve ısıtılmış bir kaptaki tepkime denge noktasına kadar devam eder ve durur. Eğer ortamda oluşan su sürekli uzaklaştırılırsa FeO indirgenmesi devam eder. Kinetik açısından bakıldığında redükleyici gaz redüklenen metal üzerine yavaş bir şekilde nüfuz eder.

Aşağıda kimyasal yöntemde parçanın reaksiyon durumu Şekil 2.6.'da verilmiştir.



Şekil 2.6. Kimyasal yöntemde parçanın reaksiyon durumu [18]

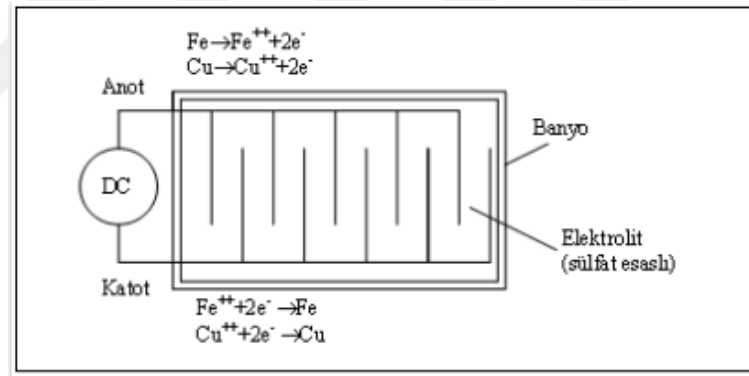
Şekilde gösterildiği gibi redüksiyon reaksiyonu eşzamanlı gerçekleşen birçok sürece bağlıdır. Saf metal oluşturmak için gazın etkileşimi ile oksit ara yüzeyi içe

dođru hareket eder. Dolayısıyla gaz, oksit redüklemek için malzemenin daha iç kısmına dođru nüfuz etmelidir. Redüksiyon hızı, iç kısma difüze olan gazın hızı, dışarı dođru difüze olan ürünlerin hızı veya ara yüzeyde meydana gelen kimyasal reaksiyonun hızı ile sınırlandırılır. Genellikle difüzyon adımlarından biri reaksiyon hızını belirler [18].

2.3.3. Elektroliz Yöntemi

Elektroliz yönteminde, oksitlerden oluşan tozlar katoda akım vermek suretiyle elektrolitik banyoda çökertilir ya da iyi kırılabilme özelliđi ile katotta toplanır. Banyo teknesi kurşun kaplıdır. Elektrolitik olarak bakır sülfat ve sülfürik asit kullanılır. Anot bakır, katot ise antimonlu kurşundur. Elektroliz yöntemi ile genel olarak bakır tozları üretilir [23].

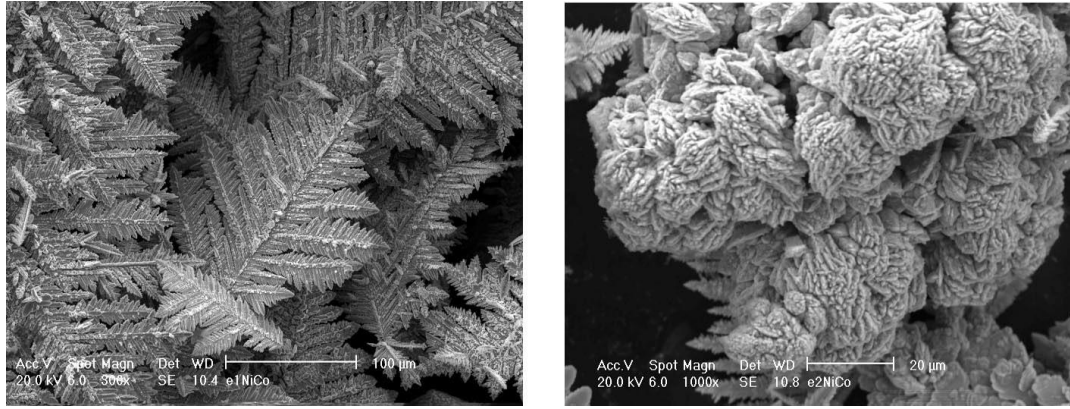
Şekil 2.7.'de elektroliz yöntemi ile toz üretimi şematik olarak gösterilmiştir.



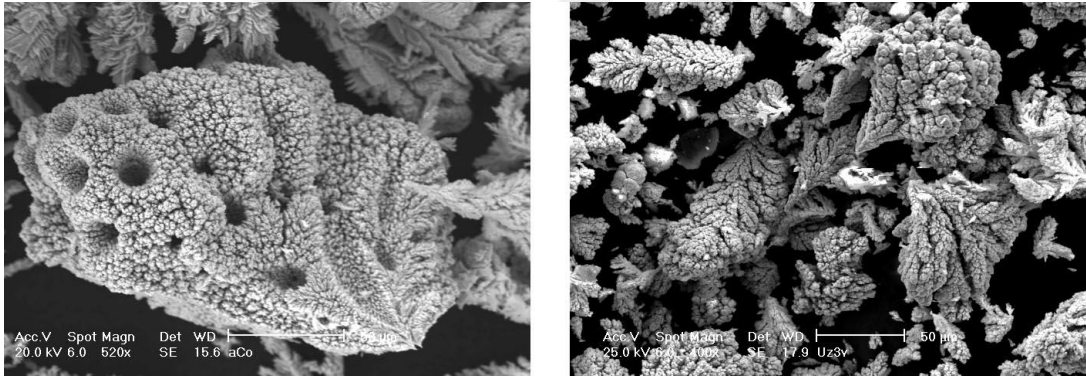
Şekil 2.7. Elektroliz ile toz üretimi [24]

Elektroliz yönteminde, elektrolitik banyoda çökertilen veya katotta toplanan metal kolaylıkla öğütülerek ince toz haline getirilir ve üretilen tozlar yıkanarak elektrolitten iyice temizlenir. Kurutma asal gazlar altında yapılarak oksitlenme önlenir. Elektroliz sırasında oluşan parçacıklar dentritik bir yapı gösterebilirler de daha sonraki işlemlerle bu yapı kaybolur. Elektrolitik tozların en büyük avantajı yüksek saflık dereceleri ve dolayısıyla iyi sıkıştırabilme özelliklerine sahip olmalarıdır [25].

Şekil 2.8. ve Şekil 2.9.'da elektrolitik olarak üretilmiş nikel ve kobalt tozlarının SEM görüntüleri verilmiştir.



Şekil 2.8. Elektrolitik olarak üretilmiş nikel-kobalt tozlarının dentritik morfolojisi [19]



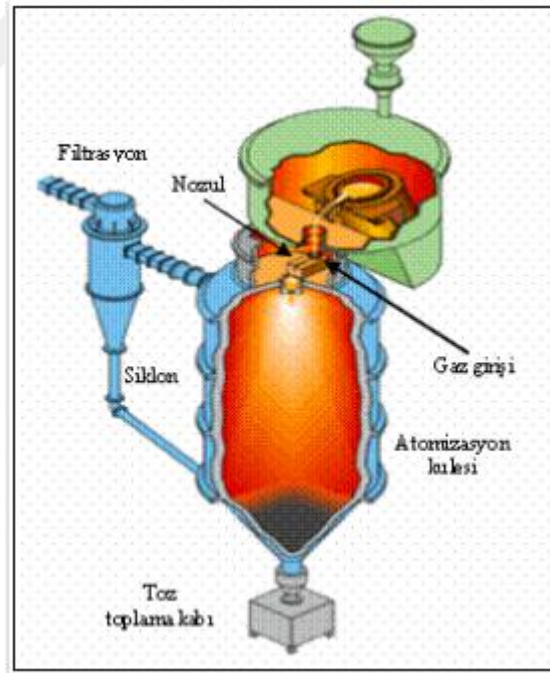
Şekil 2.9. Elektroliz ile üretilmiş kobalt ve nikel tozlarının morfolojisi [19]

2.3.4. Atomizasyon Yöntemleri

Atomizasyon, bir sıvı demetinin farklı boyutlardaki çok sayıda damlacıklara ayrılmasıdır. Temel prensip, bir potanın dibindeki delikten akmakta olan ergimiş metalin üzerine bir nozül yardımıyla yüksek basınçlı gaz veya sıvı püskürtülmesidir. Hava, azot veya argon sıklıkla kullanılan gazlardır ve su ise genellikle tercih edilen sıvıdır. Burada gaz veya sıvı, eriyik haldeki metal demetini farklı boyutlarda çok sayıda damlacıklara ayırır. Damlacıklar daha sonra katılarak metal tozlarını oluştururlar [26].

Nozülün tasarım ve geometrisi, atomize eden akışkanın basınç ve hacmi, sıvı metalin akış çapı gibi parametreler değiştirilerek toz boyutu kontrol edilebilir. Tanecik şekli ise katılaşma hızıyla belirlenir. Katılaşma hızının yavaş olması ile küresel şekilli tanecikler elde edilirken, katılaşma hızının artmasıyla daha karmaşık şekiller elde edilebilir. Ticari olarak demir, takım çelikleri, alaşımlı çelikler, bakır, pirinç, alüminyum, kalay, kurşun, çinko ve kadmiyum tozlarının üretilmesinde kullanılır. Krom içeren alaşımlar gibi kolayca oksitlenen metallerde atomizasyon, argon gibi asal gazlar yardımıyla gerçekleştirilir. Atomizasyon yöntemi, alaşımı oluşturan tüm metaller ergimiş durumda tamamen alaşımlandığı için alaşımların toz halinde üretilmesinde faydalı bir yöntem olup hemen hemen aynı kimyasal bileşime sahip toz taneciklerinin elde edilmesini sağlar. Ergitilebilen bütün malzemeler atomize edilebilirler [15].

Aşağıda Şekil 2.10.'da bir düşey gaz atomizasyon ünitesinin şematik resmi verilmiştir.



Şekil 2.10. Düşey gaz atomizasyon ünitesi

Bu üretim yöntemi üç ana bölüme ayrılır:

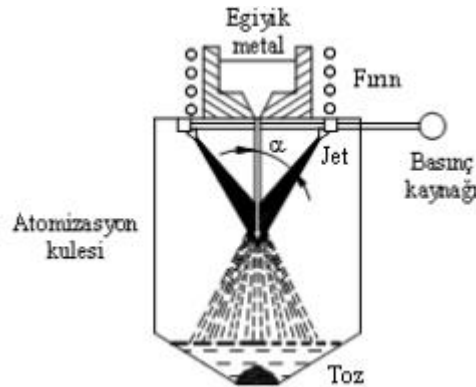
- Ergitme

- Atomizasyon
- Katılma ve soğuma

Bu işlemlerden sonra çoğu zaman yüzey oksitlerinin azaltılması, gazlardan uzaklaştırma ve toz boyutu dağılımı gibi ürünün istenen niteliklere getirilmesi için ek işlemler yapılmaktadır. Metal tozlarının üretiminde yaygın olarak kullanılan atomizasyon yöntemleri paslanmaz çelik, pirinç, demir, alüminyum, çinko, kalay ve kurşun gibi metal ve alaşımları için oldukça iyi sonuçlar vermektedir [27].

Ayrıca atomizasyon yöntemleri, alüminyum ve alaşımlarının toz üretiminde en yaygın şekilde kullanılan ve en ekonomik olan yöntemlerdir. Atomizasyon yöntemlerinden su atomizasyonu, sıvı metalin su jeti ile parçalanması, gaz atomizasyonu ise gaz jeti ile parçalanması olarak tanımlanır. Çevresel olarak yerleştirilmiş olan memelerde oluşan basınçlı su jetleri sıvı metali keserek parçalar. Oluşan damlacıklar tankın dibine doğru hareket ederken soğuyarak katılaşır ve dibine çöklerler. Su çok iyi bir soğutucu olduğundan, suyla atomizasyon tankları kısadır. Gazla atomizasyon da benzeri şekilde oluşur; ancak gazlar iyi soğutucu olmadıklarından gazla atomizasyon tankları daha uzundur [25].

Şekil 2.11.'de su atomizasyon işleminin şematik resmi gösterilmiştir.

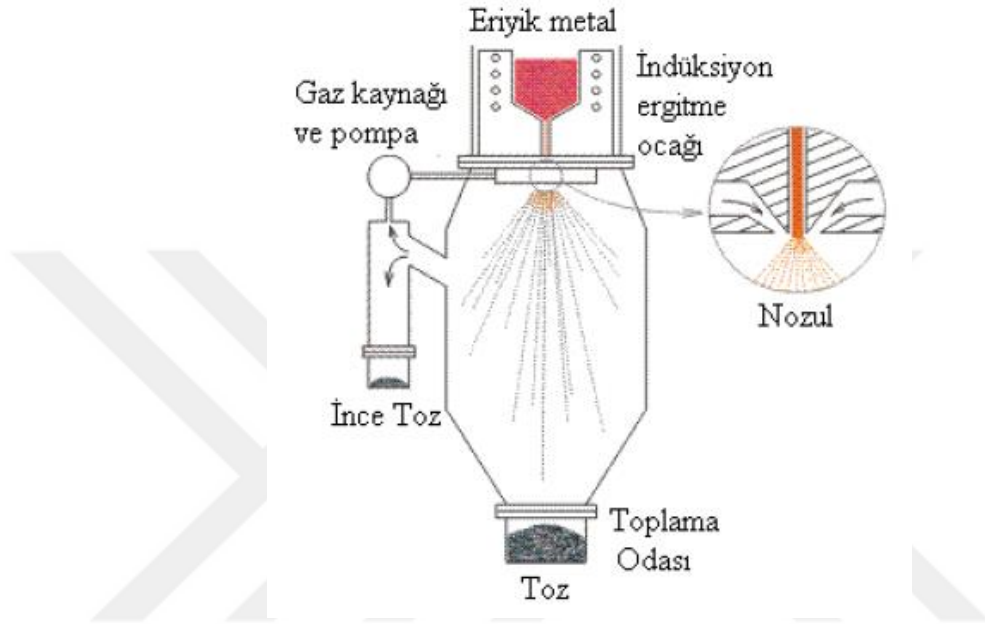


Şekil 2.11. Su atomizasyon işlemi [20]

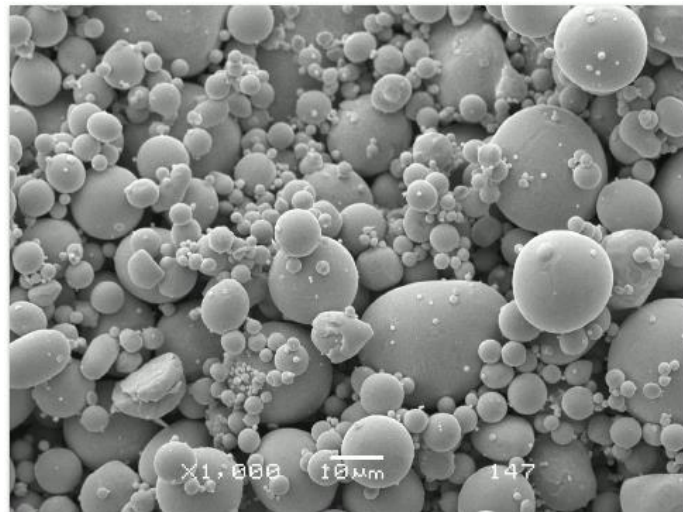
Gaz atomize tozlar küresel veya küresele yakın şekillidirler. Bu yöntemle üretilen tozların tane boyutu 20 – 300 µm arasındadır. Su atomize tozlar genel olarak

karmaşık şekilli olup bu tozların sıkıştırılabilirlikleri ve sıkıştırılma sonrası ham mukavemetleri yüksektir. Su atomizasyon yöntemiyle elde edilen tozların ortalama tane boyutu 30 – 1000 µm arasındadır.

Şekil 2.12.'de gaz atomizasyon işleminin şematik resmi gösterilmiştir.



Şekil 2.12. Gaz atomizasyon ünitesi şematik gösterimi [3]



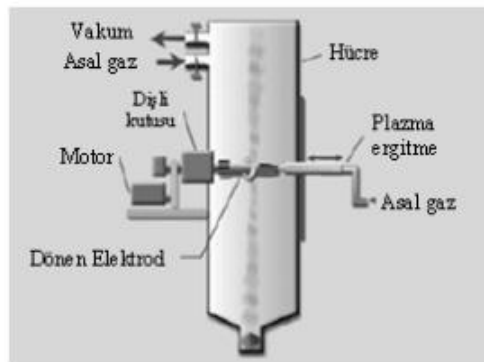
Şekil 2.13. Küresel şekilli gaz atomize kalay (Sn) tozlarının SEM ile elde edilmiş genel yüzey görüntüleri [33]

Eriyik metalden toz üretimi için merkezkaç kuvvetinin kullanılması olarak bilinen döner disk santrifüj atomizasyon yönteminde, sıvı metal dönen bir disk üzerine akıtılır. Disk üzerindeki set ve yarıklara çarpan sıvı metal parçalanarak saçılır. Saçılan metal parçacıklar soğutulur ve katılaşımları sağlanır [24, 27]. Şekil 2.14.'te döner disk atomizasyon yönteminin şematik resmi verilmiştir.



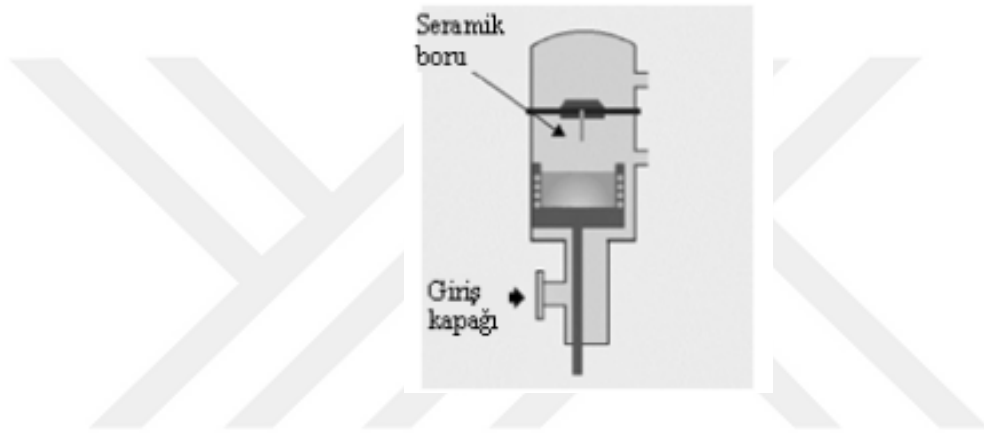
Şekil 2.14. Döner disk atomizasyon yöntemi [24]

Döner elektrot kullanılarak yapılan santrifüj atomizasyon yöntemi ise dönmekte olan elektrotun eriyen ucundaki sıvı metal damlaların atomize olması esasına dayanır [28]. Döner elektrot kullanılarak yapılan santrifüj atomizasyon yönteminde tozu elde edilecek metalden yapılmış elektrot ile erimeyen tungsten elektrot arasında ark oluşturulur. Eriyen elektrotun döndürülmesiyle elektrik arki altında oluşan damlacıklar savrulur ve parçalanır ve tankta toplanır. Oksidasyonu önlemek için toz toplama tankı helyum ya da argon gibi asal gazlarla doldurulur [24]. Döner elektrot yöntemiyle kobalt, krom ve titanyum alaşım tozları üretilmektedir [19].



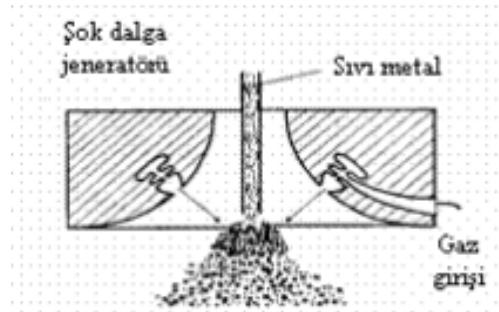
Şekil 2.15. Döner elektrot atomizasyon yöntemi [24]

Vakum atomizasyonu yöntemi, basınçlı gaz altındaki sıvı metale ani olarak vakum uygulanması sonucu gazın genişmesi ve metalin atomize olmasıyla gerçekleştirilen bir metottur [29]. Bu yöntemde silindirik bir tankın alt kısmında sıvı metal potası, üst kısmında da vakum atomizasyon odası bulunmaktadır. Vakum altındaki sıvı metal önce belirli bir sıcaklığa kadar ısıtılır ve bundan sonra bu bölüme hidrojen gazı doldurulur. Potadaki sıvı metalde hidrojen gazı çözüldükten sonra potayı yukarı taşıyan mil potayı yukarı iterek seramik boruyu potaya daldırır. Üst kısımda vakum olduğu için sıvı metal memeden geçerek parçalanır. Böylece metal ve alaşımlarından ince küresel tozlar üretilir [24].



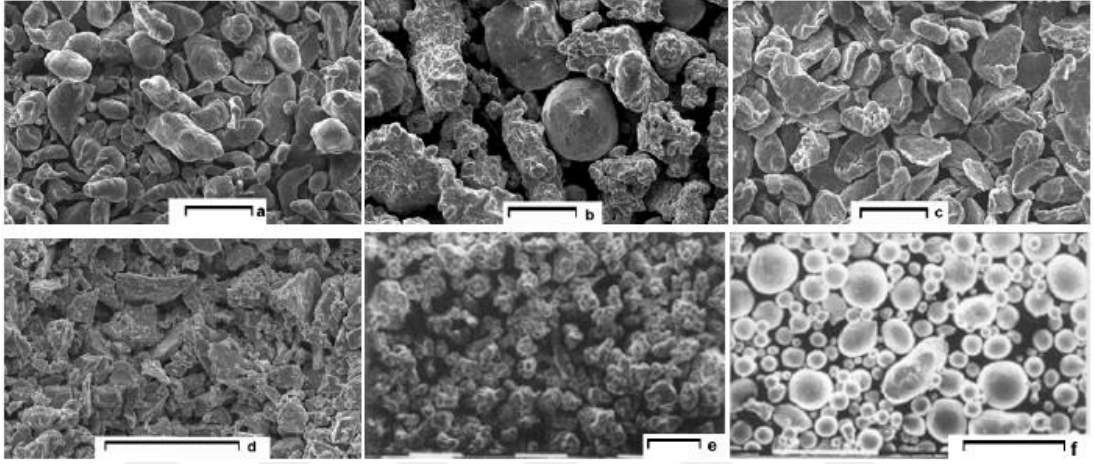
Şekil 2.16. Vakum atomizasyonu yöntemi [25]

Ultrasonik gaz atomizasyonu yönteminde ise yüksek basınçlı gaz rezonans boşluklarının birinden diğerine ivmelendirilerek ultrasonik ses dalgaları oluşturulur ve yüksek katılaşma hızına bağlı olarak çok ince ve küresel şekilli tozlar üretilir [30].



Şekil 2.17. Ultrasonik gaz atomizasyonu [31]

Atomizasyon yöntemleriyle bir tozun ortalama boyutu, toz boyutu dağılımı, toz şekli, yüzey kompozisyonu da dâhil olmak üzere kimyasal bileşimi ve mikroyapısı kontrol edilebilir. Bu temel özellikler, tozların ve bitmiş parçaların görünür yoğunluk, sıkıştırılabilirlik ve tokluk gibi özelliklerini belirler [31]. Bunların yanı sıra, atomizasyon yöntemlerindeki yüksek toz üretim hızı ekonomik olarak bir üstünlüktür. Her atomize partikül bir ön alaşım veya küçük bir kütük gibidir ve her partikülde bileşim aynıdır [19].



Şekil 2.18. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile görüntülenmiş ve atomizasyon yöntemleri ile elde edilmiş değişik tozların genel yüzey görüntüleri. a) alüminyum, b) bakır (sıvı atomizasyonu), c) magnezyum, d) titanyum, e) demir, f) bakır (gaz atomizasyonu). Ölçü çizgileri 100 mikronu (μm) göstermektedir.

2.4. Toz Karakterizasyonu ve Özellikleri

Toz parçacıkları tek bir taneden oluşurlar. Taneler düzenli kristal yapıda olabilecekleri gibi amorf yapıda da olabilirler. Taneler tek kristalli tek bir tane yapısında olabileceği gibi çok kristalli veya polikristal tane yapısına da sahip olabilirler. Toz taneleri bazen ikincil taneler oluşturabilirler. Bu ikincil tane oluşumuna aglomerasyon denir ve daha çok kontrol edilemeyen toz üretim süreçlerinde istem dışı oluşur. Aglomerasyon, birden çok parçacığın katı halde tek yapıda bir arada bulunmasıdır. Parçacıklar birbirlerine zayıf bağlanmış ise aglomere, güçlü bir şekilde bağlanmışlar ise sert-aglomere yani agreget denir [21].

Tozların karakterizasyonunda en önemli özellik toz boyutudur. Toz boyutu daima uzunluk birimi olarak belirtilir. Birçok metal ve seramik tozları bir mikrondan birkaç yüz mikrona kadar değişen ebatlarda bulunur. 40 µm altı tozlar elek altı tozlar olarak nitelendirilir ve bu tozların kuru olarak elenebilen minimum boyutudur [21]. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) gibi yüksek büyütme mikroskopları ile bu tür boyutta bulunan tozların karakteristik yapıları gözlemlenir [18]. Tozun boyutla ilgili özellikleri iki faktör ile belirlenir: birincisi geometrik olarak şekli ve ikincisi ise bu faktörün istatistiksel dağılımı yani toz boyutu dağılımıdır. Eğer boyut ile bağlantılı fiziksel bir tanımlama yapılabilecek ise toz şekli tanımlanabilir [21].

Tozları oluşturan parçacıkların şekli önemli bir özellik olup uluslararası standartlarda basit niteleyici karakterizasyonla dentritik, çubuksu, yassı-tabakamsı, lifsi, küresel, açılı, düzensiz şekilli ve granül olarak nitelendirilmiştir. Toz parçacıklarının şekli tozların akış davranışlarında görünür ve basma yoğunlukları ile paketlenebilirliklerini veya sıkıştırılabilirliklerini etkiler [21]. Görünür yoğunluk, belli bir hacimdeki gerçek toz kütesinin yoğunluğudur ve g/cm³ birimi ile ifade edilir. Pres kalıplarının tasarımında göz önüne alınması gereken en önemli toz özelliğidir. Görünür yoğunluk; toz şekline, tane büyüklüğüne ve metalin yoğunluğuna bağlıdır. Taneler küçüldükçe ve şekilleri küreselden uzaklaştıkça görünür yoğunluk azalır [25]. Sıkıştırılabilirlik, belirli bir metal tozu kütesinin basınç altında yoğunlaşma kabiliyetinin ölçüsüdür. Sıkıştırılabilirlik tozun şekillendirme sırasındaki davranışını belirlediğinden çok önemlidir. Bir toz kütesinin sıkıştırılabilirliği tozun sertliğine, şekline, tane büyüklüğüne dağılımına ve kullanılan yağlayıcılara bağlıdır [25].

Toz metalurjisi ile imal edilen parçaların özelliklerini büyük oranda bu parçaların imalinde kullanılan tozların sahip olduğu özellikler belirlemektedir. Bu nedenle tozların özelliklerinin önemi ve aldıkları rolün iyi anlaşılması ve bazı uygun niteleyici karakterizasyon metodlarının uygulanması önemlidir [21].

Toz özellikleri iki ana bölümde ele alınabilir [21]:

- Teknolojik özellikler (Toz akıcılığı, yoğunluk, sıkıştırılabilirlik).
- Fiziksel özellikler (Toz şekli, toz boyutu dağılımı, spesifik yüzey alanı, safsızlık).

Tozların fiziksel özelliklerinden olan toz şekli, toz boyutu dağılımı ve spesifik yüzey alanı tozların, görünür yoğunluğuna, sıkıştırılma işlemi sırasında kalıba akış davranışlarına, sıkıştırılabilirliğine ve sinterleme sonrası davranışlarına doğrudan etki etmektedir [21].

Aşağıda Tablo 2.1.'de tozların önemli özellikleri ve bunların etki ettiği bazı faktörler özetlenmiştir:

Tablo 2.1. Tozların önemli özellikleri ve etki ettiği bazı faktörler [21]

Özellikler	Etkisi
Tozun boyutu (parçacık boyutu)	Görünür yoğunluk
Boyut dağılımı	Akış davranışı
Toz şekli (parçacık şekli)	Görünür yoğunluk ve dayanım
Kimyasal kompozisyon	Sinterleme sonrası parça mukavemeti ve sıkıştırılabilirlik
Yüzey özellikleri	Sinterleme
Mikroyapı	Şekillendirilebilirlik ve tokluk

2.5. Tozların Şekillendirilmesi ve Toz Metalurjisi ile Parça Üretimi

Toz üretim yöntemleri ile toz haline getirilen metaller öncelikle üretilecek olan parçanın kullanım alanlarına, parçadan istenilen özelliklere ve mukavemet değerlerine bağlı olarak seçilir. Seçilen tozlara daha sonra çeşitli polimerler ilave edilir. Polimer katkısı ile tozlar hem şekillendirilmeye uygun hale getirilmiş olur hem de tozların preslendiği kalıbın yüzeyinin aşınması azaltılmış olur. Daha sonra tozlar yüksek basınçta preslenerek ya da düşük basınçta şekillendirilerek yoğunlaştırılır. Farklı basınçlar farklı polimer içeriklerini gerektirir [32].

İki grup polimer katkısı yaygın olarak kullanılır. Bunlar, kalıpta preslemede kullanılan ve takım aşınmasını azaltan yağlayıcılar ve büyük ölçüde toz şekillendirme teknolojilerinde ham dayanım sağlamak üzere kullanılan bağlayıcılardır. Yağlama yağlayıcının kalıp duvarına sürülmesi ile ya da doğrudan preslenecek toza katılması ile sağlanabilir [32]. Yağlayıcı kullanılmadığı zaman toz karışımı ile kalıp yüzeyi arasındaki sürtünme nedeniyle basınç dağılımındaki düzensizlik artar. Dolayısıyla preslenen parçada gerilme farklılıkları oluşur. Parçada oluşan bu gerilme farklılıkları ise sinterleme esnasında distorsiyonlara yol açar ve preslenmiş ürünü kalıptan

çıkarmak zorlaşır. Kullanılan yağlayıcı miktarı arttıkça parçayı kalıptan çıkarmak için gerekli kuvvet azalacaktır; ancak fazla miktarda yağlayıcı madde kullanıldığında sinterleme esnasında parça yüzeyinde kabarcıklar oluşur. Buna bağlı olarak yüzey kalitesi düşer [15]. Polimer ilavesinden sonra toz, üretilmek istenen parçaya uygun olarak şekillendirilir.

Tozları şekillendirmenin en yaygın yöntemi kalıpta sıkıştırma [32]; ancak tozların sıkıştırma veya presleme işlemine tabi tutulmadan önce etkin bir şekilde karıştırılması gereklidir. Karıştırma işleminin temel amacı toz karışımının homojen olmasını sağlamaktır. Değişik boyut, şekil ve yoğunluktaki tozların homojen olarak karışmaları üretilcek parçanın performansını arttırmaktadır [15].

Toz kütlesi içerisinde standart dağılımlar bulunmadığı zaman karıştırma işlemi öncesinde harmanlama yapılmalıdır. Düzenli boyut dağılımı elde etmek ve presleme ve sinterleme özelliklerini iyileştirmek için harmanlama işlemi önerilmektedir. Karıştırma ve harmanlamayı bazı faktörler etkilemektedir. Bunlar; tozların fiziksel karakteristikleri, nemlilik ve atmosfer koşulları, karıştırıcıdaki toz hacmi, karıştırma hızı, karıştırma süresi, karıştırıcı boyutları ve dönme hızıdır [15].

2.5.1. Tozların Şekillendirilmesi veya Preslenmesi

Metal tozlarından parça üretebilmek için tozları parçanın şekline göre biçimlendirebilmek ve tozlar arasında bir bağ oluşturmak gereklidir. Biçimlendirme yöntemleri parçaya istenilen şeklini verir; ancak gerekli mukavemet ancak pişirmeden sonra oluşur [25].

Sıkıştırma bir yük altında serbest yapıdaki toz partiküllerinin istenilen şekle dönüştürülmesi için yoğunluk kazandırma işlemi olarak tanımlanabilir. Tozların sıkıştırılmasındaki gaye ham yoğunluk ve dayanımın elde edilmesidir. Bu işlem için genellikle hidrolik, mekanik ve pnömatik presler kullanılmaktadır. Preslerin uyguladıkları basınç değerleri 70 - 900 MPa arasında olmakla birlikte pratikte kullanılan basınç değerleri genellikle 145 – 450 MPa arasındadır. Birçok halde preslemeden önce tozlar 400 – 800°C arasındaki bir sıcaklıkta ısıtma işlemine tabi tutulur. Böylece oksitler, rutubet, karbon, kükürt ve fosforun mümkün mertebe

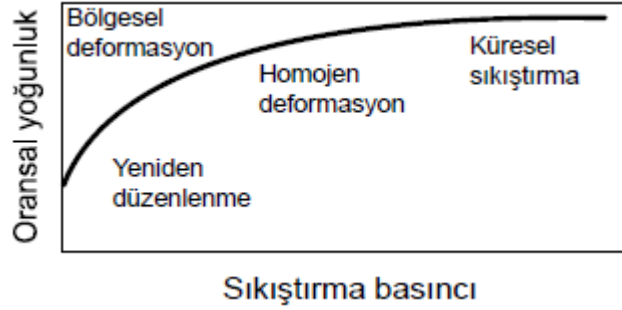
ortamdan uzaklaştırılması amaçlanır. Ayrıca ısıl işlem tozların sertliklerini de azaltır. Böylece tozların sıkıştırılabilme imkânı artar [18].

Metal tozlarının kalıpla şekillendirilmesinde tozun kalıp boşluğunu çok iyi ve tam olarak doldurması istenilmektedir. Tozlar kalıp içinde soğuk olarak sıkıştırıldığında, teorik yoğunluğa mümkün olduğunca yaklaşılması amaçlanır. Eşit presleme basıncına rağmen her metal tozunda presleme sonucunda ulaşılan yoğunluk, o malzemenin teorik yoğunluğuna göre çok farklıdır [15]. Bu farklılık kullanılan tozun türüne, tane boyutuna, yüzey durumuna ve presleme işleminden önce görmüş olduğu ön işlemlere bağlıdır. Malzeme ne kadar yumuşak ise sıkıştırılabilirliği de o derece yüksektir. Preslenebilirlik, toz tanelerinin preslemede esnasında kendi aralarındaki ve tanelerle kalıp arasındaki sürtünmeyle de yakından ilişkilidir [15]. Kalıp duvarlarının tozlardan çizilmemesi ve aşınmaması için çok sert olması gereklidir. Günümüzde genellikle sert metal kalıplar kullanılmaktadır [25].

Presleme işlemi esnasında toz partikülleri önce uygulanan kuvvet yönünde hareket ederler. Tozlar sıvılar gibi akma özelliğine sahip olan malzemeler olmadıkları için kalıp yüzeyi ile toz taneleri arasında oluşan sürtünme sonucu bir reaksiyon kuvveti gelişir. Bu kuvvet uygulanan kuvvete eşit veya eşite yakın bir değere ulaşıncaya kadar sıkışma aksel yönde devam eder. Daha sonra toz taneleri yatay yönde harekete başlarlar. Eğer basınç bir darbe şeklinde uygulanır ise maksimum yoğunluk zımbanın hemen altında meydana gelir ve zımba ile temas eden yüzeyden itibaren artan uzaklıkla birlikte azalır. Bu yüzden sıkıştırılan parça boyunca homojen yoğunluğun sağlanması amacıyla basıncın homojen bir şekilde transferi nadiren mümkündür. Çift etkili presler daha homojen bir yoğunluk dağılımı elde edilmesini ve daha kalın ürünlerin kalıplanabilmesini sağlarlar. Yoğunlaştırma veya sıkıştırma işleminde kenar duvarların sürtünmesi önemli bir faktör olduğundan presleme ile elde edilen yoğunluk kalıplanan parçanın kalınlığı ve genişliğinin bir fonksiyonudur. Homojen yoğunluk dağılımını sağlayabilmek için kalınlık/genişlik (t/w) oranı 2'den küçük olmalıdır. Kalınlık/genişlik oranı 2'den büyük olan ürünlerde yoğunluk parça içinde bir noktadan diğer bir noktaya değişiklik gösterebilir [1].

Aşağıda presleme anında uygulanan basınç ile yoğunluk değişimini gösteren basitleştirilmiş bir diyagramı verilmiştir. Bu diyagram birbirinden açıkça ayrılamayan

dört bölgeden oluşmaktadır. Yoğunlaşma hızı, presleme yoğunluğu arttıkça sürekli olarak azalmaktadır. Gözenek miktarı, reaksiyon sayısı ve temas alanı uygulanan basınç ile değişmektedir [15].



Şekil 2.19. Metal tozlarının sıkıştırılmasında yoğunluk ve basınç değişimi [15]

Metal tozlarının sıkıştırılmasında kullanılan presleme teknikleri basınçsız ve basınçlı teknikler olmak üzere iki ana gruba ayrılabilir [18].

1. Basınçsız Teknikler:

- Bulamaç (çamur) döküm
- Gevşek sinterleme veya yerçekimi ile şekil verme
- Sürekli basınçsız şekillendirme

2. Basınçlı Teknikler:

- Kalıpta sıkıştırma
 - Tek yönlü presleme
 - Çift yönlü presleme
 - Çift yönlü yüzen kalıpta presleme
 - Çok hareketli kalıpta presleme
 - Çok hareketli yüzen kalıpta presleme
- İzostatik şekillendirme
 - Sıcak izostatik presleme
 - Soğuk izostatik presleme
- Yüksek enerjili şekil verme
- Toz dövme
- Ekstrüzyon

- Titreşimli şekillendirme
- Sürekli şekillendirme
- Toz enjeksiyon kalıplama

Basınçsız yöntemlerde ya toz bir kalıp içinde gevşek halde doğrudan sinterlenerek biçimlendirilir ya da çok ince küresel tozlar bir akışkan taşıyıcı ile karıştırılarak dökümlerle biçimlendirilir. Basınçsız yöntemlerin ticari uygulamaları çok azdır [25].

Basıncılı yöntemler soğuk veya sıcak olarak gerçekleştirilebilirler. Otomasyona çok uygun olduklarından en çok soğuk basınçlı biçimlendirme yöntemleri kullanılmaktadır [25].

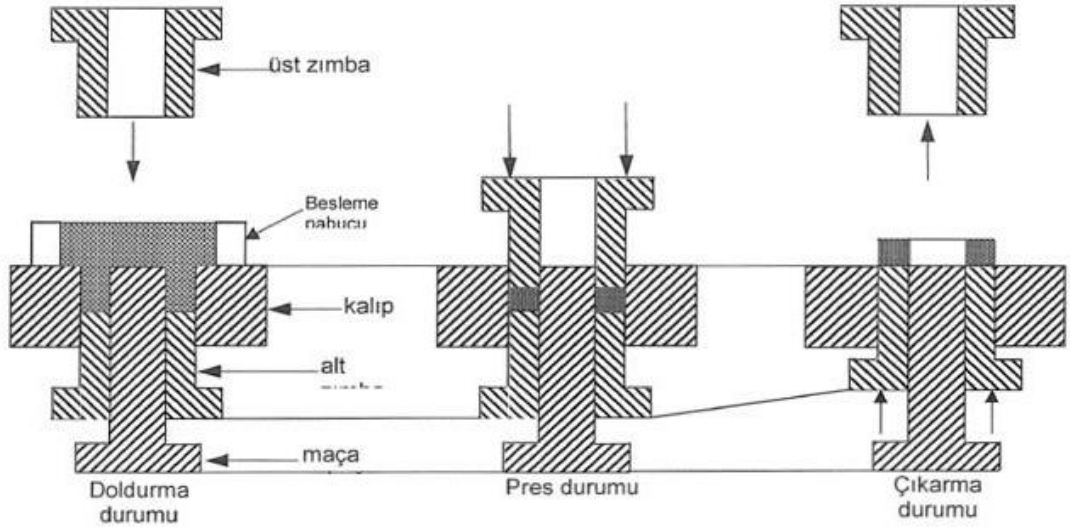
Soğuk presleme ile elde edilmiş parçaların mekanik kuvvetleri basınçtan başka tozun plastik şekil değiştirme özelliklerine de bağlıdır. 30 lt/cm²'lik basınçla sıkıştırılmış bakır yoğunluğunun % 95 – 97'sine erişerek yüksek mukavemetli çubuklar elde edilebilir. Buna karşılık, redükleme ile elde edilmiş volfram tozuna çok yüksek basınçlar uygulansa bile teorik yoğunluğun ancak % 65 - 75 kadarı elde edilebilir. Aynı zamanda bir volfram çubuğun mukavemeti çok az olduğundan, parçalanmaması için çok dikkatli davranmak gerekir. Sünük sinterlenmiş kaba volfram tozu kullanılırsa bu volfram partiküllerinin plastisiteleri daha büyük olduğundan daha yüksek mukavemetli cisimler elde edilir [1].

Ergime sıcaklıkları düşük olan metal tozlarının iyi sıkıştırılabilme özellikleri ve yüksek sıcaklıkta sinterleme üzerinde elde edilen deneysel sonuçlar, ergime sıcaklıkları yüksek metallerin sinterleme ve presleme işlemlerinin yüksek sıcaklıkta bir tek işlemle yapılması imkânını doğurmuştur. Bu işleme sıcak presleme ve basınç altında sinterleme denir. Sıcak presleme tekniği uygulamada sadece sert alaşımdan tel çekme haddelerinin ve sinterlenmiş masif yatakların üretiminde önemli bir rol oynar; fakat elde edilen özelliklerin daha iyi olması nedeniyle başka sinterlenmiş maddelerin imalatında da bu yöntemin kullanılması durumu ortaya çıkmaktadır [1].

Sıcak preslenen parçalar normal olarak sinterlenmiş parçalara göre daha serttir. Sıcak presleme toz tanelerinin çok kompakt bir bütün haline gelmesini ve gözeneksiz bir yapı elde edilmesini de sağlar [1].

Soğuk presleme yöntemlerinde, preslemeden sonra sıcaklık uygulanırken, sıcak presleme yöntemlerinde basınç ve sıcaklık aynı anda uygulanır. Soğuk veya sıcak izostatik presleme teknikleri, rijit kalıplarla presleme tekniğine göre üründe ölçü hassasiyeti ve iyi mekanik özellikler sağlamak bakımından çok daha üstündür. Bu presleme tekniklerinde, toz yığınları üzerine uygulanan basınç homojen olarak dağıldığı için düşük basınçlar altında bile yüksek mukavemet ve yoğunluk değerleri elde edilebilir. Sıcak izostatik presleme tekniğiyle üretilen parçaların çekme mukavemeti ve yorulma dayanımı gibi mekanik özellikleri diğer tekniklerle üretilen parçalara göre çok daha üstündür [15].

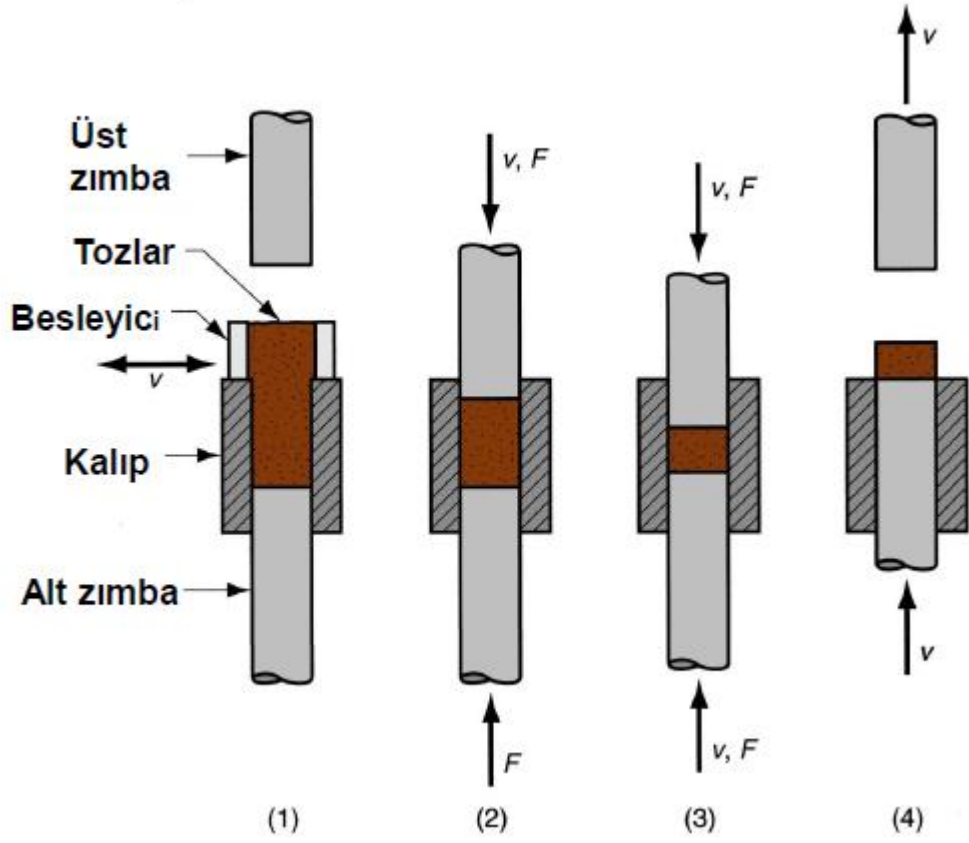
Kalıpta şekillendirme yöntemlerinden biri olan tek yönlü preslemede sadece üst zımba hareketli olup alt zımba sabittir [18].



Şekil 2.20. Tek eksenli presleme işlemi [18]

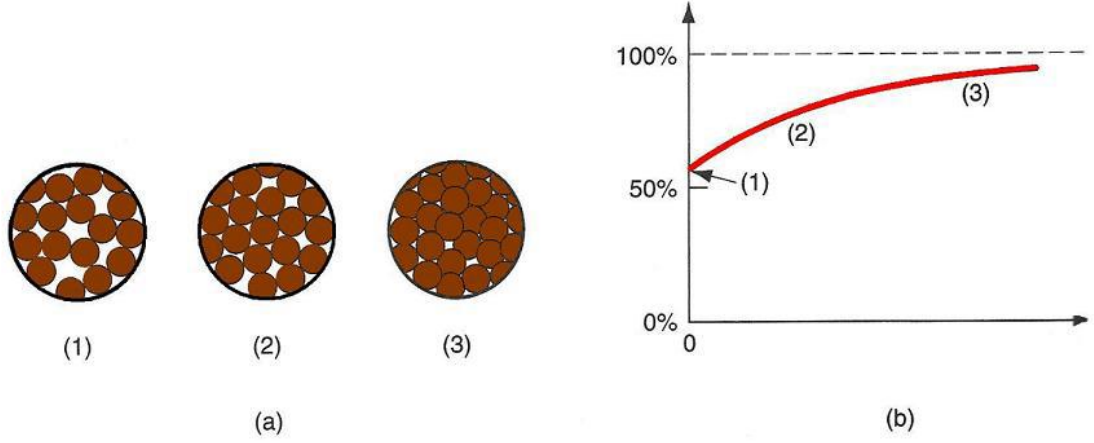
Çift yönlü presleme işleminde ise yukarıdan ve aşağıdan ayrı ayrı basınç uygulanır. Bu yöntem ile birinci ve ikinci sınıf parçalar üretilebilir. Homojen ham yoğunluk elde edilemez [18]. Homojen yoğunluk dağılımını sağlayabilmek için

kalınlık/genişlik (t/w) oranı 2'den küçük olmalıdır. Kalınlık/genişlik oranı 2'den büyük olan ürünlerde yoğunluk parça içinde bir noktadan diğer bir noktaya değişiklik gösterebilir [1].



Şekil 2.21. Toz metal üretiminde çift yönlü presleme:

- (1) kalıbın otomatik besleyici tarafından tozla doldurulması;
- (2), (3) presleme sırasında alt ve üst zımbaların ilk ve son durumları;
- (4) parçanın çıkarılması



Şekil 2.22. (a) Sıkıştırma sırasında uygulanan basıncın etkisi (1-2-3)
 (b) tozların yoğunluğunun, basınca bağlı olarak değişimi

2.5.2. Sinterleme

Toz metal parçaların, yararlı bir ürün haline getirebilmek amacıyla birleştirilmesinde üç temel yöntem kullanılmaktadır [6].

Bu üç temel yöntemden birincisi kaynaklamadır. Kaynaklama işlemi sırasında, toz metal parçalarda bulunan gözeneklerin miktarı ve dağılımı ısı iletkenlik, ısı genişleme ve sertlik gibi özellikleri olumsuz yönde etkilemektedir [6].

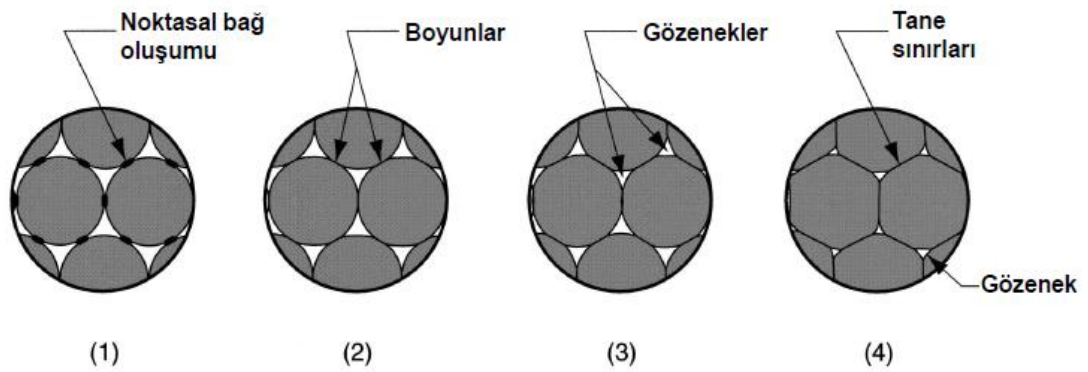
Toz metal parçaları birleştirmede kullanılan ikinci yöntem sert lehimlemedir. Sert lehimleme yönteminde toz metal parçalarda yoğunluğu artırmak için bakır emdirme işlemi veya iki defa presleme ve sinterleme döngüsü uygulanır [6].

Toz metal parçaların kaynaklama ve sert lehimleme yöntemleri ile birleştirilmesinde işlem maliyetlerinin yüksek olması ve gözenekli içyapının yarattığı sorunlar sebebiyle sinterleme yöntemi ile birleştirme işlemi önem kazanmıştır [6].

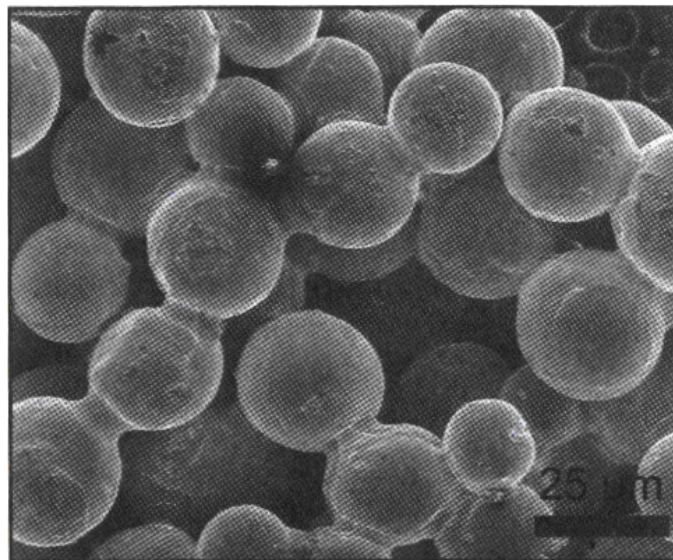
Sinterleme, preslenerek elde edilmiş görünür yoğunluğa sahip parçalara, söz konusu parçanın üretiminde kullanılan malzemenin ergime sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta pişirilerek mukavemet ve yüksek yoğunluk kazandırma işlemidir. Birbirlerine temas eden parçaların yüksek sıcaklık altında birleşmesini sağlar [21]. Bu birleşme ergime sıcaklıklarının altında katı halde atom hareketleriyle oluşabildiği gibi

pek çok durumda sıvı faz oluşumu ile birlikte gerçekleşir. Birleşme temas eden parçacıklar arasında boyun oluşmasıyla meydana gelir [4]. Sinterleme işlemi toz metal üretim süreçlerinde en fazla enerjinin kullanıldığı işlem basamağıdır. Tozların sinterleme işlemi öncesi basma yoğunlukları sinterleme süresine etki eder [21].

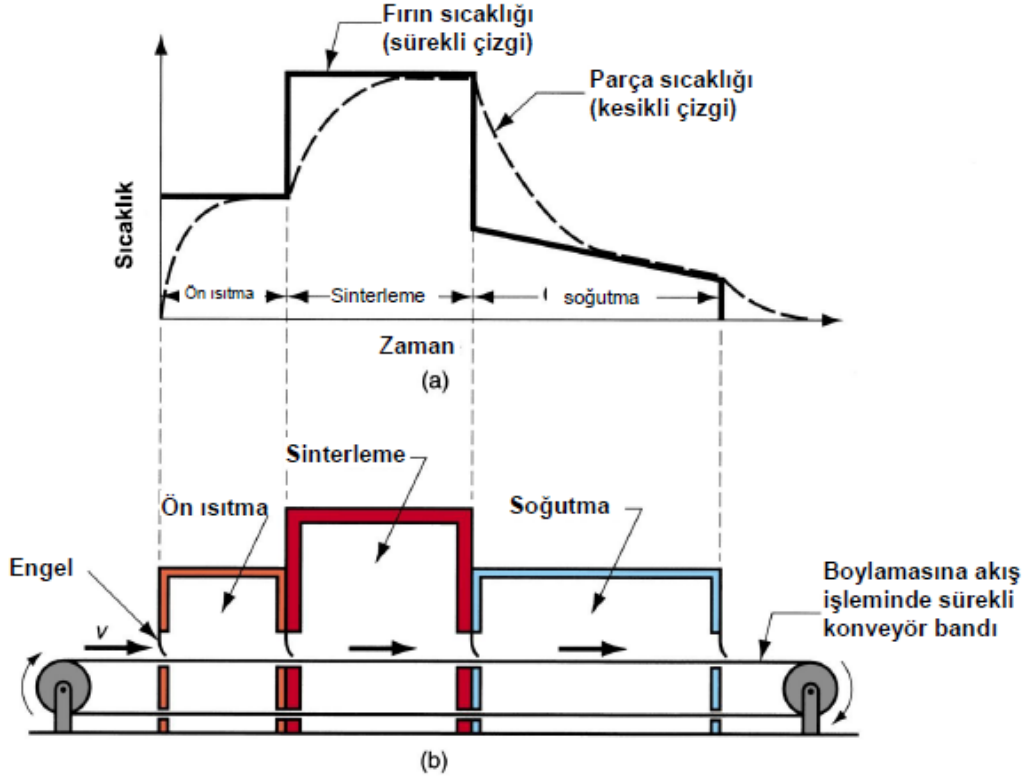
Sinterleme ile birleştirme işlemlerinde genellikle demir esaslı toz metal parçalar ile işlem görmüş düşük alaşımlı karbon çelikleri birlikte kullanılmaktadır. Yapılan bilimsel araştırmalarda toz alaşımları ve toz tanelerinin boyutlarının bağ dayanımına etkileri incelenmiş ve bağ dayanım değerlerinin 50 ile 270 MPa arasında değiştiği görülmüştür [6].



Şekil 2.23. Sinterleme işleminde birleşme mekanizması



Şekil 2.24. Sinterleme sırasında oluşan boyunların SEM görüntüsü [15]



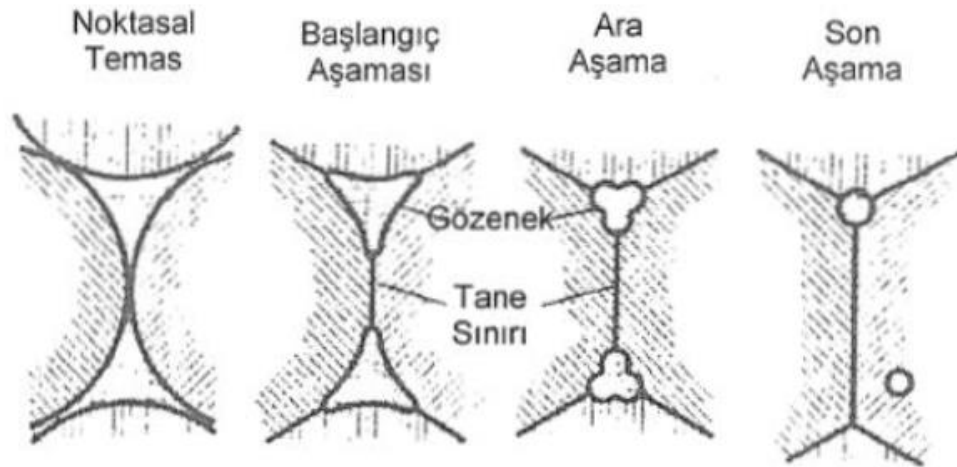
Şekil 2.25. Sinterlemede ısı işleme çevrimi ve sürekli sinterleme fırını şematik gösterimi

Sinterleme işlemi prensip olarak itici güçler, mekanizmalar ve aşamalar olmak üzere üç farklı açıdan incelenir. Sinterlemede itici güçler, bağlanmaya neden olan mikroskobik eğrilikleri tanımlar. Sinterleme mekanizmaları, itici güçlere tepki olarak oluşan atom hareketlerinin izlediği yolu tanımlar. Sinterleme aşamaları, atom hareketleri sonucu oluşan geometrik gelişimi tanımlar. Sinterleme işlemi sırasında atom hareketleri görülmez; ancak hacim değişimleri meydana geldiğinden, işlem genelde bu değişimler ile izlenir. Boyun büyümesi (oluşumu) da bunlardan bir tanesidir. Bunların yanında birçok ham parçada sinterleme işlemi sırasında boyut, yoğunluk, mukavemet, elektrik iletkenliği, sertlik, ısı iletkenlik ve elastisite modülü gibi özelliklerde değişimler görülür. Bu nedenle, sinterleme işlemi izlemek için hacim özellikleri de kullanılabilir [33].

Sinterleme, malzeme bileşenlerindeki fazların ergimedığı Katı Hal Sinterlemesi ya da fazlardan en az birinin ergidediğı Sıvı Hal Sinterlemesi olmak üzere iki farklı şekilde meydana gelebilir [16].

1. Katı Hal Sinterlemesi:

Tek bir çeşit malzemedan oluşan parçaların sinterlenmesinde katı hal sinterlenmesi kullanılmaktadır. Tek fazlı partiküllerden oluşan sıkıştırılmış parçaların sinterlenmesi sırasında mikroyapıda meydana gelen değışimler, parçanın boyutu ile beraber fiziksel ve mekanik özelliklerinde de farklılaşmalar meydana getirmektedir. Sinterlemenin oluşması için itici güç, sistemin serbest enerjisinin düşürülmesidir. Parça içerisindeki tanelerin büyümesi ve tane sınırı alanının azalması, serbest enerjide düşmeye neden olmaktadır. Tane sınırlarının eğrilik derecesi büyüdükçe hareket hızı artmaktadır. Atomların ve sınırın hareketine etki eden en önemli faktör sıcaklıktır. Sıcaklığın artışı ile atom yayınımları artmaktadır. Tane sınırının bu şekildeki hareketi küçük tanelerin kaybolmasını, büyük tanelerin oluşmasını sağlar [15].

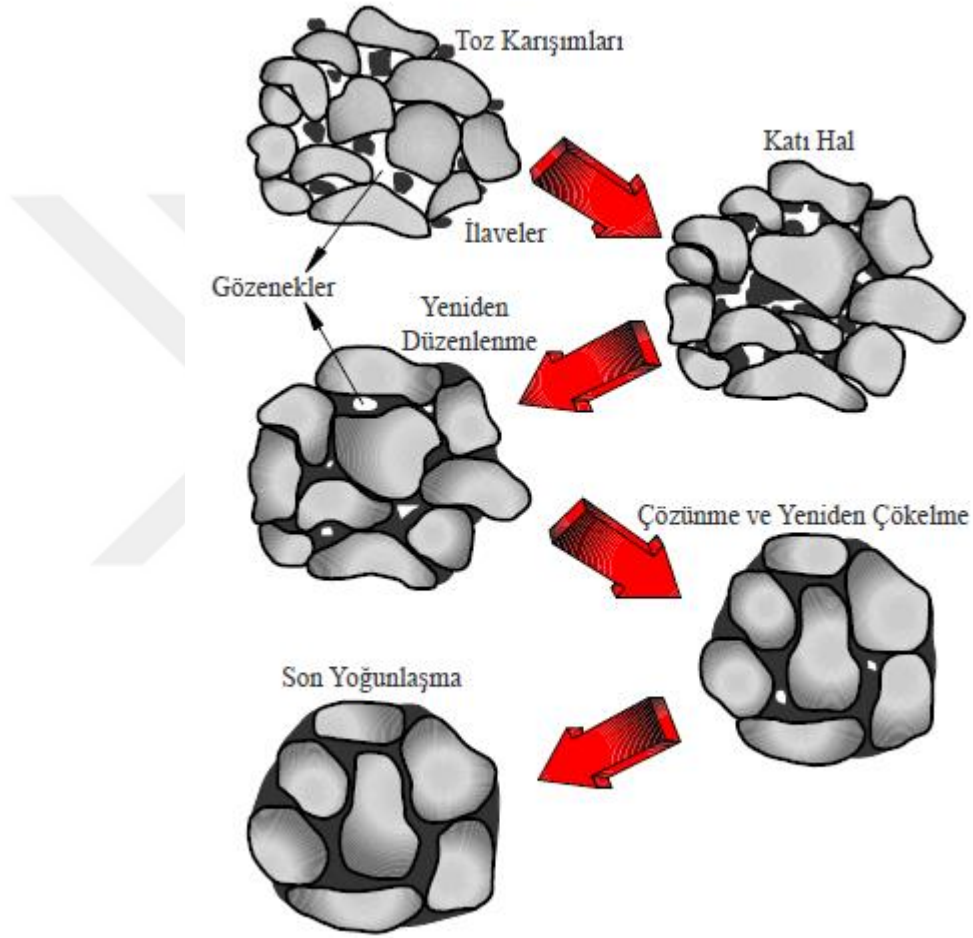


Şekil 2.26. Katı hal sinterlemesinin aşamaları [18]

2. Sıvı Hal Sinterlemesi:

Sıvı hal sinterlemesi esnasında sıvı faz elde etmek için kimyasal yapıları farklı toz metal ürünler kullanılmaktadır. Sıvı faz sinterlemesi sırasında sıvı ve katı halde bir toz kümesi aynı anda bulunmaktadır. Genellikle sıvı hal sinterlemesi parçacıklar arasında bağ oluşumunu ve sinterleme hızını arttırmaktadır. Sıvı fazın oluşturduğu

kılcal çekim kuvvetleri sayesinde partiküller birbirlerini çekmekte ve herhangi bir basınç olmaksızın hızlı bir yoğunlaşma meydana gelmektedir. Yeni oluşan sıvı haldeki birleşim, partiküller arasındaki sürtünmeyi azaltarak yeniden düzenlenmeyi hızlandırmaktadır. Parçacıklar arasındaki birleşmeye mukavemet, süneklik, iletkenlik, manyetik geçirgenlik ve korozyon direnci gibi gözenek yapısında ve parça özelliklerinde meydana gelen önemli farklılaşmalar ve değişimler eşlik eder [15].

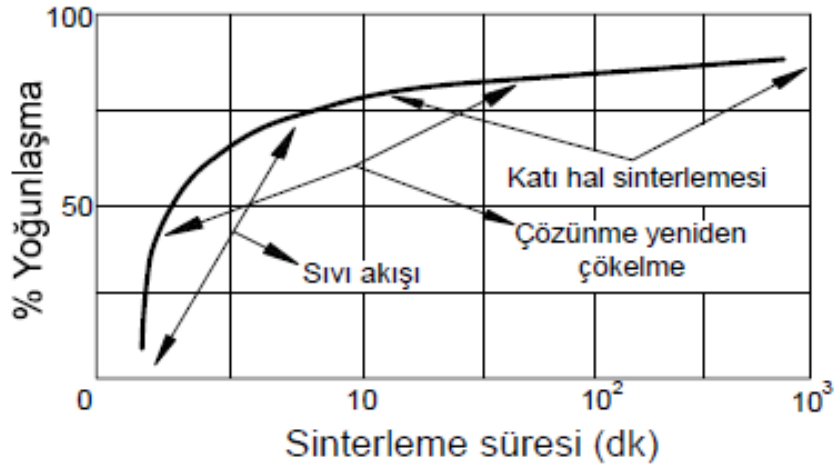


Şekil 2.27. Sıvı hal sinterlemesinde değişimler [15]

Sıvı hal sinterlemesinde oluşum üç aşamada gerçekleşmektedir. İlk aşamada toz karışımları sıvı fazın olduğu sıcaklıklara kadar ısıtılmaktadır. Sıvının oluşumu ile sıvının katı parçacıklar üzerinde ortaya koyduğu kuvvete bağlı olarak başlangıç yoğunlaşması meydana gelmektedir. Sistemin yüzey enerjisi en düşük seviyeye indirilmeye çalışılırken gözenekler giderilir. Yeniden düzenleme boyunca mikroyapı,

kılcal hareketler doğrultusunda viskoz bir katı olarak davranır. Gözeneklerin giderilmesi, sinterlenen birleşimin viskozitesi ile ters orantılı olarak artmakta ve yoğunlaşma hızı sürekli olarak azalmaktadır [15].

Yeniden düzenlenme ile yoğunlaşma hızı yavaşladıkça çözünürlük ve yayınma etkileri etkin hale gelmektedir. Çözünme ve yeniden çökme evrelerinde mikroyapıdaki taneler irileşmektedir. Bu aşamada küçük taneler büyük tanelere göre daha yüksek çözünürlüğe sahiptir. Malzeme, yayınma yoluyla küçük tanelerden büyük tanelere iletilir. Bu süreç irileşme olarak adlandırılmaktadır [15].



Şekil 2.28. Sıvı hal sinterlemesi evrelerinin şematik gösterimi [15]

Sıvı hal sinterlemesinin ilk evresinde düşük ergime sıcaklığına sahip olan bileşenler sıvı hale geçmektedir. Sıkıştırma sonucunda meydana gelen kuvvetler, oluşan sıvı fazın boşluklara ilerlemesini sağlamaktadır. Islatıcı sıvıya bağlı olarak oluşan kuvvetler, sıvıyı parçacıklar üzerine ve parçacıklara yakın bir çevreye doğru ilerlemesinde rol oynamaktadır. Oluşan sıvı faz katı parçacıklar arasında ilerlerken katı parçaların birbirleri üzerine kaynamalarına neden olmaktadır. Böylece mikroyapı yeniden düzenlenmeye başlamaktadır. Bu işlemle eş zamanlı olarak meydana gelen viskoz akış ile mikroyapıda bulunan gözenekler giderilmektedir. Sıvı hal sinterlemesinin son aşaması katı hal kontrollü sinterlemedir. Katı hal yapısının varlığı sebebiyle bu aşamada yoğunlaşma hızı yavaşlamaktadır [15].

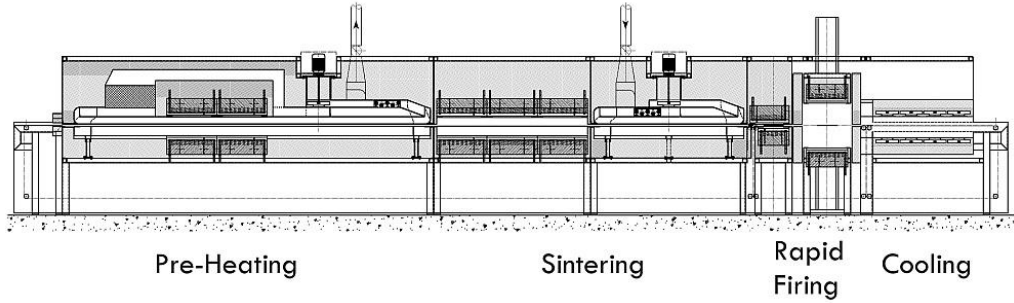
2.5.2.1. Sinterleme Atmosferi

Sinterleme işlemi özel koruyucu bir atmosfer altında yapılır. Sinterleme sırasında kullanılan atmosferlerin görevleri; parça ve çevresi arasında olabilecek reaksiyonları önlemek, sinterlenecek parçayı artıklardan, oksit filmlerinden ve yabancı maddelerden arındırmak ve son olarak da sinterlenecek parça ile alaşım yaparak sinterlemeyi hızlandıracak bir veya birden fazla element sağlamak olarak özetlenebilir [18].

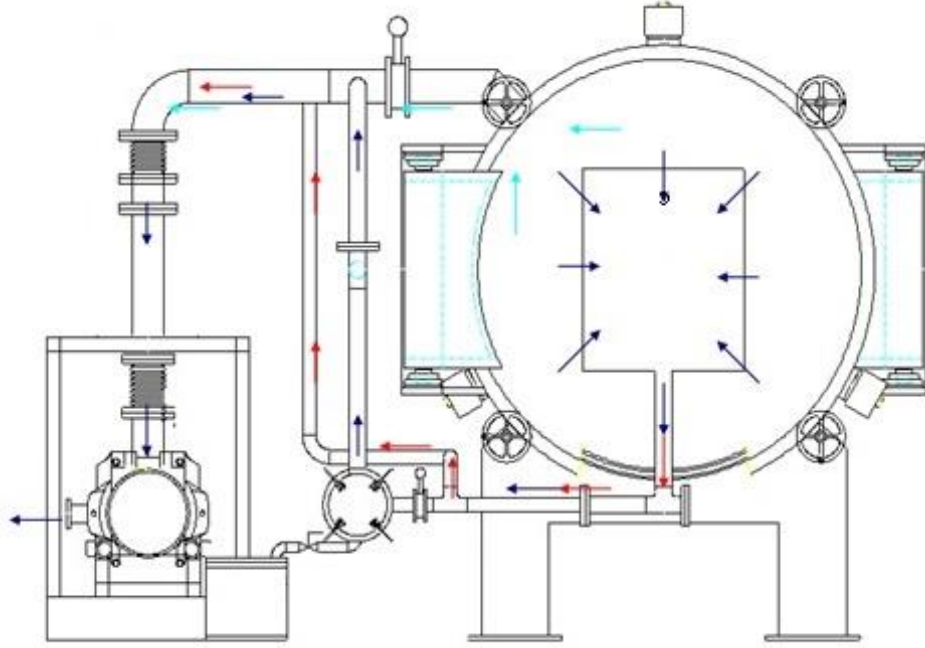
En çok kullanılan sinterleme atmosferleri hidrojen, azot, hidrokarbon gazları, argon ve helyum olarak sıralanabilir [18].

2.5.2.2. Sinterleme Fırınları

Sinterleme fırınları, sinterleme işlemi esnasında sıcaklık ve zaman parametrelerinin kontrolünü sağlamalarının yanında sinter atmosferinin korunmasını, yağlayıcı ve bağlayıcıların da giderilmesini sağlayarak sinterleme sonrası parça üzerinde ısıl işlem yapabilme olanağını sağlarlar. Sinterleme işlemlerinde sürekli ve parti fırınlar olmak üzere iki çeşit fırın tipi kullanılmaktadır [4]. Aşağıda sürekli ve parti sinterleme fırınlarının şematik resimleri verilmiştir.



Şekil 2.29. Sürekli sinterleme fırını şematik gösterimi



Şekil 2.30. Parti sinterleme fırını şematik gösterimi

2.5.2.3. Hızlı Sinterleme Teknikleri

İndüksiyon akımı ile sinterleme, plazma sinterleme, mikrodalga ile sinterleme, lazer sinterleme ve deşarj sinterleme yöntemleri hızlı sinterleme tekniklerine örnek olarak verilebilir [4].

İndüksiyon akımı ile sinterleme, değişken akım taşıyabilen bir bobin yardımıyla sağlanır. Bobinden geçen akım toz malzeme üzerinde bir manyetik alan oluşturur. Kullanılacak olan bobin genel olarak bakırdan üretilmiş olup içerisinden soğutma suyu geçmektedir. İndüksiyon akımı ile sinterlemenin en önemli özelliği istenilen sıcaklığa doğru hızlı bir ısınmanın gerçekleştirilebilmesidir [4].

Plazma sinterleme kendisine has termal ortamıyla hızlı bir sinterleme işleminin gerçekleşmesini sağlamaktadır. Plazma sinterleme tekniği genel olarak seramik malzemelere uygulanmaktadır [4].

Mikrodalga ile sinterleme tekniği de aynı plazma sinterleme tekniğinde olduğu gibi en çok seramik malzemelerin sinterlenmesi işleminde kullanılmaktadır. Yüksek

güce sahip özel olarak üretilmiş mikrodalga cihazlarla metalik malzemeler de sinterlenebilirler [4].

Lazer sinterlemede, lazer ışınlarıyla sinterleme işlemi yapılmaktadır. Lazer, malzeme üzerindeki sıcaklığın 2400°C'ye kadar çıkmasını sağlayabilir; ancak malzeme yüzeyinde çok yüksek sıcaklık değerlerine ulaşılsa da içeriye doğru ısı transferi yavaştır. Buna bağlı olarak da sinterleme işlemi hızında düşme meydana gelir [4].

Deşarj sinterleme ise doğrudan rezistans ısıtılması yoluyla yüksek sıcaklıklara çıkılabilen ve çok hızlı bir şekilde sinterleme işleminin gerçekleştirilebildiği bir yöntemdir [4].

2.5.2.4. Sinterleme Sonrası İşlemler

Sinterleme işlemi sonrasında elde edilen parçanın tam anlamıyla kullanıma hazır hale getirilmesi amacıyla ihtiyaca göre gözeneklerin doldurulması, yağ emdirme, son ölçüye getirme, buharla temizleme, presleme, talaş kaldırma, çapak alma, birleştirme, ısıl işleme tabi tutma ve yüzey kaplama işlemleri gerçekleştirilebilir [24].

Gözeneklerin doldurulması, malzemenin geçirgenliğini azaltır ve mekanik özelliklerin iyileşmesini sağlar; fakat bu esnada parça boyutlarında değişim görülür. Bu işlemin diğer bir faydası da ısıl işlem için istenen tabaka kalınlığının hesaplanmasında porozite olmadığı için kolaylık sağlamasıdır [24].

Yağ emdirme sinterlenmiş parçaların korozyona karşı direncini artırabilmek için tercih edilir [24].

Son ölçüye getirme ve yüzey kalitesini arttırmak için orta kuvvette presleme işlemi yapılarak malzemedeki çok hafif bir plastik deformasyon sağlanır [24].

Buharla temizleme ile parçanın korozyon ve aşınma direnci, sertliği ve basma yüklerine karşı direnci artırılmış olur [24].

Mekanik ve manyetik özellikler gibi nitelikler bakımından bir önem varsa parçaya tekrar presleme işlemi uygulanır ve böylece istenen özelliklerin elde edilmesi sağlanır [24].

Eğer malzemenin korozyona karşı olan direncinin artırılması isteniyorsa elektroliz yöntemi ile yüzey kaplaması yapılabilir [24].



3. ALÜMİNYUM VE ALÜMİNYUM ALAŞIMLARI

Alüminyum (Al), demir ve çelikten sonra kullanım alanı en yaygın olan metalik bir mühendislik malzemesidir ve düşük yoğunluğu, iyi bir iletken olması ve hafifliği nedeniyle etkin bir şekilde enerji tasarrufu sağlamakta ve özellikle hava taşıtları üretiminde sıklıkla tercih edilmektedir [34].

Periyodik tabloda hafif metaller sınıfında olan Al elementi, bileşikler halinde yerkabuğunun yaklaşık % 8'ini oluşturur ve bu haliyle doğada en çok bulunan 3. elementtir. Alüminyum elementinin hammaddesi olan boksit rezervleri, günümüzdeki tüketim hızına göre yaklaşık 3000 yıl daha yetecek miktardadır. Ayrıca son yıllarda tüketime sunulan alüminyumun % 30'u alüminyum hurdaların geri dönüşümünden elde edilmektedir. Oksijen (O₂) ve silisyumdan (Si) sonra doğada en çok bileşiği bulunan metal malzemedir. 1886'da Amerika Birleşik Devletleri'nde Charles Martin Hall'un alüminyum oksidi elektrolitik işlemler sonucu elde etmesiyle kullanılmaya başlanan alüminyum daha sonra Fransa'da Paul Heroult tarafından elektroliz yöntemiyle elde edilmiştir. Günümüzde de alüminyum genellikle elektroliz yöntemiyle elde edilmektedir [35].

1800'lü yılların son dönemleri ve 1900'lü yılların başlarında dünya genelinde alüminyum üretimi yılda 172 bin ton civarlarındayken bu rakam, 1977'de 14 milyon tona, 1980'lerde 17,5 milyon tona ve 2006'da yaklaşık 22 milyon tona ulaşmıştır [35]. Geçtiğimiz on yıl içerisinde de alüminyum talebi dünya nüfusunun hızlı artışı, şehirleşme ve küresel ısınma etkisi ile % 65'lik bir artış göstermiş ve yıllık yaklaşık 30 - 35 milyon ton civarına ulaşmıştır [36].

Alüminyum için talep edilen üretim ve tüketim miktarlarındaki yüksek artış hızının sebepleri; alüminyumun yoğunluğunun düşük olması, yüksek ısı ve elektrik iletkenliği özelliğinin olması, iyi ışık ve ısı yansıtıcılığı, sıcak ve soğuk olarak sınıflandırılabilir işlemler yardımıyla şekillendirilebilme kolaylığı ve ısıl işlemlerle ulaşılabilen farklı ve opsiyonel mukavemet özellikleri olarak belirtilebilir [35].

3.1. Alüminyumun Fiziksel, Kimyasal ve Mekanik Özellikleri

Alüminyumun fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikleri büyük oranda saflığına ve sıcaklığa bağlıdır. Fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikler bakımından değerlendirildiğinde alüminyum metali aynı çelik, bronz, bakır, çinko, kurşun ve titanyum gibi değerli bir maddedir. Alüminyum metalik bir malzeme olarak değerli yapan özelliklerinin başında hafifliği, mukavemeti, geri dönüşüm özelliği, korozyon direnci, dayanıklılığı, sünekliği, kolay şekil verilebilirliği ve iyi olarak değerlendirilebilecek elektrik ve ısı iletkenliği gelir.

Alüminyum elementi periyodik tablonun 3A grubunda yer alır. Atom numarası 13, atom ağırlığı ise 26,981538 g/mol, iyon çapı 0,86 Å ve atom çapı ise 1,82 Å'dür [35].

Aşağıda saf alüminyuma ait özellikler Tablo 3.1.'de verilmiştir [38].

Tablo 3.1. Saf alüminyuma ait özellikler

Özellik	Değer
Atom numarası	13
Atom ağırlığı (g/mol)	26.98
Atom yarıçapı (Å)	1.82
İyon çapı (Å)	0,86
Kristal yapısı	Yüzey Merkezli Kübik
Yoğunluk (g/cm ³) (20°C'de)	2.6989
Ergime sıcaklığı (°C)	660.2
Özgül ısısı (JK ⁻¹ /g)	0.90
Isıl iletkenliği (WK ⁻¹ /m)	237
Lineer genleşme katsayısı (10 ⁶ /K)	23.86
Elastisite modülü (GPa)	68.3
Elektrik iletkenliği (mΩ ⁻¹ /mm ²)	37.6
Sertliği (HB)	~21
Çekme dayanımı (MPa)	<80
Poisson oranı	0.34

Alüminyum, yüzey merkezli kübik kristal kafes yapısına sahiptir. 25°C'de saf alüminyum birim kafes küpünün kenar uzunluğu 4,05x10⁻¹⁰ metredir. Sıcaklık ve saflık oranındaki değişimle kafes parametreleri değişebilir [35].

Alüminyumun saflık derecesi arttıkça oluşturduğu alaşımanın sertlik değeri düşer, kristalleri büyür, ergime derecesi yükselir, çekme mukavemeti ve yoğunluğu azalır, ısı iletkenliği, viskozitesi ve plastik şekil değiştirme özelliği artar. [35].

Alüminyumun sıcaklığı arttıkça ısı genleşme katsayısı yükselir ve viskozitesi azalır. Mukavemet, sertlik ve elastisite modülü değerleri artan sıcaklıklarla azalır; ancak sıcaklık artınca kopma uzaması artar ve bu neredeyse kopma uzaması miktarının sıfıra düştüğü ergime noktasına kadar devam eder. Alüminyum ve alüminyum alaşımlarının mekanik özellikleri, sıcaklık 0°C altına indiğinde genel olarak iyileşir. Sıcaklık yaklaşık -270°C olduğunda ise alüminyum süper iletken haline gelir. Alüminyum ve alüminyum alaşımları, bileşim oranlarına bağlı olarak yaklaşık 485-650°C arasında ergimeye ve 93°C gibi düşük bir sıcaklıkta yumuşamaya başlarlar [35].

Katı halden sıvı hale geçerken hacimsel olarak büyür. Örnek olarak, % 99,65 oranında alüminyum içeren bir alaşımda bu büyüme hacimsel olarak yaklaşık % 6,25 iken; % 99,75 oranında alüminyum içeren bir alaşımda ise hacimsel bakımdan % 6,6 büyüme gözlenir [35]. Alüminyum metaline eklenen çeşitli alaşım elementlerinin fiziksel ve mekanik özellikler üzerindeki etkileri Tablo 3.2.'de özetlenmiştir [35].

Tablo 3.2. Alüminyum metaline eklenen çeşitli alaşım elementlerinin fiziksel ve mekanik özellikler üzerindeki etkileri

Nitelikler	Cu	Si	Mg	Zn	Ni	Co	Ti	Mn	Fe	Cr
Kopma Mukavemeti	++	+	+	++	+	+	+			-
Elastiklik	++	+	-	+	-					
Sertlik	++		-	-	+			+	+	
Isıya Dayanıklılık	++		++		+				+	
Kaynak Kabiliyeti	-	++	+	-	-		+	+		+
Talaş Kaldırma ile İşlenebilirlik	++	-	+	+	+		++	+	++	+
Elastisite Modülü	+	++	-	+	+	++		+	-	
Döküm Kabiliyeti	+	++	-	+			+	-	-	
Süneklik	-	--	+				+		--	
Korozyon Direnci	-	++	++	+				-	--	++
++ : çok iyi	+ : iyi		- : ortanın altında				-- : zararlı			

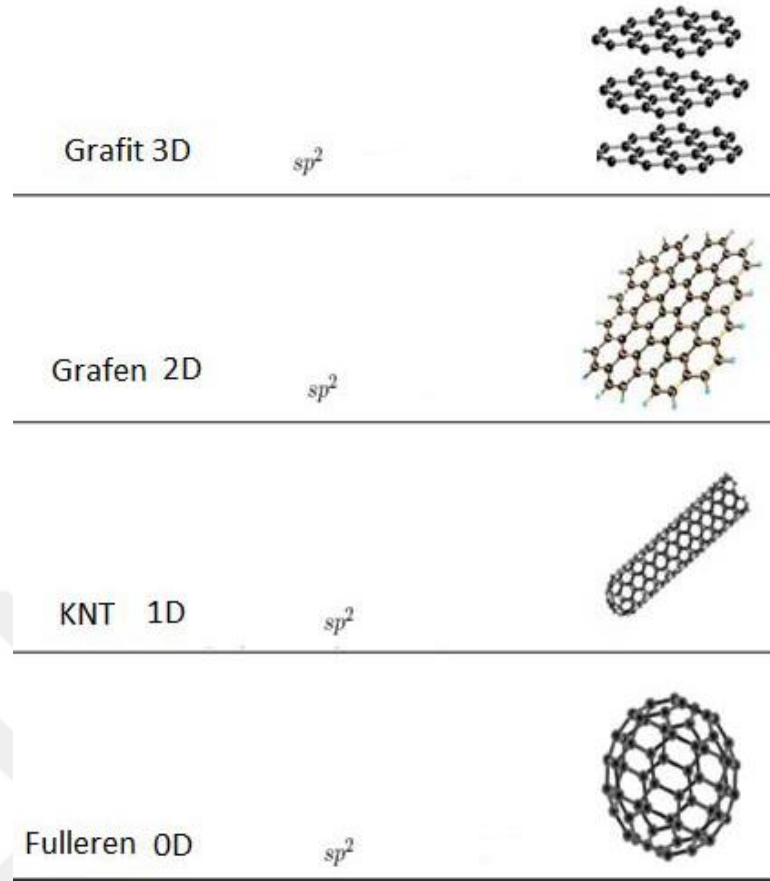
4. GRAFEN

Karbon, yer kabuğunda yaygın olarak bulunan ve aynı zamanda 0 boyuttan 3 boyuta kadar izomerleri olan tek elementtir. Karbon (C) elementinin atom sayısı 6'dır. Periyodik cetvelin 4A grubunda yer alır. Elektronik konfigürasyonu $1s^2 2s^2 2p^2$ şeklindedir ve dört tane değerlik elektronuna sahiptir [37].

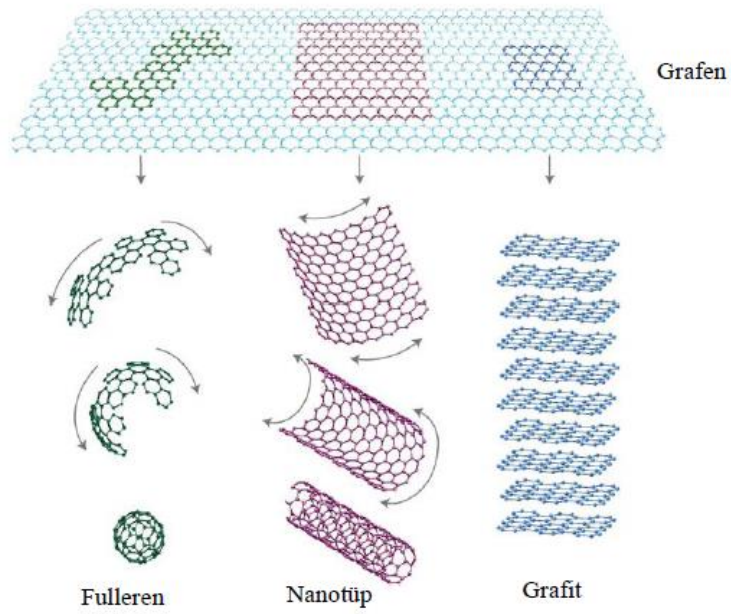
Karbon atomları kovalent bağ ile birbirlerine bağlanırlar ve bağlanmaya katılan elektron sayısına göre üç farklı şekilde bağlanma gösterirler. Bu üç farklı bağlanma sp^1 , sp^2 ve sp^3 biçimindedir. Bu bağlanmalar incelenecek olursa sp^1 ile tanımlanan bağlanmada, karbon atomları birbiri ile doğrusal bir geometri oluştururlar ve her atomda 2 adet bağ bulunur. sp^2 ile tanımlanan bağlanmada, karbon atomları birbirleri ile üçgen bir geometri oluştururlar ve her atomda 3 adet bağ bulunur. sp^3 ile tanımlanan bağlanmada ise karbon atomları birbirleri ile piramit bir geometri oluşturur ve her atomda 4 tane bağ bulunmaktadır [37].

Karbonun, 0 boyutlu (0B) ve 1 boyutlu (1B) yapıları nanometre seviyesinde oldukları için bu yapılara nano yapılar denir. Söz konusu bu nano yapıları anlamakta grafen çok önemlidir [37]. Grafen, bir atom kalınlığındaki karbon atomları tabakasıdır [38]. Ayrıca grafen, karbon atomlarının meydana getirdiği altıgen yapıların bal peteği biçiminde düzenlenmiş iki boyutlu halidir [37].

0 boyutlu (0B) olan fullerenler karbon atomlarının küresel olarak düzenlenmesinden meydana gelmişlerdir. 1 boyutlu (1B) olan karbon nanotüpler, grafenin silindir şeklindeki rulo hali olarak düşünülebilir. Grafit ise grafen tabakalarının üst üste konularak oluşturduğu yapılardır [37].



Şekil 4.1. Karbon yapılarının gösterimi [37]

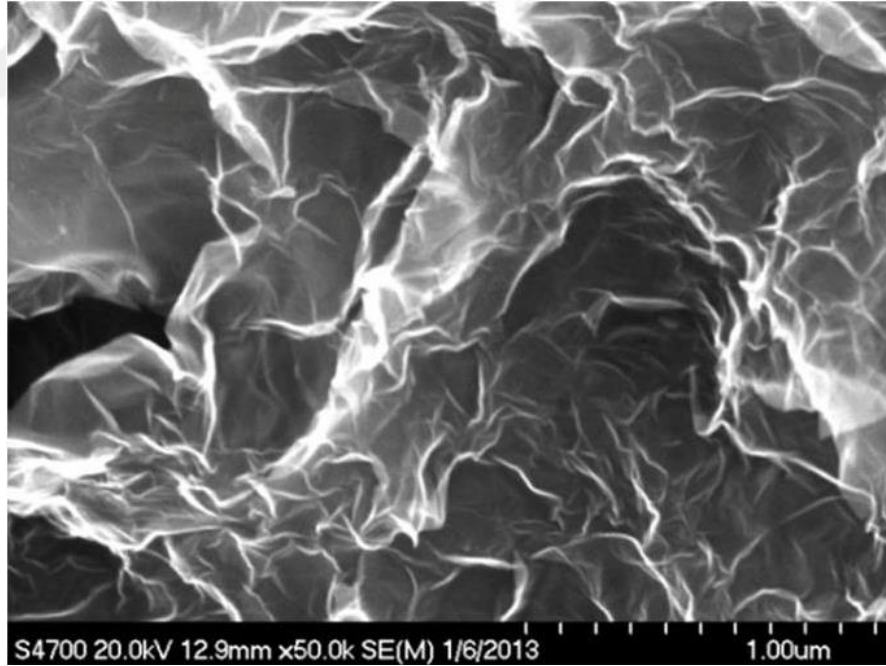


Şekil 4.2. Karbon yapılarının gösterimi [38]

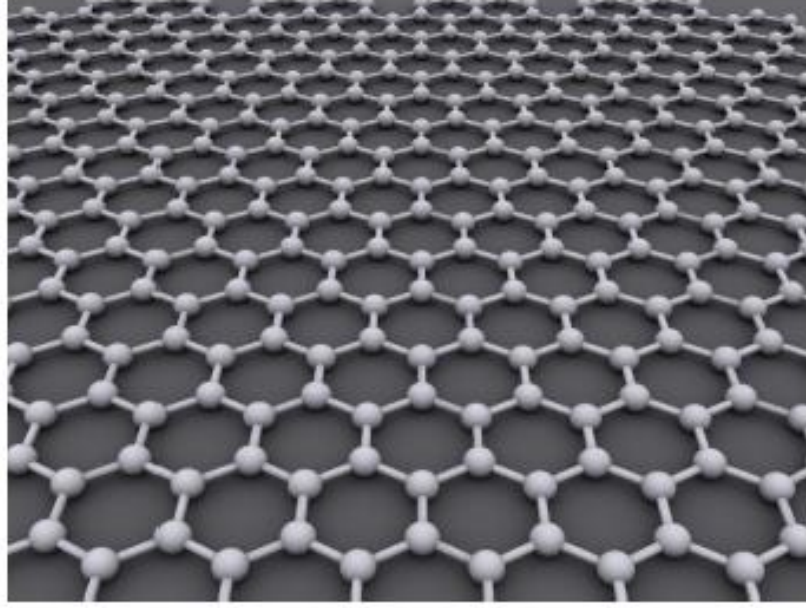
Grafen, karbon atomlarının meydana getirdiđi altıgen yapıların bal peteđi şeklinde düzenlenmiř halidir ve kullanmakta olduđumuz kalem uçları grafen katmanlarından meydana gelmektedir. Grafen, bir atom geniřliđindeki karbon tabakadan oluřmaktadır ve saydam olan bu tabaka, elektrik ve ısıyı yüksek düzeyde iletmektedir [39].

Grafen, gnmzde bilinen en ince malzemedir. Isıyı iyi řekilde iletmesi, ierisindeki elektronların kolayca hareket edebilmesi, en kk atomu bile geirmeyen 2 boyutlu sık kafes yapısı, vcut sıvılarında yapısı bozulmadan kalabilmesi gibi stn zelliklere sahiptir [40].

Grafen 2004'te İngiltere'de bulunan Manchester niversitesi'nde Prof. Dr. Andre Geim ve Prof. Dr. Konstantin Novoselov tarafından ilk defa retilmiřtir ve grafenin bulunması, bilinmeyen yeni bir malzeme sınıfının keřfedilmesine de imkn vermiřtir [39].



řekil 4.3. Grafen malzemeye ait SEM grnts [41]



Şekil 4.4. Grafenin arı peteği şeklinde dizilişi [39]

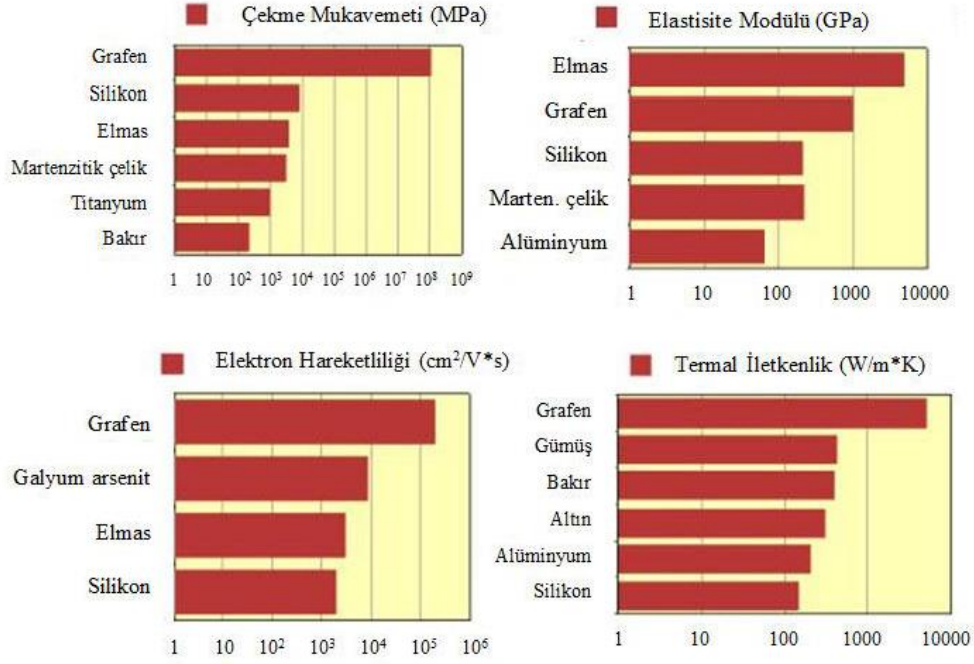
4.1. Grafene Ait Üstün Özellikleri

Grafenin sahip olduğu fiziksel özellikler aşağıda tablo halinde verilmiştir.

Tablo 4.1. Grafene ait fiziksel özellikler [38]

Özellikler	Değer
Hibrit şekli	sp^2
Tabaka sayısı	Tek tabakalı
Kristal yapısı	Hegzagonal
Boyut	2
Saflık derecesi (%)	99
Kütlesel (bulk) yoğunluk (g/cm^3)	~ 0.3
Gerçek yoğunluk (g/cm^3)	2,25
Kalınlık (nm)	$\sim 1-2$
Yüzey alanı (m^2/g)	2600
Yüksek sıcaklık direnci	-75 +200°C arasında özellikleri değişmiyor.
Termal iletkenliği (WK^{-1}/m)	4840-5300
Elektron hareketliliği $cm^2/(V.s)$	$\sim 2.5 \times 10^5$
Elastisite modülü (TPa)	~ 1

Grafenin sahip olduğu bazı özelliklerin diğer malzemelere ait bazı özelliklerle karşılaştırmalı olarak verildiği grafikler aşağıda verilmiştir.



Şekil 4.5. Bazı özellikler bakımından grafen ve çeşitli malzemelerin karşılaştırılması [38]

Grafen malzemeye ait olan üstün özellikler aşağıda maddeler halinde sıralanmıştır [38, 39, 40]:

- Elektronlar grafen içerisinde kütleleri yokmuş gibi hareket ederler. Bu özellik grafen içerisinde elektronların fotonlar gibi davranabilmesini sağlamaktadır. Böylece elektronlar saniyede 800 km gibi bir hızla hareket edebilmektedirler. Örnek vermek gerekirse, elektronların grafen içerisindeki hızı, silikon malzemedeki hızından 100 kat daha fazladır.
- Grafen, günümüzde keşfedilen en ince malzeme olmasının yanında mekanik özellikleri de en iyi olan malzemedir. Günlük yaşantımızda yaygın bir şekilde kullanılmakta olan çelikten yaklaşık 100 misli daha güçlüdür.
- Grafen, ısı ve elektriği çok iyi iletebilen bir malzemedir. Bu noktada yine bir karbon allotropu olan elmadan daha iyi bir ısı iletkenidir.
- Atomları çok sıkı bir şekilde dizilmiş olan grafenin içerisinde en küçük atom boyutuna sahip olan helyum (He) elementi dahi geçemez. Bu özelliğine rağmen grafen kolayca şekil verilebilen bir malzemedir ve değişik formlardaki malzemelerin yüzeyi grafen yardımıyla kolayca kaplanabilmektedir.

- Grafen optik alanında çok özel bir malzemedir. Işık tayfının bütün dalga boylarındaki (mor ötesinden kızıl ötesine) ışıkları aynı derecede soğurabilmektedir.

4.2. Grafen Üretim Yöntemleri

Grafenin üretilmesinde yaygın olarak beş yöntem kullanılmaktadır. Bunlar;

- Kaydırma (katman ayırma/mekanik eksfolasyon) yöntemi,
- Epitaksiyel büyütme (UHV) yöntemi,
- Kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemi,
- Silisyum-karbon yöntemi ve
- Kimyasal ayrıştırma yöntemi olarak sıralanabilir [37].

Kaydırma veya katman ayırma yönteminde grafit tabakası bir yüzey üzerinde kaydırılarak grafen katmanlarının ayrışması sağlanır. Grafenin ilk kez sentezlenmesi bu yöntem sayesinde gerçekleştirilmiştir. Günümüzde de yüksek kalitede grafen üretmek için kullanılan en yaygın tekniktir [37, 39].

Epitaksiyel büyütme yöntemi grafen malzemenin metal bir alttaş üzerinde büyütülmesidir. Grafenin büyütüldüğü alttaş kullanılan metalin çeşidine göre grafen ile etkileşebilmektedir [37].

Kimyasal buhar biriktirme yöntemi grafen üretimi için oldukça uygun bir yöntemdir. Bu metotta en çok bakır alttaş tercih edilir [39].

Silisyum-karbon yönteminde silisyum-karbon karışımı yaklaşık 1100°C'ye kadar ısıtılır ve bu ısıtma sonucu silisyum elementine ait atomların buharlaşmasından sonra kalan karbon elementi atomları kendi aralarında grafen malzemeyi meydana getirirler. Oluşan grafen parçacıklarının boyutları diğer yöntemler ile karşılaştırıldığında küçük kalmaktadır [37].

Kimyasal ayrıştırma yönteminde ise grafit tabakalarının arasına sitrik asit ($C_6H_8O_7$) gibi kimyasal malzemelerin katılması ile grafitin oksitlenmesi sağlanarak

grafen tabakalarının ayrıştırılması ve grafen oluşumu meydana gelmektedir [37]. Yüksek miktarlarda grafen üretilmesi için uygun bir yöntemdir [39].

4.3. Grafenin Kullanım Alanları

Grafen malzemesinin keşfi daha çok yeni olmasına rağmen günümüzde birçok alanda kullanılmaya başlanmıştır [39]. Hâlen tam olarak tüm özelliklerinin ve üstünlüklerinin anlaşılammış olmasına rağmen grafen malzemesinin gelecekte yaygın bir şekilde tercih edileceği kesindir [42].

Grafenin elektrik iletkenlik özelliği nispeten daha dikkat çekicidir. Grafenden üretilmiş transistörlerin günümüzde kullanılmakta olan silikon malzemeden imal edilmiş transistörlere göre daha hızlı ve daha küçük boyutlu olacağı öngörülmektedir [42]. Transistörlerde oluşacak bu gelişme doğrudan kullanmakta olduğumuz elektronik eşyaların performans ve boyutlarına olumlu yönde etki edecektir.

Grafenin kolay şekil alabilmesi ve çelikten bile çok daha mukavemetli bir ürün olmasından dolayı özellikle kurşun geçirmez yeleklerde, uçak ve otomotiv sanayi gibi alanlarda geniş kullanım alanı bulmaktadır. Ayrıca vücut sıvılarında bozulmadan kalabilmesinden dolayı akıllı ilaç teknolojileri alanında biyoloji biliminde kendisine yer bulabilmektedir [39].

Grafen hem şeffaf olduğu hem de elektriği iyi bir şekilde iletebildiği için dokunmatik ekranlarda, ışık panellerinde, güneş pillerinin elektrotlarında, lityum iyon pillerde anot ve elektrot malzemesi olarak kullanılabilir [42].

5. MATERYAL VE YÖNTEMLER

Literatür detaylı olarak taranmış ve çalışma için optimum parametreler belirlenmiştir. Alüminyum ve grafen tozları öncelikle çeşitli oranlarda karıştırılmış ve numuneler geleneksel metot ile sinterlenmiştir.

Çalışmada kullanılan alüminyum tozu nano boyutlu ve % 99 safliktadır. Toz boyutu, en yüksek 150 mikrondur.

Şekil 5.1.'de deneylerde kullanılan alüminyum tozunun fotoğrafı gösterilmektedir.



Şekil 5.1. Çalışmada kullanılan % 99 safliktaki alüminyum tozu

Çalışmada kullanılan takviye elemanı ve ikinci temel madde olan grafen tozu (GNP – graphene nanoplatelets) 47132 üretim numaralı Alfa Aesar markadır.

Tablo 5.1.'de kullanılan grafen tozunun özellikleri verilmiştir.

Tablo 5.1. Çalışmada kullanılan grafen tozunun özellikleri

Tozun Adı	Graphene Nanoplatelets
Üretim Numarası	47132
Yüzey Alanı (m ² /g)	500
Yoğunluk (g/cm ³) (20°C'de)	2
Erime Noktası	> 2760°C
Dinamik Viskozite	Uygulanamaz
Kinematik Viskozite	Uygulanamaz
Buhar Basıncı	Uygulanamaz
Kaynama Noktası	Belirlenemedi

Şekil 5.2.'de çalışmalarda kullanılan ve yukarıdaki tabloda özellikleri verilen grafen tozunun fotoğrafı gösterilmektedir.



Şekil 5.2. Çalışmalarda kullanılan grafen tozu

İlk aşamada alüminyum tozunun içerisine ağırlıkça % 2, % 1, % 0,8, % 0,6, % 0,5, % 0,4, % 0,3, % 0,2, % 0,1 ve % 0 oranlarında grafen tozu eklendi. Karışımlar Manisa Celal Bayar Üniversitesi Turgutlu Meslek Yüksekokulu'nda bulunan Acculab Sartorius Group marka hassas terazide tartılmıştır.

Şekil 5.3.'te toz karışımlarının ölçümünde kullanılan Acculab Sartorius Group marka hassas terazinin fotoğrafı gösterilmiştir.

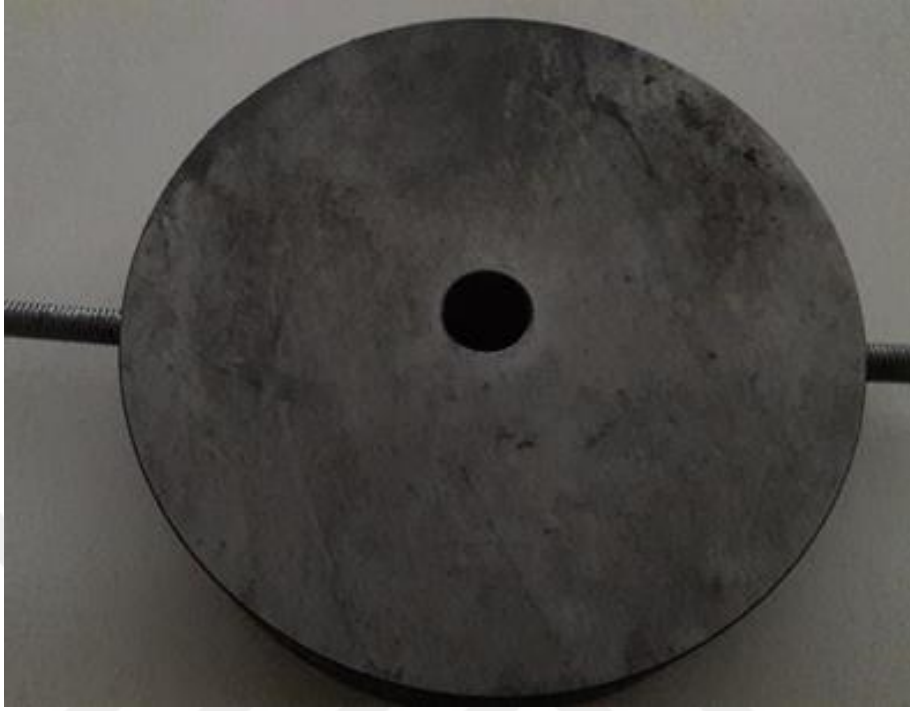


Şekil 5.3. Acculab Sartorius Group marka hassas terazi

Kullanılan hassas terazi 1/10000 hassasiyetindedir. Ölçebileceği en yüksek ağırlık değeri 220 gramdır. Ölçümlerde terazinin kalibrasyonu manuel olarak yapılmış olup 5 gr ağırlığında toz karışımları tartılmıştır. Alüminyum tozlarını karıştırma ve presleme işlemlerine almadan önce beherin dara ağırlığı alınarak gerçek ölçüm değerine ulaşılmıştır.

Toz karışımları tartıldıktan sonra Manisa Celal Bayar Üniversitesi'nde bulunan V-tipi karıştırıcıda homojen bir karışım elde etmek, grafenin alüminyum içerisinde daha iyi dağılmasını sağlamak ve topaklanmasını önlemek amaçlarıyla 35 d/dak devirle 2 saat boyunca karıştırıldı.

Karıştırma işleminden sonra tozlar, Şekil 5.4. ve Şekil 5.5.'te gösterilen kalıpta tek eksenli ve tek tesirli pres cihazı yardımıyla preslenmişlerdir.



Şekil 5.4. Çalıřmalarda kullanılan pres kalıbı



Şekil 5.5. Çalıřmalarda kullanılan pres kalıbı

Hazırlanan alüminyum ve grafen toz karışımları, Manisa Celal Bayar Üniversitesi Turgutlu Meslek Yüksekokulu'nda bulunan Hidropir marka presleme cihazında 400 MPa basınç altında soğuk presleme yöntemi ile preslendi.

Şekil 5.6.'da çalışmalarda kullanılan presleme cihazının fotoğrafı gösterilmektedir.



Şekil 5.6. Hidropir marka presleme cihazı

Basıncı manuel şekilde ayarlanabilen ve yarı otomatik yöntemle kullanılmakta olan pres cihazı, hidrolik bir pres olup bunun neticesinde yağ basıncı ile çalışmaktadır. Çalışma mekanizması kısaca şöyle özetlenebilir: Elektrik enerjisi kullanılarak yağ basmaya yarayan pompalar vasıtasıyla sisteme basınçlı yağ basılır. Basılan yağ silindirlere etki eder. Böylece silindirlere geri ve ileri yönlü hareket ederek mekanik enerjiyi meydana getirir. Bunun sonucunda hareketli kafa yukarı ve aşağı şekilde hareket eder. Silindirlere gönderilen yağ miktarı ve yağın basıncı kontrol edilebilir. Böylece presin hızı ve basma değeri/yük miktarı istenilen değerde ayarlanabilir [43].

Soğuk preslenen kompakt numuneler 620°C sıcaklıkta kontrollü argon atmosfer altında 1 saat süreyle sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Sinterleme

atmosferi olarak argon gazının tercih edilmesinin nedeni nötr bir atmosfer ortamı oluşturabilmesinden kaynaklanmaktadır. Sinterleme atmosferinin parçada oluşabilecek yüzey reaksiyonlarını önlemek, sinterlenecek parçayı oksit filmlerinden, yabancı maddelerden arındırmak ve sinterlenecek parça ile alaşım yaparak sinterlemeyi hızlandıracak bir veya birden fazla element sağlamak gibi görevleri vardır.

Şekil 5.7.'de sinterleme işleminde kullanılan 2 kW güce sahip Protherm markalı sinterleme fırınının fotoğrafı gösterilmektedir.



Şekil 5.7. Protherm marka sinterleme fırını

Tablo 5.2.'de deney numunelerini elde ederken belirlenen ve kullanılan parametreler özet halinde verilmiştir.

Tablo 5.2. Deney numunelerinin üretilmesinde kullanılan parametreler

Ana Toz	Alüminyum
Takviye Toz	Grafen
Karıştırma Devri	35 d/dak
Karıştırma Süresi	2 saat
Karışım Miktarı	5 gram
Presleme Türü	Soğuk Presleme
Presleme Basıncı	400 MPa
Sinterleme Sıcaklığı	620°C
Sinterleme Süresi	1 saat
Sinterleme Atmosferi	Argon

Sinterleme işleminden sonra bileşiminde ağırlıkça % 2, % 1, % 0,8, % 0,6, % 0,5, % 0,4, % 0,3, % 0,2, % 0,1 ve % 0 oranlarında grafen içeren numuneler, mekanik deneylere tabi tutulmak üzere hazır hale gelmiştir. Her bir bileşim oranından 5'er adet numune üretimi yapılmıştır.

Şekil 5.8.'de deney numunelerini gösteren fotoğraf verilmiştir.



Şekil 5.8. Deney numuneleri

Sinterleme işlemi sonrası elde edilen deney numunelerine verilen kodlar ve sinterleme parametrelerine ilişkin tablo aşağıda verilmiştir.

Tablo 5.3. Üretilen deney numunelerine verilen kodlar

Kodlar	İçerik	Sinterleme Sıcaklığı	Sinterleme Süresi
C0	%100 Al ve %0 GNP	620°C	1 saat
C0,1	%99,9 Al ve %0,1 GNP	620°C	1 saat
C0,2	%99,8 Al ve %0,2 GNP	620°C	1 saat
C0,3	%99,7 Al ve %0,3 GNP	620°C	1 saat
C0,4	%99,6 Al ve %0,4 GNP	620°C	1 saat
C0,5	%99,5 Al ve %0,5 GNP	620°C	1 saat
C0,6	%99,4 Al ve %0,6 GNP	620°C	1 saat
C0,8	%99,2 Al ve %0,8 GNP	620°C	1 saat
C1	%99 Al ve %1 GNP	620°C	1 saat
C2	%98 Al ve %2 GNP	620°C	1 saat

Çalışmalar sonucunda üretilen deney numunelerinin yoğunluk değerleri, yüzey pürüzlülük değerleri, yüzey sertlik değerleri ve aşınma sonrası ağırlık kayıpları belirlenmiştir. Ayrıca SEM ve EDX analizleri ile XRD analizi yaptırılmıştır. Aşağıda söz konusu değerlerin belirlenmesinde ve analizlerin yapılmasında yararlanılan yöntemlerin ayrıntıları verilmiştir.

5.1. Yoğunluk Değerlerinin Belirlenmesi (Arşimed Deneyi)

Geleneksel metot ile sinterleme işlemi sonrasında elde edilen numunelerin ilk olarak yoğunluk değerleri belirlendi. Bu amaçla öncelikle numunelere kaynatma işlemi ve ardından oda sıcaklığında soğutma işlemi uygulandı. Kaynatma işlemiyle numunelerdeki gözeneklerin içerisinde bulunan havanın buharlaşması amaçlanmıştır.

Yoğunluk değerlerinin belirlenmesinde kullanılan Dokuz Eylül Üniversitesi Torbalı Meslek Yüksekokulu'nda bulunan ısıtıcı ve Arşimed deney düzeneğinin fotoğrafları Şekil 5.9. ve Şekil 5.10.'da gösterilmiştir.



Şekil 5.9. Isıtma cihazı



Şekil 5.10. Arşimed deney cihazı

5.2. YüzeY Pürüzlülüğü Testi

İkinci olarak deney numunelerinin yüzeY pürüzlülük deęerleri belirlendi. YüzeY pürüzlülüğü testinde, Manisa Celal Bayar Üniversitesi Makine Mühendislięi Bölümü'nde bulunan Mitutoyo Surf Test SJ-301 marka yüzeY pürüzlülüğü ölçüm cihazı kullanılmıřtır.

řekil 5.11.'de yüzeY pürüzlülüğü ölçüm cihazının fotoęrafı verilmiřtir.



řekil 5.11. YüzeY pürüzlülüğü ölçümü test cihazı

Her bir numunenin üç farklı noktasından ölçümler yapıldı. Bu testte R_a , R_y ve R_z parametreleri ölçülmüřtür. Buradaki R_a aritmetik ortalama sapmayı; R_y maksimum profil yükseklięi ve R_z de beř tane en yüksek ve beř tane en alçak noktanın ortalamasını göstermektedir.

5.3. Vickers Sertlik Ölçüm Deneyi

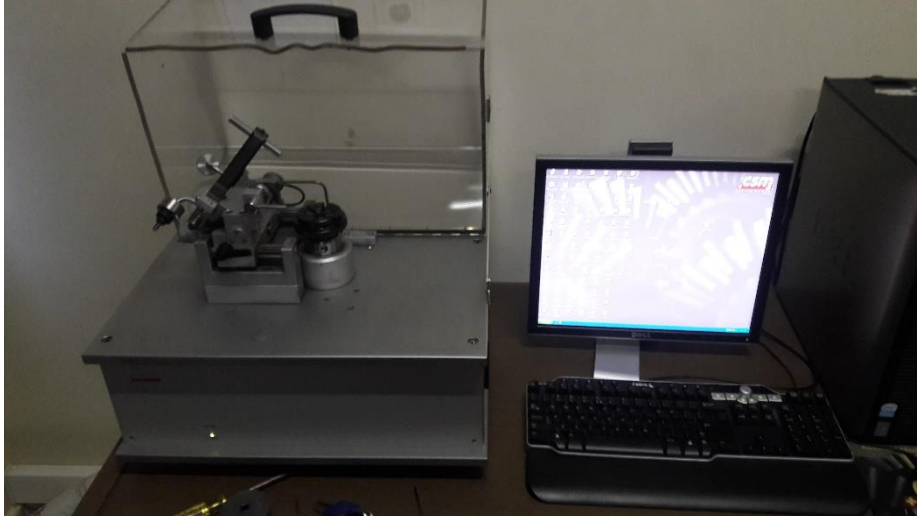
Vickers sertlik ölçüm deneyi, Manisa Celal Bayar Üniversitesi Makine Mühendislięi Bölümü'nde bulunan FM 700 marka mikrosertlik cihazında, 10 kgf kuvvet deęeri kullanılarak gerçekteřtirildi ve Al – GNP deney numunelerinin Vickers cinsinden sertlik deęerleri tespit edildi. řekil 5.12.'de FM 700 mikrosertlik cihazının fotoęrafı verilmiřtir.



Şekil 5.12. Mikrosertlik ölçüm cihazı

5.4. Aşınma Testi

Deney numunelerine daha sonra aşınma testi yapıldı. Numuneler, Manisa Celal Bayar Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü'nde bulunan ve Şekil 5.13.'te fotoğrafı verilen CSM Instruments marka aşınma deney düzeneği ile aşınma testine tabi tutulmuştur. Aşınma testinde aşındırıcı olarak tungsten karbür (WC) malzemedен yapılan 6 mm çaplı bilyalar kullanıldı. Aşınma testi sonucu, numunelerdeki ağırlık kayıpları belirlenmiştir.



Şekil 5.13. CSM Instruments marka aşınma deney düzeneği

5.5. SEM ve EDX Analizleri

Yapısında ağırlıkça % 0 ile % 2 arasındaki oranlarda grafen bulunan deney numunelerine Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü Elektron Mikroskobu Birimi'nde, taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi yaptırıldı. SEM analizinin yanı sıra yapısında ağırlıkça % 2 oranında grafen bulunan deney numunesine EDX analizi de yaptırıldı.

SEM analizi sonucunda her bir numune için X 1000, X 5000 ve X 10000 büyütme oranına sahip görüntüler elde edilmiştir.

Analiz için kullanılan Zeiss marka taramalı elektron mikroskobunun fotoğrafı Şekil 5.14.'te gösterilmiştir.



Şekil 5.14. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

5.6. XRD Ölçümü ve Analizi

Deney numunelerinden içeriğinde % 2 ve % 0,8 oranlarında grafen bulunan, C2 ve C0,8 kodları verilen numunelere Ankara Üniversitesi Süperiletken Teknolojileri Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde XRD ölçümü ve analizi yaptırıldı. Numunelere ölçümler $2\theta=10^\circ$ ile $2\theta=80^\circ$ açı aralığında ve $0,2^\circ$ 'lik açı adımı ile yapılmıştır. Analiz işleminde kullanılan XRD cihazının fotoğrafları Şekil 5.15. ve Şekil 5.16.'da verilmiştir.



Şekil 5.15. XRD analiz cihazı



Şekil 5.16. XRD analiz cihazı

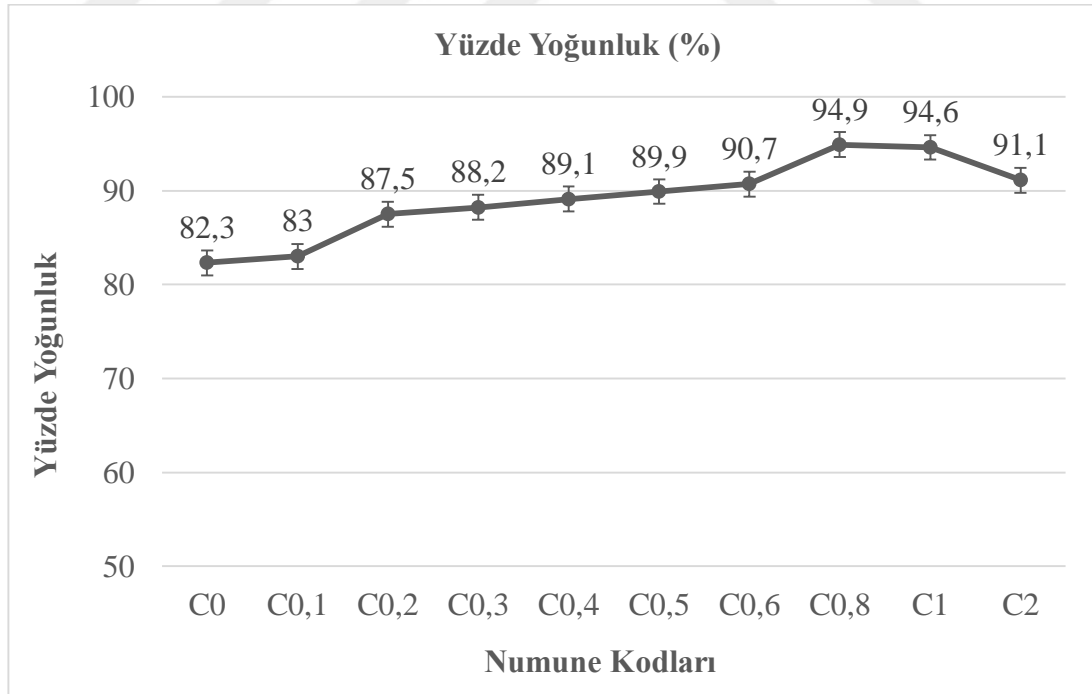
6. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

6.1. Yoğunluk Değerleri

Alüminyumun teorik yoğunluğu $2,6989 \text{ g/cm}^3$ ve grafenin teorik yoğunluğu $2,00 \text{ g/cm}^3$ olarak bilinmektedir. Arşimed deneyinde ölçülen yoğunluk değerleri ve yüzde yoğunluk değerleri Tablo 6.1.'de verilmiştir.

Tablo 6.1. Deney numunelerinin teorik, ölçülen ve yüzde yoğunlukları

Kodlar	Teorik Yoğunluk (g/cm^3)	Ölçülen Yoğunluk (g/cm^3)	Yüzde Yoğunluk (%)
C0	2,6989	2,222	82,3
C0,1	2,6982	2,24	83
C0,2	2,6975	2,361	87,5
C0,3	2,6968	2,379	88,2
C0,4	2,6961	2,403	89,1
C0,5	2,6954	2,424	89,9
C0,6	2,6947	2,445	90,7
C0,8	2,6933	2,555	94,9
C1	2,6919	2,547	94,6
C2	2,6849	2,446	91,1



Şekil 6.1. Deney numunelerinin % yoğunluk değişimleri

Sinterleme işleminden sonra toz metal numunelerimizin yoğunluk değerleri incelendiğinde, alüminyum tozu içerisindeki grafen miktarının ağırlıkça artışının yoğunluğu da arttırdığı sonucu rahatlıkla çıkarılabilir. İçeriğinde % 0,6 oranında grafen bulunan numunede yoğunluk % 90,7 iken içeriğinde % 0,8 oranında grafen bulunan numunenin yoğunluk değeri % 94,9'dur. Bu keskin yoğunluk artışının nedeni bu aşamada toz karışım oranının ideale yakın olması ve bu karışım oranı için sinterleme sıcaklığı ve süresinin uygun olmasıdır. İçeriğinde % 1 oranında grafen bulunan numunenin yoğunluk değeri de C0,8 kodlu numunemizin yoğunluk değerine çok yakın bir değerde bulunmuştur. İçeriğinde % 2 oranında GNP bulunan numuneden itibaren yoğunluk değerinde azalma görülmektedir.

6.2. Yüzey Pürüzlülüğü Değerleri

Yüzey pürüzlülüğü testi sonucu ölçülen değerler Tablo 6.2.'de verilmiştir.

Tablo 6.2. Deney numunelerinin ortalama yüzey pürüzlülüğü değerleri

Kodlar	R _a (µm)	R _y (µm)	R _z (µm)
C0	0,51	6,95	4,85
C0,1	0,68	7,11	6,68
C0,2	0,78	7,64	7,19
C0,3	0,89	7,79	7,41
C0,4	1,28	9,77	7,53
C0,5	1,41	14,92	8,85
C0,6	1,59	14,98	9,12
C0,8	1,62	15,02	9,88
C1	1,65	15,56	10,11
C2	1,78	17,45	12,76

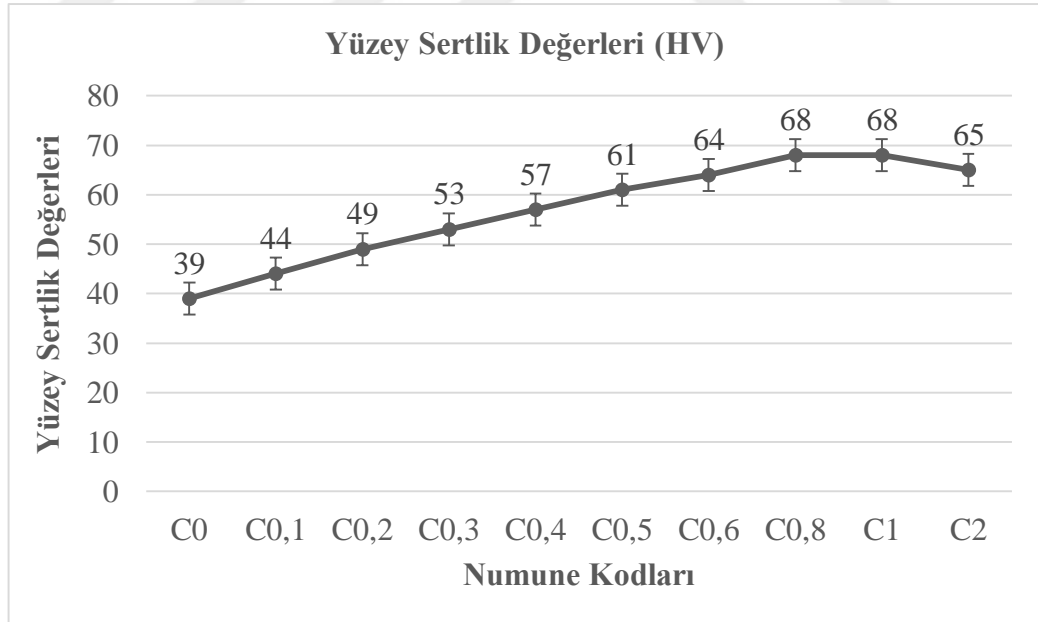
Alüminyum esaslı grafen katkılı nano numunelerin yüzey pürüzlülüğü değerleri incelendiğinde, karışım oranındaki grafen miktarı arttıkça yüzey pürüzlülüğü değerlerinin arttığı görülmüştür. Karışımdaki ağırlıkça GNP miktarı artışı, numune yüzeylerinde grafen nanoplate partiküllerinin daha yoğun bir şekilde yerleşmesini sağlayarak yüzey pürüzlülük değerlerinde artışa sebep olmuştur.

6.3. Vickers Sertlik Deęerleri

Tablo 6.3.'te ölçülen deęerler ve Şekil 6.2.'de ölçülen deęerlerin grafen içeriğine göre deęişimini gösteren grafik verilmiştir.

Tablo 6.3. Deney numunelerinin sertlik deęerleri

Kodlar	Yüzey Sertlik Deęerleri (HV)
C0	39
C0,1	44
C0,2	49
C0,3	53
C0,4	57
C0,5	61
C0,6	64
C0,8	68
C1	68
C2	65



Şekil 6.2. Deney numunelerinin sertlik deęerlerinin deęişimi

Al – GNP parçaların sertlik deęerleri incelendiğinde, sertlik deęerlerinin içeriğinde % 1 oranında grafen bulunan deney numunesine kadar aynı yoğunluk

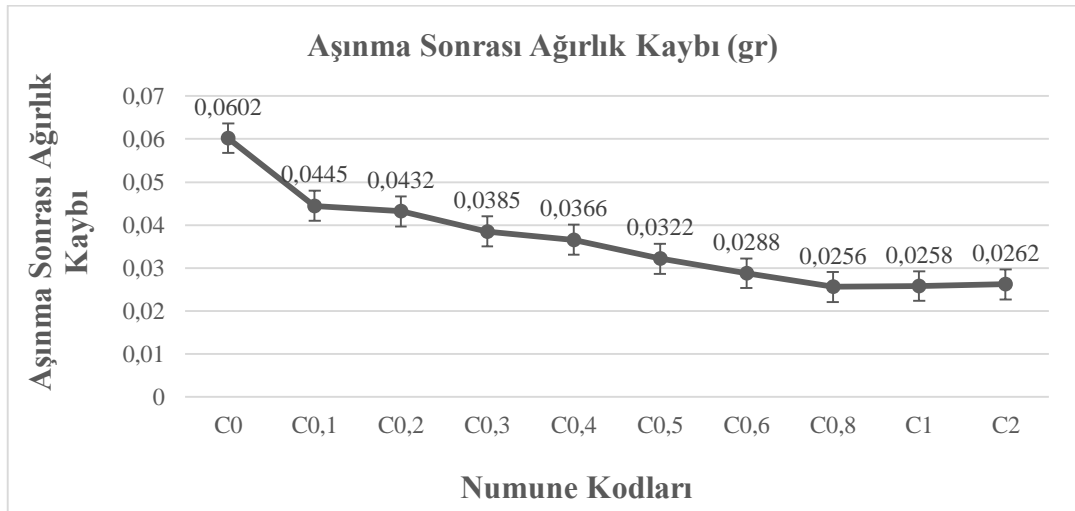
değerlerinde olduğu gibi grafen miktarı arttıkça arttığı tespit edilmiştir. En yüksek sertlik değerleri içeriğinde % 0,8 ve % 1 oranında grafen içeren nano parçalarda elde edilmiştir. Ağırlıkça % 1'den fazla GNP içeren numunenin sertlik değeri bir miktar düşmüştür.

6.4. Aşınma Testi Sonucu Ağırlık Kayıpları

Aşınma testi sonucu numunelerin ağırlık kayıpları belirlenmiş ve Tablo 6.4.'te elde edilen sonuçlar verilmiştir.

Tablo 6.4. Deney numunelerinin aşınma sonrası ağırlık kayıpları

Kodlar	Aşınma Sonrası Ağırlık Kaybı (gr)
C0	0,0602
C0,1	0,0445
C0,2	0,0432
C0,3	0,0385
C0,4	0,0366
C0,5	0,0322
C0,6	0,0288
C0,8	0,0256
C1	0,0258
C2	0,0262



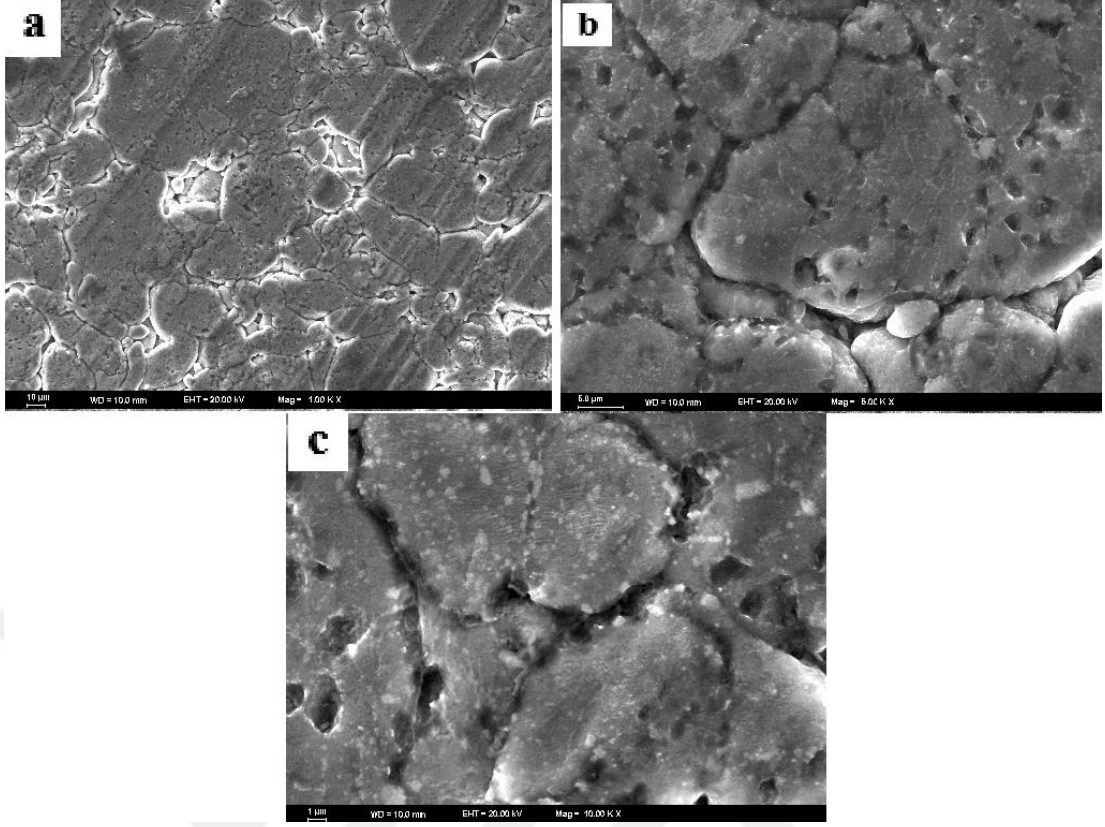
Şekil 6.3. Deney numunelerinin aşınma sonrası ağırlık kayıpları

İçeriğinde grafen bulunmayan C0 kodunu verdiđimiz saf alüminyum numunede ađırlık kaybı 0,0602 gr iken, içeriğinde % 0,8 oranında grafen bulunan C0,8 kodunu verdiđimiz numunede ađırlık kaybı 0,0256 gr'a gerilemiş ve içeriğinde % 2 oranında grafen bulunan C2 kodunu verdiđimiz numunede ađırlık kaybı 0,0262 gr olarak ölçülmüştür. Ađırlıkça % 0,8 GNP katkılı kompozitin aşınma dayanımında, saf alüminyuma göre yaklaşık olarak % 50 oranında iyileşme görülmüştür. Böylelikle ađırlıkça % grafen miktarı artışının aşınma sonrası ađırlık kaybında azalmaya neden olduđu, % 0,8'e kadar grafen eklentisindeki artışın aşınma dayanımını arttırdıđı; % 0,8 oranından daha fazla miktarlardaki grafen yüzdesi artışının numunelerde yağlayıcı görevi görebileceđi tespit edilmiştir.

6.5. SEM ve EDX Analizleri

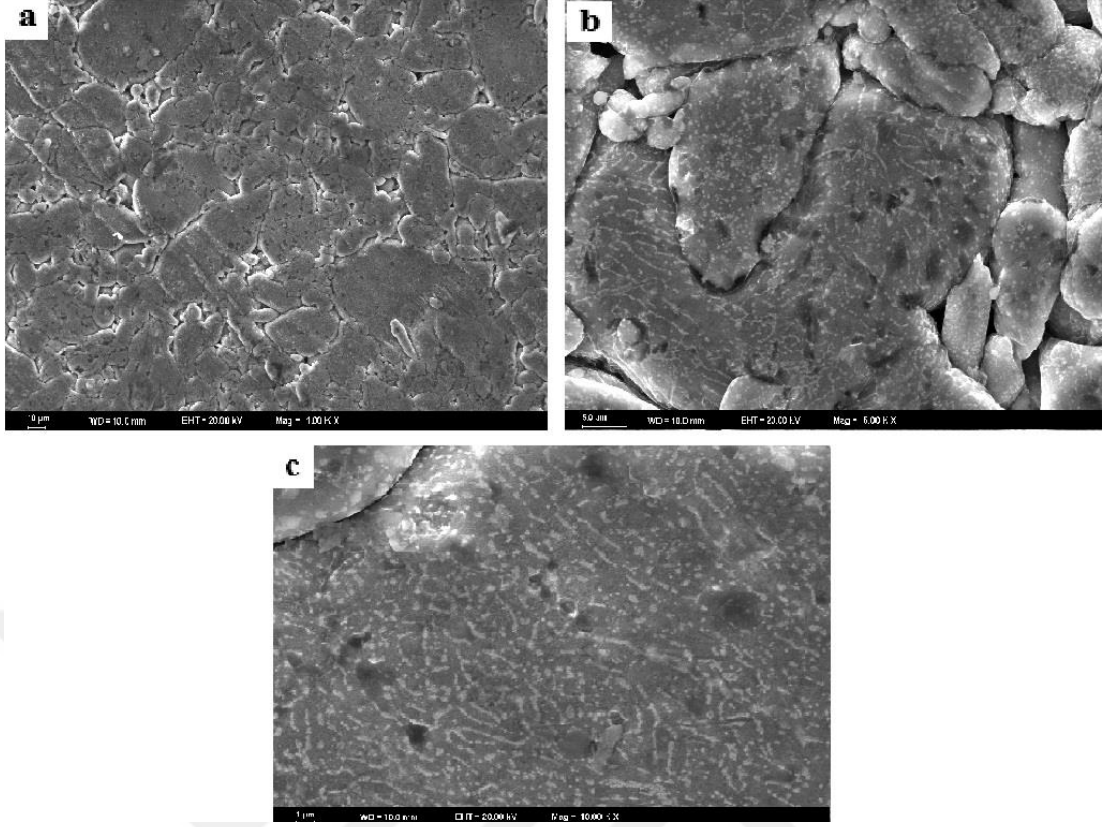
SEM analizi sonucu elde edilen yüzey görüntülerinde a=1000, b=5000 ve c=10000 büyütme oranını göstermektedir.

Yapısında ađırlıkça % 0 oranında grafen bulunan C0 kodunu vermiş olduđumuz deney numunesi için yapılan SEM analizinin sonuçları Şekil 6.4.'te verilmiştir.



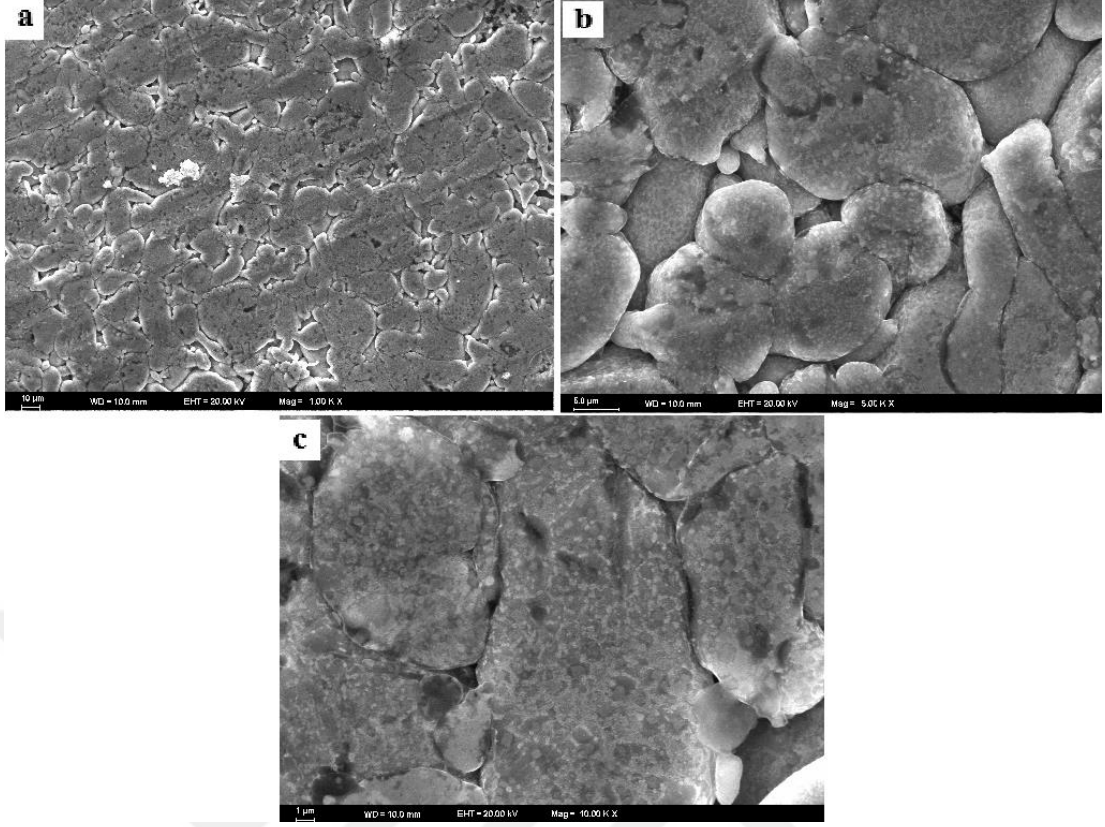
Şekil 6.4. C0 kodlu deney numunesi SEM analiz sonuçları

Yapısında ağırlıkça % 0,2 oranında grafen bulunan C0,2 kodunu vermiş olduğumuz deney numunesi için yapılan SEM analizinin sonuçları Şekil 6.5.'te verilmiştir.



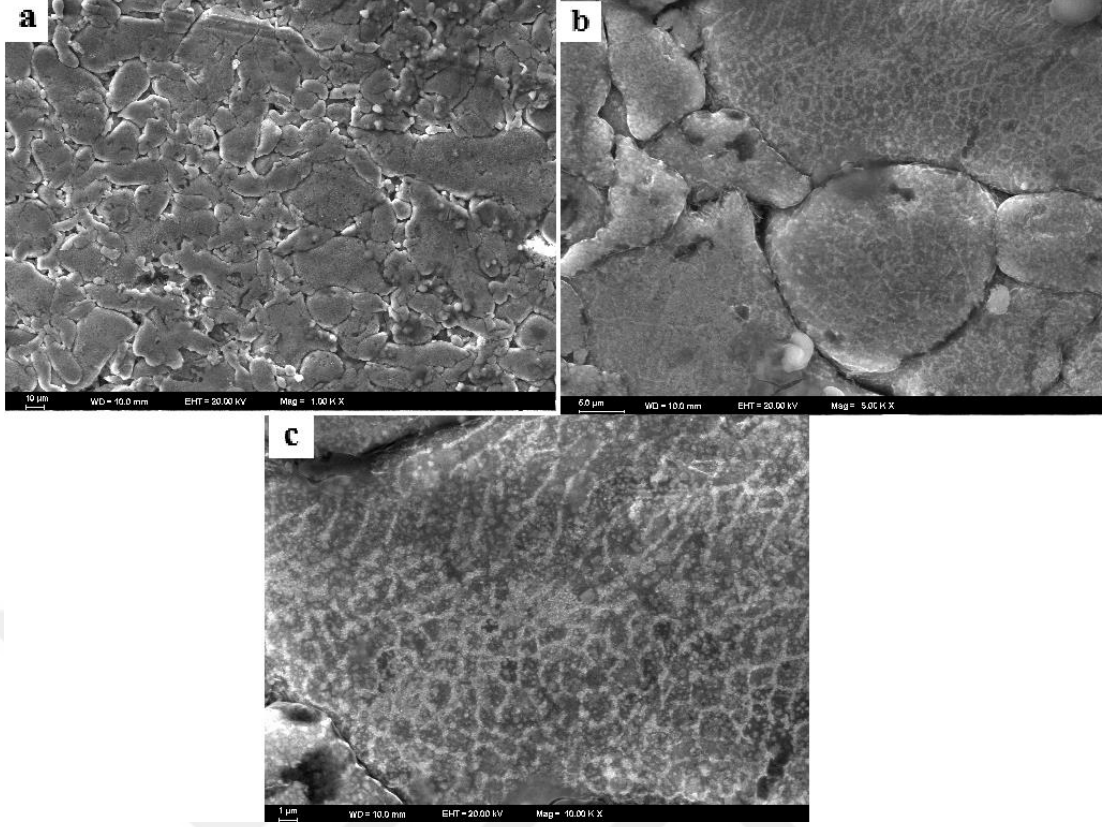
Şekil 6.5. C0,2 kodlu deney numunesi SEM analiz sonuçları

Yapısında ağırlıkça % 0,5 oranında grafen bulunan C0,5 kodunu vermiş olduğumuz deney numunesi için yapılan SEM analizinin sonuçları Şekil 6.6.'da verilmiştir.



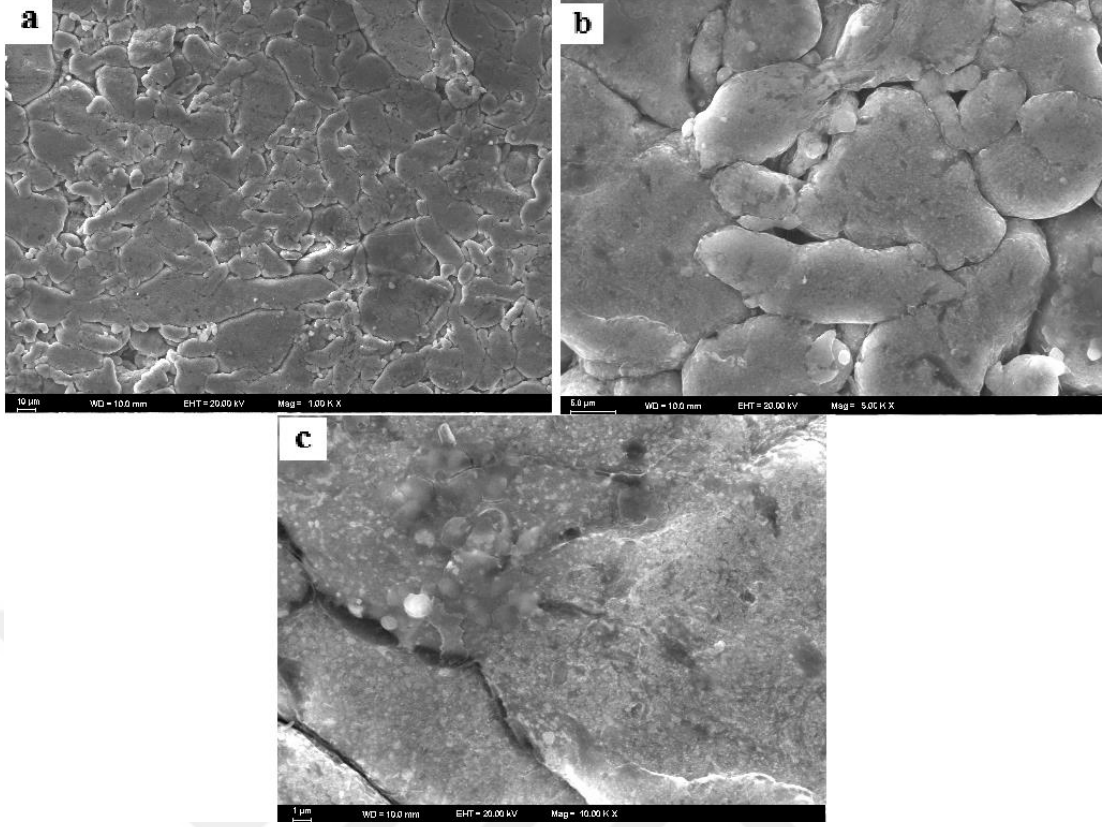
Şekil 6.6. C0,5 kodlu deney numunesi SEM analiz sonuçları

Yapısında ağırlıkça % 1 oranında grafen bulunan C1 kodunu vermiş olduğumuz deney numunesi için yapılan SEM analizinin sonuçları Şekil 6.7.'de verilmiştir.

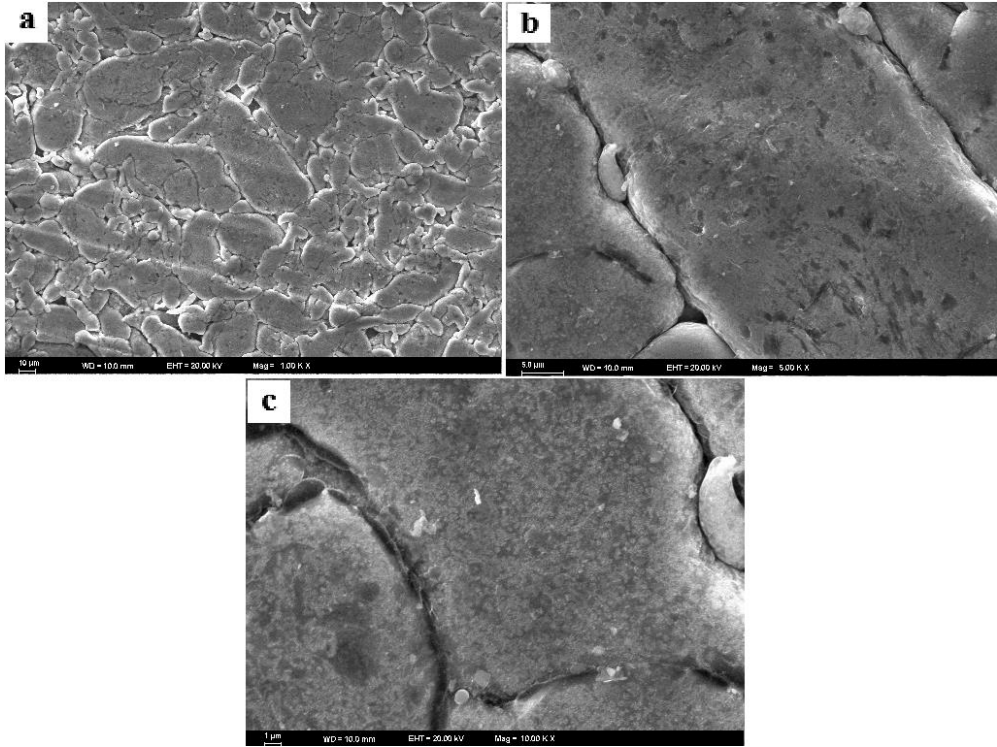


Şekil 6.7. C1 kodlu deney numunesi SEM analiz sonuçları

Yapısında ağırlıkça % 2 oranında grafen bulunan C2 kodunu vermiş olduğumuz deney numunesi için yapılan SEM analizinin sonuçları Şekil 6.8. ve Şekil 6.9.'da verilmiştir.



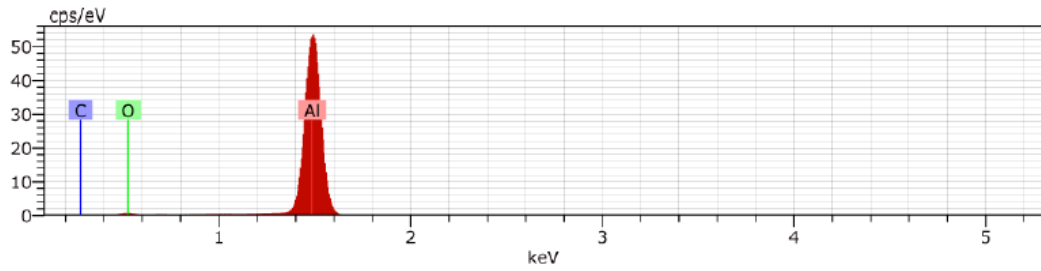
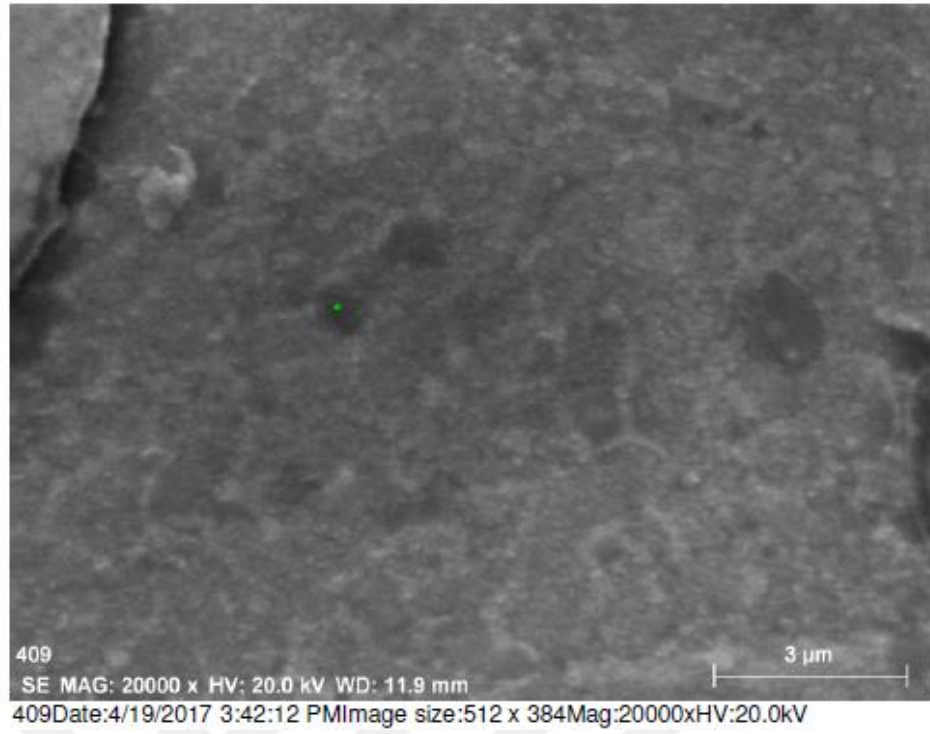
Şekil 6.8. C2 kodlu deney numunesi SEM analiz sonuçları



Şekil 6.9. C2 kodlu deney numunesi SEM analiz sonuçları

SEM analizi sonucu elde edilen mikroyapı görüntüleri incelendiğinde daha önce yoğunluk, yüzey pürüzlülüğü ve sertlik ölçümü deneylerinde etkisini görmüş olduğumuz karıştırma işlemine bağlı olarak meydana gelen topaklaşma ve bunun sonucunda oluşan boşluklar özellikle saf alüminyumdan elde edilen numunede net bir şekilde görülebilmektedir. Buna karşın numuneler içerisindeki grafen varlığı tespit edilmiştir. Ayrıca sinterleme süresinin etkisiyle tane sınırları net bir şekilde oluşmuş ve tane boyutlarında irileşme meydana gelmiştir. Grafen numune içerisinde bazı noktalarda topaklaşma sonucu yığılmış olsa da alüminyum içerisinde homojen olarak dağılmıştır. Numunelerin içerisindeki grafen katkısı arttıkça boşluklar azalmış, hem daha yoğun hem de daha homojen yapılar elde edilmiştir. Buna bağlı olarak porozite azalmıştır.

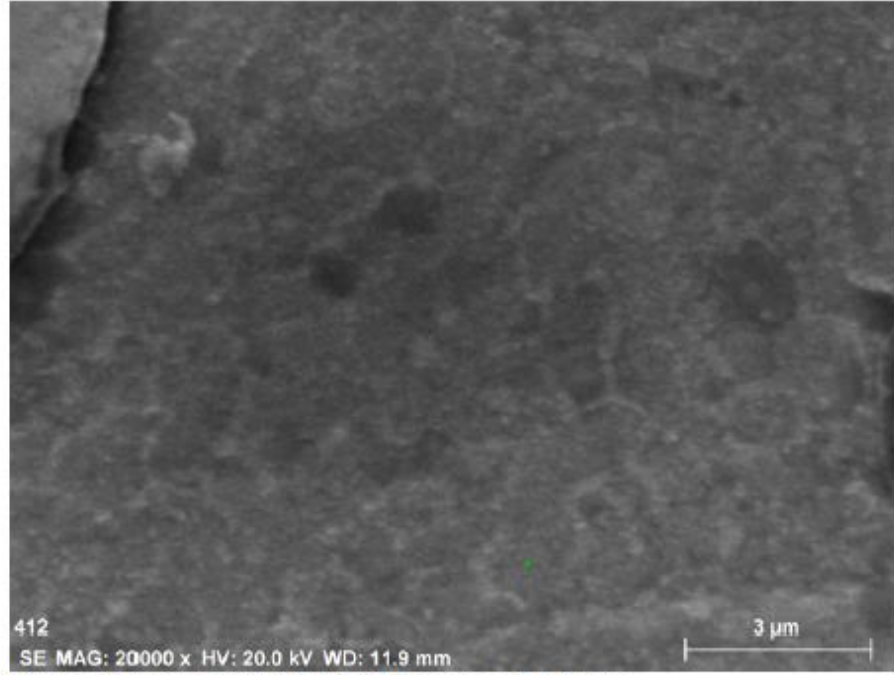
SEM analizinin ardından yapısında % 2 oranında grafen bulunan C2 kodlu deney numunesine EDX analizi yaptırılmıştır. Analiz uygulama noktaları ve elde edilen sonuçlar Şekil 6.10. ve 6.11.'de verilmiştir. Uygulama noktaları Şekil 6.10. ve Şekil 6.11.'de yeşil renkli bir nokta şeklinde görülebilmektedir. İşaretlenen noktalarda yapılan analizlerde GNP nano partiküllerin koyu gri renkte gözükken parçalar olduğu tespit edilmiş ve homojen bir dağılım görülmüştür.



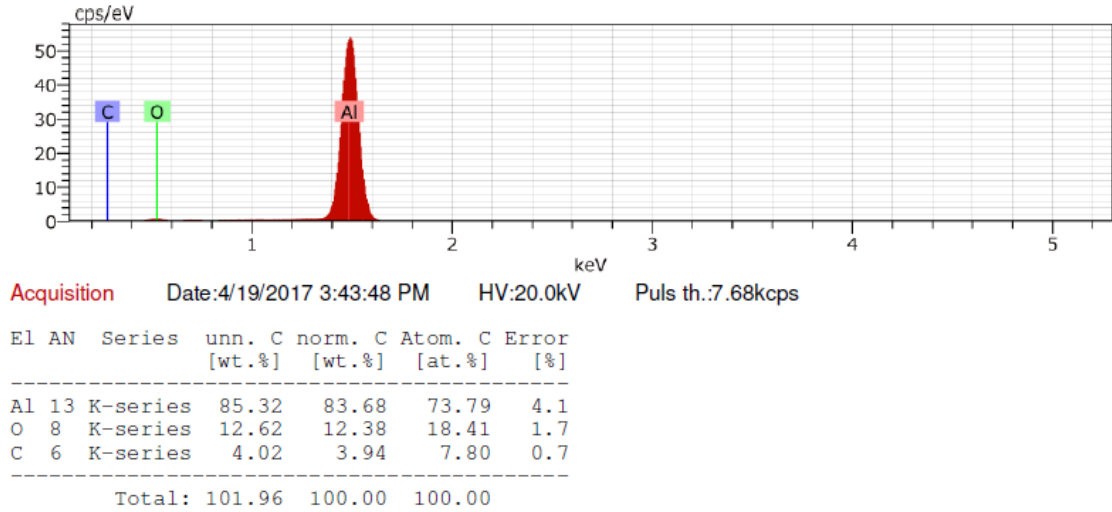
Acquisition Date:4/19/2017 3:34:49 PM HV:20.0kV Puls th.:7.57kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Al	13	K-series	85.14	84.16	74.41	4.1
O	8	K-series	12.00	11.86	17.69	1.6
C	6	K-series	4.02	3.98	7.90	0.6
Total:			101.17	100.00	100.00	

Şekil 6.10. EDX analiz sonuçları



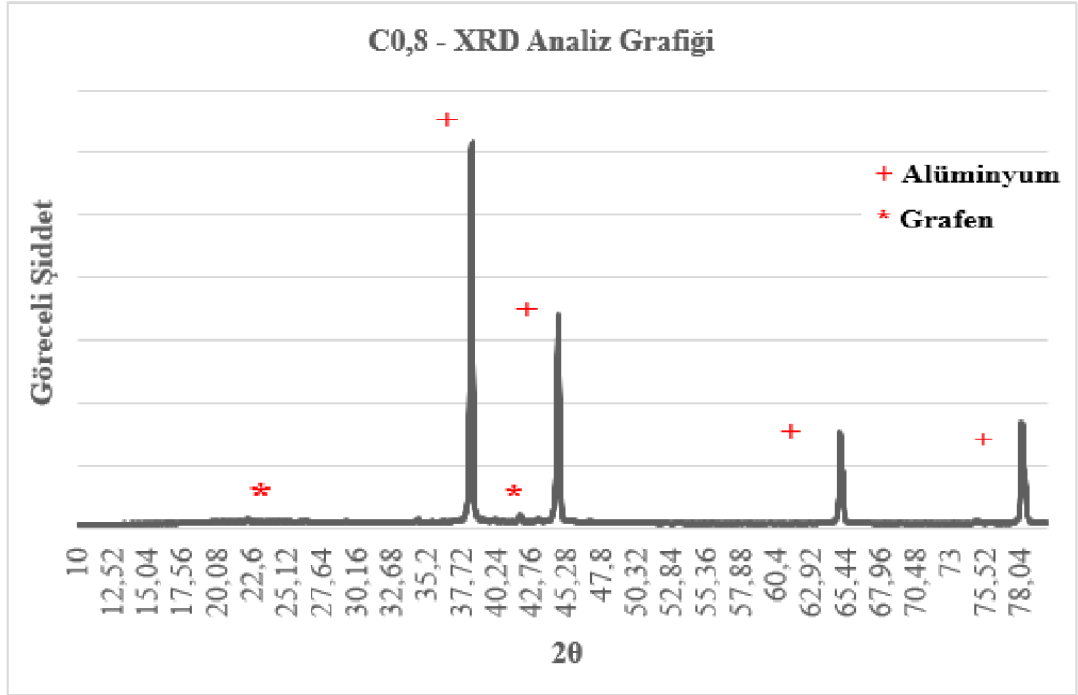
412
SE MAG: 20000 x HV: 20.0 kV WD: 11.9 mm
412Date:4/19/2017 3:47:34 PM Image size:512 x
384Mag:20000xHV:20.0kV



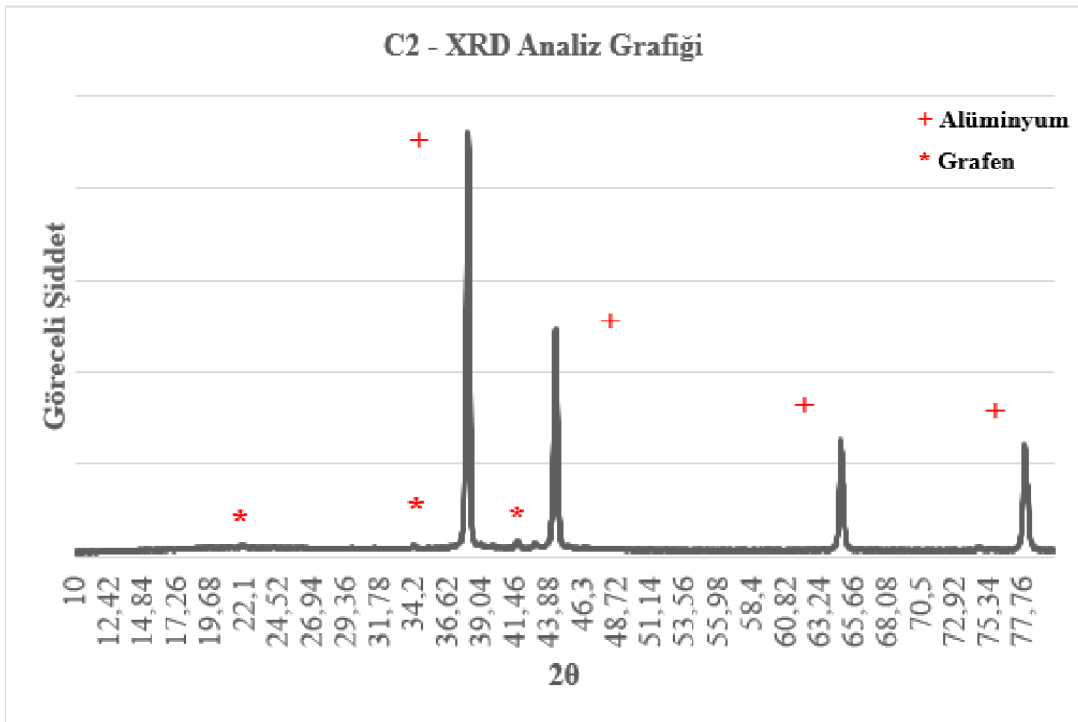
Şekil 6.11. EDX analiz sonuçları

6.6. XRD Ölçümü ve Analizi

Elde edilen ölçüm verileri Şekil 6.12. ve Şekil 6.13.'te grafik halinde verilmiştir. Deney numunelerine uygulanan XRD analizi sonuçları incelendiğinde grafen varlığından dolayı pikler meydana geldiği görülmektedir. Yapılan çalışma göstermiştir ki geleneksel metot ile sinterlemede grafen katkısında meydana gelen artış yapıda önemli bir faz dönüşümü sağlamamıştır.



Şekil 6.12. C0,8 XRD ölçüm verileri grafiği



Şekil 6.13. C2 XRD ölçüm verileri grafiği

7. SONUÇ VE ÖNERİLER

Yapmış olduğumuz çalışmada, alüminyumun tozu içerisine ağırlıkça % 0,1, % 0,2, % 0,3, % 0,4, % 0,5, % 0,6, % 0,8, % 1 ve % 2 oranlarında grafen tozu eklenmiştir. İlk aşamada hazırladığımız toz karışımları, homojen bir karışım elde etmek, grafenin alüminyum içerisinde daha iyi dağılmasını ve topaklanmasını önlemek amaçlarıyla 35 d/dak devirle 2 saat boyunca karıştırılmışlardır. Daha sonra soğuk presleme tekniği ile tek eksenli ve tek tesirli pres cihazında 400 MPa basınç ile presleme işlemine geçilmiş ve elde etmiş olduğumuz deney numunelerinin aynı süre ve aynı sıcaklık değerinde geleneksel metot ile başarıyla sinterlendiği görülmüştür. Her bir deney numunesi 620°C sıcaklıkta, kontrollü argon sinterleme atmosferi altında 1 saat süreyle sinterleme işlemine tabi tutulmuştur.

Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen yoğunluk ve sertlik değerleri incelendiğinde, optimum grafen miktarının ağırlıkça % 0,8 oranında olması gerektiği tespit edilmiştir. % 0,8 ve % 1 oranlarında grafen içeren numunelerde aynı sertlik değerlerine ulaşılmasına rağmen GNP tozunun pahalı bir ürün olmasından ötürü % 0,8 oranının üzerinde bir miktarda grafen içeren parça üretim maliyeti daha fazla olacağından optimum karışım değerinin ağırlıkça % 0,8 oranında olduğu belirlenmiştir.

Üretilen parçalarda boşluk oluşumu ve topaklaşmanın önlenmesi daha iyi mekanik özellikler elde edilmesini sağlayacaktır. Bu amaçla daha etkin karıştırma yöntemleri tercih edilmeli ayrıca daha yüksek basınç değerleri altında presleme işlemi gerçekleştirilmelidir. Soğuk presleme yerine sıcak presleme işlemi de tercih edilebilecek yöntemlerden biridir. Tek yönlü presleme yerine çift yönlü preslemenin mekanik özellikleri geliştirebileceği düşünülmektedir. Numunelere uygulanmış olan sinterleme süresi ve sıcaklığı değiştirilerek daha iyi sonuçlar elde edilebilmesi olasıdır. Sinterleme sıcaklığının bir miktar artırılıp sinterleme süresinin de azaltılmasıyla daha gelişmiş mekanik özelliklere, daha düşük maliyetlerle ulaşmak mümkün olabilecektir.

KAYNAKLAR

- [1] Çavdar, U. Demir Esaslı Sinter Metallerine Yapılabilecek Isıl İşlemlerin Belirlenmesi ve Geliştirilmesi. Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Manisa, 2005, 115 s. (Yüksek Lisans Tezi).
- [2] Gökmeşe, H., Bostan, B. AA 2014 Alaşımında presleme ve sinterlemenin gözenek morfolojisi ve mikroyapısal özelliklere etkileri. Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi. 2013, 1(1), 1-8.
- [3] Kuşoğlu, İ. M. Demir Esaslı Metal Tozlarından Geleneksel ve Mikrodalga Sinterleme Yöntemleri İle Malzeme Üretimi ve Özelliklerinin Karşılaştırılması. Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi Anabilim Dalı, İzmir, 2011, 150 s. (Doktora Tezi).
- [4] Çavdar, U., Atik, E. Geleneksel ve hızlı sinterleme yöntemleri. CBÜ Soma Meslek Yüksekokulu Teknik Bilimler Dergisi. 2011, 1(15), 1-10.
- [5] Zeren, M. Toz Metalurjisi Ders Notu. Kocaeli Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü. Kocaeli, 2010, 26s.
- [6] Avcı, E., Durlu, N., Ataş, A., Bozacı, C., Özduval, H. Demir esaslı toz metal parçaların sinterleme ile birleştirilmesi. Gazi Üniversitesi Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi Dergisi, 2010, 25 (4), 713-718.
- [7] Garbicz, D., Jurczyk, M., Levintant-Zayonts, N., Moscicki, T. Properties of Al-Al₂O₃ composites synthesized by spark plasma sintering method. Archives of Civil and Mechanical Engineering, 2015, 15 (4), 933-939.
- [8] Rahimian, M., Parvin, N., Ehsani, N. The effect of production parameters on microstructure and wear resistance of powder metallurgy Al-Al₂O₃ composite. Materials and Design. 2011, 32 (2), 1031-1038.
- [9] Kim, J., Jang, G., Kim, M., Lee, J. Microstructure and compressive deformation of hypereutectic Al-Si-Fe based P/M alloys fabricated by spark plasma sintering. Transactions of Nonferrous Metals Society of China. 2014, 24 (7), 2346-2351.
- [10] Wu, C., Fang, P., Luo, G., Chen, F., Shen, Zhang, L., Laver-nia, E. Effect of plasma activated sintering parameters on microstructure and mechanical properties of Al-7075/B₄C composites. Journal of Alloys and Compounds. 2014, 615, 276-282.
- [11] Rodriguez, C., Belzunce F. J., Betegon, C., Goyos, C., Diaz, L. A., Torrecillas, R. Nanostructured Al-ZrAl₃ materials consolidated via spark plazma sintering: evaluation of their mechanical properties. Journal of Alloys and Compounds. 2013, 550, 402-405.
- [12] Madej, B. The effect of sintering temperature on microstructure and properties of Al-SiC composites. Archives of Metallurgy and Materials. 2013, 58 (1), 44-48.
- [13] Sahani, P., Karak, S. K., Mishra, B., Chakravarty, D., Chaira, D. Effect of Al addition on SiC-B₄C cermet prepared by pressureless sintering and spark plasma sintering methods. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2016, 57, 31-41.
- [14] Latief, F. H., Sherif, El-Sayed M. Effects of sintering temperature and graphite addition on the mechanical properties of aluminum. Journal of Industrial and Engineering Chemistry. 2012, 18, 2129-2134.
- [15] Özgün, Ö. Toz Metalurjisi ile Üretilen Alaşımın Çeliklerin Mikroyapı ve Mekanik Özellikleri. Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi Anabilim Dalı, Sakarya, 2007, 155 s. (Yüksek Lisans Tezi).
- [16] Çivi, C. Demir Esaslı T/M Parçaların Düşük Frekanslı İndüksiyonla Sinterlenmesinde Sürenin Etkisi. Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Manisa, 2011, 81 s. (Yüksek Lisans Tezi).

- [17] Çavdar, U. Demir Esaslı Toz Metal Parçaların İndüksiyonla Sinterlenmesinde Parametrelerin Belirlenmesi. Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Manisa, 2009, 180s. (Doktora Tezi).
- [18] Öztürk, S., İcin, K. Toz Metalurjisi Deneyi Laboratuvar Föyü, Karadeniz Teknik Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Trabzon, 2015, 10s.
- [19] Lawley, A. Atomization: The Production of Metal Powders. MPIF Princeton, New Jersey, Amerika Birleşik Devletleri, 1992, 166s.
- [20] German, R., M. Manipulation of strength during sintering as a basis for obtaining rapid densification without distortion. The Japan Institute of Metals. 2001, 42 (7), 1400-1410.
- [21] Kurt, A., O. Toz Üretim Yöntemleri ve Sinterleme Ders Notları, Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Sakarya, 2004-2010, 32s.
- [22] Oğuz, Ş. Atomizasyon Ünitesi İmalatı ve Kalay Tozu Üretimi. Karabük Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metal Eğitimi Anabilim Dalı, Karabük, 2011, 102s. (Yüksek Lisans Tezi)
- [23] Ersümer, A. Toz Metallürjisi Sert Metal Sinterleme. İstanbul Teknik Üniversitesi Matbaası, İstanbul, Türkiye, 1970, 280s.
- [24] Baksan, B., Gürler, R. Toz Metalurjisinin Savunma Sanayiinde Uygulanması. Osmangazi Üniversitesi, Metalurji Enstitüsü, Eskişehir, 2003, 15s.
- [25] Sarıtaş, S. Makine Mühendisliği El Kitabı Cilt 1 (Toz Metalurjisi). Makine Mühendisleri Odası, Ankara, Türkiye, 1994, 117s.
- [26] Kaysser W.A., Rzesnitzek, K. Principles of atomization. Science of Sintering. 1989, 157 – 176.
- [27] Doğan, C., Sarıtaş, S. Metal powder production by centrifugal atomization. The International Journal of Powder Metallurgy. 1994, 30 (4), 419-427.
- [28] Lawley, A. An overview of powder atomization processes and fundamentals. The International Journal of Powder Metallurgy & Powder Technology. 1977, 13(3), 169 – 188.
- [29] Champagne, B., Angers, R., Fiset, M. Characteristics of powders produced by rotating electrode process. Metal Powder Report. 1984, 39 (5), 267-270.
- [30] Rai, G., Lavernia, E., Grant, N. J. Powder size distribution in ultrasonic gas atomization. The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society. 1985, 37 (8), 22-26.
- [31] Klar, E., Fesko, J. W. Production of metal powders. Metals Handbook. 1984, 9 (7), 25-51.
- [32] German, R., M., Sarıtaş, S., Türker, M., Durlu, N. Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri: İşlemler, Malzemeler, Ürünler, Özellikler ve Uygulamalar. Türk Toz Metalurjisi Derneği, Ankara, Türkiye, 2007, 574s.
- [33] Cerit, A.A. Toz Metalurjisi Ders Notları. Erciyes Üniversitesi Endüstriyel Tasarım Mühendisliği Bölümü. Kayseri, 2016, 334s.
- [34] Aran, A. Malzeme Bilgisi Ders Notları, İstanbul Teknik Üniversitesi Makine Fakültesi, İstanbul, 2008, 98s.
- [35] Büyükarıslan, S. Sürtünme Karıştırma Kaynağı ile Birleştirilmiş Alüminyum Alaşımlarının Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerinin Araştırılması. Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji Mühendisliği Anabilim Dalı, Elazığ, 2006, 87s. (Yüksek Lisans Tezi).
- [36] Demirci, K., M. Dünya alüminyum ticaretinde türkiye'nin yeri. TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası Metalurji Dergisi. 2012, 161, 17-29.

- [37] Yeğen, F. I. Grafen Şeritler. Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Ankara, 2011, 47s. (Yüksek Lisans Tezi).
- [38] Şenel, M. C., Gürbüz, M., Koç, E. Grafen takviyeli alüminyum matrisli yeni nesil kompozitler. Mühendis ve Makina. 2015, 56 (669), 36 – 47.
- [39] Altıntaş, A. Alümina ve Grafen Tozlarının Vakum Altında Yüksek Frekanslı İndüksiyon Sistemiyle Sinterlenmesi. Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Manisa, 2017, 124s. (Yüksek Lisans Tezi).
- [40] Baykal, M. A. Karbon Grafen Şeritlerdeki Kusurların Analizi. Gebze Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Gebze, 2016, 53s. (Yüksek Lisans Tezi).
- [41] Bedeloğlu, A., Taş, M. Grafen ve grafen üretim yöntemleri. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi. 2016, 16 (031203), 544 – 554.
- [42] Kozal, B. Karbon Tabanlı Petek Örgülerin Elektronik Özellikleri. Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Ankara, 2012, 119s. (Doktora Tezi).
- [43] Gül, B. Tek Eksenli Soğuk Preslenmiş Alüminyum ve Seramik Tozlarının Geleneksel Yöntemlerle ve Ultra Yüksek Frekanslı İndüksiyonla Sinterlenmesi. Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Manisa, 2016, 160s. (Yüksek Lisans Tezi).

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Onur AKKURT
Doğum Yeri ve Yılı : Çorlu, 1989
Medeni Hali : Bekâr
Yabancı Dili : İngilizce
E-posta : onurakkurt@windowslive.com

Eğitim Durumu

Lise : Sekine Evren Anadolu Lisesi, 2007
Lisans : Karadeniz Teknik Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 2013
Yüksek Lisans : Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 2017

Mesleki Deneyim

Skyline Teknik Eğitim A.Ş. 2014-..... (halen)