T.C.
SAKARYA UYGULAMALI BİLİMLER ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

Al/Ni -ÇKKNT KOMPOZİTLERİN TOZ METALÜRJİSİ İLE ÜRETİMİ, MEKANİK VE FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fatih BECERİK

Enstitü Anabilim Dalı	**:**	**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ**
Tez Danışmanı	**:**	**Dr. Öğr. Üy. Mustafa AKÇİL**

EKİM 2020

T.C.
SAKARYA UYGULAMALI BİLİMLER ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

Al/Ni -ÇKKNT KOMPOZİTLERİN TOZ METALÜRJİSİ İLE ÜRETİMİ, MEKANİK VE FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Fatih BECERİK

Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

Bu tez 22/10/2020 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği/oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

JÜRİ	BAŞARI DURUMU
Jüri Başkanı: Dr.Öğr.Üy. Mustafa AKÇİL	BAŞARILI
Üye: Dr.Öğr.Üy. Harun GÜL	BAŞARILI
Üye: Doç.Dr. Mehmet UYSAL	BAŞARILI

BEYAN

Tez içindeki tüm verilerin akademik kurallar çerçevesinde tarafımdan elde edildiğini, görsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uygun şekilde sunulduğunu, kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapılmadığını, başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunulduğunu, tezde yer alan verilerin bu üniversite veya başka bir üniversitede herhangi bir tez çalışmasında kullanılmadığını beyan ederim

Fatih Becerik

01/09/2020

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca değerli deneyimlerinden ve bilgilerinden faydalandığım, her şartta ve konuda benden desteğini hiç esirgemeyen, araştırma ve deneylerimin planlanmasında ve yazılmasında beni teşvik eden, aynı titizlikle beni yönlendiren ve ilerleten saygı değer hocam sayın Dr. Öğr. Üy. Mustafa AKÇİL ve ekibine teşekkürlerimi sunarım.

Tezimi yazmamda ki tüm efor ve yardımlarından dolayı arkadaşım, hocam sayın Arş.Gör.Dr. Mahmud TOKUR'a,

Tezimin her aşamasında desteğini esirgemeyen ve her konuda yardım eden başta sevgili eşim Şeyma Mehtap BECERİK' e ve sevgisiyle yanımda olan aileme teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR ..... **i**
İÇİNDEKİLER ..... **ii**
KISALTMALAR ..... **iv**
SİMGELER ..... **vi**
TABLOLAR LİSTESİ ..... **viii**
ŞEKİLLER LİSTESİ ..... **ix**
ÖZET ..... **xi**
SUMMARY ..... **xii**

BÖLÜM 1.
GİRİŞ **1**

BÖLÜM 2.
MALZEME VE YÖNTEM **5**
2.1. Aluminyum ve Özellikleri 5
2.1.1. Aluminyum eldesi 6
2.1.2. Aluminyum kullanım alanları 7
2.2. Nikel ve Özellikleri 8
2.2.1. Nikelin eldesi 9
2.2.2. Nikelin kullanım alanları 10
2.3. Karbon Nanotüp ve Özellikleri 11
2.3.1. Tek katlı karbon nanotüpler (SWCNT) 14
2.3.2. Çok katlı karbon nanotüpler (MWCNT) 15
2.3.3. Karbon nanotüp sentezleme yöntemleri 15
2.3.4. Nanotüplerin uygulama alanları ve yapılan çalışmalar 16
2.3.5. Türkiye'de nanotüp çalışma alanları 17
2.4. Mekanik Alaşımlama ve Öğütme 18
2.5. Mekanik Alaşımlamayı Etkileyen Faktörler 19
2.6. Değirmen Tipleri 20
2.6.1. Yüksek enerjili bilyeli değirmenler (bilyeli sürtünme değirmeni) 20
2.6.2. Gezegensel bilyeli değirmenler 21
2.6.3. Titreşimli bilyeli değirmenler 21
2.6.4. Düşük enerjili tamburlu değirmenler 22
2.6.5. Tamburlu çubuk değirmenler 23
2.7. Bilye/Toz Ağırlık Oranı Etkisi 24

2.8. Öğütme Atmosferi 25
2.9. Mekaniksel Alaşımlama Mekanizması 26
2.10. Bilye-Toz-Bilye Çarpışması 26
2.11. Öğütme Sıcaklığı 27

BÖLÜM 3.
DENEYSEL ÇALIŞMALAR 29
3.1. Al-Ni Core-Shell Mimarisinin Akımsız Kaplama Yöntemi İle Üretimi 29
3.2. Sertlik Ölçümü 39
3.3. Yoğunluk Ölçümü 40
3.4. XRD Analizi 41
3.5. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analizi 42
3.6. Aşınma Testi 45

BÖLÜM 4.
DENEYSEL SONUÇLAR 47
4.1. X-Işını Kırınımı (XRD) Sonuçları 47
4.2. SEM Analizi Sonuçları 48
4.3. Yoğunluk Testi Analizi 50
4.4. Sertlik Testi Analizi 51
4.5. Aşınma Testi Analizi 53

BÖLÜM 5.
SONUÇLAR VE ÖNERİLER 59

KAYNAKLAR 61
ÖZGEÇMİŞ 67

KISALTMALAR

AFM	: Atomik Kuvvet Mikroskobu
ANK	: Akımsız Nikel Kaplama
CD	: Kompakt Disk
CFM	: Kimysal Kuvvet Mikroskobu
cm	: Santimetre
CVD	: Kimyasal Buhar Çöktürme
ÇKKNT	: Çok Katlı Karbon Nanotüp
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetre Cihazı
DVD	: Çok Amaçlı Sayısal Disk
EPFL	: Ecole Polytechnique Federale de Lausanne
GPa	: Giga Pascal
gr	: Gram
KNT	: Karbon Nanotüp
m	: Metre
m3	: Metreküp
MA	: Mekanik Alaşımlama
ml	: Mililitre
mm	: Milimetre
MÖ	: Milattan Önce
MPa	: Mega Pascal
MWCNT	: Çok Katlı Karbon Nanotüp
N	: Newton
Nm	: Newton Metre
nm	: Manometre
Pa	: Pascal
PCA	: Islak Öğütme
RPM	: Dakikadaki Devir Sayısı

SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
sn	: Saniye
STM	: Taramalı Tünel Mikroskobu
SWCNT	: Tek Katlı Karbon Nanotüp
TM	: Toz Metalurjisi
TPa	: Tera Pascal
XRD	: X-Işını Kırınımı
yy	: Yüzyıl
μm	: Mikrometre

SİMGELER

AC	: Alternatif Akım
Ag	: Gümüş
Al	: Aluminyum
Al2O3	: Alumina
AlOH3	: Aluminyum Hidroksit
Ar	: Argon
Co	: Kobalt
Cu	: Bakır
d	: Yoğunluk
Fe	: Demir
H2O	: Saf Su
HCl	: Hidroklorik Asit
HF	: Hidroflorik Asit
HNO3	: Nitrik Asit
KNT-1	: Ağırlıkça % 1 Al–Ni/ÇKKNT
KNT-3	: Ağırlıkça % 3 Al–Ni/ÇKKNT
KNT-5	: Ağırlıkça % 5 Al–Ni/ÇKKNT
kV	: Kilo Volt
kwh	: Kilowatt Saat
Ni	: Nikel
O2	: Oksijen
oC	: Santigrat
Pb	: Kurşun
pH	: Power of Hydrogen
Rc	: Rockwell
Ta	: Talyum
Ti	: Titanyum

WC	: Wolfram Karbür
Zn	: Çinko
μ	: Sürtünme Katsayısı
ρ	: Deneysel Yoğunluk
ρb	: Bağıl Yoğunluk
ρk	: Teorik Yoğunluk

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2.1 : KNT kompozit malzemelerin mekaniksel özelliklerinin diğer benzer materyaller ile karşılaştırılması.. 14
Tablo 2.2 : 300 rpm/dk hızında, farklı süre ve bilye/toz ağırlık oranı altında öğütülmüş malzemelerin karşlaştırılması (Varol T., 2017) 25
Tablo 3.1 : Akımsız nikel kaplama için banyo bileşimleri ve kaplama çalışma koşulları 30
Tablo 3.2 : Kompozit malzeme bileşimi ve numune kodu karşılaştırması 31
Tablo 4.1 : Eşit şartlarda hazırlanan numunelerin bağıl yoğunluk hesaplamaları 50
Tablo 4.2 : Tez kapsamında hazırlanan numunelerin mikro sertlik ölçüm değerleri. 51
Tablo 4.3 : Elde edilen numunelerin sertlik değerleri (Bastwros ve diğ. 2013).. 53
Tablo 4.4 : Hazırlanan numunelerin aşınma parametreleri. 53

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1 : Grafenin karbon nanotüpe dönüşüm şematiği 12
Şekil 2.2 : SWKNT'lerin şematik yapıları: (a) Koltuk (b) Zikzak ve (c) İki farklı kiralite veya sarmallık (Thiraphattaraohun, 2013) 14
Şekil 2.3 : Çok katlı karbon nanotüp şematiği (Thiraphattaraohun, 2013) 15
Şekil 2.4 : Szigvari bilyalı sürtünme değirmeni şematik gösterimi 20
Şekil 2.5 : Yüksek enerjili gezegensel bilyeli değirmenin şematik gösterimi 21
Şekil 2.6 : Yüksek enerjili titreşimli bilyeli değirmenin şematik gösterimi 22
Şekil 2.7 : Tamburlu bilyeli değirmenlerde yüklenim hareketleri 23
Şekil 2.8 : Tamburlu çubuk değirmen görseli 24
Şekil 2.9 : Mekaniksel alaşımlama esnasında toz karışımının bilye-toz-bilye çarpışması (Gilman ve Benjamin, 1983) 27
Şekil 3.1 : Yüksek enerjili bilyalı değirmen 31
Şekil 3.2 : Mekanik presleme şematik gösterimi 32
Şekil 3.3 : a)Mekanik presleme kalıbı, b)Mekanik Pres 33
Şekil 3.4 : Mekanik presleme sonrası numune görseli 33
Şekil 3.5 : Sinterlenme esnasında taneler arası boyun oluşumu (Ayata, 2014) 34
Şekil 3.6 : a) Klasik, b) Mikrodalga ve c) İndüksiyon Akım sinterleme cihazı 35
Şekil 3.7 : a)İndüksiyon akımlı sinterleme şematik gösterimi, b)İndüksiyon akımlı sinterleme fırını 36
Şekil 3.8 : Kesilmiş numune görselleri 37
Şekil 3.9 : Bakalite alınmış numune görseli 37
Şekil 3.10 : Zımpara makinası 38
Şekil 3.11 : a) Ölçme ekranında izlenen görüntü, b) Vickers sertlik cihazı 40
Şekil 3.12 : Rigaku D/MAX/200 marka X-Işını kırınım cihazı görseli 42
Şekil 3.13 : Taramalı elektron mikroskobu kısımları 44
Şekil 3.14 : Taramalı elektron mikroskobu görüntüsü 44
Şekil 3.15 : Lineer (Ball-On Disc) sistemi ve Dönme-Kayma (Pin-On Disc) sisteminin şematik gösterimi 45
Şekil 3.16 : CSM marka aşınma cihazı görseli 46
Şekil 4.1 : Ağırlıkça %1, 3 ve 5 Al-Ni/ÇKKNT kompozit numunelerinin XRD analiz karşılaştırması 47
Şekil 4.2 : Saf Al, b) Al-Ni, c) Al-Ni-KNT, d) Al-Ni-KNT, e) Bulk saf Al, f) KNT-1, g) KNT-3, h) KNT-5 numunelerine ait SEM görüntüleri 48
Şekil 4.3 : Hazırlanan numunelerin ÇKKNT oranına bağlı olarak bağıl yoğunluklarındaki değişim analizi 50
Şekil 4.4 : ÇKKNT oranına bağlı olarak numunelerin sertliklerinde değişim grafiği 52
Şekil 4.5 : Hazırlanan numunelerin ÇKKNT oranına ve uygulanan yüke bağlı olarak aşınma oranlarının karşılaştırması 54
Şekil 4.6 : Hazırlanan numunelerin ÇKKNT oranına ve uygulanan yüke bağlı olarak sürtünme katsayılarının karşılaştırması 56

Şekil 4.7 : (a) KNT-1, (b) KNT-3 ve (c) KNT-5 numunelerinin 1N yük altındaki aşınma testleri sonrası yüzey görüntüleri 57
Şekil 4.8 : Ağırlıkça % KNT oranına bağlı olarak değişen aşınma oranı (Bastwros ve diğ. 2013) 58

Al/Ni -ÇKKNT KOMPOZİTLERİN TOZ METALÜRJİSİ İLE ÜRETİMİ, MEKANİK VE FİZİKSEL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Son yıllarda, alüminyum esaslı metal matris kompozitlere (MMC'ler) ve birçok uygulamada ağırlık tasarrufu potansiyeli nedeniyle çok dikkat çekilmiştir. Karbon nanotüpler (KNT), nanoteknoloji bilimindeki istisnai buluşlardan biridir. Yüksek yüzey/hacim oranı, çekme mukavemeti, ısı iletkenliği ve düşük yoğunluk gibi üstün malzeme özelliklerine sahiptirler. Bütün metallerden daha güçlü ve daha hafiftirler ve bu özellikleri sayesinde onları güçlendirmek için iyi bir adaydır. Bununla birlikte, birçok araştırmacı, bileşiğin monolitten eşit ve bazen önemli derecede daha yüksek oranda aştığı kritik bir yük gözlemlemiştir. Bu gibi sebeplerle karbon nanotüp takviyeli kompozitlerin geliştirilmesine giderek daha fazla ilgi duyulmaktadır ve araştırma sayısı günden güne artmaktadır. Buradaki temel amaç, karbon nanotüplerin olağanüstü mekanik ve fiziksel özelliklerini tüm mühendislik malzemelerine aktararak çok daha üstün özelliklere sahip yeni nesil kompozit malzemeler geliştirmektir.

Bu çalışmada, saf aluminyum tozları içerisine Ni takviyesi için süspansiyonda 45 g/L $NiCl_2.6H_20$, 100 g/L $C_6H_5Na_3O_7.5_{1/2}H_2O$, 50 g/L NH_4Cl, 8 g/L NaH_2PO_2O ve 1 g/L alüminyum parçacıklarından oluşan bir nikel klorür çözeltisi kullanıldı. Ni kaplanarak mekanik özellikleri geliştirilen saf Aluminyum, Al-Ni Core-Shell yapılı kompozitleri elde etmek için farklı miktarda MWCNT'ler (ağırlıkça %1, 5, 10) şarj edildi ve toz numuneler hazırlandı. Hazırlanan tüm numuneler 200 rpm'de 2 saat boyunca mekanik olarak öğütüldü. Mekanik öğütme işlemi için 80 ml paslanmaz çelik kazan, 5 mm paslanmaz çelik bilyalar kullanıldı ve bilya / toz ağırlık oranı 10:1 seçildi. Elde edilen karışımlar mekanik ve tribolojik özellikleri belirlemek için mekanik pres yardımıyla soğuk preslendi. Soğuk preslenmiş numuneler, 2 saat boyunca 600 ° C'de indüksiyon prensibi ile çalışan fırın yardımı ile sinterlendi. Sinterlenen kompozit numuneler sertlik ve aşınma testlerinden önce yüzey morfolojisi analizi için taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak yorumlandı. X-ışını difraktometrisi (XRD) ile kompozitlerin kimyasal bileşimi hakkında incelemeler yapıldı. Sertlik değerlerini görmek için Vicker mikro sertlik cihazı kullanılarak ölçümler kaydedildi. Ardından aşınma testleri için sabit bir yükte dairesel hareketli bilyalı disk aparatı kullanılarak numuneler 0.5, 1, 1.5, ve 2N yük altında 10cm/sn hızında 200 metre boyunca aşındırılmış ve değerleri kaydedilmiştir. Aşınma testi sonrası yine SEM görüntüleri alınmış ve aşınma öncesi SEM görüntüleri ile birlikte yorumlanmıştır. MWCNT miktarının, kompozitlerin tribolojik ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisi araştırıldı.

Anahtar Kelimeler : Alüminyum, Nikel, Kompozit, Karbon nanotüp

PRODUCTION OF AL / NI MWCNT COMPOSITES BY POWDER METALURGY, CHARACTERIZATION OF MECHANICAL AND PHYSICAL PROPERTIES

SUMMARY

In recent years, much attention has been focused on aluminium-based metal matrix composites (MMCs) and because of the potential for weight savings in many applications. Carbon nanotubes (KNT) are one of the exceptional discoveries in nanotechnology science. They have superior material properties such as high surface / volume ratio, tensile strength, thermal conductivity and low density. They are stronger and lighter than all metals and, thanks to these properties, are a good candidate for strengthening them. However, many reaserchers have observed a critical load above which the composite wears at an equal, and sometimes substantially greater, rate than the monolith. It has been a steadily increasing interest in the development of carbon nanotubes reinforced composites. The motive is to transfer the exceptional mechanical and physical properties of carbon nanotubes to the bulk engineering materials.

A nickel cloride solution, consisting of 45 g/L $NiCl_2.6H_2O$, 100 g/L $C_6H_5Na_3O_7.5_{1/2}H2O$, 50 g/L NH_4Cl, 8 g/L NaH_2PO_2O and 1 g/L aluminium particles in suspension, were used to produce Al-Ni core-shell composites. The core-shell Al/Ni particles and different amount MWCNTs (1, 3, 5 wt. %) were charged in bowl and mechanically milled for 2 h at 200 rpm to produce Al-Ni/MWCNT composites. For mechanical milling process, 80 ml stainless steel bowl and 5 mm stainless steel balls were used and ball to powder weight ratio was chosen 10:1. The resulting mixtures were cold pressed to determine mechanical and tribological properties. The surface morphology of composites, after and before wear tests were characterized using with a scanning electron microscopy (SEM). The chemical composition of the composites carried out with X-ray diffractometry (XRD). The microhardness was observed using a Vicker's microhardness indenter. The wear tests were carried out using by a reciprocating ball-on disk apparatus at a constant load. The effect of the amount of MWCNT was investigated on the tribological and mechanical properties of the composites.

Keywords : Aluminium, Nickel, Composite, Carbon Nanotube

BÖLÜM 1. GİRİŞ

İnsanoğlu malzemeyi kullanmayı keşfettiği günden itibaren daima daha üstün özellikli malzemelere ihtiyaç duymuştur ki kullanmayı keşfettiği malzeme o devre adını vermiştir. Ancak şimdiki devirde artık çok daha karmaşık ve farklı malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır (Molloy, 2001). Bu malzemelerden en kullanışlı olanlarından biri de alüminyum ve nikel ile takviye edilmiş karbon nanotüplerdir. Son yıllarda alüminyumun ve nikelin gerek diğer metallere göre hafif, gerekse korozyon direncinin yüksek olmasından dolayı üzerine yapılan çalışmalar günden güne artmaktadır. Karbon nanotüpler bu metallerle takviye edildiğinde olağanüstü mekanik ve fiziksel özelliklere kavuşarak tüm üretim alanlarında tercih sebebi olmaktadır (Deng ve diğ. 2007).

Mekanik alaşımlama (MA) 1966'da John Benjamin ve arkadaşları tarafından geliştirilmiştir (Schwarz ve diğ, 1986). Başlangıçta demir esaslı süper alaşımlar elde etmek üzere geliştirilen mekanik alaşımlamanın karıştırılmış saf veya daha önceden alaşımlandırılmış tozlardan başlayarak çeşitli kararlı ve kararsız alaşım fazlarını sentezleyebildiği gözlemlenmiştir (Mousavi ve diğ. 2009). Bu durum, sürekli soğuk kaynak, tane kırılması ve değirmende toz parçacıklarının birbirine yeniden kaynamasını ihtiva eden katı halde toz işleme mekanizmasıdır.

MA işlemi, kontrollü matrislere sahip kompozit metal tozları imal etmek için yeni bir yöntemdir. Refrakter oksitler gibi çözünmeyen tane fazlarının dağılmasına, alüminyum ve titanyum gibi reaktif alaşım elementlerinin takviye edilmesine izin veren komple katı bir süreçtir.

Bilyeli öğütme (mekanik alaşımlama) yöntemi, herhangi kimyasal veya ısıl bir işleme gerek duyulmadan uygulanan bir alaşımlama prosesidir (Suryanarayana, 2001). Bu proses genellikle katı hal reaksiyonu halinde meydana gelir. MA sırasında gerçekleşen yoğun bir öğütme işlemi nedeniyle, alaşımlanan malzeme daim olarak kırılma, plastik deformasyon ve soğuk kaynak gibi işlemlere uğrar. Böylece son derece homojen

dağılımlı mikro yapılar üretilebilir. Elementlerin matris içinde homojen bir şekilde dağılması, fazlaca yapı kusuruna ve kafes örgüleri içinde gerilmelere neden olur ve bu sonuç kristal yapının daha da küçük parçalara ayrılmasını sağlar. MA prosesi tüm ikili, üçlü ve çoklu mekanizmalara, deneysel ve ticari olarak uygulanabilmektedir (Md Raihanuzzaman ve diğ., 2014). MA yöntemi ile üretilen malzemeler başlıca avantajları aşağıdaki gibidir (Suryanarayana, 2001).

- Katı çözünürlük sınırlarını genişletir.
- Birbirinden farkı ergime noktasına sahip malzemelerden, metaller arası bileşikler üretilebilir.
- Nano kristal kompozitlerin üretilmesine izin verir.
- Amorf yapılı malzemelerin üretilebilmesini sağlar.
- MA işlemi sonucu mikro yapı içinde parçacıkların homojen dağılması sağlar ve dislokasyon hareket engeli oluşturulur.
- Parçacıklar MA üretimi sayesinde homojen dağıldığından, toparlanmayı ve yeniden kristalleşmeyi engeller ya da en azından yavaşlatır. Bu durum, malzemeye yüksek sıcaklıklarda termal kararlılık gerektiren, aşınma ve korozyon direnci yüksek malzemelerin üretilmesine olanak sağlar.

Yaklaşık 30 yıl önce (1991) varlığı keşfedilen karbon nanotüp, yapısal ve fonksiyonel uygulamalarda günümüzde odak noktası haline gelmiştir (Iijima, 1991). Yüksek mekanik ve termal özellikler sergilemesinin yanı sıra ağırlıkça diğer malzemelere göre hafif olması, kompozit malzemeler teknolojisi için güçlendirici takviyesi olarak kullanımı yaygınlaşmaktadır (Wong ve diğ, 1997). Son yıllarda, karbon nanotüplerin polimer ve seramik esaslı kompozitlere etkisi üzerine de çalışmalar yoğunlaştırılmıştır.

Metaller arasında yapılan karşılaştırmalarda aluminyumun yüksek dayanımı ve hafif olması onun ideal bir metal mikro yapısına sahip olduğu kanıtlamıştır. Bu özellikler sonucu MA tekniği ile Al/KNT kompozit malzemesi elde edilmiş, KNT'lerin Al mikro yapısı içinde homojen olarak dağıldığını ve aluminyumun mekanik özelliklerini geliştirdiği gözlemlenmiştir. Yine benzer bir çalışmada KNT takviyesinin saf aluminyumun çekme dayanımını %197 ve sertliğini de %43 oranında geliştirdiği raporlanmıştır (Simoes ve diğ. 2016).

En modern üretim yöntemlerinden biri olan toz metalurjisi, çeşitli üretim prosesleri vasıtası ile farklı şekil, ebat ve paketlenebilir özelliklere sahip metal ve metal esaslı alaşım tozlarını hassas, dayanıklı ve iyi performans gösteren parçalara dönüştürülmesine imkan vermektedir (Matik, 2003). Günümüzde toz metalurjisi (TM) tekniği ile elde edilen parçalar başta Fe esaslı olmak üzere, Al, Ni ve Ti gibi malzemeler ve bunların alaşım versiyonları (aluminidler), otomotiv, havacılık ve petrokimya gibi sahalarda kullanılmaya başlanmıştır (EPMA, 2003). Diğer tüm imalat malzemelerinde olduğu gibi TM tekniği ile üretilen parçalarda da en önemli sorunlardan biri üretilen parçanın sahip olduğu poroziteli yapı nedeni ile korozyon direncinin düşük olmasıdır. Fakat bu problemi ortadan kaldırmak için elektrolitik kaplama ve akımsız kaplama gibi yöntemler denenmiş ve başarılı sonuçlar alınmıştır (Singh ve Dube, 1995).

Nikel, yüksek korozyon direnci sayesinde uzun yıllardır deneysel ve ticari uygulamalarda akla ilk gelen takviye elementlerden biridir. Bu nedenle TM tekniği ile üretilen malzemelerde de kaplama malzemesi olarak kullanılarak esas metalin korozyon direncini arttırması hedeflenmiştir. Yapılan literatür araştırmalarında görüldüğü üzere Al/KNT kompozit malzemesi ile aluminyumun mekanik özelliklerinin geliştirilmesi üzerine çalışmalar yapılmasına rağmen Al-Ni/KNT kompozit malzemesi üzerinde henüz yeterince geliştirme gözlemlenememiştir.

Akımsız nikel kaplama (ANK), nikel iyonlarının otokatalitik veya indirgeme prensibine dayanarak esas metal yüzeyi üzerine kaplanması işlemidir. Malzeme yüzey şeklinden etkilenmeyerek homojen kaplama kalınlığı elde edilen ANK yöntemi ayrıca malzemenin korozyon ve aşınma direncini ciddi oranda iyileştirmektedir (Fields ve diğ., 1984 ; Riedel, 1991). Malzeme özelliklerini bu derece geliştiren akımsız nikel kaplama tekniği plastik, madencilik, uzay ve uçak, tekstil, optik, petrokimya ve otomotiv gibi sanayi dallarında yaygın olarak kullanılmaktadır (Parker, 1972).

1999 yılında yapılan bir çalışmaya göre TM tekniği ile farklı porozite oranlarına sahip Fe parçalar elektrolitik kaplama yöntemi ile kaplanmış ve deney sonuçlarına göre porozite oranının artması, kaplama kalitesinde düşüş, kaplama içerisinde porozite ve iyi homojenizasyonun sağlanmadığı gözlemlenmiştir (Çıtak ve diğ., 1999). Bu yöntemde akımın yoğunluğu, banyonun sıcaklık ve türü, malzemenin anota uzaklığı gibi etmenler kaplama kalitesini etkilemektedir. ANK tekniğinde ise reaksiyon, banyo içerisindeki malzemenin yüzey alanına etki etmekte ve homojen bir kaplama tabakası elde edilmektedir. Elde edilen kaplama amorf bir dokuya sahiptir ve bu kaplama dokusu toz veya kristal dokularda olduğu gibi zamanla malzemenin matris yapısındaki porozitelerin sebebiyet vereceği galvanik

hücrelerin oluşmasını engeller. Böylece saf malzemenin korozif ve mekanik özellikleri gelişmiş olur (Erbil, 1993).

Tez kapsamında yapılan bu çalışmada, ANK tekniği ile mekanik özelliklerinin geliştiği literatürde kabul edilen saf Al malzemesine, MA yöntemi ile KNT takiyesi yapılarak elde edilen kompozit malzemenin mekanik ve fiziksel özelliklerinin incelenmesi hedeflenmiştir.

BÖLÜM 2. MALZEME VE YÖNTEM

2.1. Aluminyum ve Özellikleri

Alüminyum ve aluminyum esaslı alaşımlar, demir ve çelikten sonra en çok kullanılan endüstriyel malzemedir. Yer kabuğunda en çok bulunan ve kullanılan demir dışı elementtir. Birincil alüminyum üretimi için en çok kullanılmakta olan cevher boksit cevheridir. Boksit cevheri her ne kadar bol miktarda doğada yer alsa da hurdadan alüminyum üretimine göre daha masraflıdır. Çünkü, birincil üretimde ilk olarak boksit cevherinden Bayer adı verilen proses ile alümina üretilir ve sonrasında alüminadan ergimiş tuz elektrolizi ile alüminyum üretilir (TOBB yay., 2012).

Alüminyumun birçok sektörde kullanılmasının sebebi diğer metallere göre üstün özelliklerinin bulunmasıdır. Bu özelliklerin en başında hafif olması gelir. Alüminyumun diğer özellikleri;

- Periyodik sistemin 3A grubunda bulunur.
- Metalik bir elementtir.
- Atom numarası 13'tür.
- Atom ağırlığı 27'dir.
- Yoğunluğu 25°C'de, 2,698 g/cm^3'tür.
- Erime noktası 659,7 °C'dir.
- Kaynama sıcaklığı 2057°C'dir.
- Tüm bileşiklerinde +3 değerlik alır.
- Yüzey merkezi kübik kristal yapıya sahiptir.
- Sünek, Kolay şekillendirilebilir.
- Bileşikleri yerkabuğunun %8'ini oluşturur.
- Bolluk sırasında dünyada üçüncü sırada olmasıdır.

Alüminyum 2,7 g/cm^3 gibi bir özgül ağırlıkla, çelik gibi alaşımların yaklaşık üçte biri kadar hafif bir metaldir. Alüminyumun elektrik iletkenliği çok yüksektir. Alüminyum ısıyı da iyi iletir. Diğer elementlerle birleştiğinde, yüksek verimli alaşımlar oluşturur. Çok sayıda yararlı alüminyum alaşımı, kolaylıkla dökülebilirler. Sac ve levha haline çekilebilirler. Pres makinelerinde basılabilir. İşlenebilir ve şekil alabilirler. Alüminyum, hava koşullarına ve çevrede kullanılan birçok sıvı ve gazlara karşı da dayanıklıdır. Alüminyum'un yansıtma özelliği de vardır (Totten ve Öackenzie, 2003). Gümüş tonlarında olan alüminyumun rengi hem iç hem dış mimarî için çekici bir görsele sahiptir. Alüminyumun görseli, anodik oksidasyon vb. gibi uygulamalar ile uzun sürede korunabilir. Alüminyum elastiktir. Bu sebeple ani darbelere karşı dayanıklıdır ve bu dayanıklılığı düşük sıcaklıklarda etkisini değiştirmez. Parlak rengi hava ile temasa girdiğinde oksitlenerek matlaşır. Buna rağmen diğer elementler ile yaptığı alaşımları sert ve dayanıklıdır. Alüminyumun üzerine cila ve boya yapılabilir. Alüminyum magnetik değildir. Birçok kimyasal maddelere ve birtakım asitlere karşı dayanıklı olsa bile hidroklorik aside (HCl) ve alkalilere karşı çok aktiftir. Alkali ortamda çözünmektedir. Alüminyumun oksijenle (O_2) birleşmesi esnasında yüksek miktarda ısı açığa çıkarır. İnce toz alüminyum yeteri kadar oksijen ile karıştırılırsa patlayıcı bir karışım oluşur (Choudhay, 1998).

2.1.1. Aluminyum eldesi

Alüminyum, diğer metaller (demir, kurşun ve kalay vb.) gibi doğada saf halde olamayacağı gibi bileşikler halinde bulunur. Alüminyumu tüm dünya aynı yöntemle elde etmektedir. Alüminyumun eldesi, iki aşamada gerçekleşir. Bunlar;

- Birinci aşamada; Boksit cevherinden Bayer tekniği ile alümina elde edilir.
- İkinci aşamada ise, elektroliz yardımı ile alüminadan alüminyum elde edilmesidir.

Alümina tesisleri de genellikle boksit cevherlerinin yanına bulunur. Madenden çıkarılan boksit cevheri, sud kostik eriyiği ile reaksiyona sokularak alüminyum hidroksit ($AlOH_3$) elde edilir. Bu adım sonunda oluşan kırmızı çamur ayrılarak $AlOH_3$ kalsinasyonu ile alümina (Al_2O_3) üretilir. Aluminyumu Al_2O_3 halindeki bileşiğinden ilk ayıran kişi, 1807 yılında, Sir Humprey Davy olmuştur. Bundan sonraki adım, alüminanın elektroliz

tekniği ile alüminyuma parçalanmasıdır. Görsel olarak beyaz bir toza benzeyen alümina, elektroliz işleminin yapılacağı özel kaplara alınır. Burada ki temel hedef, oksitli bileşik halindeki alüminyumu oksijenden ayırmaktır. Elektroliz işlemi esnasında malzemeye yaklaşık 4-5 volt gerilimde doğru akım verilir ve dipte biriken alüminyum alınır (Ankara Aluminyum Sanayicileri Der., 2003).

Kaba taslak 2 birim alümina elde etmek için 4 birim boksit cevheri harcanmaktadır. Aluminyum üretiminde harcanan enerji değerlerine baktığımızda ise ilk zamanlarda 42000 kwh/ton olan enerji kullanımı, günümüzde ortalama 16500 kwh/ton değerine kadar gerilemiştir. Son teknoloji ve gelişime açık cihazlar ile üretim yapıldığında ise bu değer 13000 kwh/ton değerine kadar düşmesi mümkün kılınmıştır (Yağcıgil, 1997).

Yukarıda bahsedilen işlem adımları ile üretilen alüminyum, primary aluminium olarak adlandırılır ve doğada genel olarak boksit cevheri şeklinde yer almaktadır.

2.1.2. Aluminyum kullanım alanları

Alüminyum kolay soğuması ve ısıyı emmesi gibi özelliklerinden dolayı soğutma sanayinde geniş bir yeri vardır. Bakırdan daha ucuzdur ve doğada çok bulunur, işlenmesinin kolaydır ve yumuşak olması nedeniyle de birçok sektörde kullanılan bir metaldir. Alüminyum hafif bir metal olduğundan uçak ve uzay araçları dahil bütün taşıt araçlarında kullanılır. İletkenlik özelliği ile de inşaat sektöründe elektrik-elektronik araçların yapımında tercih edilmektedir. Alüminyumun parlak ve şık görüntüsünden dolayı da dekoratif amaçlı süs, mobilya ve ev eşyaları yapımında kullanılmaktadır (Choudhay, 1998). Yüksek dayanıklılık ve ağırlıkları sayesinde cephe kaplamalarında tercih edilir. Birçok alanda kullanılabilmesi sayesinde 21. yüzyılın metali olarak görülmektedir.

1886 yılında Fransa'da Paul T. Heroult ve ABD'de Charles Martin Hall kurdukları elektroliz düzeneği ile endüstriyel aluminyum üretimini başlatmıştır. Bu teknik günümüzde hala endüstriyel aluminyum üretiminde kullanıldığından 1886 yılı bu tekniğin başlangıcı olarak kabul görmektedir (Wittbecker, 2008).

K.J. Bayer 1982 yılında kendi adını verdiği prosesini keşfetmesi ile boksitten alumina elde etmesi ve Werner Von Siemens'in 1886 yılında dinamoyu keşfetmesi ile endüstriyel olarak aluminyumun eldesi çokça kolaylaşmıştır (Mukhopadhyay ve diğ, 2005).

Ağır makina manivelaları ve tren rayları gibi ağır iş gören kısımların çatlak ve kırıkları alüminyum kaynak yapılarak tamir edilir. Alüminyum kaynağı toz halindeki alüminyum ve demir oksidin karıştırılarak yüksek sıcaklığa maruz bırakılmasıyla elde edilir. Alüminyum aynı zamanda taşımacılık ve mimaride kullanılmaktadır. Uçak gövdesi ve kanatları, vagon, otomobil karoseri ve küçük deniz ulaşım araçları yapımında yaygın olarak kullanılır. Alüminyum ayrıca alaşım dökümleri, silindir başları, yağ tavaları ve çeşitli motorlarda kullanılır (Dietrich, 1999).

Dünya alüminyum üretiminde ABD %45 ile başta gelmektedir. Onu Sovyetler Birliği %10, Japonya %9, Almanya %7, Fransa %4,5 ile takip etmektedir (Car, 2011).

2.2. Nikel ve Özellikleri

Nikel, gümüşe benzeyen görünüşü ile değerli bir metaldir. Temelde endüstriyel ve tıp alanında olmak üzere birçok ana sektörde kullanılan en önemli hammaddelerden biridir (Mudd, 2010). En önemli özelliklerinden biri korozyona karşı dirençli olmasıdır. Nikelin diğer özellikleri;

- Nikel, kimyasal gösterimi Ni'dir.
- Atom numarası 28'dir.
- Periyodik tabloda geçiş metalleri arasındadır.
- 10. Grup ve 4. Periyot elementidir.
- Atom ağırlığı 58.6 gr/mol'dür.
- Oda şartlarında katı halde bulunur.
- Erime sıcaklığı 1455°C'dir.
- Yoğunluğu demirden yüksektir.
- Nikel, 8.9 gr/cm3 yoğunluğa sahiptir.
- Oda sıcaklığında manyetik özellik gösterir fakat sıcaklık yükseldikçe (yaklaşık 350°C) manyetiklik özellik kaybolur. Bu sıcaklığa Curie Sıcaklığı denir.

Nikel dünyanın çekirdeğinde bulunan bir elementtir. Basit bir şekilde diğer metaller ile hem çözücü, hem de çözünen olarak alaşımlar yapabilir ve alkali kaynaklı korozyonlara karşı da dayanımı yüksektir. Katalitik eğilim gösterir ve oda sıcaklığında ferromanyetik davranış sergiler (Bencko, 1983).

Nikel, tel ve levha haline getirilebilme, yumuşaklık, yüksek sıcaklıklarda düşük kırılganlık ve sıfırın altındaki sıcaklıklarda tokluğunu koruma gibi bazı önemli fiziksel özelliklere sahiptir. Hem soğuk hem sıcak olarak işlenebilir. Bu sebeple, kaynak edilebilir ve talaşlı imalat aşamaları geçirebilir. Buna karşılık, ısı ve elektrik iletkenliği düşüktür (Scoot-Fordsmand, 1997).

Nikel parlatılabilir ve korozyona karşı da dayanıklıdır. Demirden sonra Dünya'nın çekirdeğindeki en bol ikinci elementtir. Nikel, bitki hücrelerinde ve bazı mikroorganizmalarda da bulunur. Cama yeşil bir renk vermek için kullanılır (Grandjean, 1984). Nikele periyodik tabloda yakın olan demir ve kobalt elementleri de nikel gibi ferromanyetik davranış sergiler. Standart şartlarda nikel, oldukça sert, ancak dövülebilir bir metaldir (Environmental Health Criteria, 1991).

2.2.1. Nikelin eldesi

Sanayinin gelişmesi ile beraber Nikele duyulan gereksinim de günden güne artmıştır. Nikel ilk defa, bakırı nikoletinden izole etmeye çalışan İsveç'li kimyacı Baron Axel Frederik Cronstedt tarafından 1751'de keşfedilmiştir. Ona, Almanca'da "Old Nick's copper" yani Şeytanın bakırı anlamını taşıyan "nikel" adını vermiştir. Nikelin kimyasal buluşu birkaç yüzyıl öncesine dayanır. Birçok toplum, nikelden faydalanmıştır (Molloy, 2001). Nikelin geçmişinin M.Ö. 20. yılına dayandığı düşünülüyor. Eski Çin kaynaklarında ise M.Ö. 1500'lü yıllarda beyaz nikelin kullanıldığına dair bilgiler var. Bu kaynaklarda M.Ö. 3000'li yıllarda Çinlilerin nikel öbeklerini eriterek şamdan ve silah imal ettiklerini belirtir. Nikel tarihinde görünüş olarak benzerliklerinden dolayı gümüş ile karıştırılır ama tam olarak hangi tarihlerden itibaren kullanıldığı belirlenememiştir. Nikel kayıtlara 17. yy.'da geçmektedir (Mudd, 2010).

2.2.2. Nikelin kullanım alanları

Nikel dünyada az bulunmasına rağmen kullanım alanları çok geniştir. Özelliklerinden dolayı modern dünyada özellikleri bakımından vazgeçilmezdir (Örgün, 1993). Günümüzde nikel, en çok paslanmaz çelik imalatında kullanılmaktadır. Nikel, paslanmaz çeliğe krom ile birlikte paslanmazlık özelliği vermektedir. Saf nikel, oksijene karşı dayanıklıdır ve alaşım elementi olarak kullanılır. Korozyona dayanıklılık sağlar. Paslanmaz çelikten sonra dünyada en çok kaplama uygulamalarında nikel kullanılmaktadır. Nikel kaplama malzemeleri korozyon ve paslanmayı önler. Nikel kaplamaları diğer metalleri koruyucu özelliği gösterir. Bu nedenle de özellikle elektrolize kaplamaların üretiminde büyük önemi vardır (Nipera, 1997).

Nikel bir asra yakın süredir endüstri alanlarında kullanılıyor. Nikel ve krom alaşımları yüksek sıcaklıklarda oksitlenmeyi engeller, bu nedenle de elektrik fırınlarında ısıtıcı olarak kullanılır. Uçak ve gemi endüstrisinde yüksek sıcaklıklarda basınç ve korozyona maruz kalan gaz türbinleri ve kaplamalarda, jet motorlarında, gemilerde tuz korozyonuna maruz kalan alanlardaki kaplamalarda kullanılmaktadır (Cangul ve diğ., 2002). Nikel levhalar elektrikli kaplama işlemlerinde anot, toz nikel de hidrojenleme işlemlerinde katalizör olarak kullanılır. Kaplama banyosunda da elektrolit olarak kullanılmaktadır. Ayrıca sıvı ve katı yağlarda hidrojenizasyonu sağlamak için kullanılırken, seramik esaslı malzemelerde, batarya ve yakıt hücrelerinde, emaye ile demir arasında bağlayıcı madde olarak kullanılır. Cama yeşil rengi vermek için, deniz suyundan tatlı su üretimi yapılan arıtma ve dönüştürme tesislerinde ve araçlarda kullanılan zırhların alaşımlarında nikel ve alaşımları kullanılmaktadır (Demiralay, 2007). Nikelin kullanıldığı bazı ürünleri şöyle sıralayabiliriz;

- Madeni paralarda,
- Çatal, kaşık, bıçaklar, metal mutfak aletlerinde,
- Çekiç, pense, tornavida gibi aletlerde,
- Hastahanelerde kullanılan neşter, bıçak gibi ameliyat aletlerinde,
- Paslanmaz çelik, mıknatıs, pil, batarya, akümülatör imalatında,
- Laboratuvar cihazlarında,
- Süt makinelerinde kullanılmaktadır.
- Motorlu araçlar ve parçalarında,

- Elektrikli makinalar ve parçalarında kullanılmaktadır (Mukherjee, 1998).

Günümüzde nikel ulaştırma, havacılık, denizcilik ve inşaat sektörlerinde, mimari uygulamalarda, tıbbi cihazlar ve madeni para yapımı gibi yaklaşık 300 bin çeşit üründe kullanılmaktadır. İnşaat, otomobil, uçak ve gemi endüstrisinden başka elektronik ürünlerde, bilgisayar ve cep telefonu yapımında, bilgi depolamak ve saklamak için kullanılan DVD ve CD üretiminde, nikel-kadmiyum esaslı pillerin imalatı ve zırh kaplamalarının yapımında, atık su arıtma tesislerinde, mutfak eşyalarında, sıvı yağların ve sabunun katılaştırılmasında, seramik esaslı malzemelerde demir ile emaye arasında bağlayıcı olarak, madeni paraların kaplamalarında, top ve mermi yapımında, otobüs terminalleri, metro durakları, hava alanları gibi alanlarda hayatımızı kolaylaştıran ürünlerde kullanılmaktadır (Göveli, 2006).

Nikelin insan hayatı için vazgeçilmez olduğu bir diğer alan ise tıp sektörüdür. Kalp damar hastalıklarında stent yapımında kullanılmaktadır. "Akıllı metaller" olarak isimlendirilen ve deformasyona uğrasa bile eski haline kolaylıkla geri dönebilen bu özel alaşımlar, özelliklerini nikele borçludur (Zainol, 2005).

Çevre dostu rüzgâr ve güneş enerjisi santrallerinde, fabrika bacalarında atık gazların filtre edilmesinde, yakıt hücreleri, etanol yakıtlar ve nükleer enerji gibi ileri teknoloji ürünü enerji çözümlerinde vazgeçilmez metal olma özelliğini korumaktadır.

2.3. Karbon Nanotüp ve Özellikleri

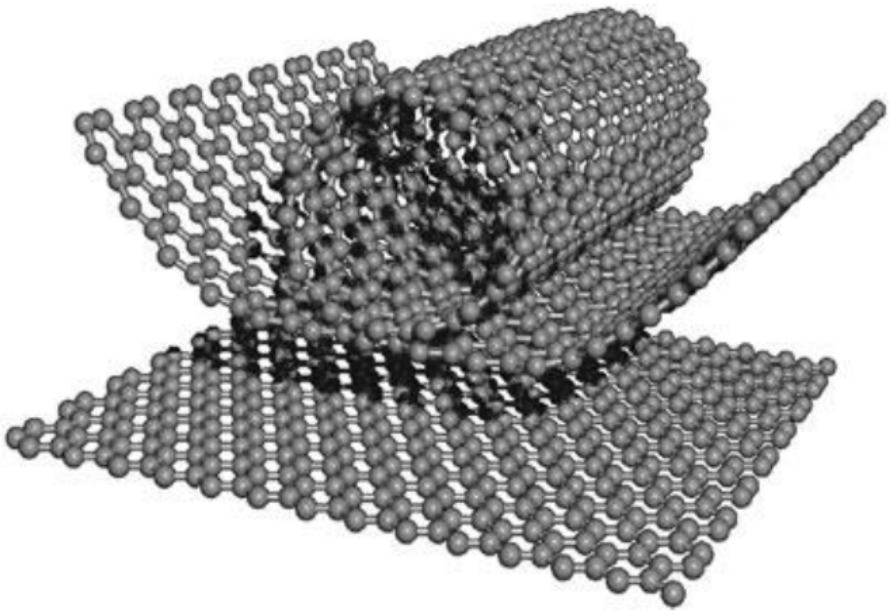
Günümüz teknolojisinde, insanoğlunun gereksinimlerini karşılamak için devamlı olarak malzemeler gelişmektedir. Bu en yeni gelişmelerden biri de ebatların küçültülmesi ile başlayan ve malzemelerin özelliklerini iyileştirme doğrultusunda olan "nanoteknoloji"dir. Atomik düzeyde gerçekleşen uygulama teknolojisi olan nano teknoloji diğer adıyla mikro teknolojiden daha küçük teknoloji olarak ta adlandırılmaktadır (Akdoğan ve Küçükyıldırım, 2006).

Nanoteknoloji ile malzemede atomik seviyede ölçme, görüntüleme ve işleyebilme ile yapının geliştirilmesi sağlanabilmektedir. Bu geliştirilen malzemelerin ebatları 1 – 100 nm aralığına kadar düşebilmektedir. Richard Smalley 1985 yılında karbon atomlarının 60'lı gruplar şeklinde birbiri ile yaptığı bağ neticesinde görülen küresel moleküllere (buckyball) birkaç nikel ve kobalt ilave edildiğinde, kimyasal olarak daha kararlı fakat

şekilsel olarak değişen, 1 nm et kalınlığına sahip nanotüp şekline dönüştüğü gözlemlenmiştir. Karbon nanotüpün (KNT) bir silindir şeklinde sarılması ve bir ucunun küresel bir kapak gibi biribiri ile örülmesi ile grafen adı verilen düzlem oluşmaktadır. Nanotüpler temelde tek ve çok katmanlı yapılar olarak ayrıştırılırlar ve her iki yapının da çeşitlilik gösterdiği durumlar vardır. Saflık derecesi, fonksiyonellik ve uzunluk olarak ayrıştırılabilirler (Radhamani ve ark., 2018).

KNT'lerin bilinen en dayanıklı fiber davranışlı malzemelerden biri olması, ağırlıkça çok hafif ve yüksek elastik modüle sahip olması en temel özelliklerindendir. Laboratuvar şartlarında yapılan bazı deney sonuçlarında çok katmanlı KNT'lerin elastik modülleri 1-1,8 TPa arasında ve çekme dayanımlarının 0,8-150 GPa arasında olduğu gözlemlenmiştir (Gogotsi, 2006).

Grafenin simetriğinden dolayı sahip olduğu elektriksel özellikleri, karbon nanotüpün elektriksel özelliklerini de geliştirmektedir. Nanotüpler çeşitlilik gösterir ve her bir çeşit nanotüpün elektriksel özellikleri birbirinden farklılık göstermektedir. Örnek olarak koltuk tipli nanotüpler metalik özellik sergiler ve elektriği iletirler. Teorik olarak bakıldığında nanotüplerin elektriksel gerilim yoğunlukları, bakır ve gümüş gibi iyi iletkenlerle kıyaslandığında yaklaşık 1000 kat daha iyidir (Seunghun ve Myung, 2007). Şekil : 2.1'de grafenin karbon nanotüpe nasıl dönüştüğünü şematik olarak ifade edilmiştir.



Şekil 2.1: Grafenin karbon nanotüpe dönüşüm şematiği.

Tek katmanlı nanotüpler çelik esaslı malzemelerden daha sert ve fiziki darbe hasarlarına karşı çok daha dayanıklıdır. Bunun nedeni ise grafit üzerindeki grangenlerden bir tekinin her bir karbon atomunun komşu diğer üç atomla kuvvetli kimyasal bağ yapması ve düzlemsel petek kafesi oluşturmasıdır. Oluşan güçlü bağlar sayesinde elastik modülü en yüksek malzemelerden biri haline gelir.

Çok küçük yapılı SWKNT'ler süperiletkenlik özellik sergilemektedir. Pensilvanya üniversitesinde yapılan araştırmalar, KNT yapılarının çok iyi bir ısı iletim malzemesi olabileceği sinyallerini vermiştir. Yeni teknolojiler ile birlikte geliştirildiği takdirde mükemmel sertlik, çok iyi yarı iletkenlik ve elektriksel özelliklere sahip malzemeler geliştirilebilir. Ayrıca yakın tarihte yapılan birkaç deney sonucu olarak polimer esaslı kompozit malzemelere nanotüp takviyesinin, malzemenin termo ve mekanik özelliklerini iyileştirdiği görülmüştür.

KNT yapıları çok küçük çaplı ve en/boy oranının yüksek olmasından dolayı alan yayılımına epeyce elverişlidir. Alan yayılımı, yüksek elektrik alan uygulamaları altında metal uçlardan vakuma elektronların tünel şeklinde toplanmasıyla oluşur. KNT'lerin serbest keskin uçlarından dolayı düşük voltajlarda bile güçlü elektrik alanlar oluşur. 1995 yılında bu olay EPFL'den De Heer ve çalışma arkadaşları tarafından raporlanmıştır. Bu rapor sonucu oluşan bu alanda bilinen elektron alanlarından daha üstün nitelikli bir yapı olduğu ve en önemlisi düz panel ekranlarında kendi kendine yolunu bulduğunu keşfetmiştir (De Heer ve diğ., 1995).

Tablo 2.1'de KNT'lerin bazı fiziksel ve mekaniksel özellikleri ile diğer malzemelerin özelliklerinin karşılaştırılması verilmiştir. Tablodan da anlaşılacağı üzere her bir malzeme için ortalama özkütle, çekme direnci, Young modülü ve belirli sertliği gözlemlenebilir.

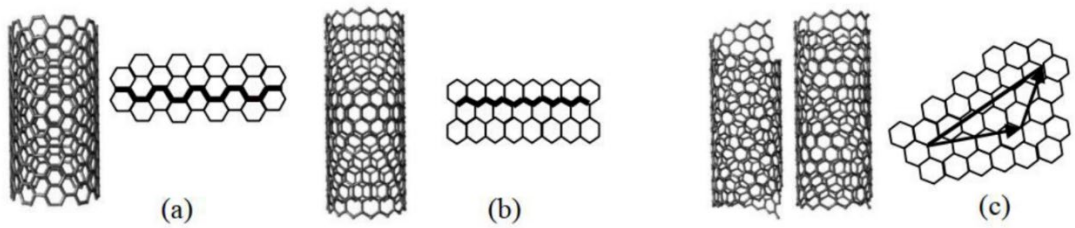
Tablo 2.1 : KNT kompozit malzemelerin mekaniksel özelliklerinin diğer benzer materyaller ile karşılaştırılması.

	Özgül Yoğunluk (gm/cc)	Çekme Direnci (GPa)	Young Modülü (GPa)	Termal İletkenlik (W/m/K)
SWCNT	1.3	50-500	1000	3000
MWCNT	2.6	10-60	300-1000	3000
Karbon Fiber	1.7-2	2600-3600	200-400	21-180
Grafit	2.25	0.2	8	100-400
Grafen	0.99-1.99	130	1000	200-2000
Kevlar	1.44	3.5	150	0.04
Çelik	7.8	0.65-1	200	18
Gümüş	10.5	0.11-34	69-74	450

Karbon nanotüpler temel olarak (SWCNT) tek katmanlı ve (MWCNT) çok katmanlı olmak üzere iki gruba ayrılır.

2.3.1. Tek katlı karbon nanotüpler (SWCNT)

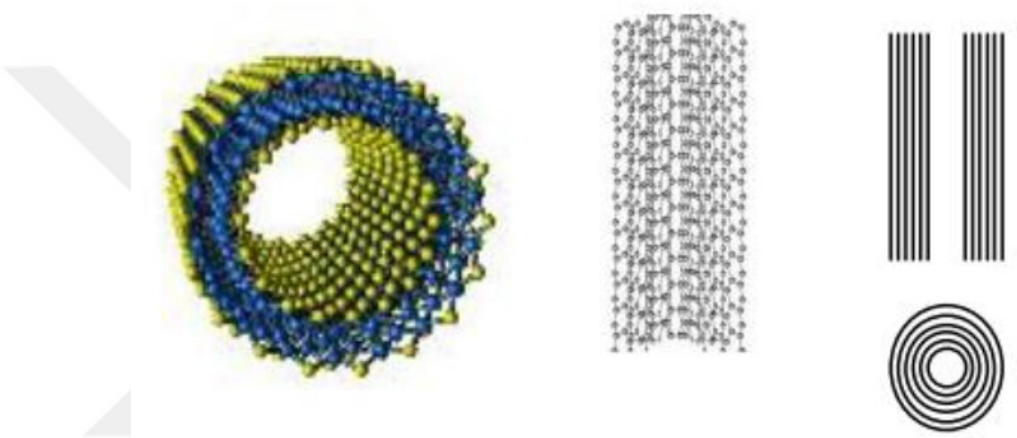
Tek bir grafen tabakasının yuvarlanmış şekli tek katmanlı karbon nanotüp (SWCNT) olarak adlandırılmaktadır. Bu yapılar Şekil 2.2'de gösterildiği gibi Koltuk yapısı, zikzak ve kiral/sarmal yapıda olabilmektedir. 1-2 nm ve farklı mikron uzunlukları arasında değişen ebatlara sahiptirler (Thiraphattaraohun, 2013).



Şekil 2.2 : SWKNT'lerin şematik yapıları: (a) Koltuk (b) Zikzak ve (c) İki farklı kiralite veya sarmallık (Thiraphattaraohun, 2013).

2.3.2. Çok katlı karbon nanotüpler (MWCNT)

2-25 nm ve farklı mikronlarda uzunlukları olan iki veya daha fazla silindirik eş merkezli grafen tabakalarının üst üste gelerek içi boş diziler hali çok katmanlı karbon nanotüp (MWCNT) olarak adlandırılır. Şekil 2.3'te çok katmanlı karbon nanotüp şematiği verilmiştir. Her bir katmanın eğriliği diğer katmanlardan farklı olabileceği gibi bu da komşu katmanlar üzerinde kuvvetsiz van der waals kuvvetleri oluşmasına yol açar (Mani ve diğ. 2005).



Şekil 2.3 : Çok katlı karbon nanotüp şematiği (Thiraphattaraohun, 2013).

2.3.3. Karbon nanotüp sentezleme yöntemleri

KNT üretimi için uzun yıllar çalışmalar yapılmış ve birkaç yöntem keşfedilmiştir. Bu yöntemler, yüksek saflıkta ürün eldesi, düşük sıcaklıklarda sentez ve üretim kapasitesinin arttırılması gibi talepler neticesinde farklı uygulamalara göre şekillenmiş ve geliştirilmiştir. Üretimde uygulanan malzemelerin özelliklerine bakılarak karbonun katı halinden sentezleme ve gaz halinden sentezleme şeklinde bir sınıflandırma yapılmıştır. KNT üretim yöntemlerden bazıları şunlardır:

- Lazerle Aşındırma Yöntemleri
- Ark Boşaltma Yöntemi
- Solar Fırın Yöntemi
- Kimyasal Buhar Çökertme Yöntemi
- Isıl Kimyasal Buhar Çökertme Yöntemi
- Plazmasıyla Güçlendirilmiş Kimyasal Buhar Çökertme Yöntemi

- Mikrodalga Plazma ile Kimyasal Buhar Çökertme Yöntemi
- Buhar Fazında Büyütme
- Hidrotermal Sentezleme
- Elektroliz
- Mikroskop Probları

Ticari olarak ark boşaltma, lazerle aşındırma ve kimyasal buhar çökertme (CVD) en çok kullanılan yöntemlerdir. Kimyasal buhar çökertme (CVD) tekniği üretim maliyetlerinin diğer ark boşaltma ve lazerle aşındırma yöntemine göre düşük olması nedeniyle sanayi bazında en çok tercih edilen yöntemdir (Thiraphattaraohun, 2013).

2.3.4. Nanotüplerin uygulama alanları ve yapılan çalışmalar

Nanotüplerin önemi, uygulamalarda sağladıkları faydalarla rahatça anlaşılabilmektedir. Dünya üzerinde nanotüpler ile yapılan çalışmalarda ticari uygulamalara da geçilmiştir. Özellikle mühendislik malzemeleri açısından günümüzde gerçekleştirilen uygulamaların ve geleceğe dair açıklanan öngörülerin idrak edilmesi, bu yeni teknolojiye dair açık bir vizyonun oluşumunu sağlayacaktır. Son 1 yıl içerisinde bu yeni teknoloji üzerine yapılan 1000'den fazla çalışma ve yayınlanan makaleler konunun önemini açıkça göstermektedir. Örneğin verecek olursak, çok duvarlı KNT'ler artık seramik uçlu kuvvet sensörlerinin yerini almıştır. Ayrıca KNT'lerin kimyasal seçiciliklerinden dolayı, kimyasal kuvvet mikroskoplarında (CFM), seçilmiş görüntüler almak için kullanılmaktadırlar. Yarı iletken özellik gösteren tek duvarlı KNT'lerin, oda sıcaklığında etrafındaki atmosferde gerçekleşen kimyasal değişimlere karşı epey hassas davranış sergiledikleri görülmüştür. Makro olarak konuya bakıldığında ise yeni nesil nanotüp esaslı sensörlerin, eski yöntemlerle üretilmiş standart sensörlere göre $x10^3$ derecesinde daha hassasiyete sahip olduğu görülmüştür. Nanotüp teknolojisi kullanılan cihazlar, günümüz şartlarında kullanımda olan cihazlara göre çok daha küçük ve basit yapılı olup, oda sıcaklıklarında rahatça çalışabilmektedir (Çıracı, 2007a).

Karbon yapılı malzemeler, heterojen katalizörlü proseslerde kullanılan ve tercih edilen destek malzemeleridir. KNT'ler, diğer aktif karbon yapılarına göre çok daha üstün özellikleriyle katalizör desteği malzemeleri olarak da kullanılmaktadır (Kut ve Güneşoğlu, 2005). KNT'lerin morfolojilerine bakıldığında, özellikle boylarının çok uzun ve enlerinin çok dar olması, katalitik olarak aktif olan metal parçacıklar üzerine

yayılmalarını kolaylaştırmaktadır. KNT'lerin geleceğe yönelik uygulama planları ise başlıklar altında şu şekildedir:

- Yakıt Hücreleri
- Kapasitörler
- Gaz Depolama
- Abzorbantlar
- Bio-Sensörler
- Kompozit Malzemeler
  - o Metal Matrisli Kompozitler
  - o Seramik Matrisli Kompozitler
  - o Plastik Matrisli Kompozitler
- Çok Fonksiyonlu Malzemeler
- Nano Yapılı Cihazlar ve Sistemler

2.3.5. Türkiye'de nanotüp çalışma alanları

Ülkemizde nanoteknoloji alanında üniversitelerde yapılan çalışmaların yanında, nanoteknoloji ve nanotüpler üzerine de güncel teknoloji ile birlikte yoğunlaşan bir çok özel kurum bulunmaktadır. Özellikle üniversitelerde, eğitim ve teknoloji adına yapılan atılımlarla yetkin araştırmacılar yetiştirmek, ülke katma değerini arttırmak ve sanayi ölçeğinde uygulamalar geliştirilmesi hedeflenmektedir . Bu alanlarda yapılan çalışmalar oldukça umut verici olup, devlet stratejisi olarak devamlı bir şekilde desteklenmesi halinde, ülkemize geleceğe dönük kazançları oldukça yüksek olacaktır. Günümüzde ülkemizde yapılan çalışmalara baktığımızda daha çok nanotüp araştırmaları ve üretimi üzerine yoğunlaşılmıştır. Kısa vadede de sanayi tipi uygulamalara geçiş planlanmaktadır (Anonym, 2007b).

2004 yılında Ankara'da Nanoteknoloji Strateji Grubu tarafından yayınlanan "Nanobilim ve Nanoteknoloji Stratejileri" adlı raporda, nanoteknolojinin önemi ve gelecekte ülkemizde yapılması planlanan çalışmalar açıklanmıştır. Raporda özellikle "Nanofabrikasyon", "Enerji ve Yakıt Hücresi" başlıkları ülkemizde halihazırda çalışılmaya devam edilen konulardandır (Vizyon 2023 Projesi, 2004). Ülkemizde nanotüp ve atom zincirleri, düşük boyutlu kuantum mekanizmalarında elektron taşınımı,

mikroskop sahasında tarayıcı tünelleme (STM) ve atomik kuvvet mikroskobu (AFM), uç-yüzey arası etkileşmeler ve nanotriboloji gibi konularında yoğun teorik araştırmalar yapılmaktadır (Çıracı, 2005). Bazı üniversitelerde yapılan çalışmalarda tek ve çok duvarlı karbon nanotüpler üretilmektedir (Altan ve Güneş, 2007). Ayrıca bazı ticari kuruluşlar tarafından da desteklenmekte olduğu bilinen KNT takviyeli plastik matrisli ve KNT takviyeli metal matrisli kompozit malzeme konularında da çalışmalar yürütülmektedir (Senger ve diğ., 2004). Araştırmaların temel amaçları arasında nanotüplerin metal matrisleri içerisinde düzgün ve homojen bir şekilde disperse edilip kompozit malzeme üretilmesi ve oluşan kompozit malzemenin ısıl, mekanik ve elektriksel özelliklerin geliştirilmesi, şekillendirme çalışmalarının yapılması hedefleri bulunmaktadır. Tüm bu gelişime açık hedef projeler, nanoteknolojinin sanayi boyutuna uygulanabilirliğine referans oluşturacaktır. Ayrıca yazılımsal olarak Sıkı-Bağ Moleküler Dinamik Yöntemi sayesinde KNT simülasyonu gibi teorik ve bilgisayar ortamında analiz imkanı veren çalışmaları da yapılmaktadır (Dereli ve diğ., 2011).

2.4. Mekanik Alaşımlama ve Öğütme

Mekanik alaşımlama, malzemenin kimyasal yapısında değişim veya ısıl bir işleme maruz kalmadan tanelerin birbirine sürtünme ile bağlanarak alaşımlanması işlemidir. MA neredeyse tüm toz kompozisyonları üretiminde kullanılır. MA, 1960'lardan beri oksit dağılımıyla mukavemetlendirilmiş süper alaşımlarda yüksek sıcaklıkta sürünme dayanımını iyileştirmek için kullanılmaktadır.

MA az miktarlarda ve standart dışı karışımlı prototiplerin hızlıca üretilmesine için ideal bir yöntemdir. MA ile elde edilen prototiplerde, matris yapısı içerisindeki taneler arası mesafenin azalması sayesinde malzeme mukavemetinin geliştiği ve değerinin arttığı görülmüştür. MA yöntemi ile üretilen malzemelerin bazı durumlarda klasik üretim yöntemlerine göre daha az maliyetli ve kısa sürede üretimi gibi avantajları olmasına rağmen, uzun öğütme süreleri ve MA sırasında düşük oksijen direnci gibi dezavantajları da bulunmaktadır.

MA, bilimsel çalışmalarda ve imalat prosesleri gibi çok adımlı ortamlarda üretime fazlaca kolaylık sağlamaktadır. Bu sebeple MA yöntemi, hem sanayi hem de bilimsel alanlarda

birçok üstünlükler getirmektedir. Bu üstünlüklerden birkaçı aşağıdaki şekilde sıralanabilir;

- Standart ergitme ve döküm gibi yöntemlerle üretilmesi zor ve pahalı olan element ya da bileşiklerin üretimi (WC-Co vb.),
- Katı fazda (Fe, Cu vb.) ve sıvı fazda (Pb, Cu vb.) çözülemeyen elementlerin üretimi,
- Ergime sıcaklıkları birbirlerinden farklı elementlerden intermetalik karakterli malzeme üretimi,
- Katı, sıvı ve gaz fazında bulunan elementlerin birlikte alaşımlanması sırasında nitrür, oksit ve karbür gibi malzeme takviyesi imkanı,
- MA işlemi sonrası malzeme tozlarının homojen yapılı olması,
- Tek seferde yüksek miktarlarda malzeme tozu eldesi,
- Nano kristal esaslı kompozit malzemelerin üretimine olanak sunması olarak sıralanabilir.

2.5. Mekanik Alaşımlamayı Etkileyen Faktörler

Homojen materyallerin elde edilmesinde ki en önemli faktörlerden birisi mekaniksel alaşımlamadır (Campbell ve ark., 1989). Bilindiği üzere öğütülme şartları, öğütülmüş parça tozlarının parçacık boyut dağılımı, bozulma açısı ya da uniformluğun bozulması, son stokiyometrisi gibi nihai ürünün özelliklerini etkilemektedir. Bu durumda da öğütme şartlarının gözden geçirilmesi ve kontrol edilmesi sonucu daha iyi son ürün elde edilebilmektedir (Campbell ve ark., 1989; El-Eskandarany, 1992). Nihai ürün özelliklerine etki eden bu faktörler aşağıdaki gibi listelenmiştir.

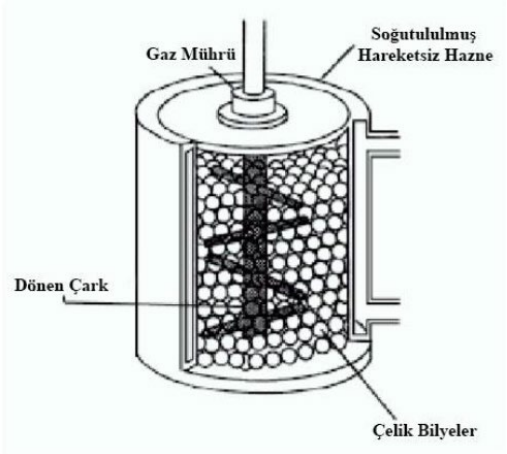
- Değirmen tipi (örn. yüksek veya düşük enerjili değirmenler)
- Öğütme atmosferi (örn. nitrojen, hava veya asal gaz)
- Öğütme gerecinin toz/ağırlık oranı
- Öğütme sıcaklığı
- Öğütme süresi

2.6. Değirmen Tipleri

Mekanik alaşımlamada önemli bir yer tutan değirmenler, tiplerine göre yüksek enerjili, gezegensel, titreşimli, düşük enerjili ve tamburlu olmak üzere 5 ana başlıkta toplanabilir.

2.6.1. Yüksek enerjili bilyeli değirmenler (bilyeli sürtünme değirmeni)

1922 yılında Szigvari kauçuğun sertleştirilmesi için kullanılan ve hızlıca homojen sülfür dağılımı elde etmek için bu tipte bir değirmen teknolojisi açıklamıştır (Gilman ve Benjamin 1983). Şekil 2.4'te şematiği verilen bu değirmende teknik, yatay kolları olan rotor ve çark, dikey dönen merkez şaftı bulunan bir karıştırıcının karıştırma olayını gerçekleştirmesiyle yapılır. Mekanik alaşımlama için kullanılan bu attritörün hacmi (kapasitesi) 3.8×10^{-3} m^3 tür ve merkez şaftın dönme hızı yaklaşık 250 rpm'dir. Bu teknolojiye ek olarak Japonya Ulusal Savunma Akademisinden Kimura ve çalışma arkadaşları yaklaşık 500 rpm hızında dönebilen bir attritör değirmen daha geliştirdi (Kimura ve diğ. 1988). Daha sonra değirmene, MA işlemi esnasında uygulanan torku kontrol etmek ve ölçmek için çeşitli cihazlar daha eklediler. Bu sistemde sürekli Ar gazı akışı ve haznenin devamlı tahliye edilmesi sağlanarak, mekaniksel alaşımlama deneyleri süresince oksijen bulaşması ve reaksiyon minimum seviyeye indirilebilir. Ayrıca öğütme sıcaklığı, öğütme haznesinin en dışında ki cidarına su püskürtülerek kontrol edilebilir. Bu öğütme aracı, çeşitli amorf alaşımlı tozların birbirine mekanik alaşımlanması ve sentezlenmesi için ileri sürülmüştür.

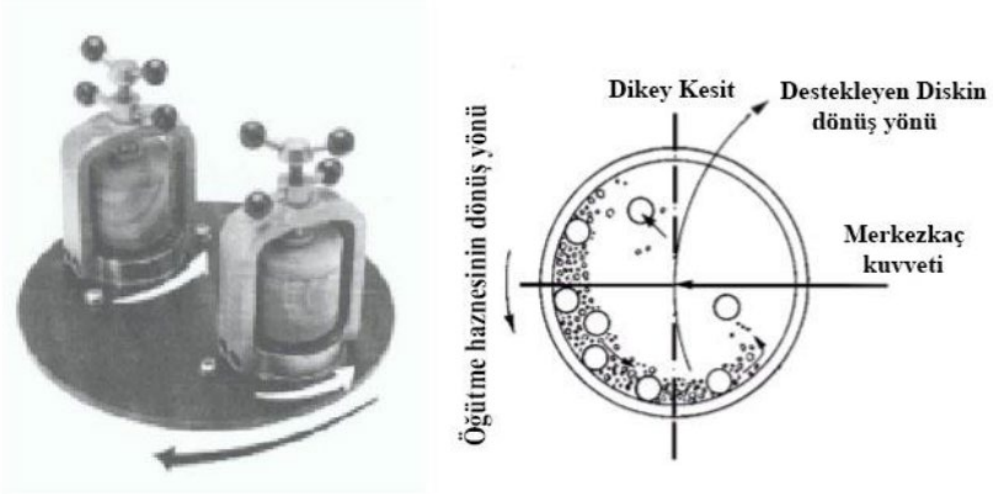


Şekil 2.4 : Szigvari bilyalı sürtünme değirmeni şematik gösterimi.

2.6.2. Gezegensel bilyeli değirmenler

Mekanik alaşımlama proseslerinde en çok kullanılan değirmenlerin başında gelen gezegensel bilyeli değirmenlerde, kapalı haznelerin ve altında bulunan destekleyici diskin dönmesi ve dolayısı ile hazne içerisindeki toz ve bilyelerin de dönerek üzerlerinde merkezkaç kuvveti oluşumu sağlanır. Bu merkezkaç kuvveti sayesinde öğütme malzemeleri üzerinde yüksek bir enerji oluşumu gözlenir. Oluşan kuvvet, öğütme malzemelerinin kapalı haznenin iç cidarına ulaştıktan sonra yerçekimi ivmesinin yaklaşık 20 katına kadar artabilir.

Şekil 2.5'te görseli verilen gezegensel tip değirmende merkezkaç kuvvetleri, kapalı haznelerin ve destekleyici diskin dönüş yönleri birbirlerine zıt istikamette olduğundan senkronize çalışır. Öğütülecek tozlar ve öğütücü, haznenin duvarına doğru ilerler, birbirleri üzerinde yuvarlanırlar ve haznenin karşı duvarına yüksek hızlarda savrulurlar. Bu işlem öğütme süresince defalarca tekrarlanarak öğütme işlemi gerçekleştirilir. Bu değirmen çeşidinin diğer bir avantajı ise haznelerin rahatlıkla elle kullanılabilir olmasıdır.



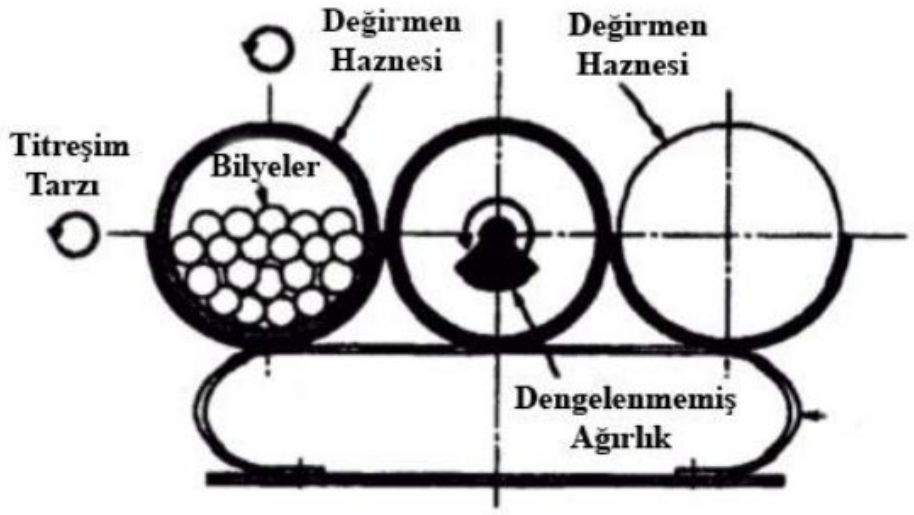
Şekil 2.5: Yüksek enerjili gezegensel bilyeli değirmenin şematik gösterimi.

2.6.3. Titreşimli bilyeli değirmenler

Titreşimli bilyeli değirmenler, Şekil 2.6'da şematiği görüldüğü üzere üst üste yerleştirilmiş öğütme hücrelerinden meydana gelmektedir. Lastik bir takoz veya yaylar üzerinde yer alan bu hücrelere belirli bir frekansta titreşim verilerek, hücre içindeki bilyeler ve öğütülecek malzeme hareket ettirilmektedir. Bu hareket sayesinde bilyelerin

malzemeyi sıkıştırarak ezmesi sonucu taneler kırılarak ufalanmaktadır. Bilyaların çapı 10-15 mm arasında değişirken, bilye/toz şarj oranı hacimce yaklaşık %60-70 oranındadır. Bu tip değirmenlerin en büyük dezavantajı, 5 ton/saat kapasite üzerine çıkılamaması durumunda, öğütme malzemesi istenilen kalitede çıkmamakta ve ince öğütme verimini kaybetmektedir. Ayrıca, neredeyse tamamının mekanik aksamlardan oluşması ve sık sık arıza vermesi nedeniyle işletmeye düşük kapasite ve yüksek bakım/onarım maliyeti getirmesi performans düşüklüğüne sebebiyet vermektedir (Smith, 1974).

Öğütme hücreleri yatay olarakta yerleştirilebilen titreşimli değirmenler, yaklaşık 10 mikron ebatına kadar öğütme yapmaya imkan vermektedir. Getirdiği düşük ilk yatırım maliyeti ve ince öğütme esnasındaki enerji verimliliğinin yüksek olması en önemli avantajlarındandır. En önemli avantajı ince öğütmede enerji verimliliğinin yüksek, ilk yatırım maliyetinin düşük olmasıdır. demir, ferrosilikon ve alüminyum oksitlerin ince öğütmesi için kullanılmaktadır (Wills, 1997; Yıldız, 2007).



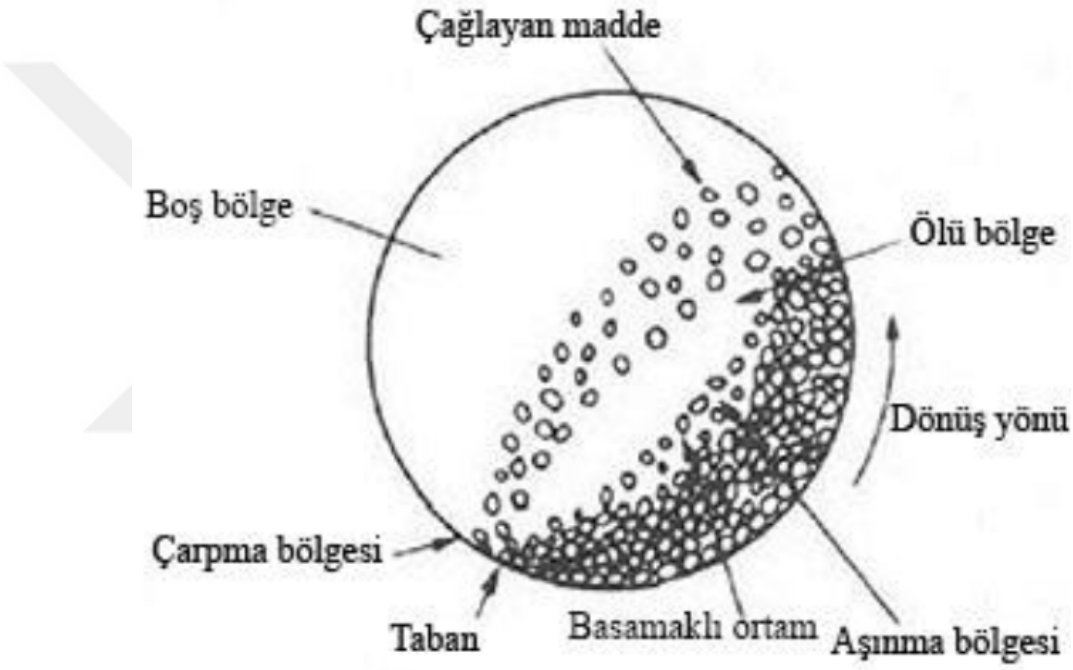
Şekil 2.6: Yüksek enerjili titreşimli bilyeli değirmenin şematik gösterimi.

2.6.4. Düşük enerjili tamburlu değirmenler

Düşük enerjili tamburlu bilyalı değirmenlerde öğütme, bilyelerin malzeme taneleriyle noktasal teması sonucunda meydana gelmektedir. Öğütme için yeteri kadar zaman verildiğinde malzeme tane boyutu, yaklaşık 50 mikronun altına kadar indirilebilmektedir. Bu nedenle öğütmenin son kademesi olarakta kullanılabilir. Ancak bu teknikle öğütülmüş

ince ürün tambur içerisinden alınmadığı takdirde, öğütülmemiş iri parçacıkların istenilen parça boyutuna düşmediği gözlemlenmiştir. (Yüce, 2008; Demirel, 1994).

Şekil 2.7'de yüklenim hareketleri şematiği verilen tamburlu bilyeli değirmenler 1876'dan beri öğütme aracı olarak kullanılmaktadır (Processing Handbook, 1985). Bu değirmenlerin silindirokonik, silindirik ve konik gövdeli olmak üzere 3 farklı çeşidi bulunmaktadır. Bu değirmenlerin kapasiteleri, değirmenin dönüş hızı, bilyelerin ağırlığı, parçacık boyutu ve değirmen uzunluk/çap oranına bağlı olmakla birlikte, malzeme cinsine göre ayarlanmaktadır (Taggart, 1927).



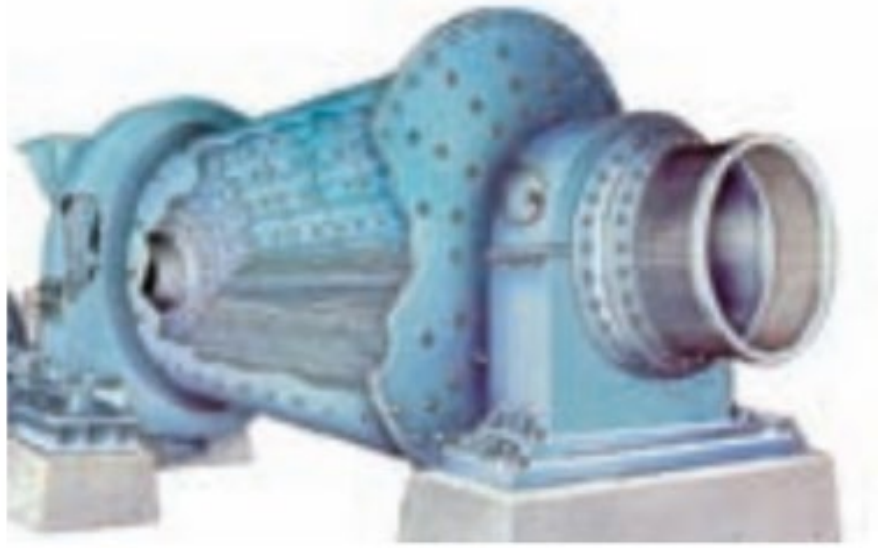
Şekil 2.7 : Tamburlu bilyeli değirmenlerde yüklenim hareketleri.

2.6.5. Tamburlu çubuk değirmenler

Tamburlu çubuk değirmenleri diğer tamburlu değirmenlerden ayıran temel fark öğütücü olarak bilye yerine çubukların kullanılmasıdır. İri boyuttaki malzemeler için kaba öğütücüler olarak ünlenen bu değirmenler genellikle ince öğütme öncesi malzemeyi kırarak ön öğütme görevi için kullanılır ve malzemeyi bilyalı değirmenler için uygun hale getirir. Tamburlu çubuklu değirmenlerde boy/çap oranı önem arz etmektedir. Bu oran, 1.25'in altına düştüğünde değirmen içindeki çubuklar birbirine karışarak öğütme atmosferini bozarken, 2.5'tan büyük olduğunda ise çubukların eğilmesine ve kırılmasına neden olmaktadır (Karadeniz, 1996).

Çubuk değirmenlerde malzeme, çubuklar arası öğütmeye bir hat boyunca uygulandığı için homojen bir ürün üretilir. Ayrıca bu teknikte, ürünün tane boyut dağılımı kontrol edilebildiğinden, kapalı devre öğütmeye ihtiyaç duyulmaz. Kullanıma bağlı aşınan çubukların değişimi nispeten daha kolaydır ve çubuklar arası boşluk daha az olduğundan öğütme verimi yüksektir.

Tamburlu çubuk değirmenlerde çubukların tambur içinde kapladığı hacim, değirmenin iç çapı ve uygun öğütme için kritik hız, değirmenin döndürülmesi için gerekli gücü etkilemektedir. Tambur içerisindeki çubuk hacmi, toplam hacmin %40-45'i kadar seçildiğinde uygun öğütme ortamı yakalanmaktadır. Ayrıca optimum öğütme için tambur içerisindeki çubuklar serbest düşmenin aksine yuvarlanarak ve kayarak hareket edebilmesi için değirmen hızı, kritik çalışma hızının %50-75 aralığında hızlarda çalıştırılmalıdırlar (Demirel, 1994).



Şekil 2.8 : Tamburlu çubuk değirmen görseli.

2.7. Bilye/Toz Ağırlık Oranı Etkisi

2017 yılında Temel Varol, yüksek enerjili bilyeli değirmen yardımıyla Al_2O_3 seramik tozlarını 300 devir/dakika hızında 1, 3, 5 saat boyunca ve bilye/toz oranını 5:1, 10:1 ve 15:1 seçerek bilye/toz ağırlık oranının malzeme partikül boyuna etkisini incelemeye çalışmıştır. Tablo 2.2'de yapılan deney sonuçlarının karşılaştırılması verilmiştir (Varol T., 2017).

Tablodaki partikül boyutu değerleri incelendiğinde, sürenin öğütme oranını arttırdığı gibi bilye/toz oranının artmasıyla da kırılma işlemi daha aktif hale gelerek çok daha küçük boyutlu malzeme elde edilmiştir. Daha küçük partikül boyuna sahip malzemelerin yüzey alanları daha geniş olacağından, aralarındaki çekim kuvvetide buna bağlı olarak artacak ve birbirlerine zayıf bir bağ kuvveti ile bağlanacaklardır.

Tablo 2.2 : 300 rpm/dk hızında, farklı süre ve bilye/toz ağırlık oranı altında öğütülmüş malzemelerin karşlaştırılması (Varol T., 2017).

Deney No	Öğütme Süresi	Bilye/Toz Oranı	Öğütme Hızı	Partikül Boyutu
1	1 saat	5:1	300 rpm	26.587
2	1 saat	10:1	300 rpm	2.341
3	1 saat	15:1	300 rpm	1.41
4	3 saat	5:1	300 rpm	8.798
5	3 saat	10:1	300 rpm	1.109
6	3 saat	15:1	300 rpm	0.684
7	5 saat	5:1	300 rpm	3.444
8	5 saat	10:1	300 rpm	0.612
9	5 saat	15:1	300 rpm	0.321

Yine El-Eskandarany ve arkadaşları 1990 yılında, düşük enerjili bilyeli değirmen kullanarak, $Al_{50}Ta_{50}$ alaşım tozlarının bilye/toz ağırlık oranının değişmesiyle alaşım oluşma etkilerini incelemiştir. Yapılan çalışmada bilye/toz oranları 12:1, 36:1, 108:1 ve 324:1 seçilmiştir. Alınan XRD ölçümlerinde ilk 3 oranda, saf Al ve Ta piklerinin oluştuğu gözlemlenmiştir. Bu durum henüz amorfizasyon reaksiyonlarının oluşmadığını göstermektedir. 324:1 oranının XRD pikleri incelendiğinde ise reaksiyonun tamamlandığı AlTa ve $AlTa_2$ kristalize fazları aynı anda gözlemlenmektedir (El-Eskandarany ve diğ. 1990).

2.8. Öğütme Atmosferi

MA yöntemi ile çok ince tozlar üretildiğinde, değirmen haznesi içerisindeki tozların toplam yüzey alanları da genişlemiş olacaktır. Yüzey alanının artması demek, malzemenin oksijen, hidrojen ve nitrojen gibi gazlarla reasksiyon isteğinin daha da

artması demektir. Bu nedenle değirmenlerin atmosferi, malzemenin saflığının korunması açısından önem arz etmektedir (Campbell ve diğ. 1989).

1992 yılında Yavari ve arkadaşları MA yöntemi ile malzeme üretimi yapmış ve ortamda bulunan oksijenden kaynaklandığını düşündüğü bazı amorfizasyon reaksiyonları gözlemlemiştir (Yavari ve diğ. 1992). Bu nedenle MA işlemi, reaktif bilyeli öğütme tekniği olarakta adlandırılmaktadır (El-Eskandarany ve diğ. 1992).

2.9. Mekaniksel Alaşımlama Mekanizması

MA işlemi esnasında kaliteli ve kontrollü mikroyapıya sahip malzeme tozlarını üretmek için değirmende kırılma, kaynaklanma ve difüzyon olaylarının gerçekleşip tozların birbirine tekrar karışması gerekmektedir. MA işlemi esnasında, kırılma ve soğuk kaynaştırma işlemlerinin arasındaki dengeyi yakalamak, proses için büyük önem taşımaktadır. Bu durum için iki teknik önerilir;

Birinci teknik (PCA – Islak Öğütme), öğütme sonrası yüzeyi bozulmuş tozlara uygun işlem kontrol elemanı takviye ederek düzen sağlamaktır. Fakat ıslak öğütmede, metal tozlarının soğuk kaynaştırması için gerekli olan metal-metal teması mümkün olmamaktadır.

İkinci teknik ise, malzemenin toz tanelerinin deformasyonunu düzenlemektir. Bu durumda taneler, yassılaştırma ve ardından soğuk kaynaştırma prosesi için gerekli olan büyük kuvvet sayesinde bozulma gerçekleşmeden kırılırlar. Kararlı hali korumak ve kırılmayı hızlandırmak için değirmen haznesi soğutma işlemine tabi tutulabilir (White, 1979).

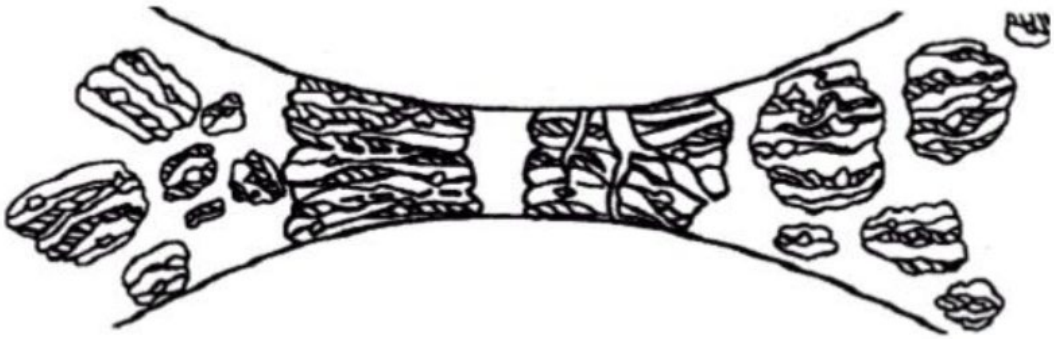
Ti, Al, Zn, Ag gibi bazı metaller kolaylıkla organik olarak doğal yollarla soğuk kaynaklanabilir. Bu gibi metal tozlarının öğütülmesi öğütülen tozlar ve PCA arasında istenmeyen bazı reaksiyonlara yol açabilir (Rairden ve diğ. 1981).

2.10. Bilye-Toz-Bilye Çarpışması

Bilye-toz-ağırlık oranı arttığı zaman, öğütücü hazne içinde birim zamanda daha fazla bilye ağırlığı olacağından, aynı öğütme süresi için çok daha fazla bilye-toz-bilye çarpışması oluşacak ve böylelikle daha küçük toz boyutu gözlemlenecektir. Öğütme

süresinin artışı değerlendirildiğinde ise, bilye-toz-bilye çarpışmaları için normale göre daha fazla süre verildiğinden, bilye-toz-bilye çarpışmalarının sayısında artış olur ve kararlı hal kurallarına erişilinceye kadar daha uzun süreleri için daha küçük parçacık boyutu gözlemlenir (Suryanarayana C., 2001; Varol T. ve Çanakçı A.,2013). Diğer yapılan bir çalışmada MA yöntemi ile tungsten toz boyutlarının küçültülmesi hedeflenmiş, bilye-toz-bilye çarpışmaları ve bilye-toz-değirmen yüzeyi etkileşimi sırasındaki sürtünme kuvvetlerinin tesiri ile parçacıkların kırılarak tane boyutunun azaldığı gözlemlenmiştir (Liang Y.X., 2017).

Malzeme tozlarının üzerine etki eden çarpışma etkisi, bileşen parçacıklarının cinsine bağlı değildir. Soğuk kaynama yapıldığı zaman ağır mekaniksel deformasyona uğratılan içsel bilye-toz-bilye çarpışmaları, düktil metal tozlarının düzleşmesine sebep olur. Dolayısıyla metal ara yüzlerini atomik olarak temizler, düzleştiri ve üst üste bindirirler. Şekil 2.10 da şematik olarak gösterilen bu durumda, kompozit malzeme parçacıklarının katmanlı yapısını düzenleyerek sıkı bağ haline getirdiği görülmüştür.



Şekil 2.9 : Mekaniksel alaşımlama esnasında toz karışımının bilye-toz-bilye çarpışması (Gilman ve Benjamin, 1983).

2.11. Öğütme Sıcaklığı

MA işlemi sırasında malzeme tozlarının yapısı etkileyen en önemli faktörlerden biri de sıcaklıktır. Oluşacak alaşımların fazlarının ise difüzyon belirlemektedir. MA işlemi sırasında iki temel sebepten dolayı ısı oluşumu meydana gelir. Bunlardan ilki 105 saniye gibi kısa bir sürede meydana gelen, hareketli bilyelerin kinetik enerjilerinin oluşturduğu bölgesel ısıdır ve sadece teorik olarak hesaplanabilir. İkincisi ise yapılan deneylerde gözlemlendiği üzere öğütme haznesinin tamamının sıcaklığıdır.

Öğütme sırasında ısı artışı genellikle bilye-bilye, bilye-tozlar, bilye-hazne cidarı çarpışması ve sürtünmeden kaynaklanmaktadır. Yukarıda bahsedilen nedenlere ek olarak, öğütme esnasında tozların yanması nedeniyle meydana gelen ekzotermik reaksiyonlar da ısı artışına neden olmaktadır.

Sıcaklık artışı, alaşımlama ve difüzyon işlemlerini hızlandırdığından bir avantaj olarak görülsede, oksitlenme ve amorf fazların kristalizasyonlarına neden olabileceği için istenmemektedir. Bu nedenle bir fan sistemi ile hazne soğutulabilir yada öğütme işlemi esnasında belirlenen kritik sıcaklığa erişildiğinde sistem durdurularak sıcaklığın düşmesi beklenebilir ve tekrar öğütmeye devam edilebilir.

BÖLÜM 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. Al-Ni Core-Shell Mimarisinin Akımsız Kaplama Yöntemi İle Üretimi

Tez çalışmaları kapsamında ilk adım olarak, ticari olarak satın alınan (Alfa Aesar) %99,5 saflıktaki 325 mesh altı Al tozlarının (Al <44 μm) yüzeyleri katalitik aktivite elde etmek için ön işleme tabi tutulmuştur. Sonrasında ise yüzeydeki herhangi bir kirletici maddeyi uzaklaştırmak için asetonla yıkanmıştır. Alüminyum partikülleri, hidroflorik asit (HF) ve nitrik asit ($HN0_3$) içeren asidik bir çözelti içinde, akımsız kaplama öncesi partiküllerin aktive edilmesi için 3 dakika süreyle karıştırılmıştır. Aktifleştirilen Al partikülleri süzülüp saf su ile yıkanmıştır ve daha sonra bu partiküller kaplama için akımsız nikel banyosuna aktarılmıştır. Aktive edilen partiküller akımsız nikel kaplama banyosunda yeniden dağıtılmıştır. Banyonun temel bileşimi ve kaplama koşulları Tablo 3.1'de gösterilmektedir. Al-Ni çekirdekli kabuk kompozitleri üretmek için süspansiyonda 45 g/L $NiCl_2.6H_2O$ Nikel Klorür, 100 g/L $C_6H_5Na_3O_7.5_{1/2}H_2O$ Sodyum Sitrat, 50 g/L NH_4Cl Amonyum Klorür, 8 g/L NaH_2PO_2O Sodyum Hipofosfit ve 1 g/L alüminyum parçacıklarından oluşan bir nikel klorür çözeltisi kullanılmıştır. Çalışmalarda kullanılan kimyasalların hepsi ticari olarak temin edilmiştir. Öncelikle oluşturulan çözelti bir ısıtıcı tabla yardımıyla 70 ºC'ye ısıtılmıştır. Gece boyu karışan solüsyonda homojen bir çözelti elde edildikten sonra kompozit yapı süzme işlemine tabi tutulmuştur. Süzme sırasında tekrarlı olarak çözeltinin pH değeri ölçülmüş ve pH 8-9 seviyesine gelesiye kadar saf su ile tekrar tekrar yıkanmıştır. 70 °C'de gece boyu karıştırma sırasında çözelti içerisindeki nikel bileşenleri indirgenip Al tozları etrafına kaplanmıştır. Kaplama işlemi sonrası yıkanıp sonra da gece boyu vakumlu etüvde kurutulan numunelerden Al-Ni core-shell yapısı elde edilmiştir.

Tablo 3.1 : Akımsız nikel kaplama için banyo bileşimleri ve kaplama çalışma koşulları.

Malzeme	Miktar
Nikel Klorür	45 g/L
Sodyum Sitrat	100 g/L
Amonyum Klorür	50 g/L
Sodyum Hipofosfit	8 g/L
Aluminyum	1 g/L
PH	8-9
Sıcaklık	70 ^{o}C
Nikel Klorür	45 g/L
Sodyum Sitrat	100 g/L

Al-Ni core-shell yapısı elde edildikten sonra sıra çok katmanlı karbon nanotüp (ÇKKNT) ilavesine gelmiştir. Mekanik özellikleri iyileştirmek için seçilen ÇKKNT oranları ağırlıkça %1, %3 ve %5 olarak belirlenmiştir. Bu tez kapsamında asıl amaç, ÇKKNT oranına bağlı olarak mekanik özelliklerdeki değişimleri izlemektir. 50-60 nm çapında ve 10 μm uzunluğunda ÇKKNT tozları (Arry Nano tarafından temin edilmiştir), Al–Ni/ÇKKNT kompozitlerinin üretilmesi için takviye malzemesi olarak kullanılmıştır. ÇKKNT tozlarının yüzeyleri, bir nitrik asit/sülfürik asit karışım çözeltisi kullanılarak aktive edilmiştir. Bu sayede ÇKKNT yapısının Al-Ni matrisindeki dağılımını kolaylaştırılmıştır. ÇKKNT yapısının aktifleştirme işlemi, 1 saat boyunca 100 ° C' de bir cam beherde 2:1 nitrik asit/sülfürik asit çözeltisi içerisinde gerçekleştirilmiştir. Ardından saf su ile yıkanan aktifleştirilmiş ÇKKNT yapısı süzülüp bir gece boyunca bir vakumlu etüvde kurutulmuştur. Aktifleştirilmiş ÇKKNT ve akımsız olarak kaplanmış Al-Ni kompozit yapısı yüksek enerjili bilyalı değirmende 2 saat boyunca 200 RPM hızında saat yönünde döndürülerek karıştırılmıştır. İşlem Fritsch Premium-line Pulverisette 7 cihazı ile yapılmıştır. Mekanik öğütme işlemi 80 ml hazneye sahip paslanmaz çelik havan içerisinde, 5 mm çapa sahip paslanmaz çelik bilyeler kullanılarak yapılmıştır. Mekanik öğütme işlemi için 1 haznede 3 adet bilye ve bilye/toz ağırlık oranı 10:1 olacak şekilde işlem tamamlanmıştır. Yapılan karıştırma işlemi sonrasında mekanik özelliklere etkisini incelemek için %1, %3 ve %5 ÇKKNT oranlarına sahip Al–Ni/ÇKKNT kompozitleri elde edilmiştir. Numuneler arasında daha kolay karşılaştırma yapabilmek amacıyla, numuneler ağırlık oranları esas alınarak KNT-1, KNT-3 ve KNT-5 olarak

adlandırılmıştır. Malzeme kompozisyonu ve malzeme kodu karşılaştırması Tablo 3.2'de gösterilmektedir.

Tablo 3.2 : Kompozit malzeme bileşimi ve numune kodu karşılaştırması.

Malzeme Kompozisyonu	Numune Kodu
Al–Ni/ÇKKNT (%1)	KNT-1
Al–Ni/ÇKKNT (%3)	KNT-3
Al–Ni/ÇKKNT (%5)	KNT-5

Şekil 3.1'de görseli verilen Planet Mikro Freze PULVERISETTE 7 premium serisi, 100 nm sert, orta sert ve kırılgan malzemelerin son inceliğine kadar kayıpsız öğütme için idealdir. İstenen nihai inceliğe bağlı olarak, öğütme kuru, süspansiyon veya asal gaz içinde gerçekleştirilebilir. Öğütmeye ek olarak, gezegen değirmenlerini emülsiyonları ve macunları karıştırmak ve homojenleştirmek veya malzeme araştırmalarında mekanik aktivasyon ve alaşım yapmak için de kullanabilmek mümkündür.

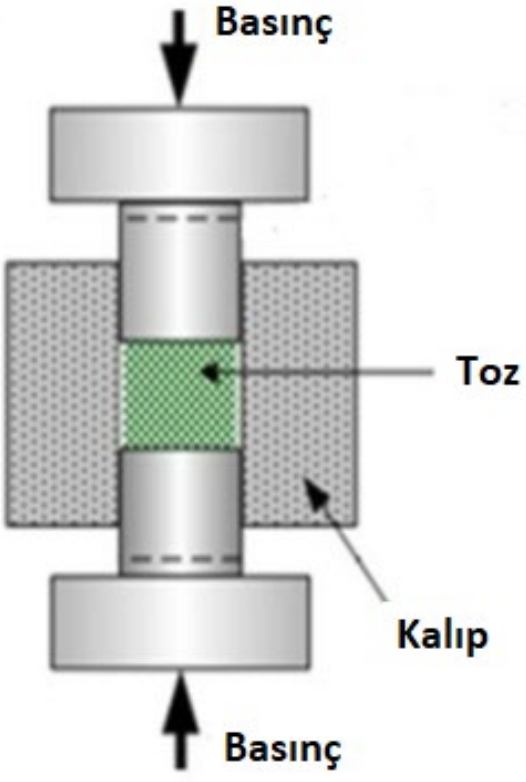


Şekil 3.1 : Yüksek enerjili bilyalı değirmen.

Öğütme işlemi sonrasında elde edilen toz karışımlarının mekanik ve tribolojik özellikler incelenmek üzere soğuk mekanik pres işlemi uygulanmıştır. Mekanik presleme, toz metalürjisinde en sık kullanılan şekillendirme tekniklerinden biridir. Bu teknikte, mekanik veya hidrolik presler yardımı ile şekli sabit (rijit) metal kalıplar kullanılmakla birlikte, %95'lere ulaşan ham yoğunluk değerleri elde edilebilmektedir. Toz tanecikleri,

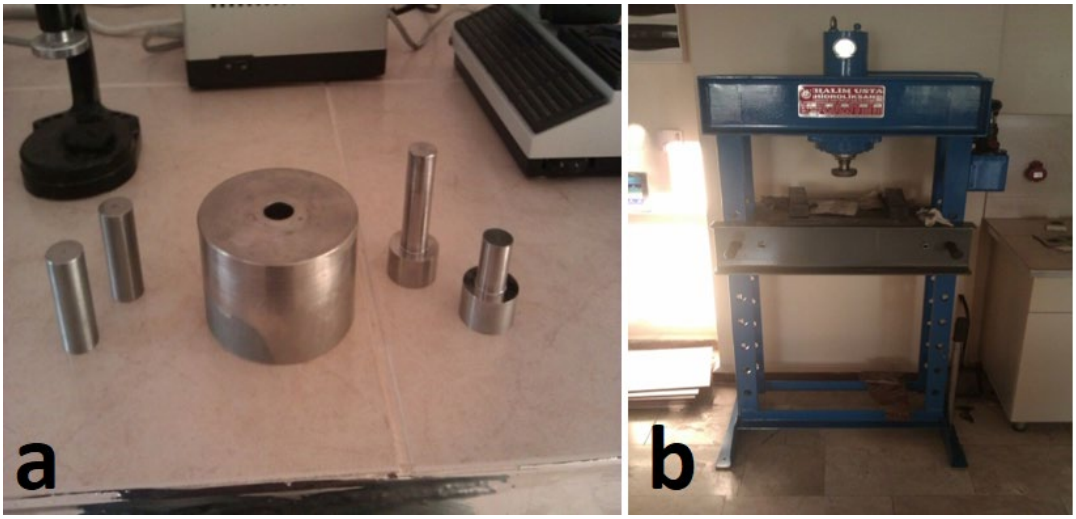
metal bir kalıba doldurulduktan sonra belirli havaleli bir yoğunluk değerine sahip olur. Bu havaleli yoğunluk "görünür yoğunluk" olarak adlandırılmakta ve tane büyüklüğüne, kalıp ve toz şekline, tanelerin dağılımına ve katkı maddelerinin oranına göre değişiklik göstermektedir.

Presleme işlemi esnasında yükün uygulanmasıyla birlikte yoğunluk artışı üç aşamada gerçekleşmektedir. Birinci aşamada tozlar yer değiştirerek daha yoğun bir paketleme sistemi oluştururlar. İkinci aşamada yükün artırılmasıyla birlikte tozlar, önce elastik ve daha sonra plastik olarak şekil değişimine uğrarlar. Üçüncü aşamada uygulanan yük çok yüksek değerlere çıktığında, gevrek tozlar dahi kırılarak çok daha küçük tozları meydana getirirler (Babayev, 2007). Böylece malzeme içerisindeki porozite miktarı da azalmış olmaktadır. Mekanik pres prensibi şematiği şekil 3.2'de gösterilmiştir.



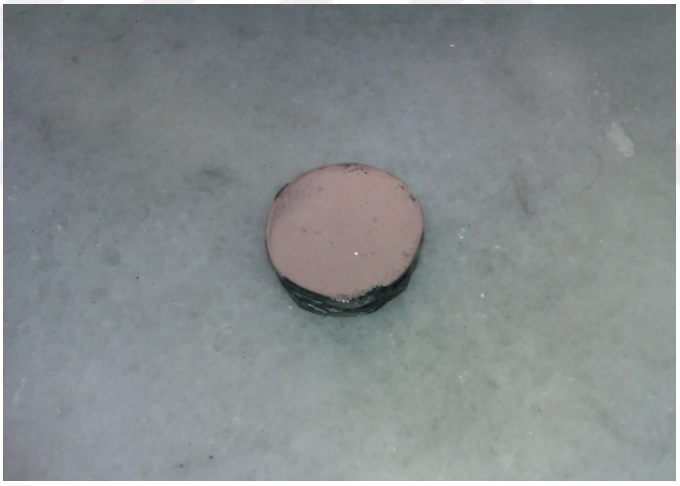
Şekil 3.2 : Mekanik presleme şematik gösterimi.

Şekil 3.3'te gösterildiği üzere mekanik pres kalıbı ve mekanik pres yardımı ile bu çalışma kapsamında üretilen her bir numune 3 gr olacak şekilde 15mm çapa sahip kalıp içerisine doldurulan toz numuneleri mekanik pres yardımıyla 100 MPa kuvvet altında preslenmiştir.



Şekil 3.3 : a)Mekanik presleme kalıbı, b)Mekanik Pres.

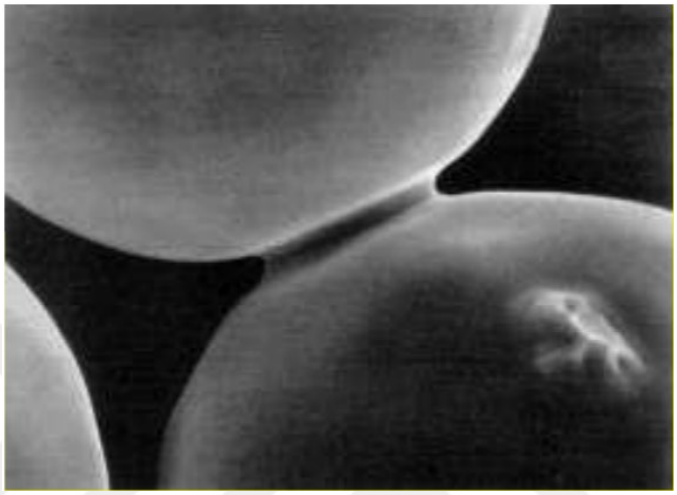
Mekanik presleme sonucu 15mm çapında, 5mm yüksekliğinde ve 3 gr ağırlığında elde edilen numune görseli şekil 3.4'te verilmiştir.



Şekil 3.4 : Mekanik presleme sonrası numune görseli.

Mekanik presleme sonrası tüm numuneler 2 saat boyunca 600 ^{o}C sıcaklıkta sinterlenmiştir. Sinterleme işlemi, birbirine temas eden parçaların yüksek sıcaklıklarda birbirine bağlanmasını sağlayan bir ısıl işlem çeşididir. Taneciklerin birbirine bağlanması, malzemenin ergime sıcaklığının hemen altındaki bir sıcaklıkta, katı halde atom hareketleriyle oluşmaktadır. Sinterleme, sıkıştırılan belirli bir yapıdaki tozların, ebatlarını ve gözenek oranını değiştirerek, tozların mukavemetli bir şekilde birbirlerine bağlanmasını sağlamak amacıyla gerçekleştirilmektedir. Bu bağlanma, birbirine temas eden parçacıkların yüzeyleri arasında ilk etapta boyun oluşumuyla kendini

göstermektedir. Boyun oluşumu ve ardından tanelerin birbirlerine bağlanması, işlem sonrası malzeme mukavemetin, ham halinin mukavemetine oranla artmasını ve malzemenin mekanik, termal ve elektriksel özelliklerinin gelişmesine olanak sağlamaktadır. Şekil 3.5'te sinterleme esnasında birbirine temas eden parçacıkların, temas ettiği noktadaki boyun oluşumunun ilk safhası görülmektedir (Ayata, 2014).



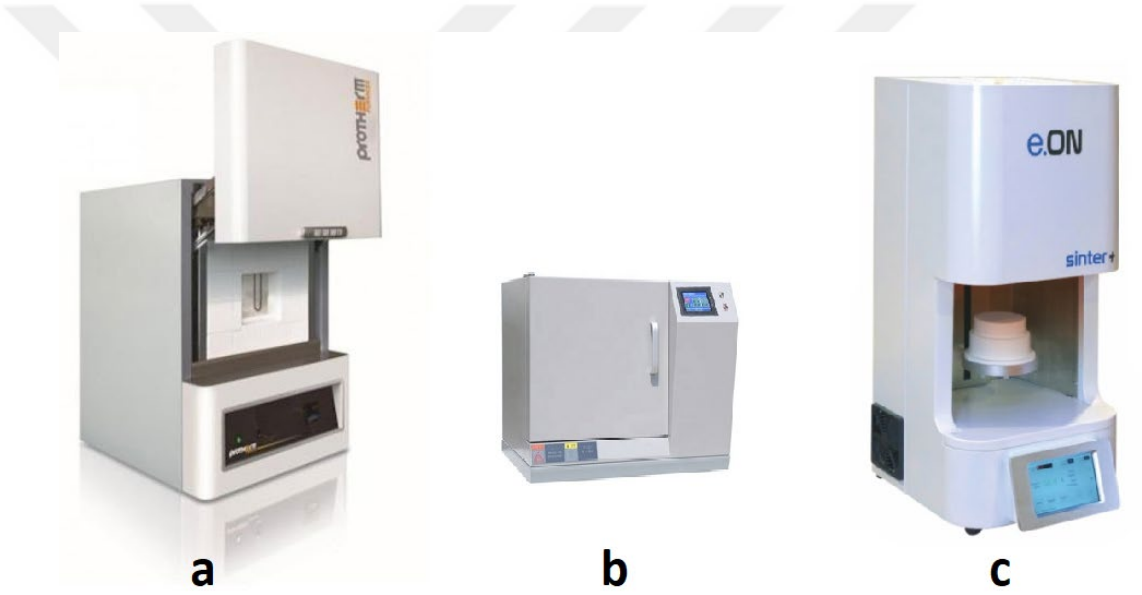
Şekil 3.5 : Sinterlenme esnasında taneler arası boyun oluşumu (Ayata, 2014).

Sinterleme esnasında taneler arası bağ oluşumu, sinterleme sıcaklığına bağlı olarak yüzeysel ve hacimsel difüzyon veya adhezyon etkisi ile meydana gelir. Sinterleme esnasında ortam sıcaklığına bağlı olarak iki temel değişiklik gözlemlenmektedir. Bunlar (Babayev, 2007);

- Gözenek sayısının düşmesi ve buna bağlı olarak gözeneklilik oranında düşüş,
- Tanelerin temas yüzeyinin genişlemesidir.

Sinterleme işlemi gerçekleştirileceği zaman, üretilecek malzemelerin fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre, sinterleme süresinin ve sinterleme sıcaklığının önceden belirlenmesi gerekmektedir. Uygun sinter sıcaklığı ve süresi seçilmediği takdirde, sinterlenen malzemelerde düşük yoğunluk ve dayanım gibi sorunlara açığa çıkabilmektedir. Bu önceden belirlenen süre ve sıcaklık, genellikle laboratuvar ortamında deneysel yaklaşımlarla belirlenmektedir. Sinterleme sıcaklığı ele alındığında , sinterlenecek malzeme taneciklerin ergime sıcaklığına olabildiğince yakın olması tüm malzemeleler için geçerli olmasına rağmen sinterleme süresi değeri malzemeden malzemeye değişkenlik göstermektedir.

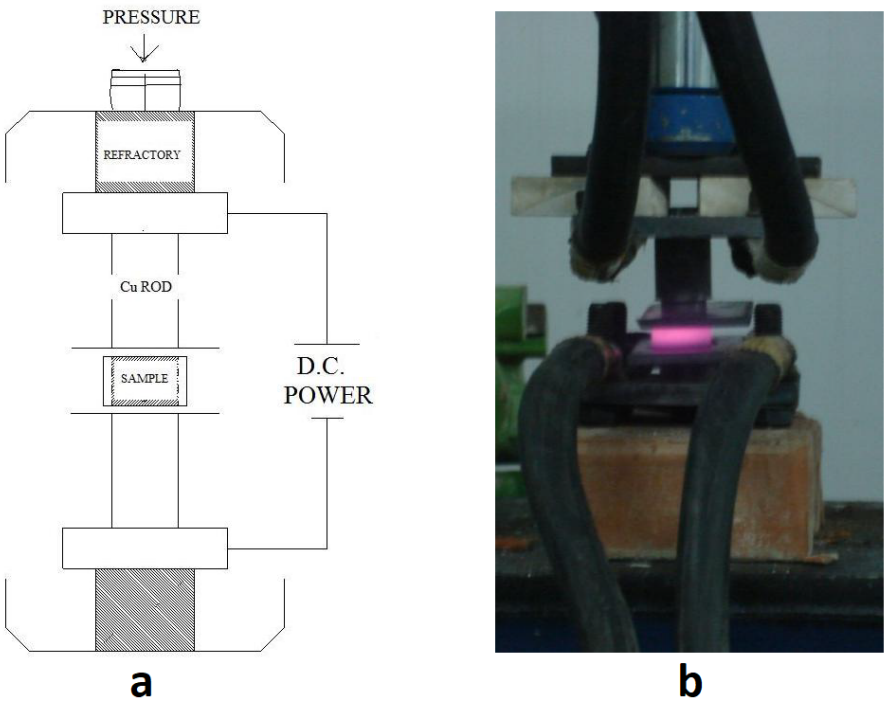
Sinterleme işlemi klasik sinter fırını, mikrodalga sinter fırını ve indüksiyon akımla çalışan cihazlarla yapılabilir. İndüksiyon akımlı sistemin en önemli özelliği, ısıyı direkt parça yüzeyinden itibaren oluştuğu için hızlı ısınmanın gerçekleşmesidir. İndüksiyon akımlı sistemler çoğunlukla malzemelerin yüzeylerini ısıtmakta kullanılır. İndüksiyon frekansı ne kadar yüksek olursa, indüksiyon akımları yüzeye o kadar yakın bölgede temas eder ve parçanın daha hızlı ısınması sağlanır. Bu sistemde ısı transferi, diğer klasik sinter ve mikrodalga tekniklerine göre yaklaşık 3000 kat daha iyidir. Bunun sonucu olarak da ısınma işlemi çok daha hızlı tamamlanır, sinterleme süresi için harcanan zamanın azalır ve dolayısıyla sinterleme süresinin kısalmasını sağlanır. Şekil 3.6'da sinterleme yöntemleri ile ilgili görsel verilmiştir.



Şekil 3.6 : a) Klasik, b) Mikrodalga ve c) İndüksiyon Akım sinterleme cihazı.

Michael Faraday bakır gibi iletken malzemeden imal edilmiş bir bobin kullanarak indüksiyon sistemini keşfetmiştir. Temelde bobine akım verildiğinde, bobin içerisinde ve bobin etrafında manyetik bir alan oluşur ve bu alan bobinden geçen akım miktarına ve bobin tasarımına bağlıdır. İletken malzemelerden imal edilmiş bir parça, AC akım ile yaratılan manyetik bir alan içerisine bırakıldığında, parçada gerilim indüklenmesi meydana gelir ve bu elektron akışını yani akımı meydana getirir. İletken parça üzerindeki akım, bobin üzerindeki akım yönüne ters yöndedir ve bu bobin akımının frekansını kontrol ettiğimizde, parça üzerindeki akım yoğunluğunu da kontrol edilebileceği anlamına gelmektedir. Parça üzerinden akım geçtiğinde, akım yönüne karşı bir direnç

meydana gelir ve bu direnç ısı enerjisi olarak açığa çıkar. Bu konu üzerinden yola çıktığımızda, akıma daha fazla direnç gösterebilen malzemeler çok daha fazla ısı açığa çıkaracaktır. İndüksiyon sisteminde bu durum, bakır gibi iletkenliği yüksek malzemeler için dezavantaj olarak görülsede bu tip malzemelerin de ısıtılmaları mümkündür. İndüksiyon sistemi ile ısıtılan malzemelerde ısı, radrasyon mekanizmaları veya konveksiyon sisteminin aksine, dolanan akım sayesinde parça yüzeyinde oluşur ve sonrasında ısı iletim yoluyla parça merkezine doğru ilerler. Isının parça yüzeyinden merkezine ulaşması veya ne kadar ulaşabildiği, parçanın üzerinden geçen elektriksel referans değerlerine bağlı olmakla birlikte malzeme özelliklerine göre de değişiklik göstermektedir. (Lucia ve diğ., 2014). Bu gibi birçok avantajından dolayı bu çalışmada şekil 3.7'de şematiği ve görseli verilen indüksiyon ile sinterleme yöntemi seçilmiştir.



Şekil 3.7 : a)İndüksiyon akımlı sinterleme şematik gösterimi, b)İndüksiyon akımlı sinterleme fırını.

Şekil 3.8'de gösterildiği gibi sinterlenen numuneler kesme taşı ile ortadan ikiye ayrılmıştır. Kesme işleminin amacı, numunelerin yüzeyinden daha iç kısımlardaki özellikleri incelemektir. Malzemenin mikroyapı, porozite, yüzey pürüzlülüğü ve faz dağılımları analizleri, elektron mikroskobu, optik mikroskop, yoğunluk ölçümleri ve XRD analizleri yardımı ile incelenmiştir.



Şekil 3.8 : Kesilmiş numune görselleri.

Kesilen numuneler metalografik yüzey işlemleri için bakalite alınmıştır. Bu işlem sıcak ve soğuk olmak üzere iki farklı şekilde yapılmaktadır. Bakalite alma işlemi;

- Numuneyi tutmak için sabit form oluşturma,
- Birden çok numuneyi tek formda tutma,
- Numune kenarlarını koruma,
- Örnekleri farklı renklerde etiketleme ve saklama gibi avantajlar sağlamaktadır.

Bu çalışmada sıcak bakalitleme yöntemi seçilmiştir. Bakalit cihazı yaklaşık 200 ºC'ye ısıtılana kadar beklenmiştir. Kesilen numuneler bakalit cihazı içerisine sırayla tek tek yerleştirilmiştir. Numune üzerine uygun oranda hazırlanmış termoplastik esaslı reçine ve sertleştirici karışımı dökülmüştür. Ardından cihazın kapağı kapatılarak yavaşça basınç uygulanmış ve reçine içerisinde boşluk oluşumu engellenmiştir. Cihaz içerisindeki ısı ile birkaç dakikada sertleşen reçine soğumaya bırakılmış ve ardından çıkarılmıştır. Şekil 3.9'da bakalite alınmış numune örneği görülmektedir.



Şekil 3.9 : Bakalite alınmış numune görseli.

Bakalite alınan numuneler yüzeyleri incelenmek üzere metalografi laboratuvarında yüzey parlatma işlemine tabi tutulmuştur. Numuneler, Şekil 3.10'da görülen zımpara makinası yardımıyla ilk önce 600 grit zımpara ile başlanarak sırasıyla 800, 1000 ve 1200 grit zımpara ile parlatılmıştır. Zımpara makinası dönüş hızı 240 m/s olarak ayarlanmış ve sabitlenmiştir. Her zımpara kademesinden sonra, numune yüzeyinde kalan parçacıkların bir sonraki kademedeki çizici etkisini engellemek için, numuneler suyla bol bol yıkanmıştır. Son olarak elmas parlatıcı yardımı ile numune yüzeyindeki çiziklerin tamamı giderilmiştir.



Şekil 3.10 : Zımpara makinası.

Malzeme numuneleri yukarıdaki işlemlerle parlatılıp ışık mikroskobu altında incelendiğinde, ışık mikroskobunun ışığı eşit oranda yansıtması nedeni ile malzeme karakterizasyonu adına çok fazla yorum yapılamaz. Malzemenin gerçek matris özelliklerini belirlemek için parça yüzeyinde uniformluğun bozulması ve kontrast oluşturulması gerekmektedir. Numune yüzeyi, malzeme özelliğine göre değişiklik gösteren bir reaktife mağruz bırakılarak kimyasal olarak fazları aşındırılır ve bu teknik metalografide "Dağlama" olarak adlandırılır. Dağlama işlemi sonrasında numuneye ait fazların cinsi, tane sınırları, dislokasyonların konumları ve yönlenme analizleri yapılabilmektedir.

Malzeme numunelerini parlatma esnasında ne kadar özen gösterilirse gösterilsin, son parlatma işleminde dahi numune yüzeyinde soğuk işlenmiş bir tabaka kalır. Bu tabaka alt ve üst olmak üzere başlıca iki kısımdan oluşur. Bu kısımlarda, üst tabakanın serbest enerjisi alt tabaka enerjisine oranlar daha fazladır. Bunun neticesinde reaktifin etkisi ile ilk dağlama işlemi sonunda üst tabaka hızlıca ortadan kalkar ve numune yüzeyinde alt tabaka kalır. Mikroskobik analiz yapıldığında orjinal malzeme yapısı ile benzerlik göstermeyen bir yapı görüntüsü elde edilir. Bu alt tabakayı da bertaraf etmek için parlatma ve dağlama işlemi bir kez daha tekrarlanmalıdır. Sağlıklı bir analiz yapılabilmesi için genel olarak parlatma ve dağlama işlemlerinin üç defa tekrarı, bu tabakaların tamamen bertaraf edilmesi için yeterli olmaktadır. Bu tabakaların oluşması ve kalınlığı;

- Numunenin yapısına,
- Uygulanan parlatma yöntemine,
- Numunenin parlatılması esnasında uygulanan basma kuvvetine,
- Parlatmada kullanılan aşındırıcının karakterine göre değişiklik göstermektedir.

Bu çalışmada dağlama işlemi aluminyum ve alaşımları için uygun olan Tucker reaktifi ile yapılmıştır. Tucker reaktifi 15 ml HF Hidroflorik asit, 15 ml HCI Hidroklorik asit, 15 ml HNO_3 Nitrik asit ve 25 ml H_2O Saf su'dan oluşmaktadır. Çözelti pamuk yardımı ile numune yüzeyine ince film halinde sürülür ve yüzeyde matlaşma görülene kadar beklenir. Matlaşma görüldüğü anda yüzey yumuşak biz bezle silinmeli ve numune bol su ile yıkanmalıdır. Tüm bu işlemlerin ardından numuneler analiz edilmek üzere hazır hale gelmiştir.

3.2. Sertlik Ölçümü

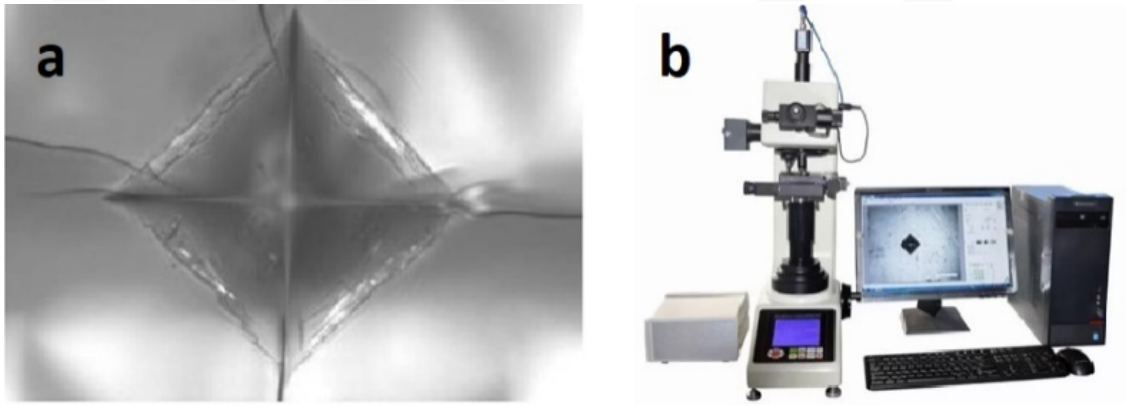
Geçmişten günümüze metal sertlik ölçüm yöntemleri üzerine birçok teknik geliştirilmiştir. Günümüzde sertlik ölçüm yöntemlerinde yaygın olarak kullanılan 2 farklı yöntem vardır. Bunlar;

- Statik Sertlik Ölçme
- Dinamik Sertlik Ölçmedir.

Statik sertlik ölçme yöntemleri de kendi arasında Rockwell, Brinel ve Vickers yöntemi olmak üzere 3'e ayrılırken, dinamik sertlik ölçme yöntemi altında Shore sertlik ölçüm yöntemi bulunmaktadır.

Tez kapsamında ki bu çalışmada numunelere Vickers yöntemi ile sertlik analizi yapılmıştır. Bu yöntem çeşitli standartlara göre hazırlanmış tabanı, kare tepe açısı 136^{o} olan piramit şeklindeki batıcı elmas ucun farklı yükler altında numuneyi deforme etmesinden oluşur. Uygulanan yük 5 saniye içinde maksimum süresine ulaşmalı ve maksimum 15-20 saniye malzemeye etki etmelidir. Oluşan deformasyon bölgesinin, köşegenlerinin arasında oluşan mesafeler ölçülür. En karmaşık ölçüm yöntemi olmasına karşın en hassas ölçümler bu yöntemle gerçekleşir. En yüksek sertlik değerleri ve sinterli malzemelerin sertliğinin ölçümü rahatlıkla yapılır.

Sertlik ölçümü herhangi bir malzeme üzerinden alındığında, Vickers sertlik değerini belirlemek için kare şeklindeki iz köşegenlerinin hassas bir şekilde ölçülmesi gerekmektedir. Bu ölçüm sertlik cihazına entegre çalışan bir mikroskop yardımıyla yapılmaktadır. Mikroskoptan alınan görüntü bir monitöre aktarılır ve sistem yazılımı sayesinde vickers sertlik değeri okunur (Shahdad ve diğ., 2006). Şekil 3.11'de ölçme ekranındaki görüntü ve Vickers sertlik cihazı görseli verilmiştir. Ölçme ekranındaki görüntü üzerinde, hareketli iki cetvel yardımıyla köşegenlerin uzunlukları hassas bir şekilde ve ayrı ayrı ölçülüp ortalaması alınarak ta sertlik değeri belirlenebilir.



Şekil 3.11 : a) Ölçme ekranında izlenen görüntü, b) Vickers sertlik cihazı.

3.3. Yoğunluk Ölçümü

Özellikle toz metalürjisi ile üretilen numunelerin yoğunluklarını hesaplamak için ASTM B 311-08 standardında belirtildiği üzere ve Arşimet yasasına göre numuneler 10^{-4} hassasiyetli terazi ile havadaki kuru ağırlıkları ölçülür. Ardından numuneler metal bir hazneye yerleştirilir. Sıcaklığı ve miktarı belirlenen saf su dolu bir ölçü cam kabına

daldırılır. Saf su içindeki numunelerin ağırlıkları tekrar ölçülür ve aşağıdaki denklem yardımıyla yoğunluk hesabı yapılır.

$$d = \frac{(A)x(d_s)}{A-B} \quad (1)$$

Denklem üzerinde verilen harflerin açıklaması;

- d = Numunenin yoğunluğu (gr/cm^3),
- A = Numunenin havadaki ağırlığı (gr),
- B = Numunenin sudaki ağırlığı (gr),
- d_s = Suyun ölçüm sıcaklığındaki yoğunluğu (gr/cm^3) gibidir.

Yukarıdaki değerler kaydedildikten sonra numunelerin teorik yoğunluklarına göre ne dereceye kadar erişebildiğini görmek için numunelerin bağıl yoğunlukları aşağıdaki denklemle hesaplanır.

$$\rho_b = \frac{\rho}{\rho_k} x100 \quad (2)$$

Denklem üzerinde verilen harflerin açıklaması;

- ρb = Bağıl yoğunluk (%),
- ρ = Deneysel olarak ölçülen yoğunluk (gr/cm^3),
- ρk = Toz karışımının oranına göre hesaplanan teorik yoğunluk (gr/cm^3) gibidir.

3.4. XRD Analizi

İvmeli-Enerjili elektronların hedefteki metal atomları ile çarpışarak ivme kaybetmesi ya da bu çarpışmalarda atomların iç yörüngelerindeki elektronların geçişleri ile oluşan kısa dalga boylu elektromanyetik dalgalar, X-ışını olarak adlandırılmaktadır. X-ışınları ultraviyole alan ile γ-ışınları arasında kalırlar ve dalga boyları 0,1 Å< λ <100 Å arasındadır. XRD analizi, çok sayıda küçük kristallerden oluşan ve toz haline getirilmiş numunelerden elde edilmektedir. Bu nedenle bu çalışma kapsamında XRD analizi için her bir numuneden bir miktar toz numune ayrılmıştır. Şekil 3.12'de görseli verilen Rigaku

D/MAX/200 marka X-Işını kırınım cihaz yardımıyla λ dalga boyunda ince X-ışını (monoklinic) dalgası toz numuneler üzerine yansıtılır. Numunedeki kristaller standart bir tarama ivmesi ile çevrildiğinde Bragg yasasına uygun şekilde ($n\lambda = 2d\sin\theta$) verilen açı değerlerine uygun düzlemlerden kırınım meydana gelir. Meydana gelen şiddet ve açı değerleri toplanarak 2θ açılarına karşılık şiddet pikleri elde edilir ve grafiğe aktarılır. Bu pikleri oluşturan düzlemler (hkl) belirlenerek analiz yapılır. Böylece X-ışını dalgaları yardımıyla oluşan kırınım deseni, kristalin yapısı hakkında örgü parametreleri, farklı sıcaklıklara ait meydana gelen faz yapıları ve birbirinden farklı faz bileşenleri belirlenebilmektedir (Ergen ve diğ. 2014).



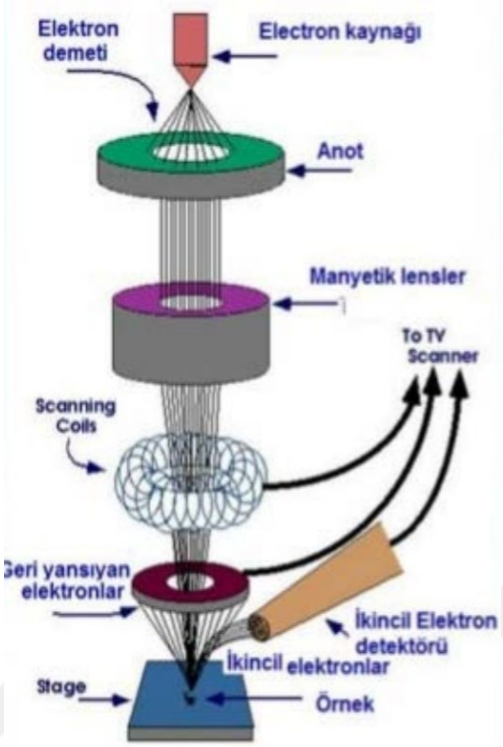
Şekil 3.12 : Rigaku D/MAX/200 marka X-Işını kırınım cihazı görseli.

3.5. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) Analizi

Tarih boyunca insanlık daima daha küçük nesneleri görebilme yeteneği üzerine çalışmıştır. İnsan gözünün küçük detayları görebilme yeteneği sınırlı olduğundan ışık kırınımlarını merceklerden geçirerek görüş sağlayan optik cihazlar geliştirmişlerdir. Bu optik cihazların görüntü üstünde işlem yapma yetenekleri olmaması ve büyütme oranlarının kısıtlı oluşu araştırmacıları optik mercek ve elektronik sistemlerin beraber kullanılması sonucu yüksek büyütme oranlarında bile görüntü üstünde işlem ve analiz yapma yeteneğine sahip cihazlar geliştirmeye itmiştir. Bu alanda geliştirilen taramalı elektron mikroskobu ticari olarak ilk 1965 yılında kullanılmaya başlanmış ve günümüze kadar ciddi anlamda gelişim göstermiştir.

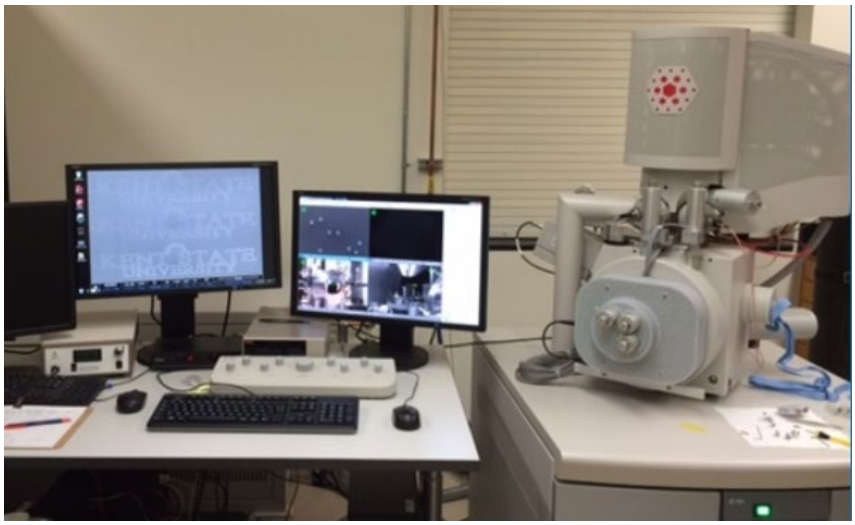
Taramalı Elektron Mikroskobu; yüksek enerjili elektronlarla çok küçük bir alanda yüzeyin taranmasını sağlar. 1930'lu yıllarda Manfred von Ardenne tarafından geliştirilmiştir. En sık kullanıldığı yöntem olarak; yüzeyden yayılan ikincil elektronlar sayesinde yapılan ölçüm ile yüzeyin engebeli yapısı arasında bir görüntü oluşturur. SEM, birden çok alanda AR-GE çalışmalarının kullanımında kullanılır. Aynı zamanda mikro elektronikte yonga üretiminde ve sanayinin farklı kollarında hata analizlerinde de kullanılır. En yaygın olarak kullanım alanı ise biyolojik bilimler, tıp ve kriminal uygulamalarıdır. SEM'de görüntü eldesi şu şekilde yapılmaktadır. Öncelikle hızlandırılmış elektronların yüksek voltajla numune üzerine odaklanması yapılır. Bu elektron demeti daha sonra numune yüzeyinde taratılır ve bu sırasında elektron ve numune atomları arasındaki etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması sağlanır. Sinyal, güçlendiricilerinden geçirilir ve daha sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılır. Modern sistem kullanıldığında algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilir ve bilgisayar monitörüne verilir. Ayırım gücü, odak derinliği, görüntü ve analizi birleştirebilme özelliği, SEM kullanım alanlarını genişletmektedir (Stokes, 2008).

Şekil 3.13'te gösterildiği üzere SEM; numune hücresi, optik kolon ve görüntüleme sistemi olmak üzere üç temel kısımdan oluşmaktadır. Optik kolon kısmında, elektron demetinin kaynağı elektron tabancasıdır. Numuneye doğru elektronları hızlandırmak için yüksek gerilimin uygulandığı anot plakası vardır. İnce elektron demeti elde etmek için ise yoğunlaştırıcı mercekler, demeti numune üzerinde odaklamak için kullanılan objektif merceği ve bu merceğe bağlı farklı çapta apatürler ile elektron demetinin numune yüzeyini taramasını yapmak için de tarama bobinleri yer almaktadır. Mercek sistemleri, elektromanyetik alanla elektron demetini inceltir veya numune üzerine odaklar. Tüm optik kolon ve numune 4 - 10 Pa aralığında bir vakumda tutulur. Görüntü sisteminde; elektron demetiyle numune girişimi sonucunda ortaya çıkan farklı elektron ve ışımaları toplayan dedektörler, bu dedektörlerin sinyal çoğaltıcıları ve numune yüzeyinde elektron demetini görüntü ekranı ile aynı anda tarayan manyetik bobinler bulunmaktadır.



Şekil 3.13 : Taramalı elektron mikroskobu kısımları.

Bu çalışma kapsamında elde edilen numuneler, mikro yapının daha keskin ve düzgün şekilde görülebilmesi, mevcut yapı fazları ve bu fazların mikroyapı içine dağılımlarını inceleyebilme adına, mercekli mikroskoplardan daha yüksek çözünürlük ve odak derinliğine izin veren şekil 2.14'te görseli verilen SEM (taramalı elektron mikroskobu) ile Sakarya Üniversitesi'nde FEI Marka Quanta FEG 450 taramalı elektron mikroskobuyla 20 kV potansiyeli altında analiz yapılmıştır.

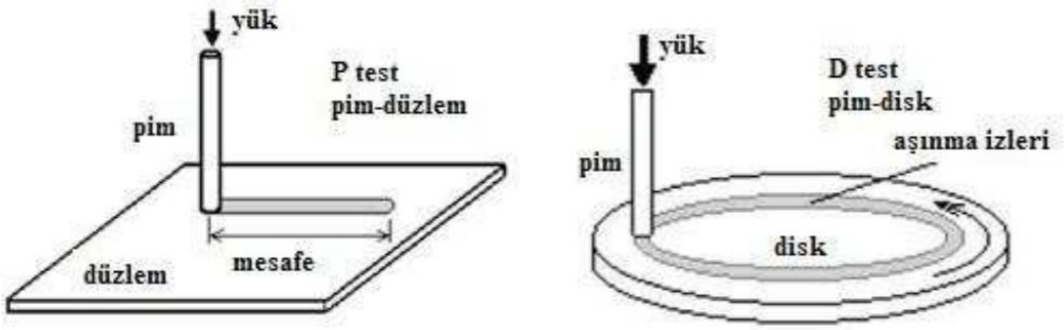


Şekil 3.14 : Taramalı elektron mikroskobu görüntüsü.

3.6. Aşınma Testi

Malzemelerin tribolojik özelliklerin belirlenmesinde, sürtünme kuvvetinin kayma mesafesi ile değişimlerinin izlenmesi, yük, hareket uzunluğu ve çevresel etkiler vb. gibi çeşitli parametrelerin yanı sıra yüzeyler arasındaki normal kaymada üretilen talaş miktarı ve deney numunesinin kütle kaybının da göz önünde bulundurulması gerekmektedir. Bu kapsamda 2 farklı prensip üzerine yoğunlaşılmıştır. Parry 1966 yılında, bu gereklilikleri kısmen yerine getiren bir Gidip-gelme hareketi yapan (Ball-on Disc) kayma aşınma makinesi tasarlayıp imal etmiştir (Wernel Osterle ve diğ. 2006). Kayma sistemlerindeki tribolojik araştırma ve inceleme alanlarında dört bilye testi, dönen disk-pim ve gidip gelme hareketi yapan plaka-pim yaygın kullanılan deney sistemleridir.

Maru ve Tanaka, yaptıkları deneysel çalışmalarında, dairesel hareket yapan disk ve pim, hem de gidip-gelme hareketi yapan düzlemsel levha ve pim deney sisteminde yağlayıcı olarak VI 100 parafin mineral yağ kullanmışlardır. Deney sistemi tasarımları Şekil 3.15'te görülmektedir. Pim malzemesi olarak AISI 52100 çelik ve disk malzemesi olarak AISI 8640 çelik kullanmışlardır. Gidip-gelme hareketindeki aşınma dairesel sistemden daha çok aşınma ile sonuçlanırken yağlayıcı akışı ve temastaki parçacıkların devamlılığı iki önemli faktör olarak gözlemlenmiştir (Blau ve diğ. 2007).



Şekil 3.15 : Lineer (Ball-On Disc) sistemi ve Dönme-Kayma (Pin-On Disc) sisteminin şematik gösterimi.

Günümüze kadar geliştirilen cihazlarla artık yük, ağırlık, ağırlık tipi ve hız gibi parametreler değiştirilerek kolayca deney sonuçlarına ulaşılmaktadır.

Tez çalışmaları kapsamında ÇKKNT takviyesinin aşınma ve sürtünme davranışlarını incelemek amacı ile soğuk pres yardımı ile şekillendirilmiş dairesel numuneler lineer yöntem ile ball-on disk (Lineer) aşınma testine tabi tutulmuştur. Aşınma testleri esnasında

62 Rc sertliğe sahip M50 paslanmaz çelik bilyalar kullanılmıştır. Bütün testler atmosferik koşullarda aynı şartlar altında, %55-65 bağıl nem ile kuru ortam koşulları altında gerçekleştirilmiştir. Aşınma testleri değişken parametreler ÇKKNT oranı ve uygulanan yük miktarıdır. Aşınma testleri için Şekil 3.16'da görseli verilen CSM marka aşınma cihazı kullanılmıştır.

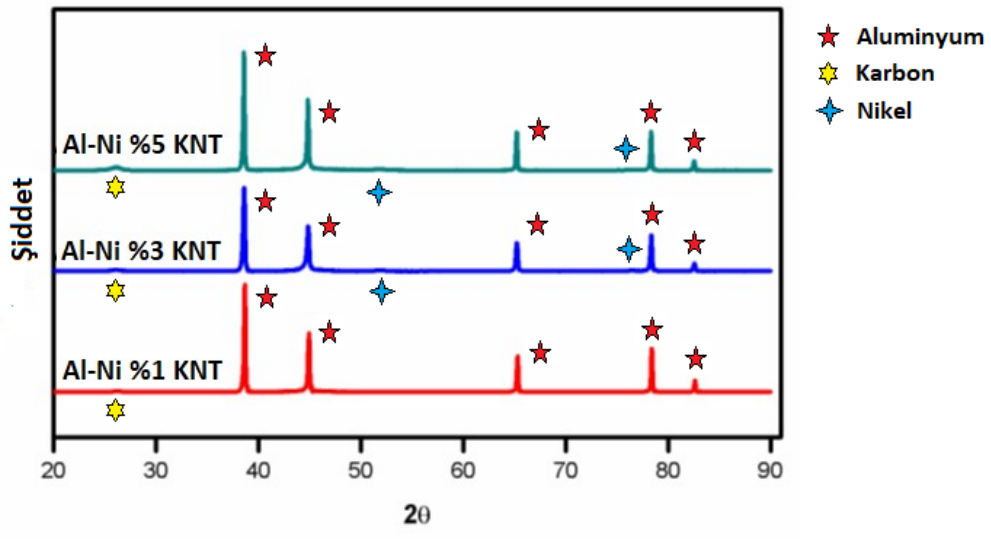


Şekil 3.16 : CSM marka aşınma cihazı görseli.

BÖLÜM 4. DENEYSEL SONUÇLAR

4.1. X-Işını Kırınımı (XRD) Sonuçları

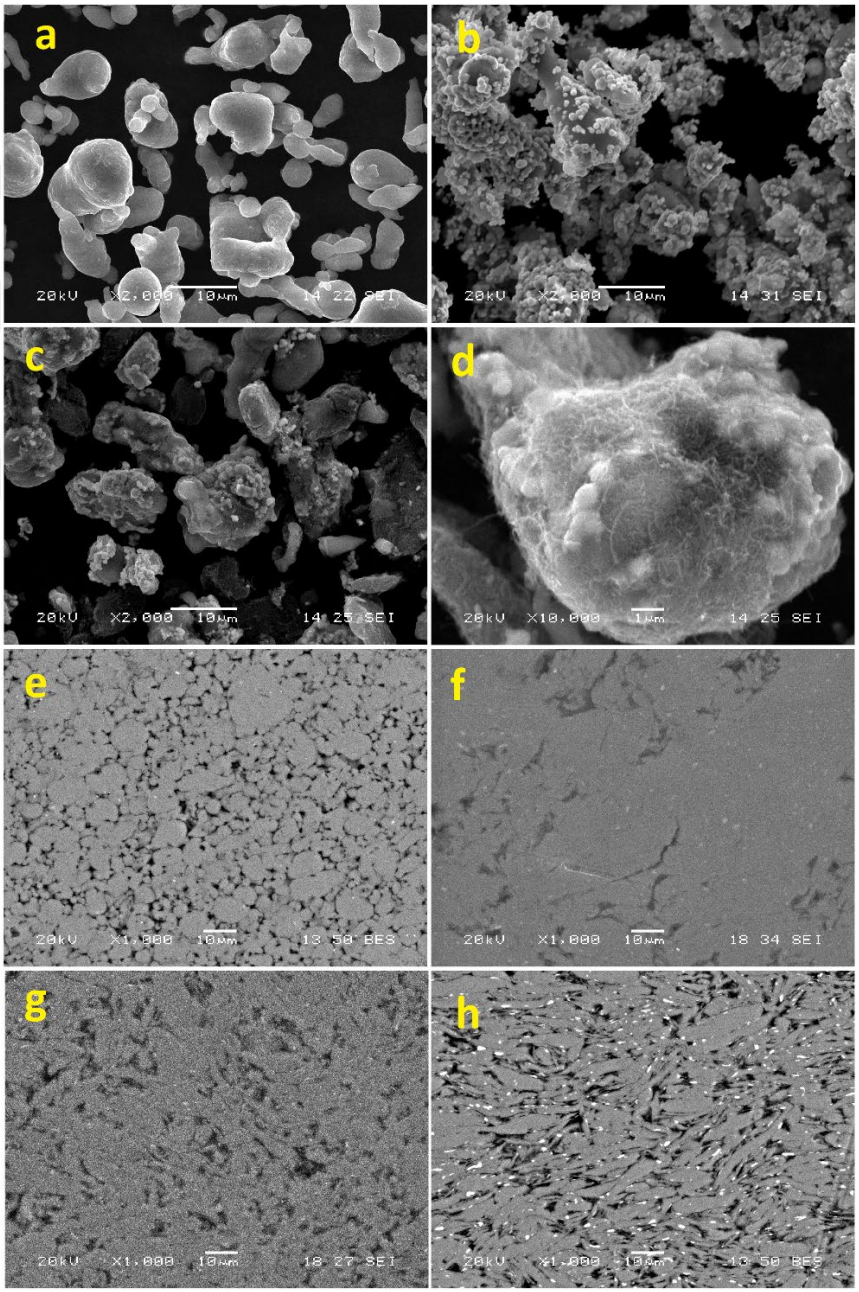
KNT-1, KNT-3 ve KNT-5 numunelerine ait farklı miktarlarda ÇKKNT ile hazırlanan kompozitlerin X-Işını kırınım paternleri (XRD) Şekil 4.1'de gösterilmektedir. Pikler açık bir şekilde 38.42°, 44.67°, 65.05°, 78.19° ve 82.40° 2θ değerlerinde gözlemlenir ve sırasıyla (110), (220), (220), (311) ve (222) düzlemlerine karşılık gelmektedir. Metalik alüminyuma ait olan bu piklerin XRD analiz tanım kartı JCPDS no. 01-085-1327 şeklindedir. Sırasıyla 51.92° ve 76.64° değerlerine ve (200) ve (220) düzlemlerine karşılık gelen nikele ait pikler ise nikel miktarının az olmasından dolayı çok çok zayıf bir şekilde hissedilmektedir. Al tozlarının etrafındaki çok ince tabaka olan nikel kaplama XRD analizinde şiddetli bir pik vermemiştir. 26.3° 2θ değerindeki ÇKKNT katkısına ait olan karbon piki yapıdaki ÇKKNT eklentisinin varlığını kanıtlamaktadır. ÇKKNT miktarı arttıkça bu pik daha belirgin ve daha şiddetli hale gelmektedir. KNT-1 numunesinde oldukça zayıf gözlemlenen karbon piki KNT-3 numunesinde daha belirginken KNT-5 numunesinde ise daha şiddetli bir şekilde kendini göstermektedir.



Şekil 4.1 : Ağırlıkça %1, 3 ve 5 Al-Ni/ÇKKNT kompozit numunelerinin XRD analiz karşılaştırması.

4.2. SEM Analizi Sonuçları

Tez kapsamında yapılan çalışmalar sonucu Ni kaplı Al kompoziti üzerine farklı oranlarda ÇKKNT takviyesi yapılıp bilyalı değirmende öğütülerek toz halinde numuneler üretilmiştir. Üretilen toz numunelerin ve daha sonrasında bu toz numuneleri mekanik alaşımlama ve sinterleme proseslerinden geçirerek elde edilen bulk numunelerin SEM görüntüleri Şekil 4.2'de gösterilmektedir.



Şekil 4.2 : a) Saf Al, b) Al-Ni, c) Al-Ni-KNT, d) Al-Ni-KNT, e) Bulk saf Al, f) KNT-1, g) KNT-3, h) KNT-5 numunelerine ait SEM görüntüleri.

Toz halindeki saf Al SEM görüntüsü Şekil 4.2-a'da görülmektedir. Görüntüden anlaşılacağı üzere tozlar küresellikten ziyade düzensiz yapıdadırlar ve 8-10 µm boyut aralığına sahiptir. Şekil 4.2-b'de ANK yöntemi ile Ni kaplanmış Al tozlarının SEM görüntüsü verilmektedir. Neredeyse tüm Al tanelerinin üzerine homojen bir şekilde Ni kaplandığı gözlemlenmektedir. Kaplanan nikelin partikül boyutu yaklaşık 500 nm'dir ve küresel formda yerleşmiştir. Görüntüden anlaşılacağı üzere Al taneleri üzerine başarılı bir şekilde Ni kaplandığı söylenebilmektedir. Şekil 4.2-c'de toz KNT-5 numunesinden alınmış SEM görüntüsü verilmiştir. Yani ANK yöntemi ile Ni kaplanmış Al kompozitine, mekanik alaşımlama tekniği kullanılarak ağırlıkça %5 ÇKKNT takviyesi ile elde edilen numunenin SEM görüntüsü verilmiştir. Her bir tane üzerine homojen bir şekilde KNT kaplandığı gözlemlenmektedir. Ayrıca KNT'lerin ipliksi yapısı da SEM görüntüsü üzerinde net bir şekilde görülmektedir. Görselde büyük taneler Al partikülleri, büyük taneler üzerinde küçük ve küresel tanecikler Ni partikülleri ve tüm bunların üzerinde ipliksi formda kaplanmış gözüken malzeme KNT'leri ifade etmektedir. Şekli daha iyi analiz etmek adına Şekil 4.2-d'de aynı malzemeden yüksek büyütmede SEM görüntüsü alınmıştır. Bu görselde KNT partikülleri daha net bir şekilde görülmektedir. KNT'lerin altında kalan küçük küresel kaplanmış Ni partikülleri, büyük tane ise Al partikülünü ifade etmektedir. Çok net bir şekilde anlaşılmaktadır ki Ni kaplı Al partikülleri üzerine KNT'ler başarılı bir şekilde kaplanmıştır.

Toz halinde elde edilen numuneler daha sonra pres ve sinterleme işlemlerinden geçerek bulk halde numuneler üretilmiş ve her birinden SEM görüntüleri alınmıştır. Şekil 4.2-e'de saf Al yüzeyine ait SEM görüntüsü verilmiştir. Görselde koyu kısımlar poroziteleri, gri kısımlar Al tanelerini ifade etmekte ve yine Al ortalama 8-10 µm tane boyutuna sahip olduğu gözlemlenmektedir. Şekil 4.2-f'de KNT-1 numunesine ait SEM görüntüsünde ise saf Al numunesine göre Ni kaplamadan dolayı porozite miktarında bir miktar azalma gözlemlenmektedir. Görüntüdeki koyu kısımlar porozitelere yerleşmiş KNT partiküllerini ve nispeten düşük miktarda poroziteleri, gri kısımlar Ni kaplanmış Al partiküllerini ve çok az gözüken beyaz kısımlar Ni partiküllerini ifade etmektedir. Şekil 4.2-g görselinde KNT-3 numunesine ait SEM görüntüsü verilmiştir. KNT-3 görselini KNT-1 numune görseli ile karşılaştırdığımızda porozitenin bir miktar arttığı ve bu porozitelere KNT'lerin yerleştiği anlaşılmaktadır. Şekil 4.2-h'de verilen KNT-5 numunesine ait görüntüyü, KNT-3 numune görseli ile karşılaştırdığımızda ise porozite

miktarının daha da arttığı ve yine KNT'lerin bu boşluklara yerleştiği gözlemlenmektedir. KNT-3 ve KNT-5 numunelerinde gözüken koyu kısımlar KNT partiküllerini, gri kısımlar Al partüküllerini ve beyaz kısımlar Ni partiküllerini ifade etmektedir.

SEM görüntülerinden analiz edileceği üzere Al-Ni/KNT kompoziti başarılı bir şekilde üretilmiş ve aynı şekilde Al-Ni/KNT kompoziti ile soğuk presleme ve sinterleme işlemlerinden geçmiş numunelerin SEM analizindeki yüzey farklılıkları net bir şekilde incelenmiştir.

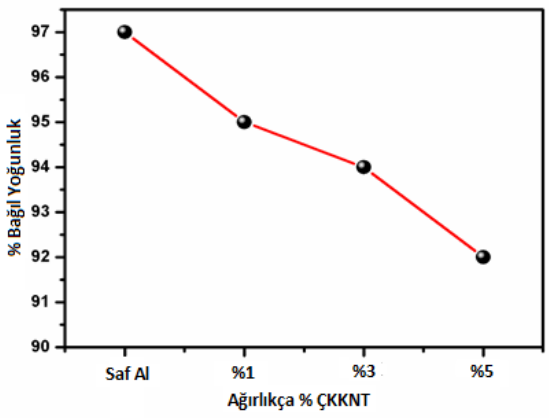
4.3. Yoğunluk Testi Analizi

Tez kapsamında hazırlanan numunelerin preslendikten ve sinterlendikten sonra sırasıyla bağıl yoğunlukları hesaplanmıştır ve sonuçlar Tablo 4.1'de gösterilmektedir.

Tablo 4.1 : Eşit şartlarda hazırlanan numunelerin bağıl yoğunluk hesaplamaları.

	Saf Aluminyum	KNT-1 Al-Ni	KNT-3 Al-Ni	KNT-5 Al-Ni
Bağıl Yoğunluk (%)	97	95	94	92

Tablo 4.1'den de görüleceği gibi saf alüminyum ile hazırlanan bulk numunenin bağıl yoğunluğu 97 olarak hesaplanırken, KNT-1, KNT-3 ve KNT-5 numunelerinin bağıl yoğunlukları sırasıyla 95, 94 ve 92 olarak hesaplanmıştır. Yani yapı içerisindeki ÇKKNT oranı arttıkça numunelerin yoğunlukları azalmaktadır. Bir başka deyişle ÇKKNT oranı arttıkça malzeme içerisindeki ve yüzeyindeki porozite artmakta buna bağlı olarak da yoğunluk azalmaktadır. Bu değişim Şekil 4.3'te daha net bir şekilde görülmektedir.



Şekil 4.3 : Hazırlanan numunelerin ÇKKNT oranına bağlı olarak bağıl yoğunluklarındaki değişim analizi.

Bu tezde aslında asıl amaç yoğunluk hesaplamaktan öte malzemenin pürüzlülüğünü ölçmektir. Çünkü malzemenin yüzey pürüzlülüğü ve iç porozitesi değiştikçe mekanik özelliklerde de belirgin bir şekilde değişiklikler gözlenecektir. Bunlardan en bariz olanı genellikle yüzey ile alakalı olarak sertlik değeridir. Bir diğer mekanik özellik farkı ise yüzeyden merkeze doğru sürtünme miktarına bağlı olarak aşınma özellikleri de değişecektir. Hazırlanan numunelerdeki mekanik özelliklerin değişimini inceleme amacı ile malzemeler üzerinde sertlik ve aşınma testleri gerçekleştirilmiştir.

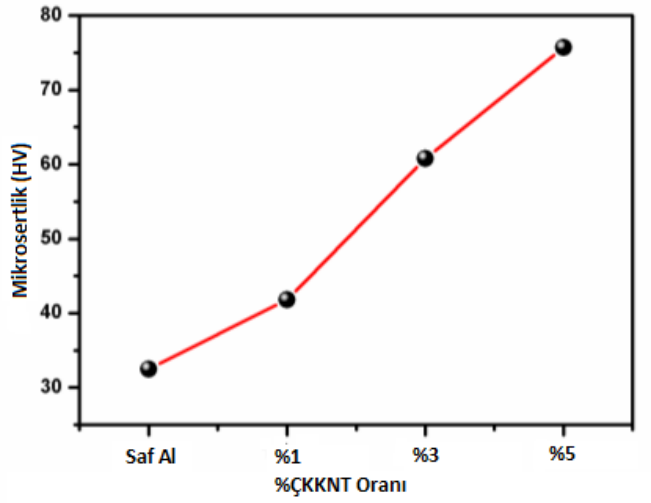
4.4. Sertlik Testi Analizi

Sertlik ölçümü için hazırlanan numunelerden en az 3'er adet ölçüm alınarak değerleri kaydedilmiştir. Her bir ölçümde 10 saniye boyunca 25 gram uygulanmıştır. İzlenen 3 değerin ortalaması o numunenin sertlik değerini vermektedir. Hazırlanan numuneler üzerinden alınan sertlik teslerindeki ölçüm değerlerinin tamamı Tablo 4.2'de verilmektedir.

Tablo 4.2 : Tez kapsamında hazırlanan numunelerin mikro sertlik ölçüm değerleri.

#	Saf Alüminyum	KNT-1	KNT-3	KNT-5
1. Ölçüm	31,4	39,1	59,5	73
2. Ölçüm	31,6	42,4	66,3	79
3. Ölçüm	31,4	44	56,6	75
Ortalama	31,5 HV	41,8 HV	60,8 HV	75,7 HV

Saf Alüminyum, KNT-1, KNT-3 ve KNT-5 numunelerinin üzerinden eşit koşullarda alınan sertlik değerlerinin özeti Tablo 4.2'de görüldüğü gibi, numune içeriğindeki ÇKKNT oranı arttıkça sertlik değerlerinde önemli bir artış gözlemlenmektedir. Sertlikteki artışı daha net bir şekilde gözlemleyebilmek adına numunelerin sertlik değerleri bir grafik üzerinde Şekil 4.4'te gösterilmektedir.



Şekil 4.4 : ÇKKNT oranına bağlı olarak numunelerin sertliklerinde değişim grafiği.

Şekil 4.4'te de görüldüğü gibi ÇKKNT oranına bağlı olarak sertlik değerleri doğru orantılı bir şekilde artmaktadır. Saf Alüminyumun sertlik değerleri literatürden farklılık gösterebilir. Fakat bu farklılığın temel sebebi, numunenin hazırlanış biçimi olarak düşünülmektedir. Yani hazırlanan tozların preslenme şekli, basıncı, süresi ve sinterleme sıcaklığı gibi değişkenler numunenin mekanik özelliklerine doğrudan etki etmektedir. Nitekim bu tez çalışmalarında asıl amaç, ÇKKNT oranına bağlı olarak hazırlanan numunelerdeki mekanik özelliklerin değişimini gözlemlemektir. Yapılan testler sonucunda da bu değişim çok net bir şekilde görülebilmekte, sertlik analizlerinin sonuçları, SEM analizlerini ve yoğunluk analizlerini de doğrulamaktadır.

2013 yılında Mina M.H. Bastwros ve arkadaşları %99,7 saflığa ve 75 µm altı partikül boyutuna sahip Al tozları ile CVD yöntemi ile üretilmiş, ortalama 140 nm çapında ve 7 µm uzunluğa sahip ÇKKNT'leri yüksek enerjili bilyeli değirmen ile mekanik alaşımlamış, soğuk preslemiş ve ardından sıcak ekstrüzyon ile numuneler üreterek sertlik ve aşınma davranışlarını incelemiştir. ÇKKNT oranı ağırlıkça %1, %2,5 ve %5 olarak saf Al içerisine ilave edilmiş ve mekanik alaşımlama yapılmıştır. MA, 10 mm çapa sahip çelik bilyeler ile 400 rpm hızında yapılmıştır. Aşırı ısınmayı engellemek amacıyla 10 dakikada bir 10 dk ara verilerek toplamda 30 dk alaşımlama yapılmıştır. Bu işlemin ardından tozlar 475 MPa altında 30 dk boyunca soğuk preslenmiştir. 500 ºC'de 45 dakika boyunca ısıtıldıktan sonra 4:1 ekstrüzyon oranı kullanılarak 100 mm çapında numuneler elde edilmiştir. Tablo 4.3'te elde edilen numunelerin sertlik değerleri verilmiştir.

Tablo 4.3 : Elde edilen numunelerin sertlik değerleri (Bastwros ve diğ. 2013).

Malzeme	Sertlik Değeri (HV)
Saf Al	39,4
Öğütülmüş Saf Al	74,6
Ağ. %1 KNT	78,1
Ağ. %2,5 KNT	84,5
Ağ. %5 KNT	95,2

Tablo 4.3'te görüldüğü üzere saf Al'a göre öğütülmüş Al sertlik değeri yaklaşık 2 kat daha artmıştır. Bunun sebebi tane boyutunun azalmasıdır. Tane boyutunun azalması birim hacimde bulunan tane sınırlarının da artması anlamına gelmektedir. Tane sınırları malzeme üzerinde bulunan dislokasyon hareketlerini engeller ve malzeme mukavemetini arttırır. KNT takviye oranlarına baktığımızda ise yine birim hacimde KNT oranı arttıkça alaşımın sertlik değeri artmaktadır.

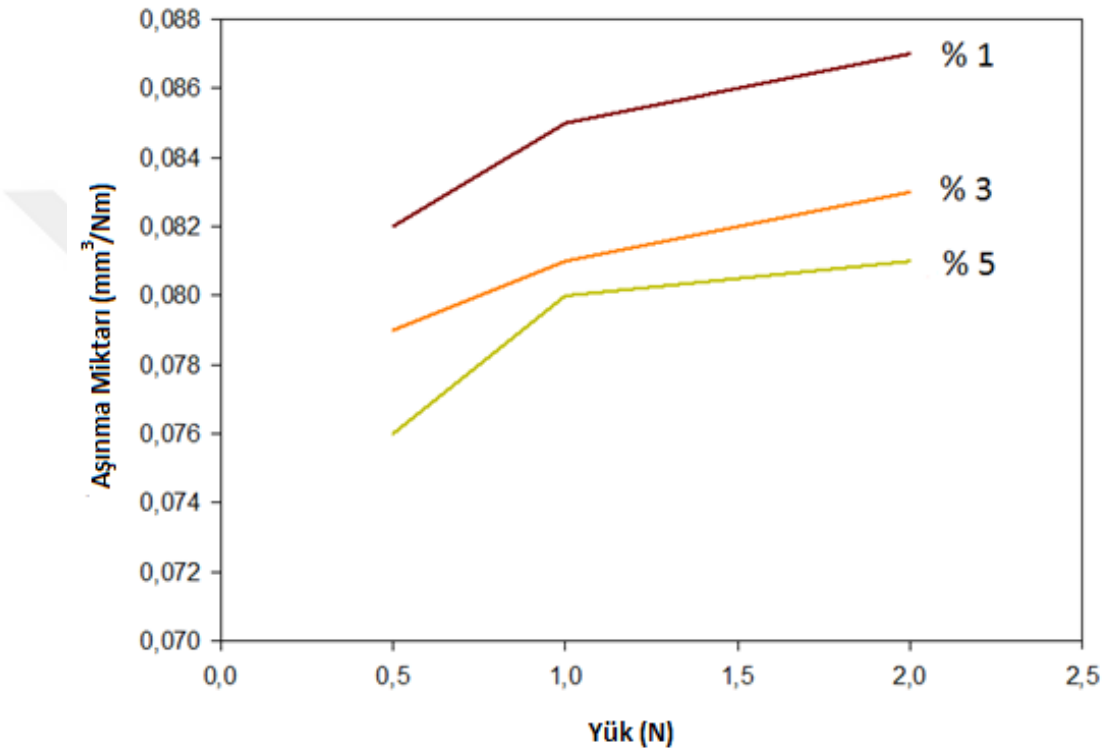
4.5. Aşınma Testi Analizi

Mekanik özelliklerdeki değişimi incelemek için kullanılan en yaygın ve en önemli yöntemlerden birisi de aşınma testleridir. Nitekim bulk malzemeler genellikle sürtünmeye maruz kalan alanlarda kullanılmakta ve buna bağlı olarak da malzemenin kullanım ömrü değişmektedir. Aşınma ve sürtünme testlerinde numunelerin belirli yükler altında isteğe bağlı olarak değişken hızlarda ve sürelerde karşılaştırması yapılabilmektedir. Bu tez kapsamında hazırlanan numunelerin aşınma testleri ÇKKNT oranına bağlı olarak gerçekleştirilmiştir. Aynı zamanda numunelerin değişken yüklerdeki aşınma ve sürtünme davranışları da incelenmiş ve yüksek parametrelerde son derece önemli analizler gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan numunelerin aşınma test parametreleri Tablo 4.4'te gösterilmektedir.

Tablo 4.4 : Hazırlanan numunelerin aşınma parametreleri.

	Yük 1	Yük 2	Yük 3	Yük 4	Mesafe	Hız
KNT-1	0,5 N	1 N	1,5 N	2 N	200 m	10 cm/sn
KNT-3	0,5 N	1 N	1,5 N	2 N	200 m	10 cm/sn
KNT-5	0,5 N	1 N	1,5 N	2 N	200 m	10 cm/sn

Tez kapsamında hazırlanan üç farklı numunenin (KNT-1, KNT-3 ve KNT-5) ayrı ayrı aşınma testleri sabit mesafede (200m) ve sabit hızda (10 cm/sn) gerçekleştirilmiştir. Ancak numuneler eşit koşullarda farklı yükler altında da aşınma testlerine tabi tutulmuştur. Yani numunelerin aşınma ve sürtünme davranışları hem ÇKKNT oranına bağlı olarak, hem de uygulanan yüke bağlı olarak incelenmiştir. Hazırlanan numunelerin aşınma testleri sonucu oluşan aşınma oranları Şekil 4.5'te verilmektedir.



Şekil 4.5 : Hazırlanan numunelerin ÇKKNT oranına ve uygulanan yüke bağlı olarak aşınma oranlarının karşılaştırması.

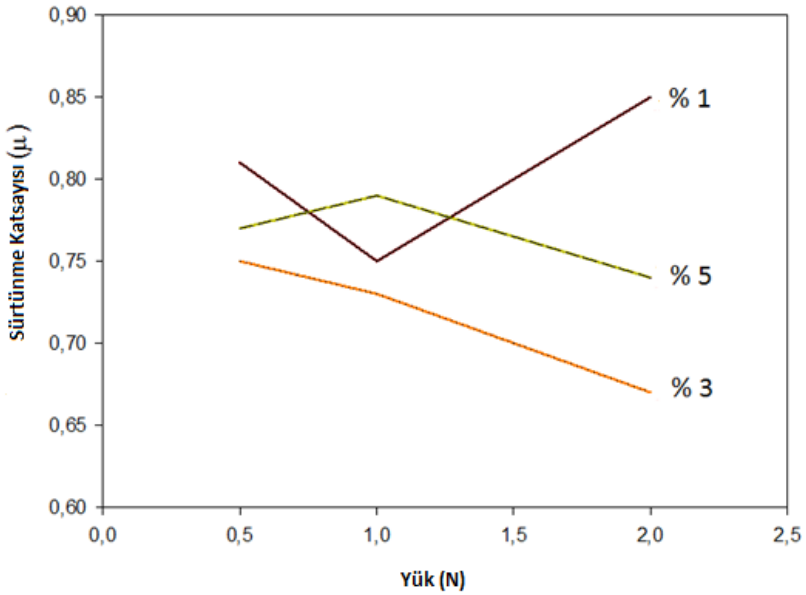
Öncelikli olarak malzemelerin ÇKKNT oranını esas alarak yapılan karşılaştırmada, ÇKKNT oranı arttıkça numunelerdeki aşınma oranların azaldığı net bir şekilde görülebilmektedir. Yani sabit bir yük ele alındığında (mesela 0,5 N) KNT-1 numunesinin aşınma oranı yaklaşık 0,082 mm^3/Nm iken, KNT-3 numunesinin aşınma oranı yaklaşık 0,0785 mm^3/Nm ve KNT-5 numunesinin aşınma oranı ise yaklaşık 0,076 mm^3/Nm değerlerini göstermektedir. Yani ÇKKNT oranı arttıkça malzeme daha az aşınma göstermiştir. Bunun sebebi ise, ÇKKNT eklentisi ile malzeme yüzeyindeki yağlayıcılık özelliğinin artmasıdır. Yani zayıf van-der walls bağlarından oluşan karbon eklentisinin yüzey özelliği sayesinde yapıdaki aşınma oranı azalmıştır. Aynı zamanda ÇKKNT ilavesi

ile bilyenin doğrudan Al-Ni kompoziti ile teması sınırlanmıştır ve buna bağlı olarak da malzemenin aşınma oranı düşmüştür. Malzemede ne kadar ÇKKNT ilavasi varsa bu oran da ona bağlı olarak azalma göstermiştir.

Bir diğer parametre ise uygulanan yükün her bir malzemenin üzerindeki aşınma oranına etkisidir. 0,5N, 1N, 1,5N ve 2N yüklerinde uygulanan aşınma testlerine bakıldığında her bir numunede 1N yükten sonra aşınma oranlarında ciddi bir artış göstermiş ve ardından aşınma oranları yüke bağlı olarak lineer bir şekilde artış göstemiştir. Bunun sebeplerinden bir tanesi numunelerin ve bilyenin özelliğine bağlı olarak 1N sonrası sistem kritik değerin üzerine çıkmış olabilir. Yani hertzian temas basınç değerinin üzerine çıkmış olabilir. Bu da numunede ciddi plastik deformasyonlara yol açıp, uzun süreli uygulamalarda malzemeye ciddi zararlar verebilmektedir. Sonuç olarak malzeme yüzeyinin ve iç yapısının morfolojik özelliklerinin değişmesi, ÇKKNT oranına bağlı olarak malzemedeki aşınma oranını da etkilemiştir. Bu doğrultda malzemenin kullanım ömrünün de değiştiği rahatlıkla söylenebilmektedir.

Yapılan aşınma testlerindeki bir başka karşılaştırma referansı ise, sürtünme katsayısıdır. Yani malzemelerin bir biri üzerindeki hareket kabiliyetinin rakamsal değerlerle ölçülmesidir. Bir malzeme başka bir malzeme üzerinde ne kadar rahat hareket edebiliyorsa, aralarındaki sürtünme katsayısı o kadar azdır ve o malzeme o kadar çok kullanılabilir. Bu tez kapsamında hazırlanan numunelerin aşınma testleri sonucunda elde edilen sürtünme katsayısı değerleri Şekil 4.6'da gösterilmektedir. Sürtünme katsayısı değerleri hem ÇKKNT oranına bağlı olarak gösterilmektedir, hem de kendi içlerinde uygulanan yüke bağlı olarak karşılaştırlamalı bir şekilde gösterilmektedir. Yine 0,5N yük referans olarak alındığı zaman, KNT-1 numunesinin sürtünme katsayısı yaklaşık olarak 0,81 μ olarak ölçülürken, KNT-3 numunesinin sürtünme katsayısı yaklaşık olarak 0,75 μ olarak ölçülmüş ve KNT-5 numunesinin sürtünme katsayısı ise yaklaşık olarak 0,76 μ olarak ölçülmüştür. Yani, numunelerin ÇKKNT oranı arttıkça sürtünme katsayısı azalmıştır. KNT-3 numunesi ile KNT-5 numunesi arasında ihmal edilebilecek bir fark vardır. Fakat genel düşünce ÇKKNT oranının arması ile sürtünme katsayısının azalması düşüncesidir. Daha önce de belirtildiği gibi bunun birkaç sebebi olabilir. Bunlardan bir tanesi, zayıp Van-der Walls bağlarına sahip ÇKKNT eklentisinin numuneye yağlayıcılık özellik kazandırıp sürtünme katsayısını düşürmesi olabilir. Bir diğeri ise ÇKKNT

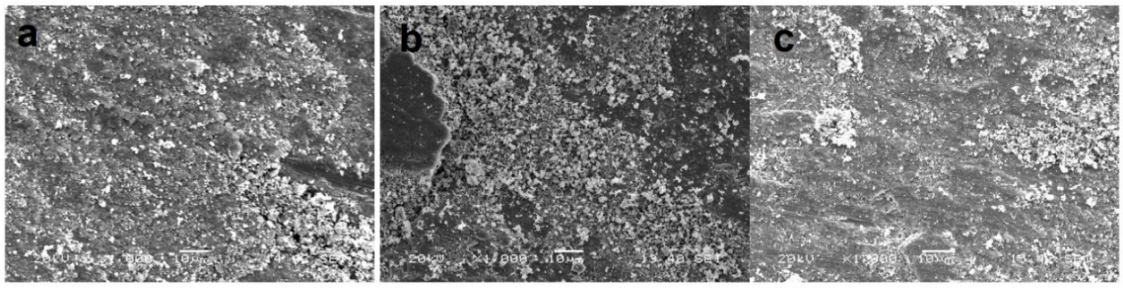
oranının arması ile bilyenin Al-Ni kompoziti ile temasının azalmasından kaynaklı bir sürtünme katsayısı azalması görülmüş olabilir.



Şekil 4.6 : Hazırlanan numunelerin ÇKKNT oranına ve uygulanan yüke bağlı olarak sürtünme katsayılarının karşılaştırması.

Yapılan testler sonucunda KNT-1 numunesinin sürtünme katsayısı 0,5N yükten sonra yükün arması ile birlikte azalmış ve sonrasında ciddi bir artışa geçmiştir. Yani numune 1N değerden sonra kritik eşiğin üzerine geçmiş ve hertzian temas basıncını aşmış olabilir. Bu da numunede 1N'dan sonra deformasyonlara yol açtığı anlamına gelmektedir. KNT-3 numunesinde ise, kısmen daha düşük sürtünme katsayısı değerleri gözlemlenmektedir. Yük arttıkça sürtünme katsayısı değerleri de azalmıştır. Yani numune içerisindeki ÇKKNT, yükle beraber yağlayıcılık özelliğinde daha belirgin bir katkı sağlamıştır. Bu durum, numunenin düşük yüklerde de yüksek yüklerde de güvenli bir şekilde kullanılabileceği anlamına gelmektedir. KNT-5 numunesinde ise yük artışı ile birlikle öncelikle sürtünme katsayısında bir artış gözlemlenmiş, sonrasında ise normal durum olan düşüş gözlemlenmektedir. Başlangıçtaki artışın sebebi ise, yüksek orandaki ÇKKNT'lerin yüzey pürüzlülüğünü ciddi bir şekilde artırması ve numune yüzeyinde kalıntı oluşturmasıdır. Fakat yükün artması ile birlikte numune ideal bir şekilde aşınmış ve yüzeyde kayma hareketini daha rahat bir şekilde gerçekleştirmiştir. Bu davranışların en iyi gözlemlenme biçimi aşınma sonrası yüzey görüntülerini incelekten geçmektedir.

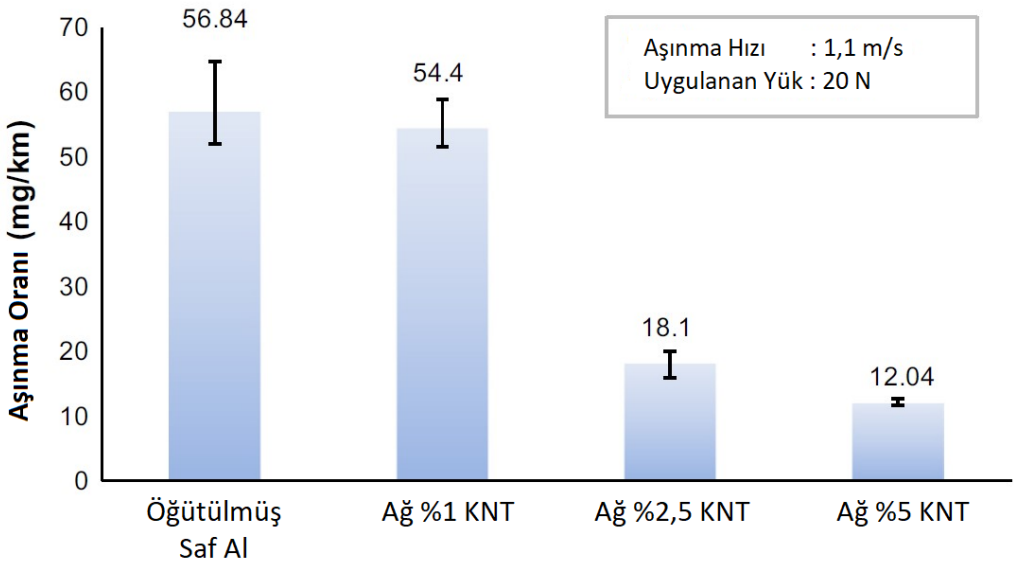
Numunelerin 1N kritik yük altında standart parametrelerde aşınma testleri yapıldıktan sonra oluşan yüzey görüntülerinin SEM analizleri Şekil 4.7'de verilmektedir.



Şekil 4.7 : (a) KNT-1, (b) KNT-3 ve (c) KNT-5 numunelerinin 1N yük altındaki aşınma testleri sonrası yüzey görüntüleri.

Farklı numuneler üzerinden aynı şartlarda gerçekleştirilmiş aşınma testleri sonucu elde edilmiş yüzey görüntüleri, numunelerin aşınma şekilleri hakkında derinlemesine bilgi vermektedir. Bu yöntemle malzemelerin aşınma derinlikleri ve aşınma çeşitlerini görebilmek mümkündür. Numunelere ait aşınma yüzeyleri (a) KNT-1, (b) KNT-2 ve (c) KNT-3 şeklindedir. SEM görüntüleri incelendiğinde ÇKKNT oranı arttıkça aşınma izi genişliği azalmaktadır. Özellikle KNT-3 numunesinde görülen katman kalkmasının sebebi, ve KNT-1 numunesinde görülen derin aşınma izi, yüzeydeki ince plastik deformasyondan kaynaklanmaktadır. Bu plastik deformasyon sonucu Al yüzeyine kaplanan nikelin oksitlenmesiyle ve yüzeydeki ÇKKNT ilavesinin dağılmasıyla sonuçlanmaktadır. Fakat bunların aksine KNT-5 numunesinin aşınmış yüzeyi daha homojen ve daha düzgün görülmektedir. Diğer numunelere nazaran KNT-5 numunesinde belirgin bir adhesif aşınma görülmektedir. Diğer numunelerde ise plastik deformasyona başlı olarak deformasyon sertleştirme mekanizması ile mikro çatlaklar oluşur ve aşınan yüzeylere ince aşınma dökuntüleri bulaşmaktadır. Bu sonuçlar numunelerin aşınma oranları grafiği ile de uyuşmaktadır. Buradan yola çıkarak %5'e kadar ÇKKNT ilavesi ile birlikte malzemenin yüzey özelliklerinde de belirli bir iyileşme sağlandığı söylenebilmektedir.

Yine 2013 yılında Mina M.H. Bastwros ve arkadaşları yaptığı çalışmada numunelerin aşınma özelliklerini de incelemişlerdir. Yaptıkları aşınma testi, yağlayıcı kullanmadan pin-on-disc yöntemi ile oda şartlarında gerçekleştirilmiştir. Aşınma hızı 1,1 m/s ve 20 N yük altında yapılmıştır. Şekil 4.8'de ağırlıkça % KNT oranına bağlı olarak numunelerin aşınma oranı grafiği verilmiştir.



Şekil 4.8 : Ağırlıkça % KNT oranına bağlı olarak değişen aşınma oranı (Bastwros ve diğ. 2013).

Şekil 4.8'de görüldüğü üzere kompozit malzemelerde KNT'lerin birim miktarda ağırlıkça oranının artması aşınma oranını azaltır. KNT'lerin kendi kendine yağlayıcı özellik göstermesinden dolayı, KNT'lerin kısa ve tüp şekilleri, eşleşen metal yüzey arasında daha kolay kayar veya yuvarlanır. Bu da kompozit malzemelerin sürtünme katsayısında düşüşe neden olur. Ayrıca aşınma oranındaki sürekli düşüş, MA yöntemi ile üretilen numunelerde KNT'lerin homojen dağıldığını göstermektedir.

BÖLÜM 5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Tez çalışmaları kapsamında ticari olarak satın alınmış alüminyum tozlarının yüzeyi akımsız kaplama yöntemi ile nikel kaplanmıştır. Ardından %1-3 ve 5 oranlarında ÇKKNT ilavesi yapılmış ve soğuk presleme ile bulk malzeme haline getirilmiştir. Hazırlanan numuneler SEM ve XRD analizleri ile incelenmiş ardından fiziksel özelliklerinin yanı sıra mekanik özellikleri de incelenmiştir. Öncelikle numunelerin bağıl yoğunlukları hesaplanmış ve ÇKKNT oranına bağlı olarak malzemelerin porozite ve yüzey pürüzlülükleri hakkında bilgi sahibi olunmuştur. Elde edilen bulgular doğrultusunda ÇKKNT miktarı arttıkça numunelerin yoğunluklarının azaldığı ve buna bağlı olarak da porozitelerinin arttığı tespit edilmiştir. Bir malzemenin boşluk mekanizması, o malzemenin mekanik özelliklerini doğrudan etkilemektedir. Bu yüzden numunelere sertlik testleri yapılmıştır. Nitekim ÇKKNT oranı fazla olan numunelerin serlikleri daha yüksek çıkmıştır. Ardından aşınma testlerine maruz bırakılan numunelerin aşınma oranları ve sürtünme katsayıları hesaplanmıştır. Aşınma testleri numunelerin hem ÇKKNT oranına bağlı olarak, hem de uygulanan yüke bağlı olarak gerçekleştirilmiştir. Yapılan testler sonucunda ÇKKNT oranının artması ile birlikte numunelerde aşınma oranının azaldığı görülmüştür. Fakat aynı davranış yük değişiminde görülmemektedir. Numuneler 0,5-1-1,5 ve 2N yüklerde aşınma testlerine maruz bırakılmış ve bütün numuneler 1N yükünden sonra daha farklı bir aşınma davranışı sergilemiştir. Ardından 1N yükünde aşınma testi gerçekleştirilen numunelerin aşınma sonrasın SEM görüntüleri incelenmiş ve aşınma mekanizmaları hakkında değerlendirme yapılmıştır.

Yapılan sertlik ve aşınma testi sonuçları, 2013 yılında Bastwros ve arkadaşları tarafından yapılan çalışma ile karşılaştırılarak sonuçlar irdelenmiştir. Yapılan her iki çalışmada da KNT oranı arttıkça kompozit malzemenin sertliği ve aşınma direncinde artış, sürtünme katsayısında düşüş gözlemlenmiştir. Bu gelişmelerin en temel sebebi, KNT'lerin yağlayıcı özellik göstermesinden dolayı meydana geldiği tespit edilmiştir.

Bu tez çalışmalarından yola çıkılarak Al-Ni kompozitine ÇKKNT ilavesi yapılarak mekanik özelliklerde iyileştirme sağlandığı açık bir şekilde söylenebilmektedir.

KAYNAKLAR

Akdoğan, A., Küçükyıldırım, B.O. (2006). Nanomalzemeler ve Uygulamaları. *MakinaTek., sayı 99,* s.114-117.

Altan, M., Güneş, A. (2007). Ankara Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü Öğretim Elemanları Nanotüp Oluşum Mekanizmasını Aydınlatmaya Çalışıyorlar. *Üni Haber, Ankara Üniversitesi Haber Bülteni,* sayı 82, s. 6-7.

Ankara Alüminyum Sanayicileri Derneği, (2003). Alüminyum Tarihçesi, Gelişimi, Mevcut Durumu ve Hedefleri. Adres: http://ankaraasad.org.tr/2011/06/1-turkiye-aluminyumsempozyumu13-mayis-2003/9/

Anonym, (2007b). Nanoteknoloji, 24 Şubat 2007, http://www.emo.org.tr/genel/bizden_detay.php?kod=49514&tipi=&sube=0

Ayata, A. (2014). *Toz metal alüminyum malzemelerin mikrodalga enerjisi ile sinterlenebilirliğinin incelenmesi* (Yüksek Lisans Tezi), Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.

Babayev, Y., Kahraman, F., Karadeniz, S. (2007). A New Approach on Diffusion Welding of Fe–Cu–C and Fe–Zn–C Powder. *Metal Parts,* Pages 1292-1296

Bastwros, M.M.H., Esawi A.M.K., Wifi A. (2013). Friction and wear behavior of Al - CNT composites. *Science Direct, Wear*, 307(2013)164–173

Bencko, V. (1983). Nickel: A review of its occupational and environmental toxicology. *J. Hyg. Epidem. Micro. Immun. 27*, 237.

Blau, P.J., Jolly, B.C., Qu, J., Peter, W.H., Blue, C.A. (2007). Tribological Investigation of TitaniumBased Materials for Brakes. *Wear 263,* 1202–1211

Campbell, S. J. and Kaczmarek, W.A. (1989). Mössbauer Spectroscopy Applied to Materials and Magnetism. (G. J. Long and F. Grandjean, eds.) *Plenum Press, New York,* 2:273

Cangul, H., Broday, L., Salnikow, K., Sutherland, J., Peng, W., Zhang, Q., Poltaratsky, V., Yee, H., Zoruddo, M.A., Costa, M. (2002). Molecular mechanisms of nickel carcinogenesis. *Toxicology Letters 2002;127:* 69-75.

Car, E. (2011). Alüminyum Üretim Süreçleri. TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası

Choudhay, N.K. (1998). *Aluminium & Recycling – An Economic & Ecofriendly Concept.* INDAL, USA

Çıracı, S. (2007a). *21. Yüzyılda yeni bir sanayi devrimi: Nanoteknoloji* 1 Mart 2007, http://nano.bilkent.edu.tr/docs/Nanoteknoloji_Devrimi.pdf

Çıracı, B. (2005). Bilkent Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi. *Bilim ve Teknik, Yeni Ufuklara eki,* sayı 453, s. 4-5.

Çıtak, R., Kurt, A., Çorlu, Z. (1999). T/M Yöntemi ile Üretilmiş Demir Malzemelerin Elektroliz yoluyla Ni Kaplama Şartlarının İncelenmesi. *2. Uluslararası Toz Metalurjisi Konferansı,* ODTU, Ankara, 1999.

De Heer, W.A., Chatelain, A., Ugarte, D. (1995). A Carbon Nanotube Field-Emission Electron Source. *Science 17 Nov 1995: Vol. 270, Issue 5239,* pp. 1179-1180.

Demiralay, Ç.E. (2007). Nikel Baskılanmış Monolitik Kolonlar. Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, (Doktora Tezi) 112 s Isparta.

Demirel, H. (1994). Öğütme, Cevher Hazırlama El Kitabı. *Yurt Madenciliğini Geliştirme Vakfı Yayınları,* Güven Önal&Gündüz Ateşok (ed), s. 58-71.

Deng, J., Philip Wong, P.S. (2007). A Compact Spice Model for Carbon-Nanotube Field-Effect Transistors Including Nonidealities and Its Application. Part I: Model of the Intrinsic Channel Region

Dereli, G., Süngü, B., Eyecioğlu, Ö., Vardar, N. (2006). KNT Simülasyon Laboratuarı. http://www.yildiz.edu. tr/~gdereli/lab_homepage/index.htm,

Dietrich, G. (1999). Aluminium Technology, Applications and Environment. *A Profile of a Modern Metal,* Kanada: John Wiley and Sons

El-Eskandarany, M.S., Sumiyama, K., Aoki, K., Suzuki, K. (1992). Morphological and structural evolutions of nonequilibrium titanium-nitride alloy powders produced by reactive ball milling. Published online by Cambridge University Press: 31 January 2011

El-Eskandarany, M.S, Aoki, K., Suzuki, K. (1990). Rod milling for solid-state formation of Al30Ta70 amorphous alloy powder. *Journal of the Less Common Metals. Volume 167, Issue 1, December 1990,* Pages 113-118

Environmental Health Criteria, (1991). 108. Nickel. *Who,* Genewa, 1991

EPMA, (2003). European Powder Metallurgy Association, www.epma.com, 2003.

Erbil, T. (1993). İki Yeni Mühendislik Yüzey İşlemi: Electroless Nickel ve Hard Anodizing. *Metalurji Dergisi, Sayı 86,* 42-46, 1993.

Ergen, S., Yılmaz, F., Gul, S., Kölemen, U., Kilicaslan, M.F. and Uzun, O. (2014). Structural and mechanical properties of hypereutectic AlSiFe powders and a new method for determination of sintering temperature. *Advanced Powder Technology 29(3),* 563-572.

Fields, W.D., Duncan, R.N., Zickgraf, J.R. (1984). Electroless Nickel Plating. *Plating and Electropolishing,* 219-243, 1984.

Gilman, P.S. and Benjamin, J.S. (1983). Ann. Mechanical Alloying. Rev. Mater. Sci., 13:279.

Gogotsi, Y. (2006). Nanotubes and Nanofibers. ISBN 0849393876, CRC Press Taylor & Francis Group, Boca Raton.

Göveli, A. (2006). *Nickel Extraction From Gördes Laterites By Hydrochloric Acid Leaching.* (MSc thesis), The Graduate School of Natural and Applied Sciences of Middle East Technical University, p: 102, Ankara.

Grandjean, P. (1984). Human exposure to nickel. *IARC Sci. Publ. 53,* 469, 1984.

Iijima, S. (1991). Helical microtubules of graphitic carbon. *Nature volume 354*, p.56-58

Karadeniz, M. (1996). Cevher Zenginleştirme Tesis Artıkları Çevreye Etkileri Önlemler. *MTA Genel Müdürlüğü, MAT Daire Başkanlığı, Cevher Zenginleştirme Servisi,* s.41-71.

Kimura, H., Kimura, M. and Ban, T. (1988). *Proceeding of the 2nd International Conference on Rapidly Solidified Materials.* San Diego, CA, published by ASM International, p. 172 (Mar. 7–8, 1988)

Kut, D., Güneşoğlu, C. (2005). Nanoteknoloji ve tekstil sektöründeki uygulamaları. *Tekstil&Teknik,* Şubat:224-230.

Liang, Y.X., Wu, Z.M., Fu, E.G., Du, J.L., Wang, P.P., Zhao, Y.B., Qiu, Y.H., Hu, Z.Y. (2017). Refinement process and mechanisms of tungsten powder by high energy ball milling. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, 67,* 1-8, 2017.

Lucia, O., Maussion, P., Dede, E.J., Burdio, J.M. (2014). Induction heating technology and its applications: past developments, current technology, and future challenges. *IEEE Trans. Industrial Electronics, Vol. 61, No. 5*, pp. 2509-2520, 2014.

Mani, V., Devadas, B., Chen, SM. (2005). Direct electrochemistry of glucose oxidase at electrochemically reduced graphene oxide-multiwalled carbon nanotubes hybrid material modified electrode for glucose biosensor. *Biosensors and Bioelectronics Volume 41, 15 March 2013,* Pages 309-315.

Matik, U. (2003). *Toz Metalurjisi ile Üretilmiş Demir Esaslı Parçaların Akımsız Nikel Kaplanabilirliği ve Yorulma Dayanımına Etkisi.* (Yüksek Lisans Tezi), Zonguldak Karaelmas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Zonguldak, 2003.

Md Raihanuzzaman, R., SikJeong, T.K., Ghomashchi, R., Xie, Z., Hong, S. (2014). Characterization of short-duration high-energy ball milled WC–Co powders and subsequent consolidations. *Journal of Alloys and Compounds Volume 615, Supplement 1, 5 December 2014,* Pages S564-S568

Molloy, B. (2001). Trends of Nickel in Coins - Past, Present and Future. *International Nickel Study Group - Environmental and Economics Committee Meeting,* held in Stockholm, Sweden, http://web.archive.org/web/20060929095200

Mousavi, T., Abbasi, M.H. and Karimzadeh, F. (2009). Thermodynamic analysis of NiTi formation by mechanical alloying. *Materials Letters, 63(9-10),* 786- 788.

Mudd, G.M. (2010). Global trends and environmental issues in nickel mining. *Sulfides versus laterites, Ore Geology Reviews 38*, pp. 9–26

Mukherjee, A.B. (1998). Nickel: a review of occurrence, uses, emissions, and concentration in the environment in Finland. *Environmental Reviews, 1998, 6(3-4):* 173-187.

Mukhopadhyay, J., Ramana, Y.V. ve Singh, U. (2005). Extraction of Value Added Products from Aluminium Dross Material to Achieve Zero Waste. *TMS Light Met.,* 1209-1212

Nipera, (1997). Internal draft document to URS Corporation. Included in URS

Örgün, Y. (1993). *Topuk Göynükbelen (Bursa Orhaneli) Yöresi Nikel Oluşumlarının Kökensel İncelenmesi*. (Doktora Tezi), İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul

Parker, K. (1972). Recent Advances in Electroless Nickel Deposits. *8th Interfinish Conference,* Basel, 1972.

Processing Handbook, (1985). American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, Inc.

Radhamani, A.V., Lau, H.C., Ramakrishna, S. (2018). CNT-reinforced metal and steel nanocomposites. A comprehensive assessment of progress and future directions. Composites Part A: *Applied Science and Manufacturing Volume 114,* November 2018, Pages 170-187.

Rairden, J.R. and Habesch, E.M. (1981). Low-pressure-plasma-deposited coatings formed from mechanically alloyed powders. *Thin Solid Films,* 83:353

Riedel, W. (1991). Electroless Nickel Plating. *ASM International, Metals Park Ohio,* USA/Fnishing Publications Ltd., Stevenage, 1991.

Schwarz, R.B. and Koch, C.C. (1986). Formation of amorphous alloys by the mechanical alloying of crystalline powders of pure metals and powders of intermetallics. *Applied Physics Letters, 49(3),* 146-148.

Scoot-Fordsmand, J.J. (1997). Toxicity of nickel to soil organisms in Denmark. *Rev. Environ. Contam. Toxicol.* 148, 1, 1997.

Senger, R.T., Dag, S., Ciraci, S. (2004). Chiral Single-Wall Gold Nanotubes. *Physiscs Review Letters vol. 93, no.19,* p.1-4.

Seunghun, H., Myung, S. (2007). Nanotube Electronics: A Flexible Approach to Mobility. *Nature Nanotechnology, vol. 2,* p.207 – 208

Shahdad, S.A, McCabea, J.F., Bull, S., Rusby, S., Wassell, R.W. (2006). Hardness measured with traditional Vickers and Martens hardness methods. School of Chemical Engineering and Advanced Materials, University of Newcastle upon Tyne, UK

Simoes, S., Viana, F., Reis, M.A.L., Vieira, M.F. (2016). Microstructural Characterization of Aluminum-Carbon Nanotube Nanocomposites Produced Using Different Dispersion Methods. *Microscopy and Microanalysis, Volume 22, Issue 3 June 2016 ,* pp. 725-732.

Singh, D. and Dube, R. K. (1995). Electroless Nickel Coating of Sintered Iron Compacts. *Powder Metallurgy, Cilt 1, Sayı 38,* 52–54, 1995.

Smith, E.A. (1974). Grinding Very Hard and Very Soft. *Materials Processing* 16, November.

Stokes, D.J. (2008). Principles and practice of varriable pressure/environmental scanning electron microscopy. VP-ESEM, UK

Suryanarayana, C. (2001). Mechanical alloying and milling. *Progress in materials science, 46(1-2),* 1-184.

Taggart, A.F. (1927). Handbook of Mineral Dressing: Ores and Industrial Minerals, John Wiley & Sons Inc., New York (1927)

Thiraphattaraohun, L. (2013). *Structure/Property Relationships in Polypropylene Nanocomposites*. (Doctoral Thesis), Faculty of Engineering and Physical Sciences, University of Manchester

TOBB, Türkiye Demir ve Demir Dışı Metaller Meclisi Sektörü Raporu, (2012). Türkiye Odalar ve Borsalar Birliği (TOBB) Yayınları, Ankara.

Totten, E., Öackenzie, D.S. (2003). *Handbook of aluminium – Volume 1: Physical Metallurgy and Processes, CRC Press,* 162 – 168

Varol, T., Canakci, A. (2013). Synthesis and characterization of nanocrystalline Al 2024–B4C composite powders by mechanical alloying. *Philosophical Magazine Letters, 93(6),* 339-345, 2013.

Vizyon 2023 Projesi Nanoteknoloji Strateji Grubu, (2004), *Nanobilim ve Nanoteknoloji Stratejileri,* 2004, Tübitak, Ankara.

Werner Osterle, W., Urban, I. (2006). Third Body Formation on Brake Pads and Rotors. *Tribology International 39 (2006)* 401–408

White, R.L. (1979). The Use of Mechanical Alloying in the Manufacture of Multifilamentary Superconductor Wire. (Ph.D. Thesis), Stanford University

Wills, B.A. (1997). Mineral Processing Technology. Sixth Edition, Pregmon International Library, England, Chapter 7; s.142-176.

Wittbecker, G. (2008). Aluminium recycling. A Key Sustainability Element for the Primary Produces and The Alcoa Commitment, USA: ALCOA

Wong, E.W., Sheehan, P.E., Lieber, C.M. (2009). Nanobeam Mechanics: Elasticity, Strength, and Toughness of Nanorods and Nanotubes. *Science, Vol 277,* Issue 5334 26 September 1997.

Yağcıgil, H. (1997). Alüminyum Mamülleri Sanayi, Türkiye İş Bankası A.Ş. Genel Müdürlük, İktisadi Araştırma ve Planlama Müdürlüğü

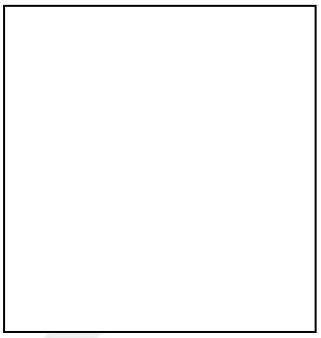
Yavari, A.R. and Desre, P.J. (1992). Thermodynamics and kinetics of amorphization during mechanical alloying. *Mater. Sci. Forum,* 88–90:43

Yıldız, N. (2007). Cevher Hazırlama. Ertem Basım yayın Dağıtım Sanayi ve Ticaret Ltd.Şti. Ankara, s.504, ISBN: 978-975-96779-1-6.

Yüce, E. (2008). Boyut Küçültme (Kırma-Öğütme) ve Sınıflandırma Teknolojisi, Yenilikler ve Proses Maliyetlerine Etkileri, Cevher ve Kömür Hazırlama Tesislerinde İşletme Denetimi ve Verim Arttırma Kursu. 21-25 Ocak 2008, YMGV Yayını.

Zainol, Z. (2005). *The development of a resin-in-pulp process for the recovery of nickel and cobalt from laterite leach slurries.* (MSc thesis), Murdoch University, Western Australia, p:258.

ÖZGEÇMİŞ



Ad-Soyad **:** Fatih BECERİK

Doğum Tarihi ve Yeri **:** [redacted]

E-posta **:** [redacted]

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** **:** 2012, Sakarya Üni., Müh. Fak., Metalurji ve Malzeme Müh.

MESLEKİ DENEYİM VE ÖDÜLLER:

- 2018- devam- Akal Mühendislik / Ar-Ge Proje Yönetisi
- 2017-2018 – Nero Endüstri / Proje Mühendisi