



PROJE SONUÇ RAPORU

Grafen Nanolevha Takviyeli Metal Matrisli Nanokompozitlerin Geliştirilmesi

Program Kodu: 3501

Proje No: 214M091

Proje Yürütücüsü:
Dr. Öğr. Üyesi Sinan KANDEMİR

AĞUSTOS 2018
İZMİR



ÖNSÖZ

Bu rapor TÜBİTAK 3501 Kariyer Geliştirme Programı kapsamında yürütülen “Grafen Nanolevha Takviyeli Metal Matrisli Nanokompozitlerin Geliştirilmesi” başlıklı ve 214M091 numaralı proje dahilinde yapılan teknik faaliyetleri ve sonuçlarını içermektedir. Söz konusu proje hafif ve yüksek mekanik özelliklere sahip grafen nanolevha takviyeli metal matrisli (alüminyum ve magnezyum) nanokompozitlerin üretilebilirliğinin ortaya konulması ve bu malzemelerin endüstride kullanımının önünü açacak araştırmaların yapılması ile ilgilidir. Bu doğrultuda mekanik özelliklerin en üst seviyeye çıkartılması için grafen nanolevhalar metal matris içerisinde homojen ve etkili bir şekilde dağıtılmaya çalışılmıştır. Ayrıca, üretimi gerçekleştirilen nanokompozit malzemelerin mikro-yapı karakterizasyonları gerçekleştirilmiş ve mekanik performansları test edilmiştir. Yapılan test ve analizler, grafen nanolevhaların alüminyum ve magnezyum alaşımları içerisinde görece homojen olarak dağıtılmasının başarılı olduğunu ve mekanik özellikler açısından gelecek vaad eden sonuçların elde edildiğini göstermektedir. Ayrıca, grafen nanolevha takviyeli metal kompozitlerin otomotiv endüstrisine yönelik seri komponent üretimi için potansiyeli ortaya konulmuştur. Bu anlamda yeni nesil hafif nanokompozit malzemelerin kullanımlarının yaygınlaşması ve bu alanda ileri araştırmaların yapılması ile enerji verimliliğini artırarak ekonomiye ciddi manada katkı sağlanabilir. Bu bağlamda, proje önerisinde ifade edilen amaçların gerçekleştirilmesi nedeniyle projenin başarıyla tamamlandığı ifade edilebilir.

Hem teknik hem de ekonomik açıdan önemi ortaya konan bu proje için mali desteklerinden dolayı Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu'na (TÜBİTAK) çok teşekkür edilmektedir. TÜBİTAK desteğinin projeye prestij kazandırdığı hususu ayrıca ifade edilmelidir.

Son olarak, projenin yürütülmesinde çaba sarf eden başta rektörümüz Sayın Prof. Dr. Mustafa Güden'e, dekanımız Sayın Prof. Dr. Figen Korel'e, bölüm başkanımız Sayın Prof. Dr. Metin Tanoğlu'na ve kurumumuzun diğer idarecilerine, İYTE İdari ve Mali İşler personeline, belirli dönemlerde çalışan bursiyer yüksek lisans öğrencileri; Yücel Aydoğan, Burak Bostancıoğlu, Kutay Can Yinanç, Seçkin Martin ve Neslihan Yağmur Böber'e teşekkür edilmektedir.



İÇİNDEKİLER

1 . GİRİŞ	1
2 . LİTERATÜR ÖZETİ	4
2.1 . Metal Matrisli Nanokompozitler (MMNK)	4
2.1.1 . MMNK'lerde Mukavemetlendirme Mekanizmaları	5
2.1.2 . MMNK'ler için Üretim Yöntemleri	7
2.1.3 . Ultrasonik Proses Tekniği	8
2.2 . Grafen Takviyeli Metal Matrisli Nanokompozitler	10
2.2.1 . Grafen Takviyeli Alüminyum Matrisli Nanokompozitler	13
2.2.2 . Grafen Takviyeli Magnezyum Matrisli Nanokompozitler	14
3 . GEREÇ VE YÖNTEM	17
3.1 . Materyal	17
3.2 . DeneY Düzeneyi	19
3.3 . Nanokompozit Üretimi	21
3.3.1 . Alüminyum Matrisli Nanokompozit Üretimi	21
3.3.2 . Magnezyum Matrisli Nanokompozit Üretimi	25
3.3.3 . Mikroyapı Karakterizasyonu ve Mekanik Testler	26
4 . BULGULAR VE TARTIŞMA	28
4.1 . Mikroyapı	28
4.1.1 . Alüminyum Matrisli Nanokompozitlerin Mikroyapıları	29
4.1.2 . Magnezyum Matrisli Nanokompozitlerin Mikroyapıları	35
4.2 . Mekanik Testler	42
4.2.1 . Alüminyum Matrisli Nanokompozitlerin Mekanik Testleri	42
4.2.2 . Magnezyum Matrisli Nanokompozitlerin Mekanik Testleri	44
5 . SONUÇ	47
Kaynaklar	49



TABLolar LİSTESİ

Tablo 2.1. Tek tabakalı grafenin önemli fiziksel ve mekanik özellikleri (Kumar ve Xavior, 2014; Şenel vd., 2015).....	11
Tablo 2.2. GNL takviyeli alüminyum matrisli kompozitler üzerine literatürde raporlanan çalışmalar ve bu çalışmalarda elde edilen mekanik özellikler	13
Tablo 2.3. GNL takviyeli magnezyum matrisli kompozitler üzerine literatürde raporlanan çalışmalar ve bu çalışmalarda elde edilen mekanik özellikler	15
Tablo 3.1. Matris olarak kullanılan alüminyum ve magnezyum alaşımlarının kimyasal bileşimi (% ağırlıkça).....	17
Tablo 4.1. A360 alaşımı ve GNL takviyeli kompozitlerinin sertlik ve çekme testi sonuçları....	42
Tablo 4.2. AZ91 alaşımı ve GNL takviyeli kompozitlerinin sertlik ve çekme testi sonuçları ...	44

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. A356 alüminyum alaşımı, ağırlıkça %20 SiC mikropartikül takviyeli A356 kompoziti ve ağırlıkça %1 SiC nanopartikül takviyeli A356 nanokompozitinin; (a) akma ve çekme gerilme, (b) birim uzama değerleri.....	4
Şekil 2.2. Orowan mekanizmasında partikül ve dislokasyon etkileşiminin şematik gösterimi .	6
Şekil 2.3. (a) Kavitasyon bölgesinin ve (b) akustik akımın görüntülenmesi (Dahlem vd., 1999)	9
Şekil 2.4. Karbon esaslı malzemeler (Randviir vd., 2014).....	11
Şekil 2.5. (a) Grafen ve (b) GNL'ların şematik resimleri	12
Şekil 3.1. Takviye elemanı olarak kullanılan (a, b) 50-100 nm kalınlık, 5 µm ortalama çap ile (c, d) 10-20 nm kalınlık, 14 µm ortalama çapa sahip GNL'ların 10000 ve 50000 büyütmedeki SEM görüntüleri.....	18
Şekil 3.2. GNL'ların deaglomerasyonu için kullanılan saf (a) magnezyum ve (b) alüminyum tozlarının SEM görüntüleri	18
Şekil 3.3. GNL takviyeli MMNK üretimi için oluşturulan düzeneğin görünüşü	19
Şekil 3.4. Yüksek sıcaklıkta titreşim üretmesi için modife edilen ultrasonik probun ergimiş A360 alaşımı prosesi sırasındaki görüntüsü	20
Şekil 3.5. AZ91 alaşımının ultrasonik prosesi için geliştirilen sistemin parçalarının (a) üç boyutlu tasarım ve (b) imalat montaj görüntüleri	21
Şekil 3.6. Kapsül mekanizması ile GNL'ların ergimiş A360 alaşımına beslenmesi.....	22
Şekil 3.7. Ultrasonik proses sonrası kapsül mekanizması ile takviye edilmeye çalışılan GNL'ların (Siyah oklar ile gösterilmektedir) matris yüzeyindeki görüntüsü	22
Şekil 3.8. GNL takviyeli nanokompozitlerin üretimi için oluşturulan deney düzeneğinin şematik resmi: (a) Tabletlerin beslenmesi ile alaşımın mekanik karışımı, (b) Eriyik içinde GNL'ların ultrasonik dispersiyonu	24
Şekil 3.9. GNL'ları içeren tabletlerin A360 alaşımı içinde mekanik mikser ile karıştırılması/dağıtılması	24
Şekil 3.10. GNL içeren AZ91 alaşımının ultrasonik prosesi sırasındaki görüntüsü.....	25
Şekil 4.1. (a) Temin edilen külçe ve (b) 30 dak. ultrasonik prosese tabi tutulan magnezyum AZ91 alaşımlarının optik mikrografileri.....	28
Şekil 4.2. (a) Temin edilen külçe ve (b) 30 dak. ultrasonik prosese tabi tutulan alüminyum A360 alaşımlarının optik mikrografileri	28
Şekil 4.3. Al ve Mg tozları ile GNL (50-100 nm kalınlık ve 5 µm ortalama çap) içeren tabletin BSE modunda SEM mikroyapı görüntüsü (Presleme dikey yöndedir).....	29

Şekil 4.4. Alüminyum (Al) ve magnezyum (Mg) tozları ile GNL'ları (C) içeren tabletteki bir bölümün EDX haritalaması.....	29
Şekil 4.5. A360/%0.5 GNL (10-20 nm kalınlık ve 14 µm ortalama çap) kompozitinin potansiyel nanolevha kümeciciği içeren bir bölgesinin sırasıyla büyültülmüş SEM görüntüleri	30
Şekil 4.6. Şekil 4.5a'da gösterilen bölgenin EDX analizi	31
Şekil 4.7. (a) A360 referans alaşım ve (b) üretilen A360/%0.25 GNL kompozitinin optik mikroskop görüntüleri	32
Şekil 4.8. A360/%0.25 GNL kompozitinin farklı büyütmelelerdeki SEM (SE) görüntüleri: (a) 2500, (b) 10000, (c) 25000 ve (d) 80000 büyütme.....	33
Şekil 4.9. Potansiyel GNL ile içinde bulunduğu α-Al matrisin karşılaştırmalı EDX analizi	33
Şekil 4.10. A360/%0.25 GNL nanokompozitinde matrise gömülü GNL'ları gösteren TEM görüntüleri	35
Şekil 4.11. AZ91 alaşımına ilave edilmek üzere hazırlanan tabletin seçilen bir bölgesinden alınan (a) geri saçınım elektron, BSE, resmi ve (b) EDX haritalaması	36
Şekil 4.12. (a) AZ91 referans alaşımı ile (b) AZ91/%0.25 GNL ve (c) AZ91/%0.5 GNL nanokompozitlerinin BSE görüntüleri.....	37
Şekil 4.13. (a) AZ91 referans alaşımı ile (b) AZ91/%0.25 GNL kompozitinin yüksek büyütmedeki BSE görüntüleri	38
Şekil 4.14. (a) AZ91/%0.25 GNL ve (b) AZ91/%0.5 GNL nanokompozitlerinin SEM görüntüleri	39
Şekil 4.15. AZ91/%0.5 GNL kompozitinde dağılmış potansiyel bir GNL üzerindeki EDX analizi	40
Şekil 4.16. AZ91/%0.25 GNL nanokompozitinde matrise gömülü GNL'ları gösteren TEM görüntüleri	41
Şekil 4.17. A360/%0.5 GNL kompoziti için sinkatron analiz sonuçları	43
Şekil 4.18. Ultrasonik prosesin sıvı metal içinde görece homojen GNL dağılımı üzerine etki modeli	43
Şekil 4.19. Çekme testinden sonra AZ91/%0.5 GNL kompozitinden alınan kırılma yüzeyinin SEM analizi	46
Şekil 4.20. Çekme testinden sonra (a) AZ91 referans alaşım, (b) AZ91/%0.25 GNL ve (c) AZ91/%0.5 GNL kompozit numunelerinden alınan kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri.....	46



ÖZET

Bu projenin amacı; hafif ve yüksek mekanik özelliklere sahip grafen nanolevha takviyeli alüminyum ve magnezyum esaslı nanokompozitlerin üretilebilirliğinin ortaya konulmasıdır. Bu amaç doğrultusunda mekanik özelliklerin en üst düzeye çıkarılması için grafen nanolevhaların, seri imalata uygun olarak sıvı fazdaki matris içinde homojen ve etkin dağılımı hedeflenmiştir. Bu kapsamda, iki farklı boyuttaki grafen nanolevhalar (50-100 nm kalınlık ve 5 µm ortalama çap, 10-20 nm kalınlık ve 14 µm ortalama çap) endüstride sıkça kullanılan A360 alüminyum ve AZ91 magnezyum alaşımlarına takviye edilmiştir. Büyük yüzey alanı ve sahip oldukları yüksek yüzey enerjileri nedeniyle nano boyutlu takviye elemanlarının sıvı metaller içinde homojen olarak dağıtılması güçtür. Olağanüstü mekanik özelliklere sahip grafen nanolevhaların sıvı metallere geçişi, kısmi toz metalurjisini içeren tablet besleme mekanizması ile mekanik karıştırma ve ultrasonik proses altında gerçekleştirilmiştir. Ağırlıkça %0.25 ve %0.5 grafen takviyesiyle dökülen kompozitlerin ileri elektron mikroskopları ile yapılan mikroyapı analizleri sonucunda, yüksek yoğunluktaki ultrasonik dalgalar ile nispeten daha kalın olan nanolevhaların (50-100 nm kalınlık ve 5 µm ortalama çap) aglomerasyonlarının önlenerek matris içinde göreceli olarak homojen dağıldığı ve matris-nanolevhalar arasında iyi bir tutunma yüzeyinin elde edildiği gösterilmiştir. Üretilen kompozit numunelerin çekme testlerinde, grafen nanolevha takviyesinin alaşımların mukavemetini önemli oranda arttırdığı belirlenmiş ve bu gelişmenin ağırlıklı olarak nanolevhaların dislokasyonların ilerlemesinde bariyer vazifesi görmesine dayandırılmıştır. Monolitik alaşıma göre magnezyum matrisli kompozitlerinde görülen süneklikteki şaşırtıcı artış ise, grafen etkisiyle ötektik yapıdaki morfolojik değişim ile açıklanmıştır. Sonuçlar, grafen takviyeli yüksek performanslı metal matrisli nanokompozitlerin seri imalata uygun olarak sıvı fazda üretilme potansiyelini göstermesi açısından umut vericidir.

Anahtar Kelimeler: Grafen nanolevhalar, Metal matrisli kompozitler, Nanokompozitler, Alüminyum ve magnezyum alaşımları, Mikroyapı, Mekanik Özellikler



ABSTRACT

The aim of this project is to exhibit the producibility of light and high strength aluminum and magnesium matrix nanocomposites reinforced with graphene nanoplatelets. In order to fulfill this aim and maximize the mechanical properties, the effective and uniform distribution of graphene nanoplatelets in the liquid matrices is targeted for the suitability of mass production. For this, two different sized graphene nanoplatelets (50-100 nm thickness and 5 μm average diameter, 10-20 nm thickness and 14 μm average diameter) were incorporated into the widely used alloys in the industry, A360 aluminum and AZ91 magnesium alloys, respectively. It is challenging to homogeneously disperse nano-sized reinforcements into liquid metals due to their large surface area and high surface energy. The incorporation of graphene with extraordinary mechanical properties into the matrices was obtained by the tablet feeding mechanism partially including powder metallurgy under mechanical and ultrasonic mixing. The microstructural analyses performed on the fabricated composites with 0.25 and 0.5 wt.% graphene show that high intensity ultrasonic waves led to a relatively uniform dispersion of thicker nanoplatelets (50-100 nm thickness and 5 μm average diameter) into the matrix by preventing their agglomeration, and a good bonding between the matrix and graphene was obtained. The tensile tests showed that the addition of graphene nanoplatelets significantly increased the strength of alloys. The improvement in the strength was mainly attributed to that the nanoplatelets act as barriers to the dislocation motion. In comparison with the monolithic alloy, the surprising improved ductility seen in the magnesium matrix composites was attributed to the morphological alteration in the eutectics due to the graphene additions. The results are promising in terms of showing the potential of high performance graphene reinforced metal nanocomposites in liquid routes that is suitable for mass production.

Keywords: Graphene nanoplatelets, Metal matrix composites, Nanocomposites, Aluminum and magnesium alloys, Microstructure, Mechanical Properties



1. GİRİŞ

Ulaştırma sektörü dünyada toplam enerji tüketimi içinde yaklaşık %25'lik paya sahiptir ve CO₂ salınım oranları ile de en fazla çevre kirliliğine sebep olan sektörlerin başında gelmektedir. Otomotiv endüstrisi tarafından sınırlı olan enerji kaynaklarını korumak, CO₂ emisyonlarını azaltmak ve enerji verimliliğine katkıda bulunmak amacı ile bio-dizel, hidrojen ve elektrik gibi alternatif yakıtlar geliştirilmektedir. Ancak, bu teknolojilerin daha ileri gelişmelere ve tam anlamıyla sektördeki tüm araç kategorilerine adaptasyonu için uzun bir zamana ihtiyaç duyulduğu düşünülmektedir. Bunun yanı sıra, Avrupa Birliği ve Kyoto protokolünün de tavsiye ettiği araç ağırlıklarının azaltılması kısa vadede enerji verimliliğinin artırılmasına, CO₂ ve özellikle son yıllarda gündemde olan dizel motorlu araçlar için NO_x gibi doğaya zararlı gaz salınımlarının azaltılmasına yardımcı olmaktadır. Araç ağırlığında %10'luk bir azalmanın %6-7 arasında yakıt tasarrufu sağladığı bilinmektedir. Bu doğrultuda otomotiv endüstrisinin hafif malzemelere olan talebi her geçen gün artmaktadır.

Otomotiv endüstrisinde çokça kullanılan çelik gibi nispeten ağır malzemeler yerine alüminyum ve magnezyum gibi hafif metallerin kullanılması gündeme gelmiştir. Ancak, hafif metallerin ve alaşımlarının düşük mukavemet göstermesi endüstrideki kullanım alanlarını sınırlamaktadır. Bu nedenle ilk olarak hafif metallerin mukavemetinin dolayısıyla mukavemet/ağırlık oranının geliştirilmesi, SiC ve Al₂O₃ gibi mikron boyutlu sert seramik parçacık takviyesiyle gündeme gelmiştir. Bazı otomobil üreticileri de bir takım motor ve fren sistemi bileşenlerini bu tür parçacık takviyeli geleneksel metal matrisli kompozit (MMK) malzemelerden imal etmiştir. Örnek olarak, Toyota firmasının çelikten üretmiş olduğu biyeli SiC takviyeli alüminyumdan üreterek söz konusu parçanın ağırlığını yaklaşık %57 oranında düşürüp, yakıt ekonomisine %0.5-1 aralığında katkıda bulunduğu belirtilmiştir (Chawla ve Chawla, 2006). Hafif metal esaslı (matrisli) kompozitler yüksek mukavemet/ağırlık oranı ve aşınma direncine sahip iken, kullanılan matrise göre süneklikte ve kırılma tokluğunda ciddi azalmalar meydana gelmektedir. Konvansiyonel MMK'lerde takviye elemanı oranı genellikle ağırlıkça %5-20 arasındadır. Mikron boyutundaki seramik takviye elemanlarının nispi yüksek konsantrasyonu ve mekanik yükleme sırasında çatlak oluşumuna karşı yatkınlığı, MMK'lerdeki ana problem olan düşük sünekliğin nedeni olarak gösterilmektedir (Kawabe vd., 1999). Karşılaşılan bu süneklik problemi MMK teknolojisinde yeni gelişmelerin önünü açmıştır.

Nanoteknoloji alanındaki gelişmeler ultra küçük (nano) boyutlu partiküllerin üretilmesini mümkün hale getirmiştir. Bu gelişmeleri takiben ağırlıkça çok düşük miktarlarda (%0.5-2.0) ve ortalama çapı 100 nm'nin altındaki seramik veya diğer sert partiküllerin metal matrislere ilavesi

ile geleneksel MMK'lere göre sünekliliğin iyileştirilerek veya muhafaza edilerek mukavemetin önemli oranda artırılabilceği çeşitli deneysel çalışmalarda (Hassan ve Gupta, 2004, 2007; Yang vd., 2004; Mazahery vd., 2009; De Cicco vd., 2009a; Kandemir vd., 2014) gösterilmiştir. Bu tür malzemeler metal matrisli nanokompozitler (MMNK) olarak adlandırılmaktadır. Hafif metal ve alaşımlarının mukavemetlendirilmesinde seramik esaslı nanopartiküllerin dışında, üstün mekanik ve fiziksel özelliklerinden dolayı karbon nanotüpler de birçok çalışmada kendisine yer bulmuştur (Kwon vd., 2009; Bakshi vd., 2010). Karbon nanotüplerin MMNK'lerin mekanik özelliklerini önemli oranda geliştirmesine karşın, yüksek maliyet ve yapısal bir deformasyona uğramadan matris içinde homojen dağılımındaki zorluklar bu malzemelerin pratik uygulamalardaki kullanımlarını sınırlamaktadır (Neubauer vd., 2010).

Son yıllarda geliştirilen ve karbon atomlarının tek düzlemde dizilmesi ile elde edilen iki boyutlu malzeme olan grafen, benzersiz özelliklerinden dolayı bilim dünyasının büyük ilgisini çekmektedir. Grafen elde edilen en ince ve hafif malzeme olmasına karşın güçlü karbon bağları onu doğadaki en dayanıklı malzemelerden biri yapmaktadır. Çelikten yaklaşık 100 kat daha kuvvetli olan grafen üstün mekanik ve fiziksel özelliklere (elektrik ve ısı iletimi) sahiptir. Birkaç grafen tabakasından oluşan ve 100 nm'nin altında bir kalınlığa sahip grafen nanolevhalar (GNL) endüstriyel olarak üretilebilmektedir. Tek katmanlı grafene kıyasla GNL'ların üretilmesi ve proses edilmesi daha kolaydır. Ayrıca, GNL'lar karbon nanotüplere göre daha ucuz ve kararlı bir yapıya sahiptir. Tüm bu özelliklerinden dolayı GNL'lar, karbon nanotüpler ve seramik nanopartiküllere alternatif ideal takviye elemanı olarak daha mukavemetli ve çok fonksiyonlu kompozitlerin üretilmesinde kullanılabilirler. GNL takviyesi ile polimer esaslı matrislerin mekanik ve fiziksel özelliklerinin önemli oranda geliştirildiğini gösteren çok sayıda araştırma varken, grafen takviyeli MMNK'lerin üretimi üzerine sınırlı sayıda deneysel çalışma mevcuttur (Yan vd., 2014; Rashad vd., 2014).

GNL takviyeli MMNK'lerin üretilmesindeki temel teknik zorluk, diğer nano boyutlu takviye elemanları gibi büyük yüzey alanı ve sahip oldukları yüksek yüzey enerjileri nedeniyle GNL'ların matris içinde kümeleşerek homojen olarak dağıtılamamasıdır. Bu durumda kompozitte istenilen mekanik özellikler elde edilemeyebilir. Literatürde GNL içeren MMNK'lerin büyük çoğunluğu toz metalurjisi yöntemi ile üretilmiştir. Ancak, endüstride seri imalata uygunluk ve kompleks geometriye sahip komponentlerin ekonomik olarak üretilebilirlikleri açısından döküm yöntemine ihtiyaç duyulmaktadır. GNL'ların sıvı fazda metallerle takviyesinde grafenlerin kümeleşme eğiliminin yanında, eriyik ile düşük ıslanabilirlikleri ve karbonun sıvı metalle reaksiyona girerek ara yüzeyde mekanik özellikleri zayıflatabilecek (matris-takviye



elemanı tutunmasını engelleyebilecek) arafilm oluşturabilme potansiyeli de aşılması gereken teknik problemler olarak değerlendirilmektedir.

Dolayısıyla, bu projenin motivasyonu literatürde çok az sayıda bulunan sıvı fazda GNL takviyeli MMNK çalışmalarına yönelik katkıda bulunmaktır. Bu projede, hafif ve yüksek mekanik özelliklere sahip GNL takviyeli alüminyum ve magnezyum matrisli nanokompozitlerin üretilebilirliklerinin ortaya konulması, ve bu malzemelerin otomotiv endüstrisinde kullanımının önünü açacak deneysel çalışmaların yapılması amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda mekanik özelliklerin en üst seviyeye çıkartılması için GNL'ların metal matris içerisinde homojen ve etkili bir şekilde dağıtılması hedeflenmiştir. Bu hedefe, daha önce seramik nanopartiküllerin aglomerasyonunun önlenerek sıvı metallerde homojen olarak dağıtılmasında başarıyla kullanılan ve eriyik içinde yüksek yoğunlukta ultrasonik dalgaların elde edilmesi prensibine dayanan ultrasonik yöntem ile ulaşılmaya çalışılmıştır. Ayrıca, GNL takviyesinin endüstride en yaygın olarak kullanılan hafif metaller olan alüminyum ve magnezyum alaşımlarının mikroyapı ile mekanik özellikleri üzerine etkilerinin sırasıyla ileri elektron mikroskop teknikleri ve sertlik/çekme deneyleri vasıtasıyla incelenmesi de projenin amaçları kapsamındadır.

MMNK malzemeler literatürde raporlanan çalışmalar ve bilgimiz dahilinde henüz ticari olarak üretilmemişlerdir. Bu proje ile GNL takviyeli kompozitlerin küçük boyutlarda modellerinin üretilip performanslarının ölçülmesi ile otomotiv endüstrisi için seri olarak üretiminin önü açılabilir. Böylece motor komponentlerinden şaseye, karoserden janta kadar birçok otomotiv parçası yeni nesil hafif nanokompozit malzemeler ile üretilebilecek ve bu da enerji verimliliğini arttırarak ekonomiye ciddi manada katkı sağlayabilecektir. Bu malzemeler otomotiv sanayisinin yanı sıra hafiflik-mukavemet ilişkisinin kritik önem taşıdığı havacılık ve savunma sanayisinde de kullanılabilir. Grafen takviyeli MMNK'lerin potansiyel geniş kullanım alanları hem ekonomik hem de teknolojik açıdan bu projenin önemini ortaya koymaktadır.

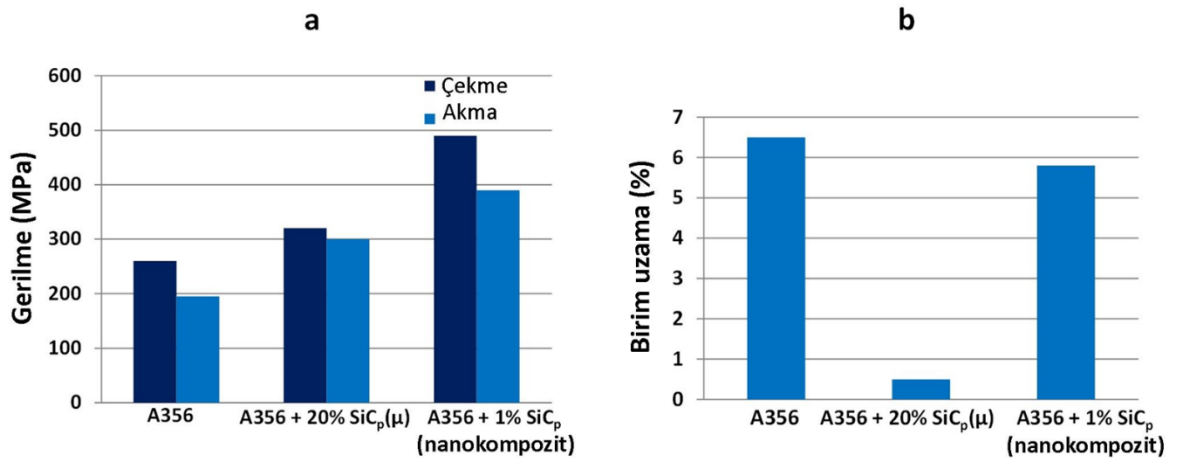
Projenin motivasyonu, amaç, hedef ve kapsamının açıklandığı bu kısa giriş bölümünü takiben proje sonuç raporu, sırasıyla Literatüre Özeti, Gereç ve Yöntem, Bulgular ve Tartışma, ve Sonuç bölümlerinden oluşmaktadır.

2. LİTERATÜR ÖZETİ

Bu bölümde genel olarak MMNK'ler, bu kompozitlerdeki mukavemetlendirme mekanizmaları ve üretim yöntemleri ile ilgili kısa bir literatür özeti verilmiştir. Daha sonrasında ise projenin konusu olan grafen ve grafen nanolevha takviyeli MMNK'ler ile ilgili daha önce yapılan ve raporlanan çalışmalara yer verilmiş ve bu çalışmaların sonuçları .

2.1. Metal Matrisli Nanokompozitler (MMNK)

MMNK'ler ana yapıyı metalin oluşturduğu ve nano boyutlu takviye elemanının nispeten ağırlıkça çok düşük miktarlarda (%0.5-2.0) kullanıldığı kompozit malzemelerdir. Bu malzemelerin ilk gelişimde takviye elemanı olarak genellikle seramik esaslı sert partiküllerin kullanıldığı görülmektedir. Bir önceki bölümde de belirtildiği gibi takviye elemanının mikron boyutta olduğu konvansiyonel MMK'lere göre çok düşük miktarlardaki nanopartikül ilavesinin monolitik malzemenin sünekliğini koruyarak mukavemetini matris ve takviye elemanı malzemesi, üretim metodu gibi parametrelere bağlı olarak %120 oranına kadar iyileştirebildiği gözlemlenmiştir (De Cicco vd., 2009b). Yang (2005) temsili olarak A356 alüminyum alaşımının (AlSi7Mg) ve bu alaşımın mikron ve nano boyutlu (~30 nm) SiC partikül takviyeli kompozitlerinin mukavemet ve süneklik değerlerini Şekil 1.1'de karşılaştırmıştır. Şekilden de görüleceği gibi nanopartikül takviyesi mikron boyutlu rakibine kıyasla alüminyum alaşımının sünekliğini korumaya çalışarak mukavemetini arttırmıştır (Burada üretim yöntemi ve nanopartikül özellikleri gibi faktörlerin mekanik özellikleri iyileştirmedeki etkisi göz önünde bulundurulmalıdır).



Şekil 2.1. A356 alüminyum alaşımı, ağırlıkça %20 SiC mikropartikül takviyeli A356 kompoziti ve ağırlıkça %1 SiC nanopartikül takviyeli A356 nanokompozitinin; (a) akma ve çekme gerilme, (b) birim uzama değerleri

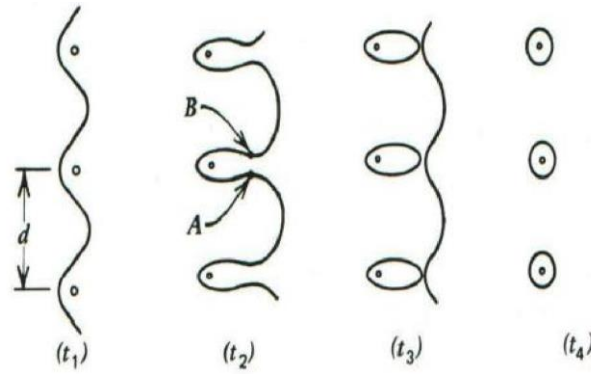
Nanopartiküllerin mikron boyutlu partiküllere göre metallerin mekanik özelliklerini ciddi oranda geliştirmesindeki rolü; nanopartiküller etrafında oluşan gerilim yoğunlaşması ile dislokasyonların ilerlemesine bariyer teşkil etmesi ile açıklanmaktadır (Bir sonraki bölümde MMNK'lerin tüm mukavemetlendirme mekanizmaları ayrıca irdelenecektir). MMNK'ler kendisini oluşturan matris ve takviye elemanı bileşenlerinin iyi özelliklerini kombine etmektedir. Bu özellikler, matrisin genellikle yüksek tokluk ve sünekliği, takviye elemanının ise yüksek mukavemeti ve elastisite modülüdür. Üretim metodunun yanında MMNK'lerin mekanik özelliklerini belirleyen birçok parametre vardır. Bunlar; takviye elemanı boyutu, konsantrasyonu ve yüzey özellikleri (herhangi bir ısıl işlem görüp görmediği), matris-takviye elemanı yapışma kalitesi/arayüzeyi ve takviye elemanının matris içinde dispersiyon oranıdır. Tjong (2007), Kandemir (2013), Casati ve Vedani (2014) detaylı olarak MMNK'ler ile ilgili bilgiler vermiştir. Literatürde incelenen çalışmalara göre genel kabul, partikül boyutu azaldıkça ve partikül konsantrasyonu arttıkça mukavemetin arttığı, ortalama ağırlıkça %2'den fazla partikül konsantrasyonunda ise sünekliğin dramatik şekilde düştüğüdür. Diğer hafif metallerden farklı olarak magnezyum matrisli nanokompozitlerde sünekliğin sadece korunmayıp geliştirilebileceği de raporlanmıştır (De Cicco vd., 2009a). Süneklikteki bu artış, nanopartiküllerin magnezyum alaşımlarına ilavesiyle intermetalik fazın modife edilmesi ile açıklanmaktadır. Böylece, magnezyum alaşımlarındaki nispeten büyük intermetalik yapılardan kaynaklanan gerilme yığılmaları nanopartikül etkili faz dönüşümleri ile önemli oranda azaltılabilir.

Bazen MMNK'ler, ısıl işlem yoluyla ve çökeltme sertleşmesi mekanizmasıyla mukavemetlendirilen alaşımlar ile karıştırılabilmektedir. Bunun sebebi iki malzeme grubunda da matristeki ikincil (takviye elemanı veya çökelti) elemanın dislokasyonların ilerlemesine engel teşkil ederek mukavemeti arttırmasıdır. Ancak, MMNK'lerde ikincil eleman dışarıdan ilave edilirken (ex-situ), çökeltme sertleşmesine tabi olan alaşımlarda ikincil yapı matris içinde ve proses sırasında (in-situ) şeklinde oluşturulmaktadır.

2.1.1. MMNK'lerde Mukavemetlendirme Mekanizmaları

Geleneksel MMK'ler ve MMNK'lerde dört temel mukavemetlendirme mekanizması mevcuttur. Bunlar; 1) partikül yük taşıması, 2) matris ile takviye elemanı arasındaki ısıl genişleme katsayısı arasındaki farklılık nedeniyle artan dislokasyon yoğunluğu, 3) Orowan ve 4) Hall-Petch (Tane sınırı) mukavemetlendirme mekanizmalarıdır. Nanopartiküllerin ultra-küçük boyutu nedeniyle MMNK'lerde partikül yük taşıması ve dislokasyon yoğunluğu mekanizmalarından ziyade Orowan ve Hall-Petch mukavemetlendirme mekanizmalarının daha fazla etkili olduğu vurgulanmıştır (Zhang ve Chen, 2006; Li vd., 2009).

Orowan mekanizması, ortalama 10-100 nm arasında çapa sahip ve matris içinde birbirine yakın olarak konumlanmış nanopartiküllerin dislokasyonların ilerlemesine karşı direnç göstermesi ile meydana gelmektedir. Bu mekanizmada herhangi bir partikülle karşılaşan dislokasyon partikülün arkasına doğru kavis yapmaktadır. Şekil 2.2'de gösterildiği gibi uygulanan gerilmenin artmasıyla A ve B noktalarında birleşmek suretiyle dislokasyon kavis yapmaya devam eder ve ana dislokasyon etkisini azaltarak arkasında partikül etrafında halkalanmış dislokasyon bırakır (Sakarya Üniversitesi, 2009). Oluşturulan bu ek gerilme alanları sonradan gelen dislokasyon hareketlerine bariyer görevi görmektedir.



Şekil 2.2. Orowan mekanizmasında partikül ve dislokasyon etkileşiminin şematik gösterimi

Orowan mekanizmasının dışında dislokasyonların çok küçük partikülleri keserek bypass etmesi de mümkün olabilir. Partikülleri kesmek için gereken gerilmenin Orowan mekanizması için gerekli olandan daha düşük olması sebebiyle, partikül çapı kritik seviyenin altında olduğunda partiküllerin dislokasyon tarafından kesilmesi daha olasıdır. Bu kritik çapın partikül malzemesine bağlı olarak 10 ile 100 nm arasında değişebileceği belirtilmiştir (Soboyejo, 2003). Dolayısıyla, bu değerlerin üstünde çapa sahip partiküller söz konusu olduğunda mukavemetlendirmeyi Orowan mekanizmasının domine edeceği söylenebilir.

Hall-Petch mukavemetlendirme mekanizması ise tane incelmelerinden kaynaklanmaktadır. Bu mekanizmadaki en yaygın kabul; dislokasyonların tane incilmesi sonucu artan tane sınırlarında yığılması ve bu tane sınırlarının sonraki dislokasyon hareketlerini engelleme görevi görmesidir. Ayrıca, MMNK'lerin sıvı fazda üretimi söz konusu olduğunda nanopartiküllerin matrisin katılaşması sırasında çekirdeklenme etkisi yaparak mikroyapıda tane küçültmesi meydana getirdiği gösterilmiştir (Wang vd., 2010;). Bu bağlamda, bir sonraki bölümde MMNK'lerin üretim yöntemleri detaylı olarak irdelenmektedir.

2.1.2. MMNK'ler için Üretim Yöntemleri

MMNK malzemelerin üretilmesindeki temel zorluk, nano boyutlu takviye elemanlarının büyük yüzey alanı ve sahip oldukları yüksek yüzey enerjileri nedeniyle matris içinde kümeleşerek ve topaklaşarak (aglomere olarak) homojen olarak dağıtılamamasıdır. Bu durumda kompozitte arzulanan özellikler elde emeyebilir. Dolayısıyla, MMNK'lerin üretilmesi için geliştirilen mevcut yöntemlerin tamamında takviye elemanının matris içersinde homojen olarak dağılımına odaklanılmıştır. Genel kabul gören yaklaşım ise yoğun yüzey veya kayma gerilimi uygulayarak nanopartiküllerin dispersiyonunu sağlamaktır. Bu üretim yöntemleri, temel olarak matrisin faz haline göre üç gruba ayrılabilir. Bunlar; sıvı, yarı-katı ve katı faz üretim yöntemleridir.

Sıvı fazdaki üretim yöntemlerinde nanopartikülleri matris içinde homojen olarak dağıtmak diğer yöntemlere göre nispeten zordur. Bunun sebebi de nanopartiküllerin sıvı metal içersinde düşük ıslanabilme ve yoğunlukları sıvı metalden yüksek olsa bile sıvı metal üzerinde yüzme, batmama özelliğidir (Yang vd., 2004). Ayrıca, sıvı metal ile nanopartiküller arasında potansiyel kimyasal reaksiyon oluşumu da aşılması gereken diğer teknik bir problemdir. Örnek olarak, SiC nanopartikülleri ile sıvı alüminyumun reaksiyona girerek ara yüzeyde mekanik özellikleri zayıflatabilecek ve gevrek yapıya sahip Al_4C_3 filmi oluşturması verilebilir. Vorteks yönteminin, yaygın olarak bilinen adıyla mekanik karıştırmanın yeterli enerjiyi sağlayamayıp nanopartiküllerin sıvı metal içinde aglomerasyonunu engelleyemediği bilinmektedir. Bu nedenle, sıvı faz esaslı üretim yöntemlerinde en çok ultrasonik yöntem kullanılmıştır. Bu yöntem, yüksek yoğunlukta ultrasonik dalgaların nanopartiküllerin sıvı metal içinde homojen olarak dağıtılmasında kullanılması prensibine dayanmaktadır. Seçimli lazer ergitme, parçalanmış eriyik biriktirme (Disintegrated Melt Deposition) ve in-situ gibi diğer sıvı faz esaslı üretim yöntemleri ise Casati ve Vedani (2014)'nin tarama yayınında ayrıntılı olarak ele alınmıştır. Ancak, bu yöntemlerin sıvı faz esaslı MMNK üretim yöntemleri içinde endüstriyel olarak adaptasyonunun zor olacağı değerlendirilmektedir.

Yarı-katı faz esaslı yöntemler ise nanopartiküllerin mekanik karıştırma altında "mushy zone" diye tabir edilen ve viskozitenin yüksek olduğu yarı-katı metal matrise ilave edilmesi prensibine dayanır (El-Kady vd., 2011). Buradaki temel fayda; takviye elemanının sıvı metalde olduğu gibi matris yüzeyine çıkmasının ve kolayca aglomere olmasının önüne geçilmesidir. Zira, yarı-katı metal nanopartikülleri içeri hapsedebilir. Ancak, bu yöntemde de çoğu zaman nanopartiküllerin matris içinde homojen dağılımı için yüksek enerjili ekstrüzyon gibi proseslere ihtiyaç duyulmaktadır (Nie vd., 2012). Bazen de takviye elemanları, mekanik ya da ultrasonik karıştırma altında sıvı fazda metale ilave edilebilir ve oluşturulan MMNK'in sıcaklığı

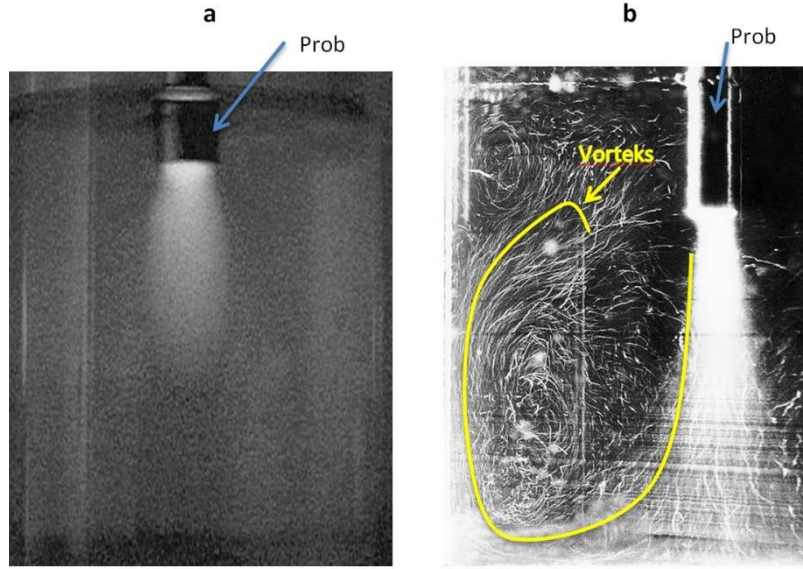
düşürülerek yarı-katı halde dökümü (rheocasting) gerçekleştirilebilir. Bu prosesler de literatürde kimi zaman yarı-katı fazda üretim yöntemleri grubunda değerlendirilmektedir.

Son olarak, katı faz üretim yöntemlerinde ise en çok kullanılan yaklaşım toz metalurjisidir. Bu yaklaşım; nanopartiküllerin ve toz halindeki matrisin mekanik alaşımlama ile yüksek enerjili bilyalı değirmende öğütülmesi prensibine dayanmaktadır. Mekanik alaşımlama sonrasında kompozit tozları preslenerek ve sinterlenerek yarı mamül ya da mamül oluşturulmaktadır. Bu yöntemin en büyük avantajı; nanopartikül aglomerasyonlarının bilyalar ile kırılarak matris tozları içinde homojen olarak dağılımına olan katkısıdır (El-Eskandarany, 1998). Ancak, MMNK'lerin üretim maliyetlerini arttıran yüksek enerji tüketimi ve öğütme zamanı bu yöntemin başlıca dezavantajları olarak göze çarpmaktadır. Giriş bölümünde de belirtildiği üzere nano-boyutlu takviye elemanlarının ultrasonik yöntem ile sıvı metal içinde dağılımı, düşük maliyetle karmaşık şekle sahip MMNK komponentlerin üretilmesi adına önemli potansiyele sahiptir. Bu nedenlerle ve proje kapsamında nanokompozitlerin üretilmesinde ultrasonik yöntem kullanıldığı için ultrasonik proses tekniği bir sonraki bölümde özel olarak ele alınmaktadır.

2.1.3. Ultrasonik Proses Tekniği

Ultrasonik enerjinin mekanik etkisi yüksek yoğunluktaki ultrasonik dalgaların yayılımı ile oluşan titreşim hareketinden kaynaklanmaktadır. Bu mekanik etki sıvıların proses edilmesinde kullanılmaktadır. Sıvıların ultrasonik prosesinde iki önemli olay meydana gelmektedir. Bunlar akustik kavitasyon ve akustik akımdır. Sıvı içinde yüksek yoğunluklu ultrasonik dalgaların yayılımı sırasında basınç değişikliklerinden dolayı titreşen boşluk veya baloncuklar oluşur bu da ultrasonik kavitasyona yol açar. Çok kısa sürede baloncuklar büyür ve aniden patlayarak şok dalgaları ile kısa süreli mikro sıcak noktalar oluşturur. Bu noktalarda sıcaklığın 5000 K, basıncın 1000 atm, ısıtma ve soğutma oranlarının 10^{10} K/s değerlerine çıkabileceği belirtilmiştir (Suslick vd., 1999). Ayrıca, rijit sınır bölgelerinde (sıvı içindeki ultrasonik prob buna örnek olarak verilebilir) kavitasyon nedeniyle asimetrik baloncukların patlaması sonucu 'mikrojetler' oluşabilmektedir (Suslick, 2001). Akustik akım ise akustik dalgaların sıvıda geçişi sırasında ultrasonik enerjinin emilmesi sonucu oluşan düzenli akış olarak tanımlanabilir. Dahlem vd. (1999) çeşitli teknikler kullanarak yüksek ultrasonik enerjinin akustik kavitasyon ve akımı oluşturmasını Şekil 2.3'de gösterildiği gibi görüntülemişlerdir. Şekil 2.3a'da görüldüğü gibi hemen ultrasonik probun altında açık renkli bir alan oluşmuştur. Baloncuk kümelerinin yoğunlaştığı bu kavitasyon bölgesi akustik yoğunluk ve basıncın en üst değerlere ulaştığı yerdir. Kumar vd. (2006) bu bölgenin uygulamanın yapıldığı sıvı hacminin yaklaşık olarak %2' sine denk geldiğini ve ultrasonik enerjinin büyük bir bölümünün (ortalama türbülans kinetik enerjisinin %85'i) bu küçük alanda dağıldığını belirtmektedir. Şekil 2.3b'de ise iki zıt yönlü

vorteksten oluşan akustik akımın tek vorteksi görülmektedir. Ultrasonik probun ucundan yayılan sıvı jet gibi davranabilen akustik akım proses edilen sıvının büyük kısmında etkisini gösterebilmektedir.



Şekil 2.3. (a) Kavitasyon bölgesinin ve (b) akustik akımın görüntülenmesi (Dahlem vd., 1999)

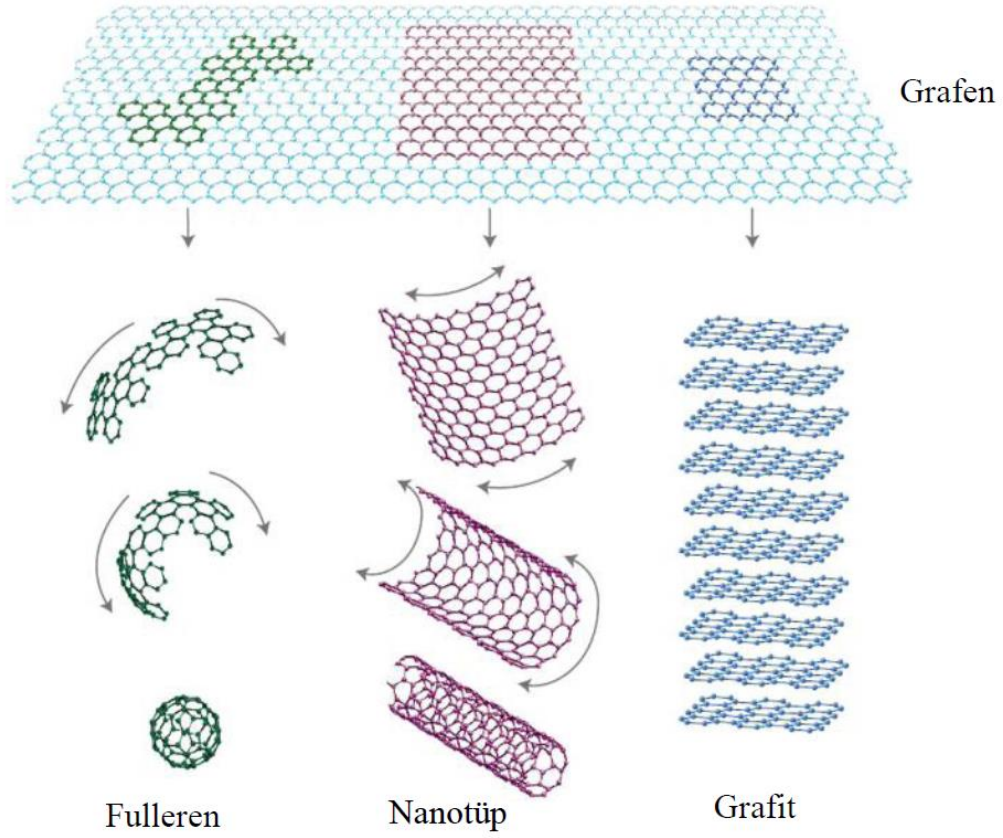
Sıvı/yarı-katı metallerin rafinasyon işlemi ile üniform mikro-yapı elde edilmesi amacıyla ultrasonik yöntemin kullanımı ilk olarak Eskin (1998,2001)'in eserlerinde raporlanmıştır. Söz konusu çalışmalarda belli bir eşik değerinin üzerinde sıvı metale verilen ultrasonik güç ile küresel, homojen ve dentritik olmayan bir mikro-yapının elde edilebileceği gösterilmiştir. Ayrıca bu işlemin tane inceltme ve gaz gidermedeki etkisi de ortaya konulmuştur. Nanopartiküllerin sıvı metal içinde ultrasonik yöntemle dağıtılması ise Yang vd. (2004) tarafından geliştirilmiştir. Şekil 2.4'de resmedildiği gibi kavitasyon baloncuklarının eşik bir büyüklükten sonra patlaması ile oluşan mikro sıcak noktaların nanopartikül kümelerini ayırabileceği ve akustik akımın da nanopartiküllerin tüm matris boyunca dağılımını sağlayabileceği belirtilmiştir (Lan vd., 2004; Li vd., 2004).

MMNK'lerin üretilmesindeki en kritik etmen nano boyutlu takviye elemanlarının matrise nasıl ilave edildiği, yani partikül besleme mekanizmasıdır (Kandemir vd., 2013). Partikül beslemedeki temel yaklaşım; takviye elemanlarının ultrasonik enerji yoğunluğunun en fazla olduğu probun hemen altından (kavitasyon bölgesi) beslenmesidir. Böylece nanolevhaların eriyik yüzeyinde toplanması engellenerek matris içine geçişi ve homojen dağıtımı başarılabilir. Ancak, bu yaklaşım her zaman iyi sonuç vermeyebilir, zira nanopartiküllerin tam kavitasyon bölgesi civarında beslendiğinden emin olmak çok zordur. Bu durumda farklı iki yaklaşım ön

plana çıkmaktadır. Bunların ilki; nanopartiküllerin yarı-katı matris içine bir mekanik mikser ile katılması ve ardından sıvı halde matrise ultrasonik titreşim uygulanmasıdır. Bu mekanizmanın en önemli avantajı; viskozitesi sıvı matristen yüksek olan yarı-katı haldeki matris içinde beslemenin yapılmasıdır. Böylelikle nanopartiküllerin matris üzerinde yüzmesi engellenerek matrise geçişi sağlanabilir. Daha önceki çalışmalarda (Nie vd., 2011; Chen vd., 2013) seramik nanopartiküllerin matris içinde homojen dağılımına yardımcı olan bu mekanizma ile matrise kısa zamanda ve daha yüksek oranda takviye elemanı katılabileceği gösterilmiştir. İkinci yaklaşım ise tablet (pellet) besleme mekanizmasıdır. Bu yaklaşımda nanopartiküller üretimi yapılacak matris malzemesinin tozları ile birlikte karıştırılmakta ve bu karışım preslenerek tabletler oluşturulmaktadır. Üretilen tabletler ultrasonik probun altında matris yüzeyinden sıvı metal içerisine doğru beslenmektedir. Buradaki amaç; takviye elemanının matris tozu eridikçe ıslanarak probun altından azar azar sıvı metale geçişinin ve katılma ile birlikte matris içine homojen olarak dağıtımının sağlanmasıdır (Kandemir vd., 2014).

2.2. Grafen Takviyeli Metal Matrisli Nanokompozitler

Hafif ve yüksek mukavemetli MMNK malzemelerin tasarımı için her zaman aynı şekilde hafif ve yüksek mukavemetli takviye elemanlarına ihtiyaç duyulmaktadır. Bu doğrultuda seramik, karbon ve diğer sert partikül, kısa ve uzun fiberler çokça kullanılmaktadır. Bu takviye elemanlarından grafit, karbon fiber, karbon nanotüp ve grafen gibi karbon esaslı malzemeler üstün fiziksel özelliklerinden dolayı öne çıkmaktadır. Karbon esaslı takviye elemanlarından ise grafene özel önem atfedilmektedir, zira grafenin dünyada geliştirilen en güçlü malzeme olduğu düşünülmektedir (Hu vd., 2016). Karbon atomlarının altıgen yapıda dizilmesiyle elde edilen tek tabakalı malzeme olan grafen, Geim ve Novoselov (2007) tarafından geliştirilmiştir. Grafen, karbon nanotüp ve fullerenden farklı olup elde edilen en ince ve hafif malzeme olmasına karşın karbon atomlarının iki boyutlu yapıda dizilmiş formu nedeniyle eşsiz fiziksel özelliklere sahiptir (Şekil 2.4). Grafen yaklaşık olarak 1 TPa gibi çok yüksek elastisite modülü, 125 GPa gibi yüksek kırılma mukavemeti ve $5000 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ gibi uç bir ısı iletkenliğe sahiptir (Lee vd., 2008; Balandin vd., 2008). Ayrıca, tek tabakalı grafenin diğer mekanik ve fiziksel özellikleri Tablo 2.1'de gösterilmektedir. Çelikten yaklaşık 100 kat daha kuvvetli olan grafen üstün mekanik ve fiziksel özellikleri (elektrik ve ısı iletimi) nedeniyle gelecek vaat eden takviye elemanı olarak kompozitlerin mekanik, elektrik ve termal özelliklerinin geliştirilmesinde kullanılmaya başlanmıştır. Bu nedenle grafen geleceğin teknolojisi olarak adlandırılmaktadır.

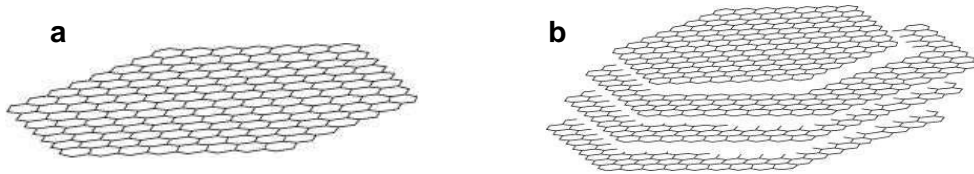


Şekil 2.4. Karbon esaslı malzemeler (Randviir vd., 2014)

Tablo 2.1. Tek tabakalı grafenin önemli fiziksel ve mekanik özellikleri (Kumar ve Xavior, 2014; Şenel vd., 2015)

Özellik	
Hibrit şekli	sp^2
Kristal yapı	Hegzagonal
Kütleli (bulk) yoğunluk ($g\ cm^{-3}$)	~ 0.3
Gerçek yoğunluk ($g\ cm^{-3}$)	2.25
Kalınlık (nm)	1-2
Spesifik yüzey alanı ($m^2\ g^{-1}$)	2630
Termal iletkenlik ($W\ m^{-1}K^{-1}$)	5300
Elektron mobilitesi ($cm^2\ V^{-1}s^{-1}$)	1500
Elastisite modülü (TPa)	~ 1
Çekme mukavemeti (GPa)	130

Şekil 2.5’de şematik resmi verilen, birkaç grafen tabakasından oluşan ve 100 nm’nin altında bir kalınlığa sahip GNL’lar endüstriyel olarak üretilebilmektedir. Tek tabakalı grafene kıyasla GNL’ların üretilmesi ve işlenmesi daha kolaydır. Ayrıca, GNL’lar karbon nanotüplere kıyasla daha ucuz ve kararlı bir yapıya sahiptir. Tüm bu özelliklerinden dolayı GNL’lar karbon nanotüpler ve seramik nanopartiküllere alternatif ideal takviye elemanı olarak kompozit teknolojilerinde kullanılabilirler. Literatürde GNL takviyesi ile polimer esaslı matrislerin mekanik ve fiziksel (elektrik ve ısı iletkenliği) özelliklerinin önemli oranda geliştirildiğini gösteren çok sayıda çalışma mevcuttur (Kuilla vd., 2010; Potts vd., 2011). Ancak, grafen takviyeli MMNK’lerin üretimi üzerine literatürde sınırlı sayıda deneysel çalışma vardır. GNL’ların metal matrisleri içinde homojen bir şekilde dağıtımını ile ultra mekanik özelliklere sahip nanokompozitlerin elde edilmesi teorik olarak beklenebilir ama diğer nano boyutlu takviye elemanları gibi GNL’ların da büyük yüzey alanı ve sahip oldukları yüksek yüzey enerjileri nedeniyle metal içerisinde homojen dağılımı aşırı derecede zordur. Bu nedenle GNL’ların metal matris içinde etkin ve homojen dağılımını sağlayabilecek alışılmışın dışında orijinal metotlara ihtiyaç vardır. Örneğin, GNL’ların matris içinde homojen dağılımı mekanik karıştırma ile mümkün gözükmemektedir, zira mekanik mikser ile verilen enerji nanolevhaların yüzey enerjisinin dolayısıyla onları dağıtmak için gerekli olan enerjinin çok altındadır.



Şekil 2.5. (a) Grafen ve (b) GNL'ların şematik resimleri

GNL’lar şimdiye kadar bakır (Hwang vd., 2013; Chu ve Jia, 2014; Li vd., 2014a), alüminyum (Bartolucci vd., 2011; Wang vd., 2012) ve magnezyum (Chen vd., 2012) gibi metal matrislerin takviyesinde kullanılmıştır. Bu projenin konusu; GNL’ların endüstride en yaygın olarak kullanılan hafif metaller olan alüminyum ve magnezyumun alaşımlarına takviye edilmesidir. Dolayısıyla, bu proje seçilen metal matris malzemeleri ile sınırlandırılmıştır. Bu nedenle, literatürde çok sayıda olmayan grafen takviyeli alüminyum ve magnezyum matrisli nanokompozitler takip eden bölümlerde müstakil olarak detaylı ele alınmaktadır. Bir önceki bölümde seramik nanopartikül takviyeli MMNK’lerin mukavemet mekanizmalarından bahsedildiği ve GNL takviyeli MMNK’lerin de aynı temel mekanizmalara sahip olması nedeniyle bu husus bu bölümde ayrıca ele alınmamıştır.

2.2.1. Grafen Takviyeli Alüminyum Matrisli Nanokompozitler

Literatürde raporlanan çalışmalara göre bakır matrisli nanokompozitler gibi GNL takviyeli alüminyum matrisli nanokompozitlerin de büyük çoğunluğunun üretimi toz metalurjisi ile gerçekleştirilmiştir. Yapılan bu çalışmalar Şenel vd. (2015) ve Chen vd. (2018)' ninki gibi tarama makalelerinde detaylı olarak incelenmiştir ve sonuçları Tablo 2.2'de özet halinde sunulmaktadır. Bartolucci vd. (2011)' nin haricindeki çalışmalarda kompozit sertliği ve mukavemeti açısından pozitif sonuçlar elde edilmiştir. Bartolucci vd. (2011)' nin araştırmasında ağırlıkça % 0.1 GNL takviyesinin mekanik özellikleri düşürmesinin nedeninin grafenin (karbon) alüminyum ile reaksiyonu sonucu Al_4C_3 arafazının oluşması ve bu tabakanın da matris-takviye elemanı yapışmasını zayıflatması olduğu öne sürülmüştür. Bu argümanın tam anlamıyla doğrulamak için matris-nanolevha yapışmasını gösteren yüksek çözünürlüklü TEM (Geçirimli Elektron Mikroskobu) resim ve analizlerine ihtiyaç vardır. Aynı zamanda söz konusu araştırmada GNL'ların numunenin farklı lokasyonlarında homojen veya kısmi homojen olarak dağıtıldığını gösteren mikroskop resimleri gibi veriler ortaya konulmamıştır. Dolayla, ağırlıkça % 0.1 nanolevha konsantrasyonu çok düşük bir orandır ve tüm nanolevhalar bir veya belirli noktalarda yoğunlaşmış ve bu da mekanik özellikleri kötüleştirilmiş olabilir.

Tablo 2.2. GNL takviyeli alüminyum matrisli kompozitler üzerine literatürde raporlanan çalışmaları ve bu çalışmalarda elde edilen mekanik özellikler

Matris-GNL kombinasyonu (Ağırlıkça %)	Üretim Metodu	Sertlik (HV)	Maksimum Çekme Mukavemeti (MPa)	Kaynak
Al/%0.1 GNL	Toz metalurjisi, sıcak izostatik pres ve ekstrüzyon	Al/%0 GNL: 96 Al/%0.1 GNL: 84	Al/%0 GNL: 330 Al/%0.1 GNL: 260	Bartolucci vd. (2011)
Al/%0.3 GNL	Toz metalurjisi ve sıcak ekstrüzyon	-	Al/%0 GNL: 154 Al/%0.3 GNL: 249	Wang vd. (2012)
Al/%1 GNL + Bakır tozu	Sıvı fazda mekanik karıştırma	~%40 artış	-	Guan vd. (2012)
Al6061/%1 GNL	Toz metalurjisi ve mekanik alaşımlama	-	Al6061/%0 GNL: ~375 Al6061/%1 GNL: ~780	Bastwros vd. (2014)
Al/%0.15 GNL Al/%0.5 GNL	Toz metalurjisi, sıcak izostatik pres ve sıcak ekstrüzyon	-	Al/%0 GNL: 373 Al/%0.15 GNL: 400 Al/%0.5 GNL: 467	Yan vd. (2014)
Al/%0.25 GNL Al/%0.5 GNL Al/%1 GNL	Toz metalurjisi	Al/%0 GNL: 40 Al/%0.25 GNL: 73 Al/%0.5 GNL: 85 Al/%1 GNL: 94	-	Pérez-Bustamante vd. (2014)
Al/%0.3 GNL	Toz metalurjisi ve sıcak ekstrüzyon	Al/%0 GNL: 76 Al/%0.3 GNL: 85	Al/%0 GNL: 252 Al/%0.3 GNL: 280	Rashad vd. (2014)
Al/%0.5 GNL Al/%1 GNL Al/%1.5 GNL Al/%2 GNL	Toz metalurjisi	-	Al/%0 GNL: 150 Al/%0.5 GNL: 165 Al/%1 GNL: 250 Al/%1.5 GNL: 212 Al/%2 GNL: 160	Li vd. (2015)

Wang vd. (2012)'nin çalışmasında ağırlıkça % 0.3 GNL'lar ile alüminyumun mukavemetinin ilk defa önemli oranda (takviyesiz matrise göre çekme dayanımında % 62 artış olmuştur) arttırılabileceği gösterilmiştir. Bununla birlikte, söz konusu çalışmada da nanolevhaların matrisin farklı lokasyonlarında homojen veya kısmi homojen olarak dağıtıldığını gösteren veriler yoktur ve mukavemet artışının GNL'ların potansiyellerinin altında oldukları düşünülmektedir. Bu potansiyele ulaşılamamasını nanolevhaların boyutu ve matristeki oryantasyonu, seçilen üretim metodu, proses parametreleri, matris-nanolevha arası olası reaksiyonlar ve zayıf yapışmanın etkilemiş olabileceği düşünülmektedir. Ayrıca, vurgulanan bu etmenler Tablo 2.2'de verilen ilgili çalışmalar için (Aynı matris ve GNL konsantrasyonu) elde edilen farklı sertlik ve çekme mukavemeti değerlerini açıklamaktadır. Literatür araştırmasında görüldüğü üzere GNL takviye alüminyum esaslı kompozitlerin sıvı fazda üretimi ve karakterizasyonu üzerine detaylı bir çalışma bilginiz dahilinde henüz raporlanmamıştır.

Genel olarak kompozitteki GNL miktarı arttıkça sertliğin ve mukavemetin de orantılı olarak arttığı söylenebilir. Ancak, ağırlıkça %0.5 GNL içeriğinden sonra sertlik artışında azalma, mukavemet ve süneklikte ise ciddi düşüş genel trend olarak göze çarpmaktadır. Mekanik özelliklerdeki bu gerileme, artan takviye elemanı oranına bağlı olarak GNL'ların daha çok topaklaşmasına (Bu GNL öbekleri mekanik yük altında çatlak oluşumuna ve ilerlemesine karşı en zayıf bölgelerdir.) ve matris-GNL arası yük transferinde daha yoğun gevrek Al_4C_3 arafazının ortaya çıkma olasılığına yorulmaktadır. Bundan dolayı yapılan çalışmalarda maksimum mekanik özelliklerin elde edilmesi için genel eğilim; metallerin daha ziyade ağırlıkça %0.25-0.50 aralığında GNL'lar ile takviye edilmesi olmuştur.

2.2.2. Grafen Takviyeli Magnezyum Matrisli Nanokompozitler

Literatürde ilk magnezyum/GNL nanokompozitinin üretimi Chen vd. (2012)'nin çalışmasında raporlanmıştır. Bu çalışmada toz metalürjisinden farklı olarak nanolevhalar sıvı magnezyum içinde ultrasonik yöntemle dağıtılmaya çalışılmıştır. İstenilen homojen dağılım gerçekleşmediği için dökümü gerçekleşen kompozit katı halde sürtünme karıştırma prosesine tabi tutulmuştur. Bu çalışmada çekme deneyi sonuçlarına yer verilmediği için nanolevhaların homojen olarak matris içinde ne kadar dağılıp dağılmadığına bağlı olarak mekanik özelliklerin değişimi ile ilgili net yorum yapılamamaktadır. Bununla birlikte, TEM mikroskop resimleri ile magnezyum ve GNL arasında iyi bir yapışmanın elde edilebileceği gösterilmiştir. Söz konusu çalışma ve literatürdeki diğer ilgili araştırmaların sonuçları özet halinde Tablo 2.3'de sunulmaktadır. Yapılan tüm çalışmalara bakıldığında magnezyum matrisli bu tür nanokompozitlerin ya toz metalurjisi ya da sıvı faz metodları ile üretildikleri görülmektedir. Ancak, her iki metodun yanında, GNL'ların matris içinde etkin dağılımı ve mekanik özelliklerin artması için sürtünme

karıştırması ve ekstrüzyon gibi ikincil proseslere başvurulmuştur. Genel olarak GNL oranı arttıkça magnezyumun sertlik ve mukavemetinin de arttığı gözlemlenmektedir. Özellikle son yıllarda raporlanan çalışmalarda mukavemette kayda değer bir gelişmenin elde edildiği dikkat çekmektedir (Xiang vd., 2017). Bu da GNL'ların magnezyum ve alaşımlarının mukavemetlendirilmesinde takviye elemanı olarak kullanılma potansiyelini ortaya koymaktadır.

Tablo 2.3. GNL takviyeli magnezyum matrisli kompozitler üzerine literatürde raporlanan çalışmalar ve bu çalışmalarda elde edilen mekanik özellikler

Mg Matris-GNL kombinasyonu (Ağırlıkça %)	Üretim Metodu	Sertlik (HV)	Maksimum Çekme Mukavemeti (MPa)	Kaynak
Mg/%1.3 GNL	Sıvı fazda ultrasonik karıştırma ve katı halde sürtünme karıştırması	~%78 artış	-	Chen vd. (2012)
Mg/%10Ti/%0.18 GNL	Toz metalurjisi ve sıcak ekstrüzyon	-	Mg/%10Ti: 212 Mg/%10Ti/%0.18 GNL: 230	Rashad vd. (2013)
Mg/%0.3 GNL	Toz metalurjisi ve sıcak ekstrüzyon	Mg/%0 GNL: 57 Mg/%0.3 GNL: 68	Mg/%0 GNL: 219 Mg/%0.3 GNL: 238	Rashad vd. (2015a)
Mg/%1Al/%0.09 GNL Mg/%1Al/%0.18 GNL Mg/%1Al/%0.3 GNL	Toz metalurjisi ve sıcak ekstrüzyon	Mg/%0 GNL: 41 Mg/%1Al/%0.09 GNL: 48 Mg/%1Al/%0.18 GNL: 51 Mg/%1Al/%0.3 GNL: 55	Mg/%0 GNL: 186 Mg/%1Al/%0.09 GNL: 206 Mg/%1Al/%0.18 GNL: 223 Mg/%1Al/%0.3 GNL: 246	Rashad vd. (2015b)
Mg/%6Zn/%0.5 GNL Mg/%6Zn/%1.5 GNL	Sıvı fazda mekanik karıştırma ve sıcak ekstrüzyon	Mg/%6Zn: ~58 Mg/%6Zn/%0.5 GNL: ~68 Mg/%6Zn/%1.5 GNL: ~73	Mg/%6Zn: 276 Mg/%6Zn/%0.5 GNL: 295 Mg/%6Zn/%1.5 GNL: 313	Rashad vd. (2016a)
AZ31/%1.5 GNL AZ31/%3 GNL (AZ31 alaşımı: Mg-3Al-1Zn)	Sıvı fazda mekanik karıştırma ve sıcak ekstrüzyon	AZ31/%0 GNL: ~56 AZ31/%1.5 GNL: ~61 AZ31/%3 GNL: ~65	AZ31/%0 GNL: 267 AZ31/%1.5 GNL: 284 AZ31/%3 GNL: 299	Rashad vd. (2016b)
Mg/%0.1 GNL Mg/%0.25 GNL	Ayrılmış eriyik deposyonu (Disintegrated melt deposition, DMD*) ve sıcak ekstrüzyon	-	Mg/%0 GNL: 163 Mg/%0.1 GNL: 176 Mg/%0.25 GNL: 202	Xiang vd. (2017)

* DMD metodu sprey prosesi ile konvansiyonel dökümün avantajlarının kombine eden bir dinamik katılma prosesidir.

GNL takviye alüminyum matrisli kompozitlerin genelinde matrisin sünekliginde azalma, çok az bir kısmında ise süneklkte gelişme gözlenmiştir. Oysa, GNL takviyesi magnezyum esaslı matrislerde mukavemet ile birlikte çoğunlukla süneklık artışına da neden olmaktadır.



Süneklikteki bu gelişme, saf/yalın magnezyum matrisinin sınırlı sayıdaki kayma sisteminden dolayı gevrek ve kompozitlere göre daha gözenekli yapıda olması ile açıklanmaktadır (Rashad vd., 2013; 2015b; Hu vd., 2016).

Özetle, literatürde bulunan çalışmalar GNL takviyeli MMNK'lerin geliştirilmesine öncülük etmişlerdir. Fakat, GNL'ların metal içinde homojen olarak dağıtılmasına ve bunun da açıkça oluşturulan numunenin farklı noktalarından alınan mikroskobik görüntüler ile ortaya konulması gerekliliği literatürde doldurulması gereken bir boşluk olduğu düşünülmektedir. Ayrıca GNL/alüminyum kompozitlerinin sıvı fazda üretilebilirlikleri ile bu üretim yönteminde matris-nanolevha yapışmasının detaylı olarak incelenmesine ihtiyaç vardır. Bununla birlikte, GNL'ların ultrasonik yöntem ile sıvı magnezyum içinde etkin ve homojen dağıtılması için üretim parametrelerinin optimizasyonunun gerekli olduğu düşünülmektedir. Söz konusu malzemeler için nanolevhaların mekanik özellikler üzerindeki etkisi de detaylı olarak tartışılmalıdır. Bahsi geçen boşlukları doldurmaya yönelik bu proje kapsamında yapılan çalışmalar ile geleceğin teknolojisi olarak adlandırılan grafenin MMNK'lerde takviye elemanı olarak tüm potansiyelinin ortaya konulması amaçlanmıştır.

3. GEREÇ VE YÖNTEM

3.1. Materyal

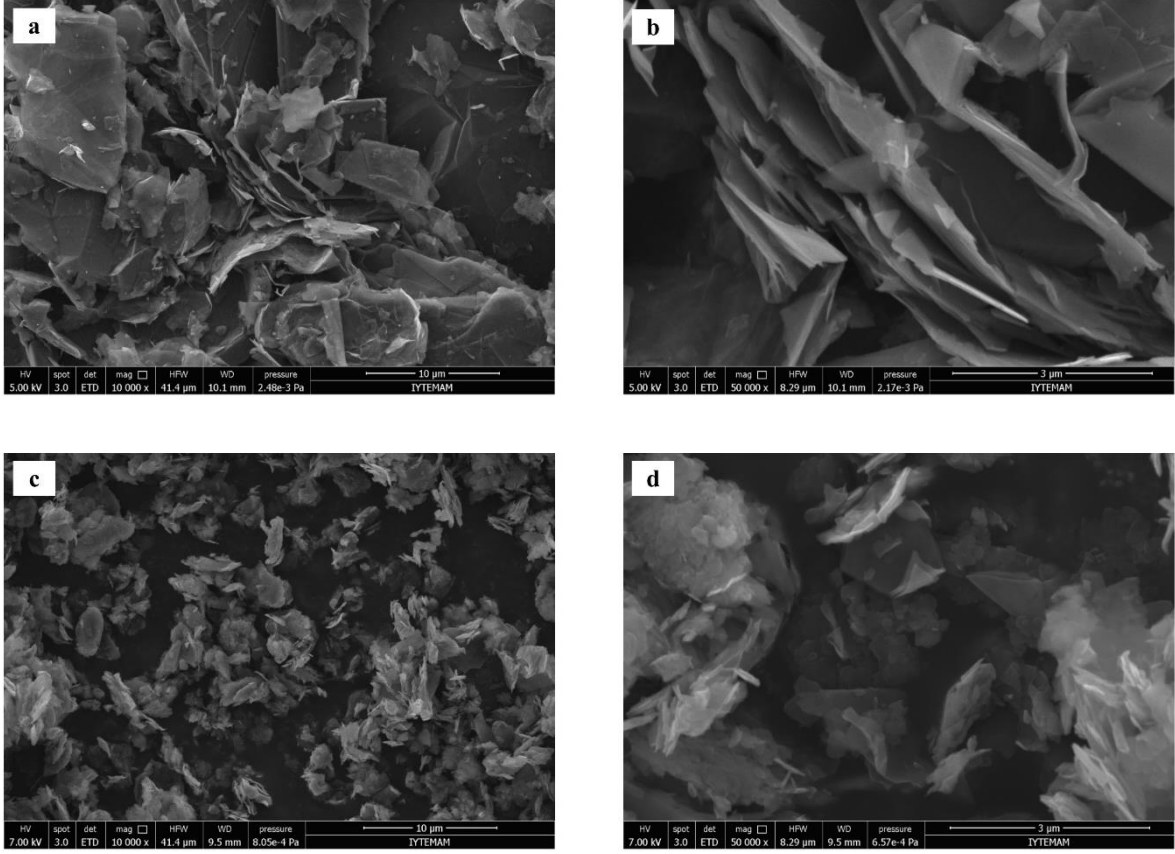
Proje kapsamında GNL takviyeli MMNK üretimi için matris malzemesi olarak A360 alüminyum ve AZ91 magnezyum alaşımları seçilmiştir. Külçe olarak temin edilen söz konusu alaşımların, üreticileri tarafından sunulan spektroskopi raporlarına göre kimyasal bileşimleri Tablo 3.1'de verilmiştir. Bu alaşımların endüstride en yaygın kullanılan alüminyum ve magnezyum alaşımları olmalarının yanında, matris malzemesi olarak seçilmelerinin bir takım nedenleri vardır. A360 alaşımın tercih edilmesinin nedeni; içeriğindeki %10 silisyumun, karbon (GNL) ve sıvı alüminyum arasında meydana gelebilecek kimyasal reaksiyonu, dolayısıyla Al_4C_3 oluşumunu baskılayabilmesidir (Lee vd., 1998). Ayrıca, saf alüminyumun yaklaşık 660 °C olan ergime sıcaklığı düşünüldüğünde A360 alaşımı 596 °C civarlarında görece düşük ergime sıcaklığına sahiptir. Bu görece düşük sıcaklık, ultrasonik titreşim (GNL'ların sıvı metal içinde dağıtımı için seçilen ultrasonik yöntemin detayları bu bölümde ilerleyen kısımlarda verilmiştir.) sırasında titanyum prob ile sıvı A360 alaşımı arasında kimyasal reaksiyon meydana gelme riskini düşürmektedir. Zira, titanyumun 665 °C sıcaklıktan sonra alüminyum ile reaksiyona girerek mikroyapıda gevrek Al_3Ti fazı oluşturduğu ve mekanik özellikleri düşürdüğü bilinmektedir. AZ91 alaşımının tercih edilmesindeki motivasyon ise pazardaki magnezyum döküm komponentlerin büyük çoğunluğunda kullanılan böyle bir alaşımın bilginiz dahilinde daha önce GNL takviyeli kompozit üretiminde kullanılmamasıdır.

Tablo 3.1. Matris olarak kullanılan alüminyum ve magnezyum alaşımlarının kimyasal bileşimi (% ağırlıkça)

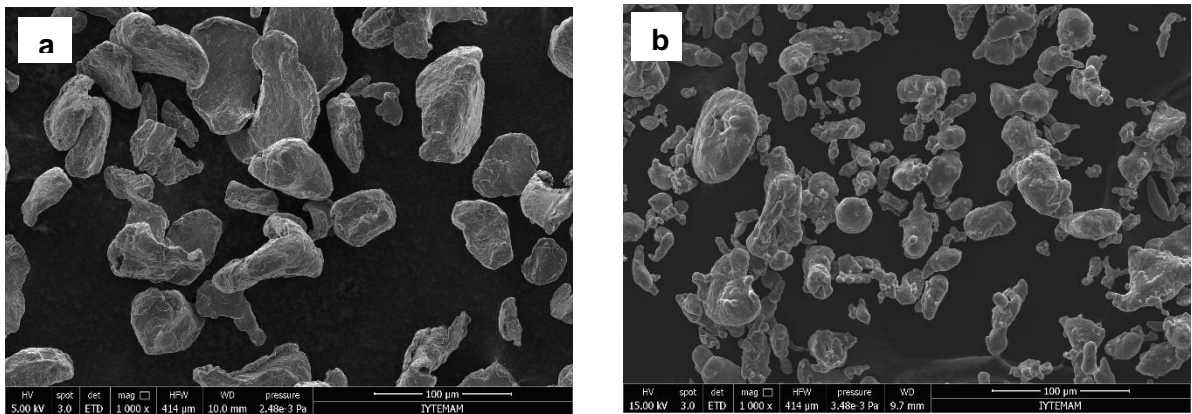
Alaşım	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti
A360	Kalan	10.0	0.5	0.05	0.45	0.35	0.10	0.15
AZ91	9	0.03	0.01	-	0.2	Kalan	0.8	-

Takviye elemanı olarak ise piyasada mevcut, 50-100 nm kalınlık ve 5 µm ortalama çap ile 10-20 nm kalınlık ve 14 µm ortalama çapa sahip GNL'lar kullanılmıştır. Bu GNL'ların taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüleri Şekil 3.1'de verilmiştir ve nanolevhaların büyük çoğunlukla aglomere halde buldukları görülmektedir. Kompozit üretiminde GNL'lar kolay topaklaşabilme ve eriyik üzerinde metale karışmadan yüzebilme potansiyelinden dolayı matrise direk olarak beslenmemiştir. Bunun için ilerleyen sayfalarda detayları verildiği üzere farklı iki yaklaşım denenmiştir. Bu yaklaşımlarda GNL'ların matrise beslenmek üzere, üretimi yapılacak kompozitin matris malzemesi tozları ile birlikte karışımı sağlanmıştır. Bunun nedeni;

GNL'ların matrise geçişi öncesi kümeleşmesinin (deaglomerasyon) önlenmesidir. Bunun için kullanılan ortalama çapı $75 \mu\text{m}$ 'den küçük %99 saflıktaki alüminyum ve magnezyum tozlarının SEM görüntüleri Şekil 3.2'de gösterilmektedir.



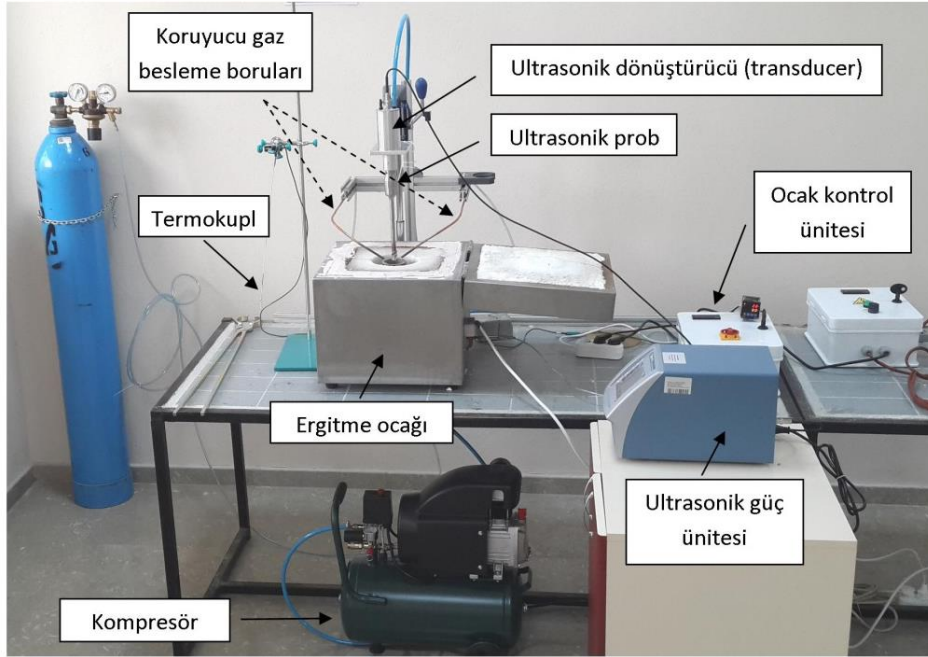
Şekil 3.1. Takviye elemanı olarak kullanılan (a, b) 50-100 nm kalınlık, 5 μm ortalama çap ile (c, d) 10-20 nm kalınlık, 14 μm ortalama çapa sahip GNL'ların 10000 ve 50000 büyütmedeki SEM görüntüleri



Şekil 3.2. GNL'ların deaglomerasyonu için kullanılan saf (a) magnezyum ve (b) alüminyum tozlarının SEM görüntüleri

3.2. Deney Düzeneği

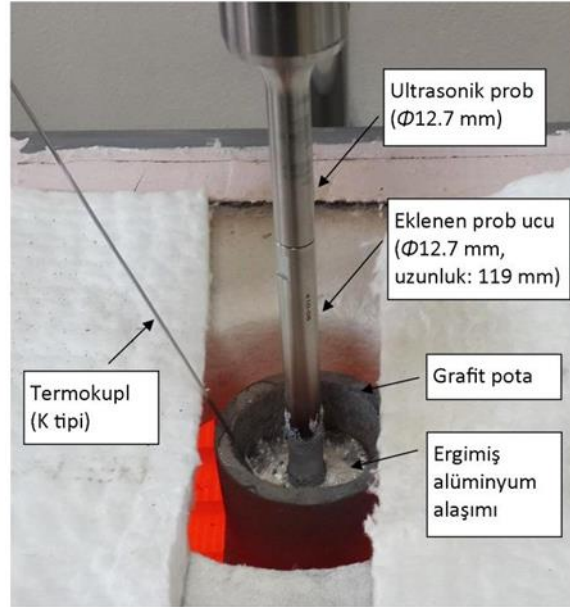
Temin edilen özel yapım metal ergitme ocağı ve ultrasonik sistem ile temel deney düzeneği oluşturulmuştur. Ultrasonik sistem bir güç ünitesi, bir dönüştürücü (transducer) ve bir ultrasonik prob ile dönüştürücü içinde titreşim üreten piezoelektrik kristallerin sıvı metal prosesinden kaynaklanan yüksek sıcaklıktan zarar görmemesi için havalı soğutma sağlayan bir kompresörden oluşmaktadır. Bu sistem (Q700, Qsonica, LLC) 700 W gücünde ve 20 kHz frekansta ultrasonik titreşim sağlayabilmektedir. Sistemin temel çalışma prensibi; elektrik enerjisinin transducerda ultrasonik enerjiye dönüştürülmesi ve oluşturulan ultrasonik titreşim (yüksek yoğunluktaki dalga) bir prob vasıtasıyla sıvıya iletilmesidir. GNL takviyeli kompozitlerin ultrasonik karıştırma yöntemi ile üretilmesi için oluşturulan deney düzeneğinin genel görüntüsü Şekil 3.3'de verilmiştir.



Şekil 3.3. GNL takviyeli MMNK üretimi için oluşturulan düzeneğin görünüşü

Düzeneğin en kritik kısmının ultrasonik prob olduğu değerlendirilmektedir. Zira, bu prob nanolevhaların sıvı metal içinde etkin dağıtılması için gerekli titreşimi sıvı metale iletmektedir. Temin edilen ultrasonik sistem içindeki prob, oda sıcaklığındaki sıvıların prosesi için uygundur. Bu nedenle, prob sıvı metallerin prosesi için modife edilmiştir (Bu modifikasyon işleminin gerekçeleri ve nasıl yapıldığı ayrıntılı olarak proje başvuru formunda ve Kandemir (2013)'in çalışmasında açıklanmıştır). Özetle, Ti6Al4V titanyum alaşımından yapılmış 12.7 mm çapındaki proba yine aynı malzeme ve çapta 119 mm boyunda vida ile bir uç eklenmiştir. Bu eklenti boyu, hesaplamaların yanında deneme-yanılma yönteminden faydalanılarak sıvı metal

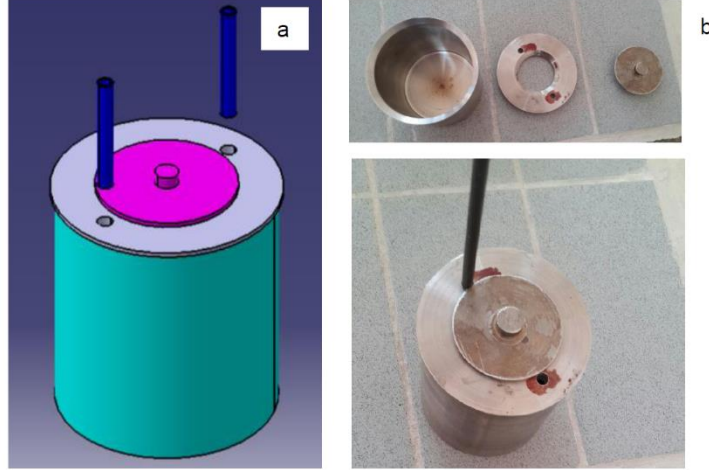
İçinde en efektif titreşimi sağladığı görülmüş ve belirlenmiştir. Eklenti ile birlikte 660 ve 675 °C sıcaklıklardaki sırasıyla A360 (Şekil 3.4) ve AZ91 sıvı alaşımlarının herhangi bir takviye malzemesi olmadan 1 saat gibi nispeten uzun sürelerde ultrasonik proses testleri gerçekleştirilmiştir. Ultrasonik titreşim, 80 W gücünde ve prob eriyik yüzeyinden yaklaşık 13 mm içeriye daldırılarak alaşıma verilmiştir. Proses süresi sonunda prob sıvı metallerden çıkarılmış ve eriyik oda sıcaklığında katılaşmak üzere potada bırakılmıştır. Bu testlerin amacı; hem sistemin sorunsuz çalıştığından emin olmak hem de GNL takviyesi olmadan yalnızca ultrasonik titreşimin farklı matrisler üzerindeki etkilerini incelemektir. Testler sonucunda probun uzun sürelerde herhangi bir problem olmadan kesintisiz titreşim oluşturduğu ve 15 psi basınçlı havanın ultrasonik dönüştürücüyü yeteri kadar soğuttuğu gözlemlenmiştir.



Şekil 3.4. Yüksek sıcaklıkta titreşim üretmesi için modifiye edilmiş ultrasonik probun ergimiş A360 alaşımı prosesindeki görüntüsü

Koruyucu gaz olarak A360 alaşımının ultrasonik proses ve GNL takviyesinde argon, AZ91 alaşımında ise %99 CO₂ + %1 SF₆ gaz karışımı kullanılmıştır. Hem daha iyi koruyucu atmosfer oluşturmak için, hem de pahalı ve kısmen çevre dostu olmayan %99 CO₂ + %1 SF₆ gaz karışımının sarfiyatını azaltmak için AZ91 prosesine yönelik özel bir sistem geliştirilmiştir. Döküm yapılacak potanın içine oturtulacağı bu sistem 3 ana parçadan oluşmaktadır. Bunlar koruyucu silindir, kapak ve borular, portatif üst kapaktır. CATIA paket programında tasarlanan parçaların üç boyutlu tasarım ve imalat montaj görüntüleri Şekil 3.5'de verilmektedir. Söz konusu parçalar imalat çeliğinden işlenerek yapılmıştır. Pota koruyucu silindir, koruyucu silindir de ergitme potasının içerisine oturtulmuştur. Borulardan biri ergitme sırasında koruyucu

gazın hazne içine verilmesi için, diğer boru ise sistemden çıkan gazın dışarı tahliyesi için yapılmıştır. Sistemdeki kapağın görevi nispeten uzun ve ağır olan boruların sabitlenmesini sağlamak, portatif kapağın görevi ise beslemenin ve karıştırıcıların devrede olmadığı zamanlarda daha iyi atmosfer kontrolü oluşturmaktır.



Şekil 3.5. AZ91 alaşımının ultrasonik prosesi için geliştirilen sistemin parçalarının (a) üç boyutlu tasarım ve (b) imalat montaj görüntüleri

3.3. Nanokompozit Üretimi

Gerek malzeme farklılığından, gerekse deney düzeneğinde kullanılan koruyucu gaz farklılığından dolayı A360 ve AZ91 alaşımları için grafen takviyesi dolayısıyla kompozit üretimi aşağıdaki gibi ayrı başlıklar altında ele alınmaktadır.

3.3.1. Alüminyum Matrisli Nanokompozit Üretimi

GNL'ların A360 alaşımına beslenmesinde iki farklı yaklaşım kullanılmıştır. İlk yaklaşımda yaklaşık 0.5 g GNL deaglomerasyonlarının sağlanması amacıyla 0.5 g saf alüminyum tozu ile kapalı bir hazne içinde alümina bilyeler yardımıyla manüel olarak karıştırılmıştır. Sonrasında bu karışım, yüksek saflıkta alüminyum folyo içine sarılarak kapsül oluşturulmuştur ve bu kapsül de Şekil 3.6'da gösterildiği gibi ultrasonik probun altından yavaşça yaklaşık 200 g ergimiş A360 alaşımına beslenmiştir. Bu deneyde kullanılan ultrasonik proses parametreleri daha önce takviye elemansız A360 alaşımı için uygulanan parametrelerin benzeridir. Tek fark, ultrasonik titreşimin 30 dak. olarak uygulanmasıdır. Bu yaklaşım ile oluşturulmaya çalışılan nanokompozit içerisindeki nanolevha oranı ağırlıkça %0.25 olarak belirlenmiştir (Alüminyuma kıyasla karbon esaslı nanolevhaların yoğunlukları çok düşük kalmaktadır, ağırlıkça %0.25 nanolevha takviyesi düşük gözükmesine rağmen hacimsel olarak belirgin bir yer kaplamaktadır).



Şekil 3.6. Kapsül mekanizması ile GNL'ların ergimiş A360 alaşımına beslenmesi



Şekil 3.7. Ultrasonik proses sonrası kapsül mekanizması ile takviye edilmeye çalışılan GNL'ların (Siyah oklar ile gösterilmektedir) matris yüzeyindeki görüntüsü

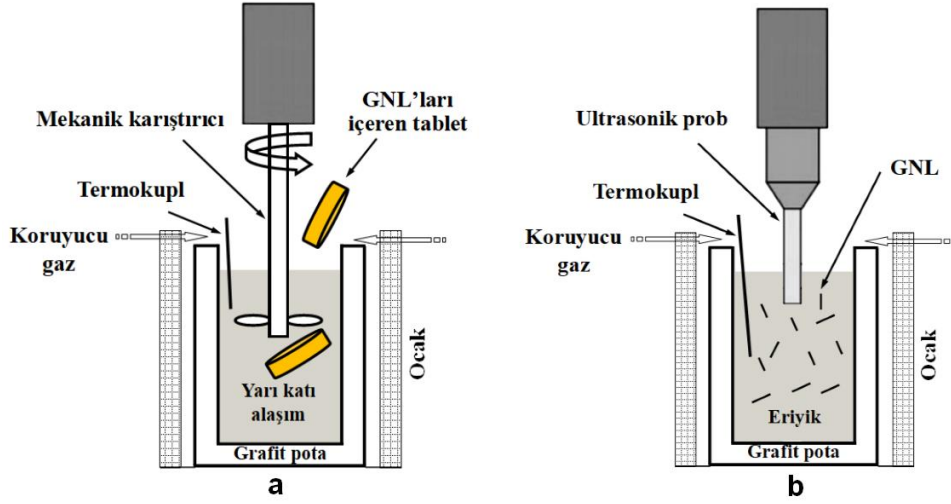
Bu mekanizmada ultrasonik karıştırma sırasında alüminyum folyodan yapılan kapsülün ergidiği, dolayısıyla nanolevhaları serbest bıraktığı fakat nanolevhaların eriyik içinden yüzeye çıkma ve topaklaşma eğiliminde olduğu gözlemlenmiştir. Bu durum Şekil 3.7 de verildiği gibi proses sırasında ve metalin katılaşması sonrasında resmedilmiştir. GNL'ların matris yüzeyinde kalma ve topaklaşma eğiliminin iki sebebi olabileceği düşünülmektedir. Bunların ilki karbonun alüminyum içinde çok düşük ıslanabilirliği (Rajan vd., 1998), ikincisi ise bu mekanizmada besleme oranının kontrol edilememesidir. Yani, folyo ergimeye başladığında tüm GNL'lar

ultrasonik enerjinin en yoğun olduğu probun altına tam olarak ulaşamayarak eriyik içinde kapsülden aniden serbest bırakılıp yüzeye çıkmaktadır. Bu mekanizma ile magnezyum alaşımları için ıslatma problemi çözülebilecek olsa bile besleme oranının kontrol edilememesi nedeniyle nanolevhaların yine büyük oranda yüzeyde kalabileceği düşünülmektedir. Bu nedenle nanokompozit üretiminde matris içinde nanolevhaların beslenmesi için ikinci yaklaşımın kullanımına geçilmiştir.

İkinci yaklaşımda, kabaca GNL'lar matris içine mekanik bir mikser yardımı ile beslenmiş ve sonrasında eriyik ultrasonik prosese tabi tutulmuştur. GNL'ların matrise beslenmeden önce aglomerasyonunun önlenmesi için saf alüminyum ve magnezyum tozları ile bilyalı öğütme işlemi gerçekleştirilmiştir. Magnezyum tozlarının kullanılmasındaki amaç; görece düşük yüzey gerilmesine sahip magnezyum eriyiğinin sıvı alüminyum alaşımının yüzey gerilimini azaltması, dolayısıyla GNL'ların ıslanabilirliklerini geliştirmesidir (Eustathopoulos vd., 1974; Sukumaran vd., 1995). Bunun için 1 g GNL'lar ile 6'şar g alüminyum ve magnezyum tozları gezegen tipi bilyalı değirmenin (Retsch PM 200) paslanmaz çelik haznesinde 2 saat ve 350 devir/dak.'da öğütülmüştür. Yaklaşık 9.5-10 mm çapındaki paslanmaz çelik bilyaların, toplam tozların ağırlığına oranı 4:1'dir. Her bir işlemde yaklaşık 6 g GNL içeren öğütülmüş toz karışımı, 250 MPa basınç altında 30 mm çapında ve yaklaşık 4-5 mm yüksekliğinde tabletler oluşturacak şekilde preslenmiştir. Bu presleme işleminin temel nedeni; besleme sırasında GNL'ların havada/koruyucu atmosfer (Argon) altında uçuşmalarını engellemektir. Yaklaşık olarak her bir tabletteki GNL oranı ağırlıkça %7.7 olarak hesaplanmıştır.

Şematik deney düzeneği Şekil 3.8'de gösterilen tablet mekanizması ile GNL takviyeli nanokompozit üretiminde ilk olarak yaklaşık 200 g A360 alaşımı elektrikli ergitme ocağında ve grafit bir pota içinde 650 °C'de ergitilmiştir. Bu sıcaklıktaki eriyik, argon gazı altında 1000 devir/dak.'da mekanik karıştırıcı ile karıştırılmaya başlanmış ve hazırlanan GNL'ları içeren tabletler vorteks altında eriyiğe beslenmiştir. Tabletler grafit uçlu mekanik mikser ile karıştırma altında ergirken alaşımın sıcaklığının yarı katı sıcaklığa (580-590 °C) düştüğü ölçülmüştür ve yarı-katı alaşım toplamda 15 dak. karıştırılmıştır (Şekil 3.9). Yarı katı halde mekanik karıştırmanın, GNL'ları alaşımın içine hapsedip yüzeye çıkmasını engelleyerek matriste dağılımlarını kolaylaştırdığı öngörülmüştür. Bu aşamaya kadar da GNL'ların ne aglomere olup yüzeye çıkması ne de grafit karıştırıcı uca yapışması gözlemlenmemiştir. Mekanik karıştırıcı çıkarıldıktan sonra alaşım 670 °C'ye ısıtılmıştır. Bu esnada, ultrasonik prob sıvı alaşıma yüzeyden yaklaşık 15 mm derinliğe daldırılmıştır. Sıvı alaşım, GNL'ların homojen dispersiyonu için 650 °C'de 15 dak. ve 80 W (Uçtan uca 45 µm genlikte) çalışma gücünde ultrasonik prosese tabi tutulmuştur. Prob çıkarıldıktan sonra alaşım 670 °C'ye ısıtılmış ve çekme deneyi numularının elde edilmesi için 350 °C'ye ön ısıtması yapılmış çelik silindirik bir kalıba

dökülmüştür (Bu kalıp ASTM B557M-10 standartına göre imal edilmiştir). Ağırlıkça %0.25 ve %0.5 GNL içeren kompozitler üretilmiştir. Ayrıca, GNL'ların mikroyapı ve mekanik özelliklere doğrudan etkisini gözlemlemek için GNL içermeyen tabletler kullanılarak yukarıda belirtilen benzer proses parametreleri ile referans A360 alaşımının da dökümü gerçekleştirilmiştir.



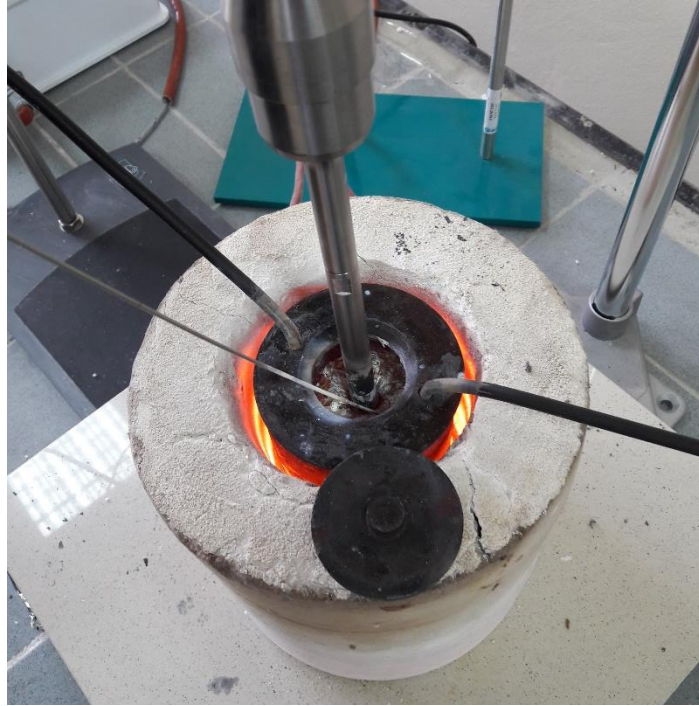
Şekil 3.8. GNL takviyeli nanokompozitlerin üretimi için oluşturulan deney düzeneğinin şematik resmi: (a) Tabletlerin beslenmesi ile alaşımın mekanik karışımı, (b) Eriyik içinde GNL'ların ultrasonik dispersiyonu



Şekil 3.9. GNL'ları içeren tabletlerin A360 alaşımı içinde mekanik mikser ile karıştırılması/dağıtılması

3.3.2. Magnezyum Matrisli Nanokompozit Üretimi

GNL'ların AZ91 alaşımına beslenmesinde A360 alaşımı için de kullanılan tablet besleme mekanizmasından yararlanılmıştır. Bunun için alüminyum matrisli kompozitlerin üretimindeki benzer parametreler kullanılmıştır (Burada sadece kullanılan farklı parametreler belirtilecektir). Yine GNL'lar uygun orandaki saf magnezyum ve alüminyum tozları ile bilyalı değirmende öğütülmüştür. AZ91/GNL kompoziti için burada alüminyum tozunun kullanılmasının ana sebebi; grafenin magnezyuma kıyasla alüminyum tarafından daha iyi ıslatılabilmesidir (Rashad vd., 2016b). Ayrıca, alüminyum kimyasal kompozisyonunda yüksek oranda bulunması sebebiyle de AZ91 alaşımı ile uyumludur. Alaşımın kimyasal bileşimini değiştirmemek için tabletteki magnezyum tozlarının alüminyum tozlarına ağırlık oranı 25:3 olarak ayarlanmıştır. Farklı GNL içeriğindeki kompozitlerin üretimi için gereken miktardaki nanolevhalar bilyalı değirmenin öğütme haznesine ilave edilmiştir. Örneğin, ağırlıkça %0.5 GNL takviyeli AZ91 kompozitinin üretimi için 0.75 g ağırlığındaki GNL'lar, 12.5 g magnezyum ve 1.5 g alüminyum tozları ile birlikte öğütülmüştür. Magnezyum tozlarının atmosferde kolay yanabilmesi nedeniyle tozları soğutmak için öğütme işlemi her 15 dakikada 5 dak. durdurulmuştur. Öğütülen toz karışımları pres altında tablet haline getirilmiştir.



Şekil 3.10. GNL içeren AZ91 alaşımının ultrasonik prosesi sırasındaki görüntüsü

Kompozit üretimi için yaklaşık 130 g AZ91 alaşımı 675 °C'de grafit bir potada ergitilmiştir. Tabletlerin sıvı metale beslenmesi ve 15 dak. mekanik karıştırma sonrasında kompozit bir 15 dakika daha 675 °C'de ultrasonik prosese tabi tutulmuştur (Şekil 3.10). Ultrasonik proses sonrası eriyik 700 °C'de ön ısıtması yapılmış çelik kalıba dökülmüştür. Tüm bu işlemler %99 CO₂ + %1 SF₆ koruyucu gaz atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Alüminyum matrisli nanokompozitlerin üretimindeki gibi referans AZ91 alaşımı ile ağırlıkça %0.25 ve %0.5 GNL içeren magnezyum matrisli nanokompozitlerin üretimleri tamamlanmıştır.

3.3.3. Mikroyapı Karakterizasyonu ve Mekanik Testler

Mikroyapı analizleri için dökülen parçalardan kesilen numuneler sıcak bakalite alınmış, geleneksel SiC zımparalama ve 6-3-1-0.5 µm parlatma adımlarının ardından ultrasonik temizlemeye tabi tutulmuştur. GNL'lar ve matris arayüzeyini gözlemlemek ve aralarında oluşabilecek herhangi bir reaksiyon ürününe etki etmeme adına SEM ve geçirimli elektron mikroskopisi (TEM) analizleri için hazırlanan numunelerde dağılayıcı kullanılmamıştır. Sadece tane boyutu analizi için numuneler dağılanmıştır. Alüminyum alaşım ve kompozitleri için Keller (95 ml saf su + 2.5 ml HNO₃ + 1.5 ml HCl + 1 ml HF), magnezyum alaşım ve kompozitleri için ise asitik pikral (100 ml etil alkol + 10 ml saf su + 10 ml pikrik asit + 5 ml asitik asit) dağılayıcıları kullanılmıştır. Mikroyapı karakterizasyonları, optik mikroskop (Leica DM2500 M), enerji dağılımlı x-ışını elementel spektroskopisi (EDX) analizi yapabilen SEM (FEI Quanta FEG 250) ve TEM (FEI Tecnai F30, 200 kV) cihazlarında gerçekleştirilmiştir. Numunelerin ortalama tane boyut analizi ASTM E112'de tanımlanan doğrusal kesiştirme metodu ile gerçekleştirilmiştir. TEM cihazının kullanılmasının amacı SEM'e kıyasla çok yüksek büyütmelerde matris-GNL arayüzeyini detaylı bir şekilde gözlemlemektir. TEM örnekleri, hazırlanan numunelerden ultra mikrotom cihazı (Leica EM UC6) yardımı ile en fazla 100 nm kalınlığa sahip elektron geçirimli kesitlerin alınmasıyla oluşturulmuştur. Bu kesitler bakır gritlere yapıştırılarak TEM altında incelenmiştir.

Proje kapsamında Hemholtz-Zentrum Malzeme Araştırmaları Enstitüsü, Magnezyum İnovasyon Merkezi'nde (Hamburg, Almanya) çalışma ziyaretinde bulunulmuştur. Bu çalışma ziyaretinde üretilen nanokompozitlerin ileri karakterizasyon çalışmalarının yapılmıştır. Kısaca ifade edilecek olursa, matris içersinde GNL'ların homojen olarak dağıtmaya ve ne kadar homojen dağılım sağladığını da ileri elektron mikroskopları (SEM, TEM) yardımıyla anlamaya çalışmaktayız. Ancak, ülkemizde yapabildiğimiz bu çalışmalar, üretilen malzemedan alınan lokal örnekler üzerinde yapılmakta ve çoğu zaman tüm malzeme hakkında fikir verememektedir. Söz konusu merkezde bulunan ve "Sinkatron" adıyla bilinen parçacık hızlandırıcısı ile Buzolin vd. (2016) ve Dieringa vd. (2017)'nin çalışmalarında kullanılan

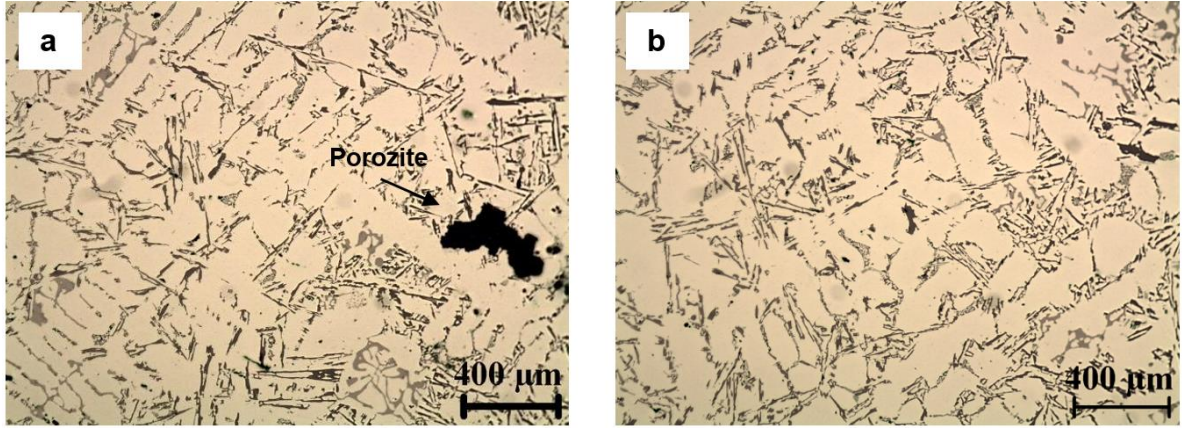
parametreler ile örnek nanokompozitler nano boyutta taranmış ve GNL'ların tüm kompozitte dağılımını gösteren haritalar çıkarılmıştır. Ancak, testlerin çok uzun sürmesi, çok maliyetli olması ve kısıtlı çalışma ziyaret süresi nedeniyle sadece A360/%0.5 GNL kompozitinin sinkatron analizi gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, yine aynı merkezde üretilen kompozitlerin SEM mikroskobu altında (in-situ) çekme testlerinin yapılması planlanmıştır. Ancak, bu testler için yaklaşık 1 mm kalınlığında düz (flat) numuneler hazırlanmaktadır ve üretilen kompozitlerden numune hazırlanmak istendiğinde ise döküm kusurlarından dolayı malzemelerin çoğu zarar görmüştür. Çok az sayıda hazırlanan mikro-çekme numuneleri ise büyük olasılıkla iç yapıdaki porozite gibi döküm kusurlarından dolayı test sırasında çok düşük ön yüklemelerde kopmuştur. Dolayısıyla, bu testler için datalar elde edilememiştir. Literatürde mikro-çekme testleri gerçekleştirilen ve raporlanan metal matrisli kompozit numunelerin önemli bir kısmı üretimden sonra döküm kusurlarını gidermek için plastik şekil verme (haddeleme) gibi ikincil proseslere tabi tutulduğu görülmektedir (McWilliams vd., 2013).

Üretilen nanokompozit ve referans alaşımların Vickers sertlik testleri üniversal makro sertlik test cihazında her bir indentasyon için 10 saniyede 5 kgf yük altında gerçekleştirilmiştir. Her bir numunede en az on ölçüm yapılmış ve ortalama değerler raporlanmıştır. Çekme testleri için silindirik numuneler, ASTM E 8/E 8M-08 standartlarına göre 6 mm çapında ve 20 mm ölçü uzunluğunda dökülen malzemelerden talaş kaldırılarak üretilmiştir. Malzemelerin çekme özellikleri üniversal bir test cihazı kullanarak 1 mm/dak. çekme hızında ve oda sıcaklığında belirlenmiştir. Nanokompozit ve referans alaşımlar için en az üç döküm yapılmış ve dökülen her bir örnekten en az üç numune test edilmiştir. Ortalama değerler standart sapmaları ile birlikte raporlanmıştır.

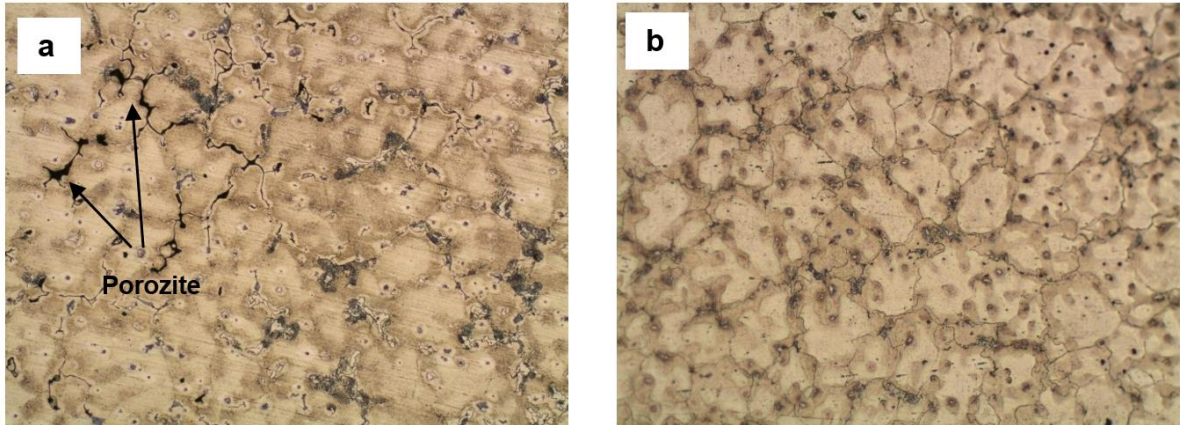
4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Mikroyapı

Uygulanan 30 dak. ultrasonik titreşimin, temin edilen külçe A360 ve AZ91 alaşımlarının mikroyapıları üzerindeki etkileri Şekil 4.1 ve 4.2’de verilen optik mikroskop görüntülerinde görülmektedir. Ultrasonik titreşimin külçe alüminyum alaşımında var olan dallı (dentritik) yapılar ile porları çoğunlukla elemine ettiği ve nispeten daha küresel taneler oluşturarak mikroyapıyı rafine ettiği gözlemlenmiştir (Şekil 4.1). Ultrasonik etkinin magnezyum alaşımları için tane morfolojileri üzerinde olası etkisi gözlemlenmemiştir. Bununla birlikte külçe olarak temin edilen alaşımda yer alan poroziteleri çoğunlukla ortadan kaldırdığı söylenebilir (Şekil 4.2). Yine de porozite ile ilgili daha sağlıklı yorum yapmak için temin edilen ultrasonik titreşim uygulanmamış alaşımın katılaşıma parametrelerine bakmak gereklidir. Maalesef bununla ilgili elde sağlıklı veriler bulunmamaktadır (Projenin konusu nanokompozit üretimi olması sebebiyle bu husus üzerinde durulmamıştır).



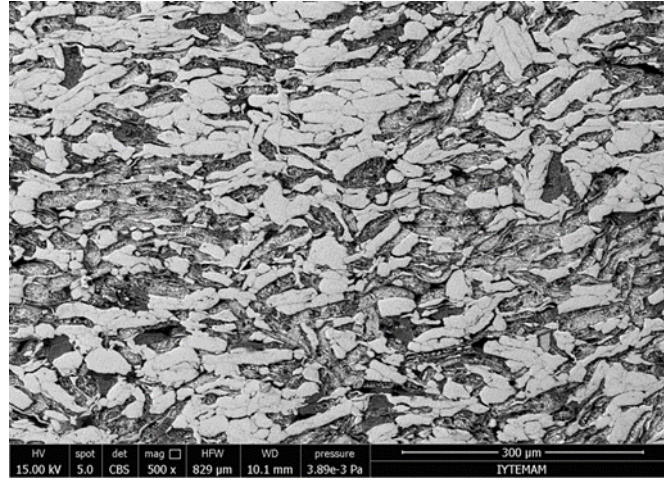
Şekil 4.2. (a) Temin edilen külçe ve (b) 30 dak. ultrasonik prosese tabi tutulan alüminyum A360 alaşımlarının optik mikrografileri



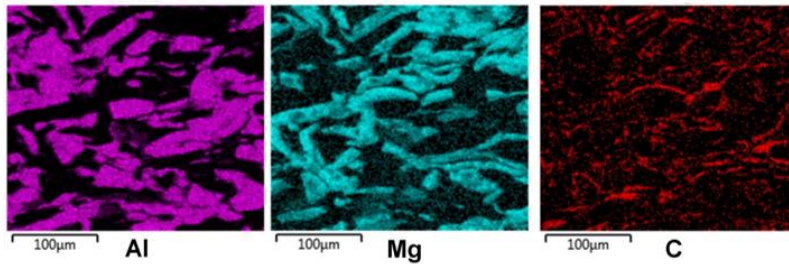
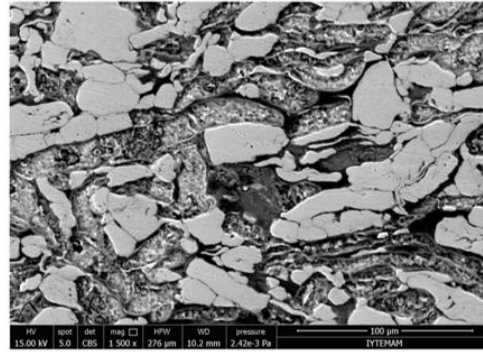
Şekil 4.1. (a) Temin edilen külçe ve (b) 30 dak. ultrasonik prosese tabi tutulan magnezyum AZ91 alaşımlarının optik mikrografileri

4.1.1. Alüminyum Matrisli Nanokompozitlerin Mikroyapıları

Bilyalı değirmende öğütülen GNL, alüminyum ve magnezyum tozlarını içeren tabletlerden alınan bir kesitin Şekil 4.3 ve 4.4'de verildiği gibi SEM ve elementel EDX haritalaması ile mikroyapı analizleri gerçekleştirilmiştir. SEM (Geri saçılım elektron, BSE) mikroyapısı ve potansiyel olarak GNL'ların yerlerini işaret eden karbon (C) haritası, GNL'ların bilyalı öğütme ile kaba aglomerasyonlarının önlenerek tozlar arasında dağıtıldığını göstermektedir. Al ve Mg haritaları ise alüminyum ve magnezyum tozlarının tabletteki lokasyonlarını göstermektedir. Bununla birlikte, mikroyapıda GNL kümelerinin varlığını koruduğu gözlemlenmiştir.

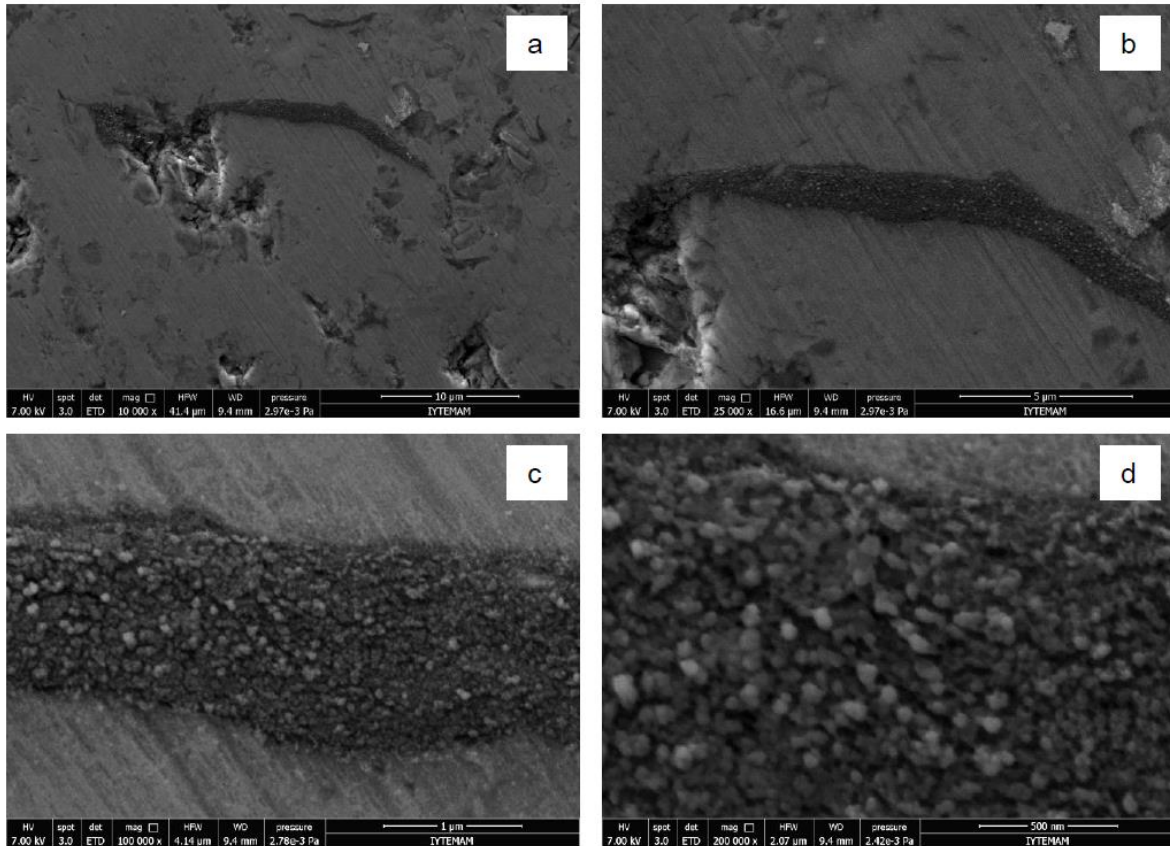


Şekil 4.3. Al ve Mg tozları ile GNL (50-100 nm kalınlık ve 5 µm ortalama çap) içeren tabletin BSE modunda SEM mikroyapı görüntüsü (Presleme dikey yöndedir)

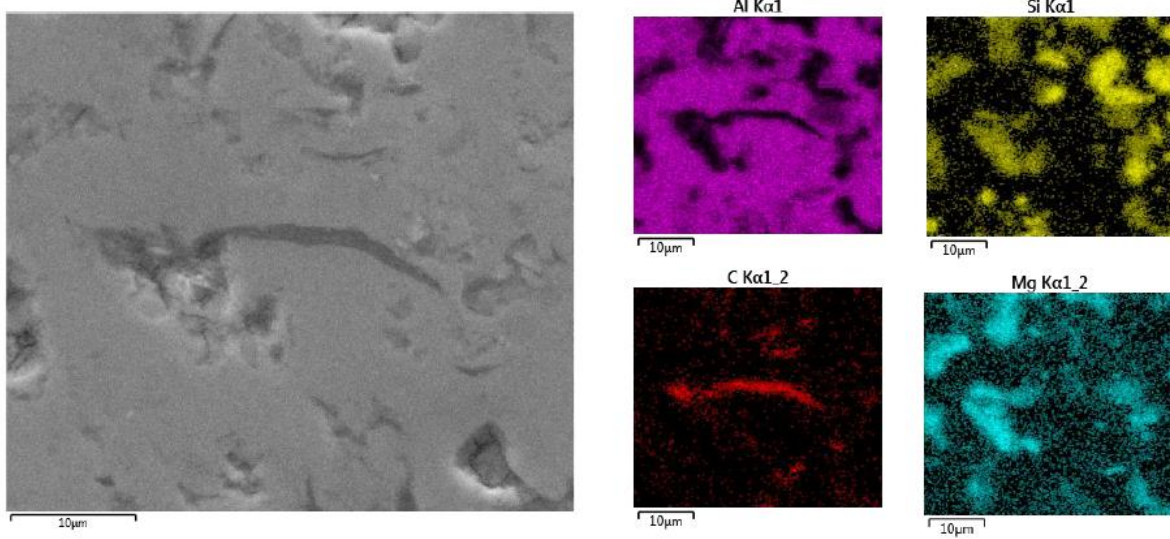


Şekil 4.4. Alüminyum (Al) ve magnezyum (Mg) tozları ile GNL'ları (C) içeren tabletteki bir bölümün EDX haritalaması

Daha önce belirtildiği üzere kompozit üretiminde iki farklı GNL (50-100 nm kalınlık ve 5 µm ortalama çap, 10-20 nm kalınlık ve 14 µm ortalama çap) kullanılması planlanmıştır. Aynı zamanda daha büyük kalınlık değerine sahip GNL'ların matris içinde daha kolay dağıtılabileceği belirtilmiştir. Dolayısıyla, GNL'ların ortalama çaplarının bilyalı öğütme sırasında kırılarak çaplarının küçülüp birbirine yakın değerlere sahip olabileceği fakat kalınlıklarının matris içinde homojen dağılım için daha önemli olduğu düşünülmektedir. Yapılan öncül çalışmalar da bu ifadeyi doğrulamaktadır. Şekil 4.5'de tablet besleme mekanizması ile üretilmiş A360/%0.5 GNL nanokompozitine ait SEM mikroyapı resimleri verilmektedir. Bu resimlerde büyük GNL kümeleri göze çarpmaktadır (Şekil 4.5c ve d'de gözüken yapılar GNL olduğu düşünülen bölgenin büyütülmüş halidir). Nispeten daha ince nanolevhaların yüksek yüzey enerjilerinden dolayı kolay topaklanabildiği ve matris içinde homojen dağılımlarının zor olduğu Şekil 4.5a'da görülen yapının Şekil 4.6'da verilen EDX haritası ile doğrulanmaktadır. Buradan da söz konusu bölgenin, C (karbon) haritasından potansiyel olarak büyük oranda GNL ve kümeciklerini içerdiği düşünülmektedir.



Şekil 4.5. A360/%0.5 GNL (10-20 nm kalınlık ve 14 µm ortalama çap) kompozitinin potansiyel nanolevha kümecliği içeren bir bölgenin sırasıyla büyütülmüş SEM görüntüleri

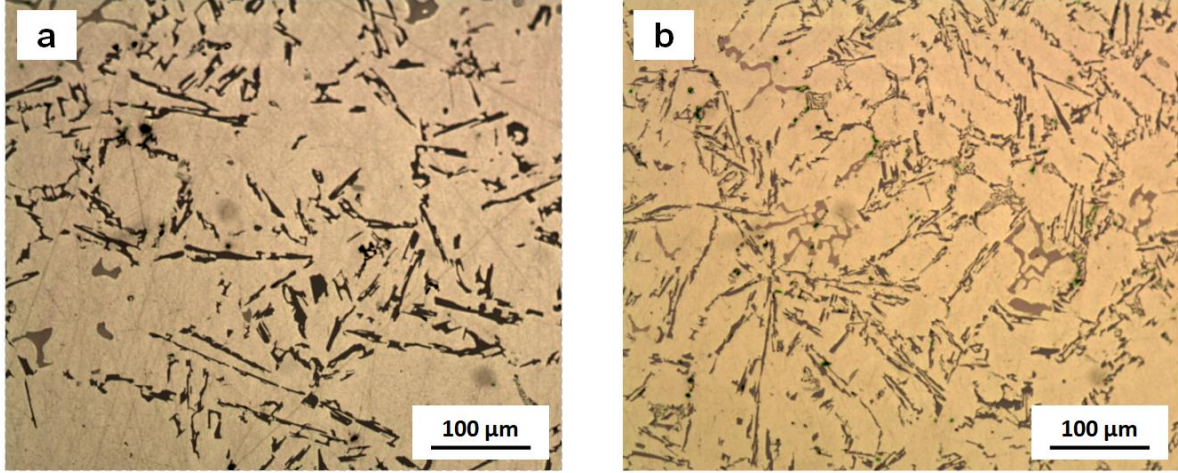


Şekil 4.6. Şekil 4.5a'da gösterilen bölgenin EDX analizi

10-20 nm kalınlık ve 14 µm ortalama çapa sahip GNL'lar, A360 ve AZ91 alaşımlarında homojen ya da kısmen homojen dağılımlarının sağlanamaması sebebiyle bundan sonra detayları verilen kompozit üretimlerinde kullanılmamıştır. Ancak, gelecek araştırma konusu olarak daha güçlü ultrasonik sistem kullanarak bu GNL'ların sıvı metallerde homojen dağılımı sağlanabilir. Diğer bir alternatif de bilyalı öğütme süresini arttırma (10 saat ve üzeri) ya da yeni nesil yüksek enerjili bilyalı değirmenler (Retsch Emax vb.) kullanmaktır. Fakat, uzun öğütme süreleri ve yüksek maliyetli cihazların kullanımı daha ekonomik ve seri üretime uygun mühendislik komponentlerin üretimi açısından bu projenin amacı ile örtüşmemektedir. İfade edilen sebeplerden dolayı bu bölüm ve sonrasında raporlanan çalışmalarda 50-100 nm kalınlık ve 5 µm ortalama çapa sahip GNL'lar kullanılmıştır.

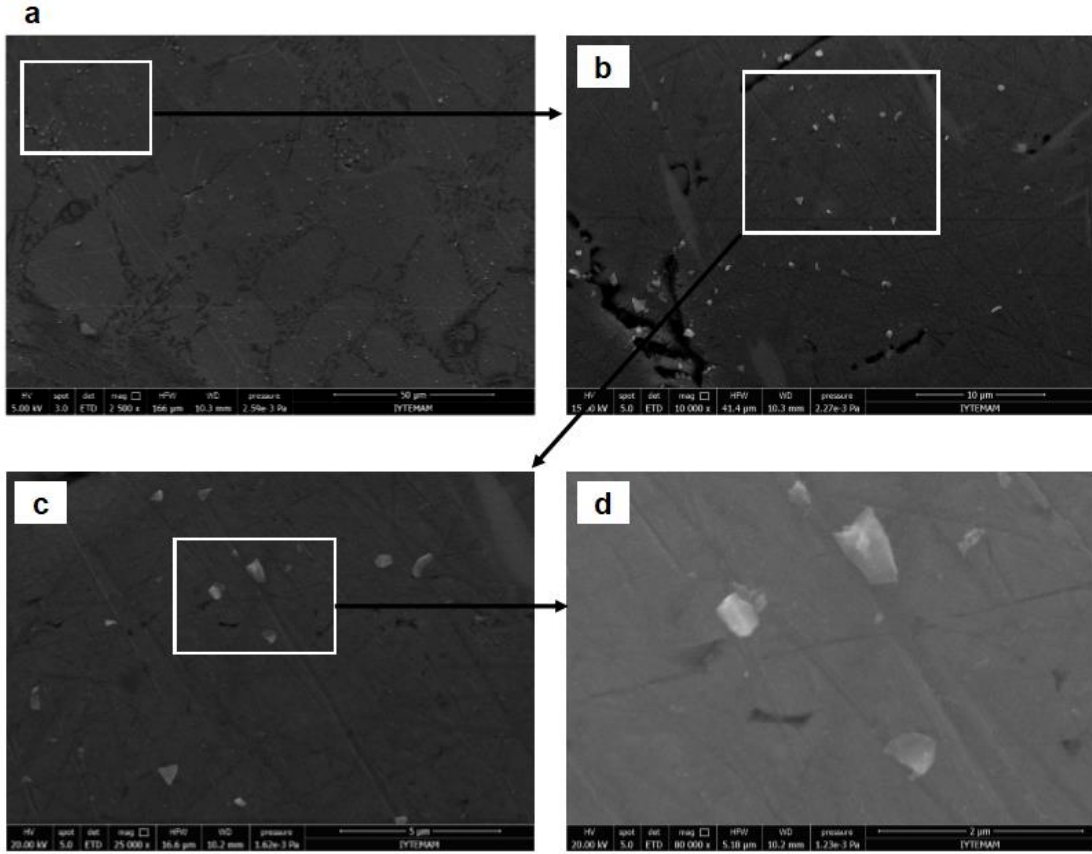
Tabletlerin alüminyum alaşımı içinde mekanik ve ultrasonik karıştırma altında dağıtılmasıyla oluşturulan nanokompozit (A360/%0.25 GNL) ile A360 referans alaşımına ait optik mikroskop görüntüleri Şekil 4.7'de gösterilmektedir. Bu görüntülerinden GNL ilavesinin A360 alaşımının tane boyutunu önemli ölçüde küçülttüğü gözlemlenmektedir. Referans alaşım, ağırlıkça %0.25 ve %0.5 GNL takviyeli kompozitlerin ortalama tane boyutları sırasıyla 138 ± 24 µm, 104 ± 17 µm ve 101 ± 19 µm olarak ölçülmüştür. Buradan, %0.25 GNL katkısından fazla miktardaki takviye elemanın tane boyutunu önemli ölçüde etkilemediği öne sürülebilir. Nanopartiküllere benzer olarak bu tane küçülmede GNL'ların çekirdeklenmede kataliz etkisi göstermiş olabileceği değerlendirilmektedir (De Cicco vd, 2011). Bununla birlikte, mikroyapıda bazı bölgelerde primer α -Al tanelerin küreselleştiği, dolayısıyla GNL ilavesinin mikroyapıyı kısmen rafine ettiği görülmektedir. Ancak, katılma parametrelerine bağlı olarak dentritik yapının tam olarak elemine edilemediği ve GNL'ların ötektik silisyumun morfolojisi üzerinde önemli bir

modifikasyon oluşturmadığı gözlemlenmektedir. Bu modifikasyonun oluşmamasının sebebi; nispeten düşük konsantrasyondaki GNL'ların SEM görüntülerinde (Şekil 4.8) gösterildiği gibi daha ziyade primer α -Al tane sınırları içinde yoğunlaşması, dolayısıyla ötektik bölgede önemli bir etki gösterememesi olarak ifade edilebilir.

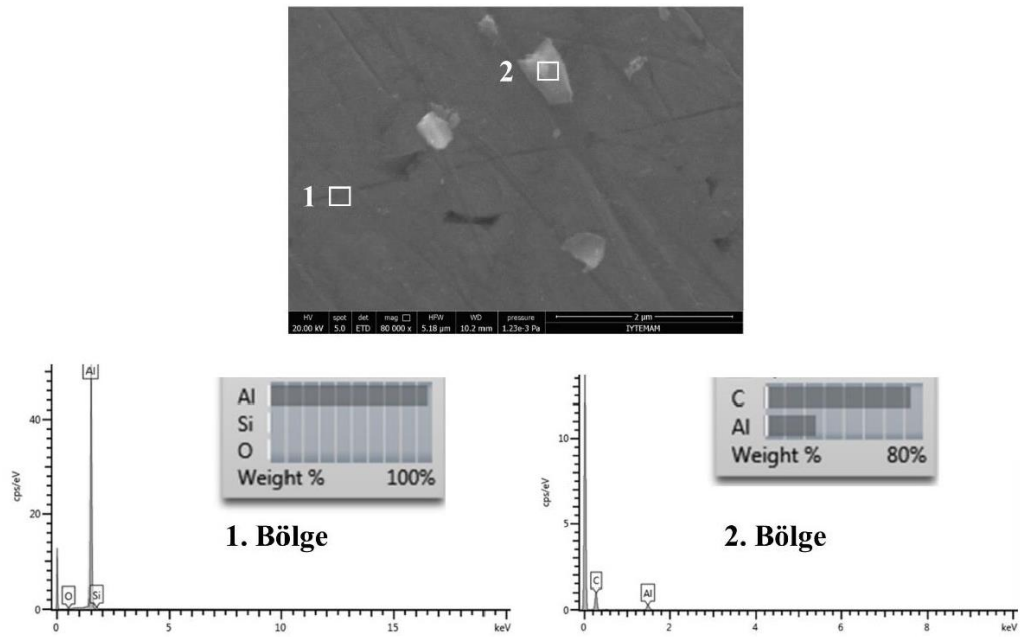


Şekil 4.7. (a) A360 referans alaşım ve (b) üretilen A360/%0.25 GNL kompozitinin optik mikroskop görüntüleri

Şekil 4.8'de ise GNL takviyeli A360 alaşımının farklı büyütme ve ikincil elektron (SE) modundaki SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 4.8a'da görüldüğü gibi GNL'lar tüm matris boyunca göreceli olarak homojen şekilde dağıtılmıştır. Bu da bilyalı değirmende öğütülmüş Al ve Mg tozlarının, mekanik karıştırma ve ultrasonik proses kombinasyonu ile GNL'ların aglomerasyonlarını önleyerek etkin bir şekilde matris içinde dağıtıldığını göstermektedir. Diğer göze çarpan nokta ise konvansiyonel metal matrisli kompozitlerdekine aksine takviye elemanının sadece tane sınırlarındaki ötektik bölgede bulunmaması, hem ötektik bölgede hem de çoğunlukla primer α -Al tane içlerinde (Şekil 4.8b ve 4.8c) gözlemlenmesidir. Bu GNL'ların katılma sırasında mikron boyutlu takviye elemanları gibi tane sınırlarına baskılanmadığını göstermektedir. Ayrıca, matris içinde gözlemlenen potansiyel GNL'ların ortalama boyutunun 1 μ m ve mikron altı mertebelerde olduğu görülmektedir (Şekil 4.8d). Burada büyük olasılıkla başlangıçtaki GNL'ların bilyalı öğütme sırasında kırılmış olabileceği değerlendirilmektedir. Şekil 4.9'da Şekil 4.8d'de bulunan potansiyel bir GNL'nın matris ile karşılaştırmalı bölgesel EDX analizi verilmiştir. Bu analiz sonucunda matris ve takviye elemanı arasında gözlemlenen yüksek karbon konsantrasyonu GNL'ların matrise ilave edilmiş olabileceği fikrini desteklemektedir.

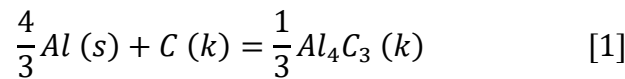


Şekil 4.8. A360/0.25 GNL kompozitinin farklı büyütmelerdeki SEM (SE) görüntüleri: (a) 2500, (b) 10000, (c) 25000 ve (d) 80000 büyütme

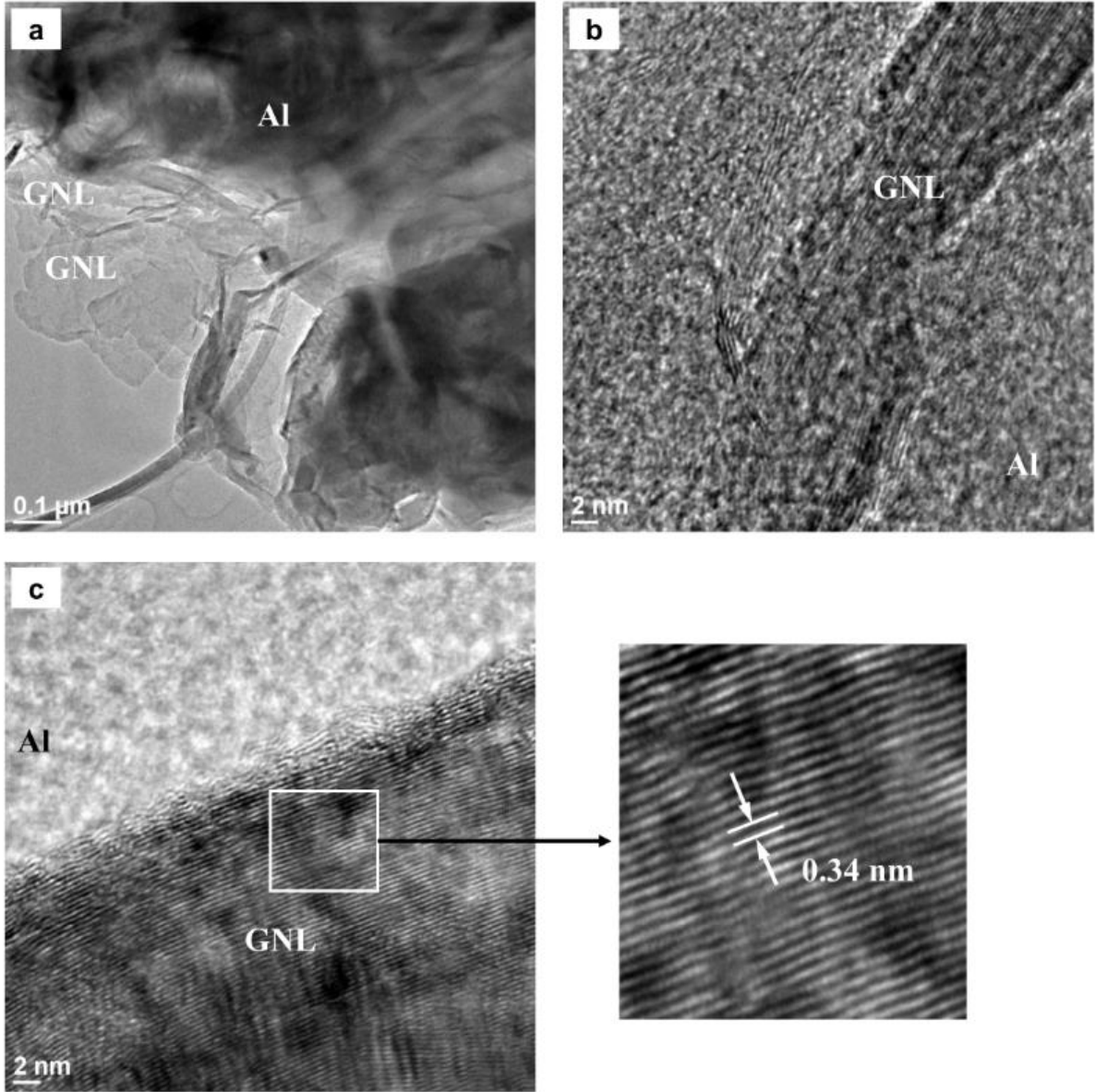


Şekil 4.9. Potansiyel GNL ile içinde bulunduğu α -Al matrisin karşılaştırmalı EDX analizi

GNL'ların α -Al matris içine gömüldüğünden tam anlamıyla emin olmak ve matris-takviye elemanı arayüzeyini incelemek için numunelerin Şekil 4.10'da verildiği üzere TEM analizleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.10a'da birden fazla GNL tabakasından oluşan aglomerasyon bölgesi gözlemlenmiştir. Ayrıca, bu bölgelerde bazı GNL'lar köşelerinde kıvrımlı ve kırışık morfolojiye sahiptir. Dolayısıyla, bu kıvrımlı yapıların GNL'ların birbirine dolanmasını sağlayarak deaglomerasyonlarını engellemiş olabileceği değerlendirilmektedir. Şekil 4.10a ve b'de GNL'ların sırasıyla yatay ve düşey olarak matrise gömüldüğü görülmektedir. Şekil 4.10c'de ise α -Al matrise düşey yerleşmiş yaklaşık 50 nm kalınlık ve 300 nm genişliğe sahip bir GNL'nın 0.34 nm olarak ölçülen düzlemlerarası uzaklığı, GNL'ların alüminyuma başarı ile takviye edildiğini doğrulamaktadır. Yine Şekil 4.10c'de yüksek çözünürlükteki matris-GNL arayüzeyinde herhangi bir boşluk ya da reaksiyon sonucu oluşabilecek bir ara faz gözlenmemiştir. Herhangi bir kimyasal reaksiyon oluşmamasının nedeni olarak matris alaşımının içerdiği silisyum miktarı gösterilebilir. Ancak, bu durum sadece konvansiyonel kompozitlerde geçerli olabilir. Zira, mikron boyutlu karbon esaslı takviye elemanları alüminyum alaşımlarında tane sınırlarındaki ötektik bölgeye itilir. Dolayısıyla, ötektik bölgedeki silisyum karbonun sıvı alüminyum ile reaksiyonunu baskılayabilir. Oysa, bu çalışmada GNL'lar sadece ötektik bölgede değil α -alüminyum taneleri içinde de dağıtılmıştır. Bu durumda Eşitlik 1'e göre karbonun sıvı alüminyum ile reaksiyona girmesi beklenir (Ci vd., 2006). Eşitlik 2'ye göre ise sıcaklık 2455 °C (2728 K)'yi geçtiğinde Al_4C_3 oluşumu için serbest enerji sıfırdan büyüktür, dolayısıyla reaksiyon meydana gelmez. Literatürde ultrasonik kavitasyon sonucu oluşan mikro sıcak noktaların 5000 °C'ye kadar ulaşabildikleri rapor edilmiştir (Suslick vd., 1999). Dolayısıyla, ultrasonik proses sırasında açığa çıkan mikro-sıcak noktaların GNL'lar ile alüminyum arasında kimyasal reaksiyon oluşumunu önlemiş olabileceği değerlendirilmektedir. Bu sonuç Al_4C_3 oluşumunun önlenmesi bakımından Yan vd. (2017)'nin ultrasonik proses ile karbon nanotüp takviyeli alüminyum kompozitlerinin üretimi üzerine olan çalışmasının sonuçları ile tutarlılık göstermektedir. Ayrıca, yüksek yoğunluktaki ultrasonik dalgaların karbon ile alüminyum eriyiği arasındaki ıslatma açısını düşürdüğü bilinmektedir (Li ve Zhou, 2013). Bu da GNL'lar ve matris arasında elde edilen temiz yüzeyi açıklamakta ve arayüzeyde iyi bir tutunmanın elde edildiğini göstermektedir.



$$\Delta G_1^0 = -89611 + 32.841T. \quad [2]$$

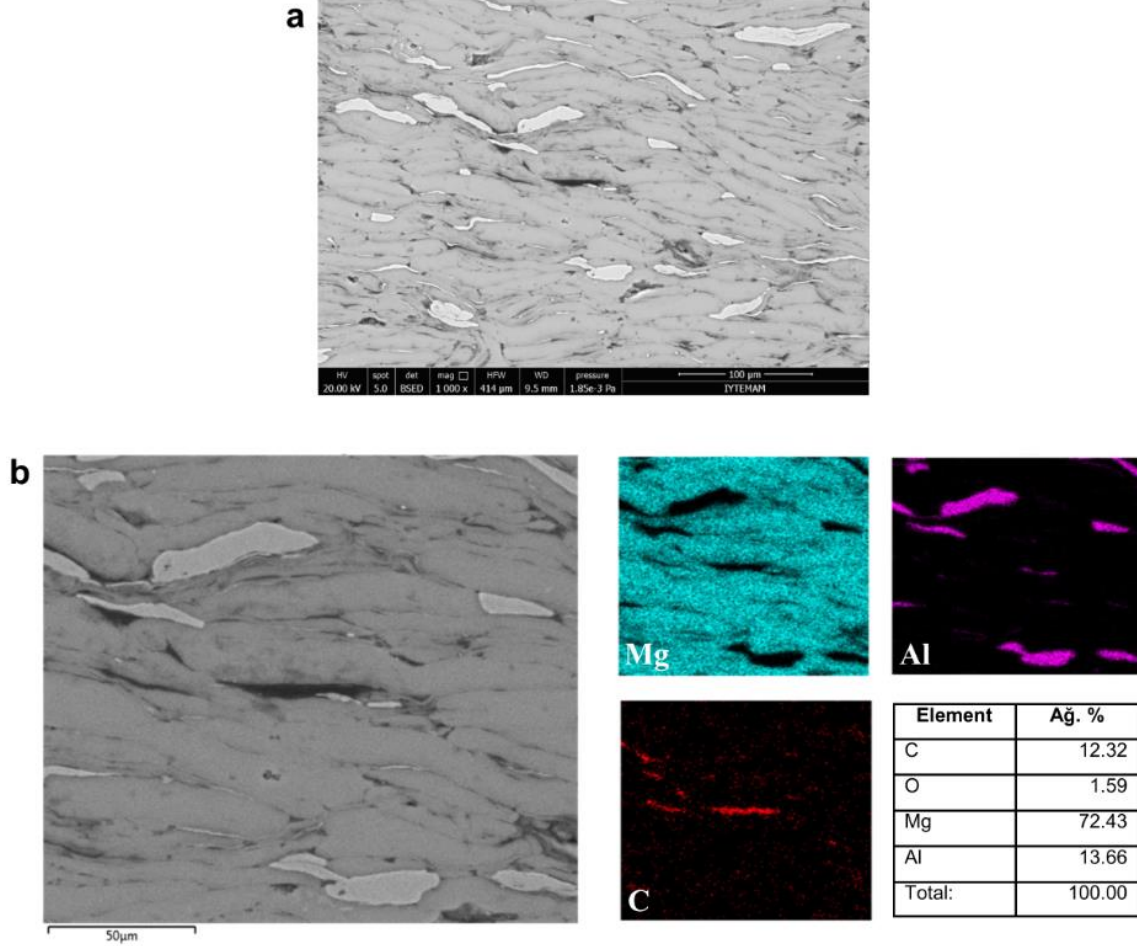


Şekil 4.10. A360/%0.25 GNL nanokompozitinde matrise gömülü GNL'ları gösteren TEM görüntüleri

4.1.2. Magnezyum Matrisli Nanokompozitlerin Mikroyapıları

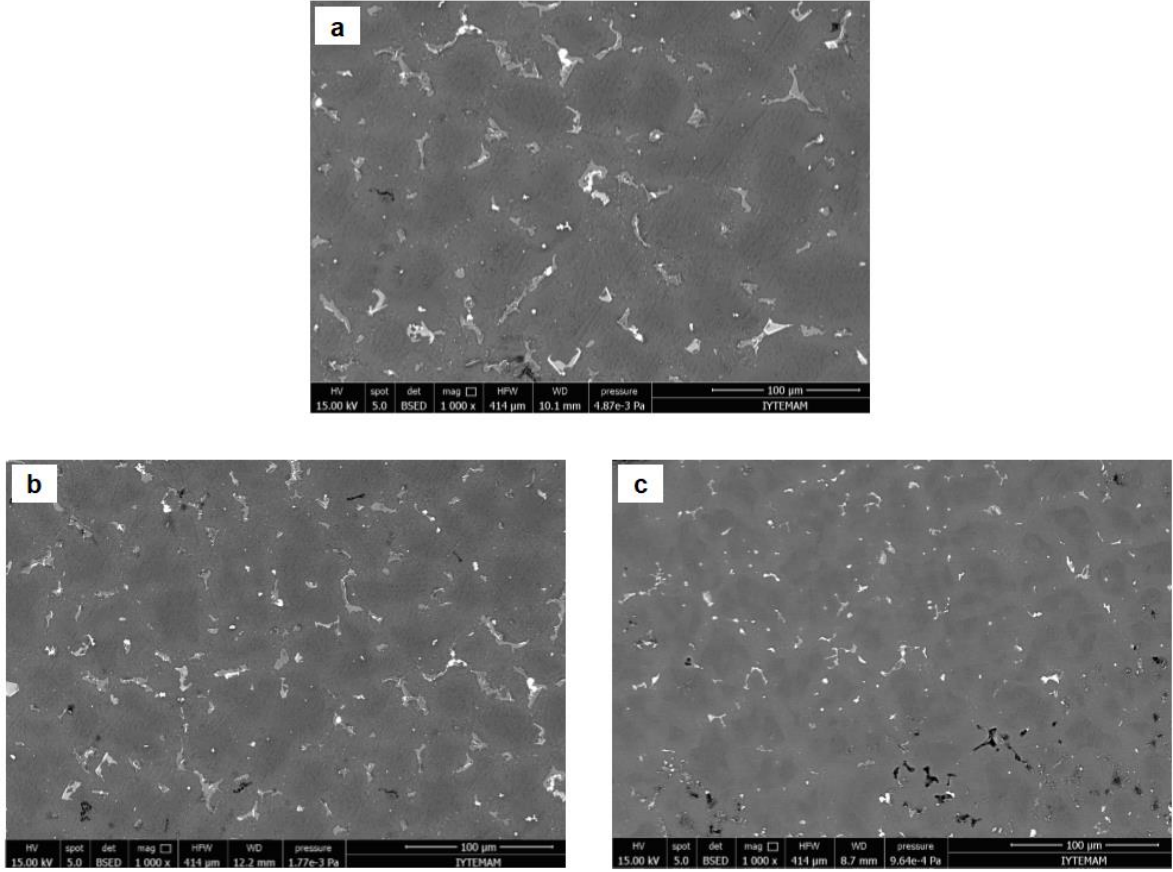
GNL'ların AZ91 alaşımına takviyesi öncesinde tablet içinde magnezyum ve alüminyum tozları arasındaki dağılımını ortaya koymak amacıyla Şekil 4.11'de görüldüğü gibi tablet kesitinden bir bölümün SEM analizi yapılmıştır. Tablette potansiyel olarak GNL'ları ve kümelerinin yerlerini işaret eden EDX haritaları Şekil 4.11b'de verilmektedir. Bilyalı öğütme ile GNL'ların çoğunlukla deaglomerasyonlarının sağlandığı ve metal tozları arasında paketlendiği açıkça gözlemlenmektedir. Tekil GNL'lar ile küçük boyuttaki GNL kümelerinin EDX sisteminin çözünürlük limitasyonundan dolayı açığa çıkarılmasının pek mümkün olmadığı not edilmelidir.

Ayrıca EDX sonuçlarından tablette tespit edilen görece düşük oksijen miktarı, tozların bilyalı öğütme sırasında oksidasyonunun kayde değer olmadığını işaret etmektedir.



Şekil 4.11. AZ91 alaşımına ilave edilmek üzere hazırlanan tabletin seçilen bir bölgesinden alınan (a) geri saçınım elektron, BSE, resmi ve (b) EDX haritalaması

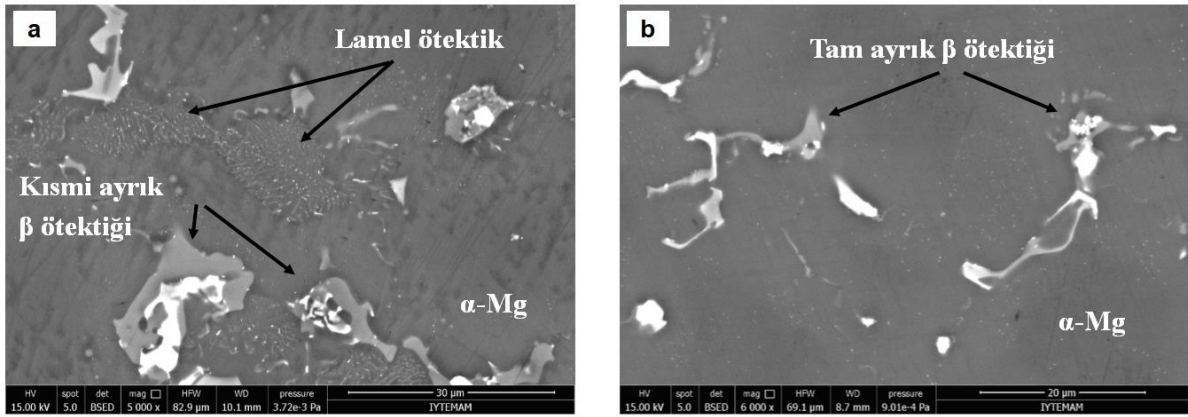
Şekil 4.12, referans AZ91 alaşımı ile ağırlıkça %0.25 ve %0.5 GNL takviyeli kompozitlerin görece düşük büyütmedeki SEM (BSE) mikrografilerini göstermektedir. Şekil 4.12a'da referans alaşımın mikroyapısından görüleceği üzere açık renkteki β intermetalik fazı, koyu α -Mg tanelerini çevrelemektedir. AZ91 alaşımına GNL takviyesi birincil α -Mg taneleri ile ikincil β fazının rafine edilmesini sağlamıştır (Şekil 4.12b ve 4.12c). AZ91 referans alaşımın, ağırlıkça %0.25 ve %0.5 GNL takviyeli kompozitlerin ortalama tane boyutları sırasıyla $94 \pm 16 \mu\text{m}$, $72 \pm 13 \mu\text{m}$ ve $58 \pm 12 \mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür. Buradan GNL oranı arttıkça tane boyutunun azaldığı sonucu çıkarılabilir. Tane boyutundaki önemli orandaki azalma da GNL'ların tane sınırı iğneleme etkisine (pinning effect) bağlanabilir.



Şekil 4.12. (a) AZ91 referans alaşımı ile (b) AZ91/%0.25 GNL ve (c) AZ91/%0.5 GNL nanokompozitlerinin BSE görüntüleri

Diğer bir önemli gözlem ise GNL ilavesi ile birlikte matriste göze çarpan porozite oluşumudur (Şekil 4.12c). Bu durumu incelemek için numunelerin yoğunlukları Arşimet prensibi kullanılarak ölçülmüştür. AZ91 referans alaşımın, ağırlıkça %0.25 ve %0.5 GNL takviyeli kompozitlerin teorik ve deneysel yoğunluk farklılıkları sırasıyla %2.5, %3 ve %4 olarak hesaplanmıştır. Bu da artan GNL miktarının AZ91 alaşımında porozite seviyesini arttırdığına işaret etmektedir. Artan porozite seviyesinin iki nedeni olabilir. Birincisi, GNL miktarına bağlı olarak eriyik akışkanlığının düşmesi ve bunun da döküm kusurlarına neden olmasıdır. Grafen yaprakcıklarının alaşımlarda elementlerin difüzyonunda bariyer görevi görebileceği Chen vd. (2012)'nin çalışmasında belirtilmiştir. Önemli miktardaki GNL'ların (özellikle ağırlıkça %0.5 GNL takviyesinde) muhtemel yetersiz ultrasonik dispersiyon sebebiyle tam olarak deaglomerasyonları sağlanamadan öbek öbek tane sınırlarına baskılanabileceği değerlendirilmektedir. Dolayısıyla artan porozite seviyesinin ikinci nedeni; tane sınırlarına baskılanan GNL'ların katılma sırasında difüzyona engel teşkil etmesi ve kompozitte yüksek porozite oranına yol açması olabilir (Rashad vd., 2015a).

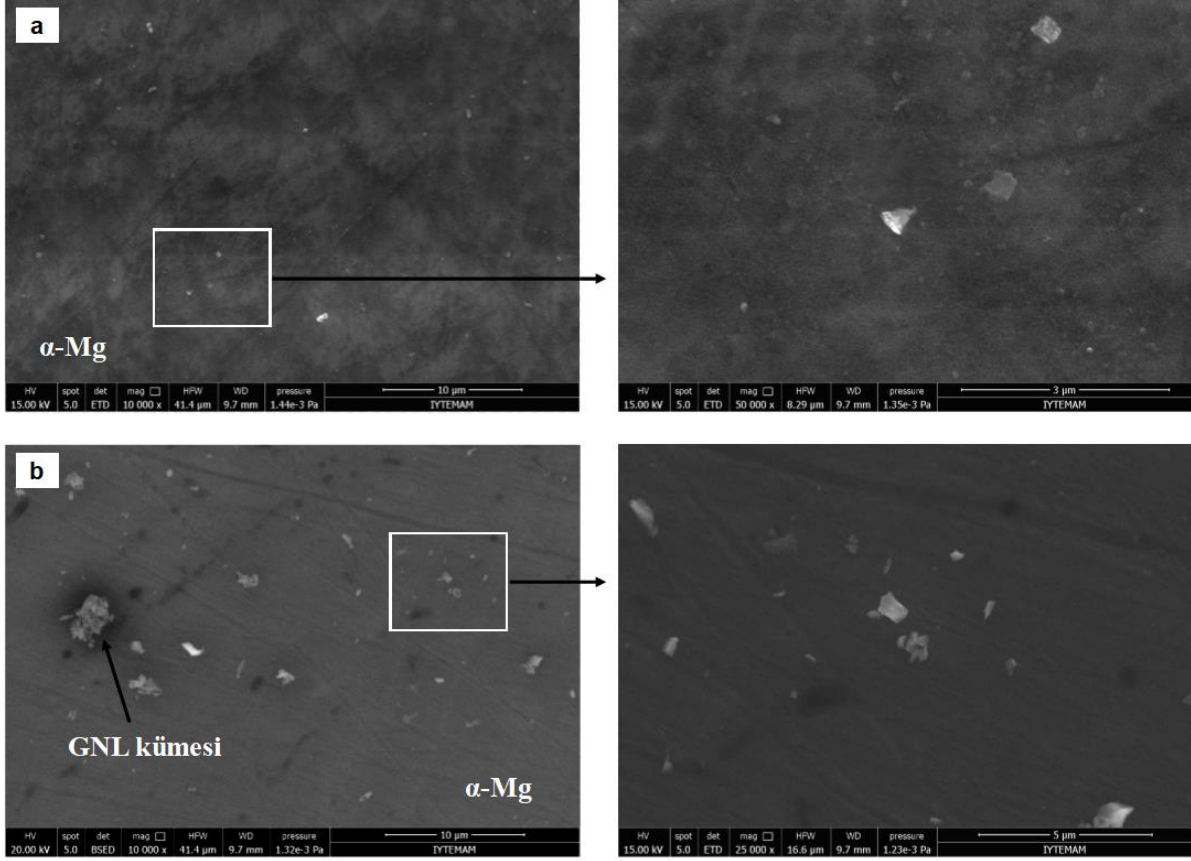
GNL ilavesi sebebiyle intermetalik fazdaki olası morfolojik değişimleri incelemek için Şekil 4.13'de AZ91 referans alaşımı ile AZ91/%0.25 GNL kompozitinin SEM görüntüleri verilmiştir. AZ91 alaşımında $\alpha+\beta$ ötektik fazının α -Mg ve intermetalik β fazı ile birlikte mikroyapıda yer aldığı iyi bilinmektedir. Bu durum Şekil 4.13a'da da görülmektedir. AZ91 alaşımında β ve $\alpha+\beta$ ötektik faz oluşumlarına genellikle çinkonun yüksek segregasyon eğilimi ile katılma sırasında yapısal aşırı soğumanın (constitutional undercooling) sebebiyet verdiği düşünülmektedir (Srinivasan vd., 2010). Şekil 4.13b'den görüleceği üzere lamel ötektik yapı, matrise GNL takviyesi ile birlikte tamamen ayrı β ötektiğine dönüşmüştür (Benzer morfolojik özellik %0.5 GNL içeren kompozit için de gözlemlenmiştir).



Şekil 4.13. (a) AZ91 referans alaşımı ile (b) AZ91/%0.25 GNL kompozitinin yüksek büyütmedeki BSE görüntüleri

Alaşım elementleri ve katılma parametrelerinin, monolitik magnezyum alaşımlarında ötektik morfolojisini başkalaştırabileceği belirtilmiştir (Dahle vd., 2001; Candan vd., 2011). Ancak, bu çalışmada AZ91 alaşımına GNL takviyesinin faz bileşimini (kompozisyonunu) değiştirmesi mümkün gözükmemektedir, zira matris ve GNL arasında kimyasal reaksiyon oluşumu beklenmemektedir. Grafenin süper termal iletkenlik özelliğine karşın, matris içindeki düşük konsantrasyonları (maksimum ağırlıkça %0.5) nedeniyle GNL'ların katılma hızını dolayısıyla ötektik morfolojisini önemli ölçüde değiştireceği düşünülmektedir. Bu nedenle, difüzyon bariyeri gibi davranan GNL'ların katılma sırasında Al ve Mg atomlarının difüzyonunu baskılamış olduğu ve lamel yapıyı ayrı β ötektiğe dönüştürerek β ötektiğinin rafinasyonuna sebebiyet verdiği öne sürülebilir (Şekil 4.13'de kullanılan büyütmelerde GNL'ların yerlerini saptamanın mümkün olmadığı not edilmelidir). Bilgimiz dahilinde literatürde daha önce GNL ve karbon nanotüp gibi karbon esaslı dolgu malzemelerinin AZ serisi alaşımlarda β fazının morfolojik başkalaşımı üzerine etkilerini inceleyen bir çalışma literatürde raporlanmamıştır. Bu nedenle, elde edilen bu öncül sonuçlar AZ91 alaşımına GNL katkısı sebebiyle β fazının

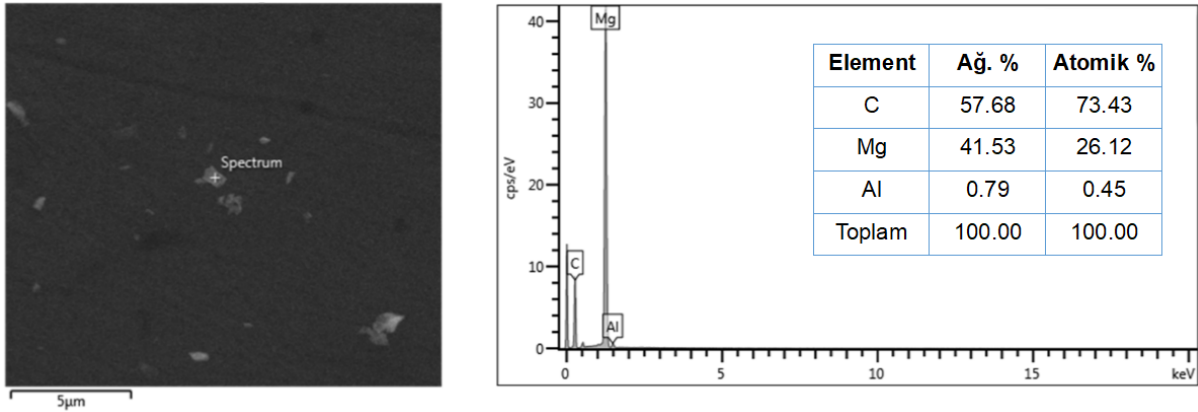
morfolojik başkalaşım mekanizmasının tam olarak anlaşılması bakımından ileri araştırmaların yapılmasını teşvik edici niteliğe sahiptir.



Şekil 4.14. (a) AZ91/%0.25 GNL ve (b) AZ91/%0.5 GNL nanokompozitlerinin SEM görüntüleri

Şekil 4.14 AZ91/%0.25 GNL ve AZ91/%0.5 GNL kompozitlerinin SEM mikrografilerini karşılaştırmaktadır. Farklı miktarlardaki GNL'ların mekanik ve ultrasonik karıştırmanın efektif kombinasyonu sayesinde alaşım içine takviyesinin gerçekleştirildiği ve görece homojen bir şekilde dağıtıldığı görülmektedir. Çok sayıda GNL'ların matris boyunca iyi dağılmasına karşın, Şekil 4.14b'de gösterildiği gibi AZ91/%0.5 GNL kompozitinde bir takım GNL kümeleri gözlemlenmiştir. Tam olarak deaglomerasyonu sağlanamayan bu GNL kümelerinin varlığı artan GNL miktarına bağlı olarak yetersiz bilyalı öğütme ve/veya ultrasonik enerjiye bağlanabilir. Diğer bir deyişle, %0.25 GNL dispersiyonu için kullanılan proses parametrelerinin %0.5 GNL dispersiyonu için de kullanılması söz konusu durumu açıklayabilir. Mikron boyutlu seramik partiküllerin aksine GNL'ların sadece tane sınır bölgelerine değil tane içlerine de nüfuz ettiği göze çarpmaktadır (Aynı durum bir önceki bölümde belirtilen A360/GNL kompozitlerinde de gözlemlenmiştir).

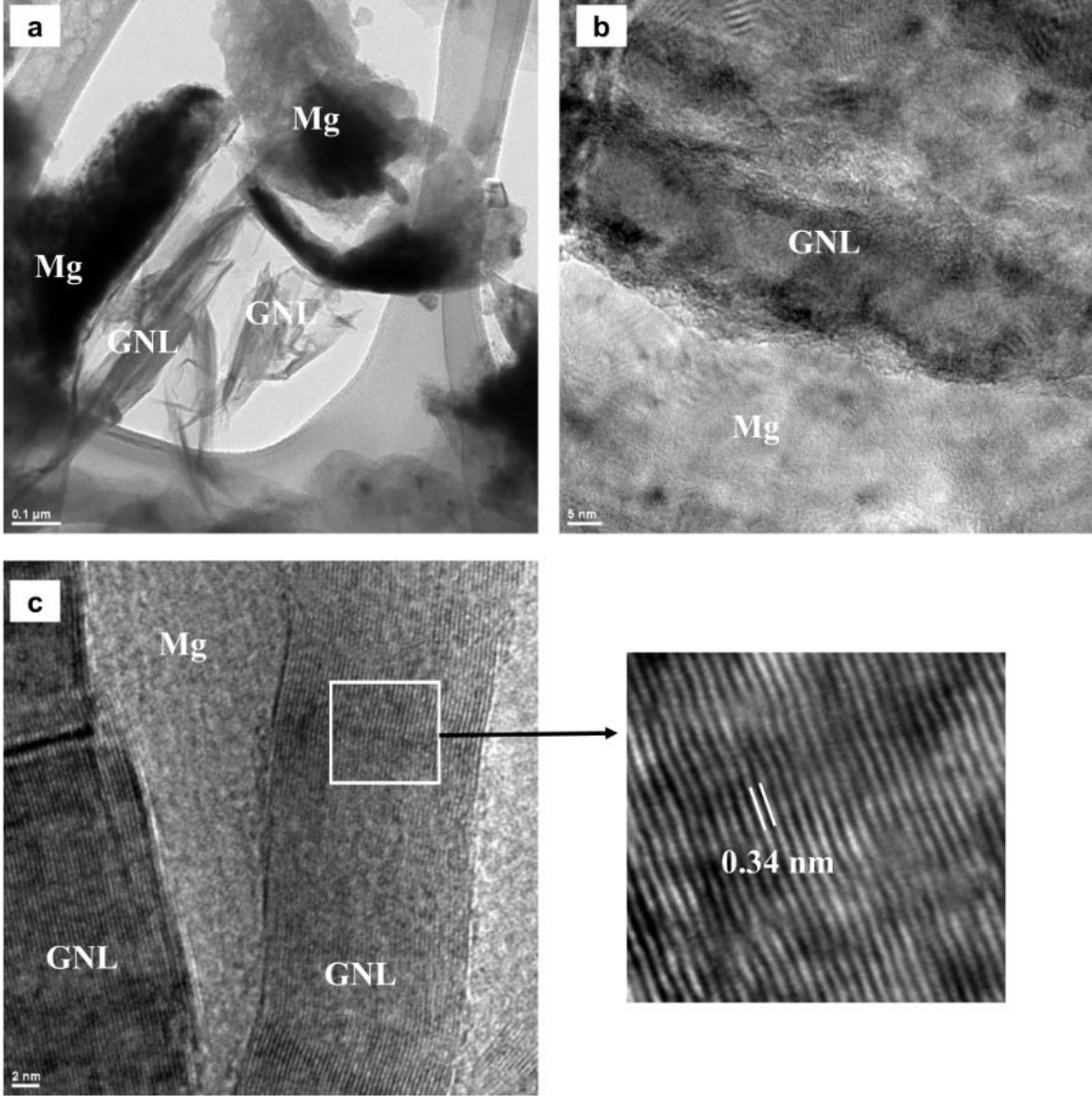
Daha önce karbon nanotüp takviyeli metal matrisli kompozitlerde katılma hızının takviye elemanı dispersiyonu üzerinde etkili olduğu raporlanmıştır (Xu vd., 2012; Li vd., 2014b). Bu bağlamda, GNL'ların düşük katılma hızında tane sınırlarına itilebileceği, yüksek katılma hızında ise katılma ile birlikte tane içlerine hapsedilebileceği anlamı çıkarılabilir. Bu nedenle, GNL'ların α -Mg taneleri içinde dağıtılması bakımında güncel çalışmadaki katılma hızının görece yüksek olduğu ileri sürülebilir. Ayrıca temin edilen GNL'lar (Şekil 3.1a ve 3.1b) ile matrise dağılmış GNL'lar (Şekil 4.14) arasında boyutları açısından büyük farklılık vardır. Bunun sebebinin temin edilen GNL'ların bilyalı öğütme sırasında daha küçük parçalara ayrılması olabileceği değerlendirilmektedir. Daha küçük boyutlu GNL'ların da dislokasyon yoğunluğunu arttırarak kompozitin mukavemetini geliştirmesi beklenebilir. Şekil 4.15'de AZ91/%0.5 GNL kompozitinde (Şekil 4.14b) dağılmış potansiyel bir GNL üzerinde alınan EDX analizine yer verilmektedir. Analizdeki belirgin karbon piki, matriste karbon esaslı dolgu malzemesinin, dolayısıyla GNL'ların varlığını onaylamaktadır.



Şekil 4.15. AZ91/%0.5 GNL kompozitinde dağılmış potansiyel bir GNL üzerindeki EDX analizi

AZ91/%0.25 GNL kompozitinin tipik TEM görüntüleri Şekil 4.16'da verilmiştir. Bu TEM resimleri de 0.34 nm düzlemlerarası mesafeli GNL'ların magnezyum matrisi içine farklı oryantasyonlarda efektif olarak gömüldüğünü onaylamaktadır (Şekil 4.16b ve 4.16c). Al ve Mg alaşımları için SEM resimlerinde çözünürlük limitinden dolayı sadece yatay disperse edilmiş GNL'lar gözlemlenmiştir. TEM resimleri ile GNL'ların farklı oryantasyonlarda matrise dağıldığı gösterilmiştir. Ayrıca, matris ve GNL'lar arasında herhangi bir boşluk veya ara geçiş fazı tespit edilmediği için iyi bir ara yüzey yapışması elde edilmiştir. Ancak, olası kimyasal reaksiyon ürünü Al_4C_3 ara fazının numune hazırlama sırasında havadaki nem ile tepkimeye girerek metan gazı oluşturma ihtimali de gözardı edilmemelidir. Yine de bu ara fazı tespit etmek için yüksek çözünürlüklü TEM (HRTEM) analizlerinin yapılması gelecek araştırma konusu olarak

tavsiye edilmektedir. Kısaca, tablet besleme mekanizması ile birlikte GNL'ların ultrasonik dispersiyonunun, döküm sırasında sıvı magnezyum tarafından grafenleri iyi ıslatabildiği ve temiz bir matris-takviye elemanı yapışması elde edilmesinde önemli rol oynadığı değerlendirilmektedir.



Şekil 4.16. AZ91/%0.25 GNL nanokompozitinde matrise gömülü GNL'ları gösteren TEM görüntüleri

4.2. Mekanik Testler

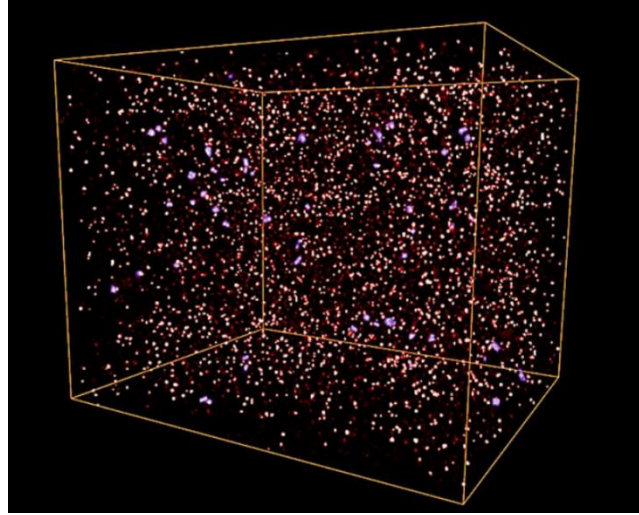
4.2.1. Alüminyum Matrisli Nanokompozitlerin Mekanik Testleri

Tablo 4.1’de A360 referans alaşımı ile GNL takviyeli kompozitlerinin sertlik ve çekme testlerinden elde edilen değerler karşılaştırılmaktadır. Ağırlıkça %0.25 GNL takviyesi ile birlikte alaşımın sertlik, akma ve çekme mukavemetinde yaklaşık olarak sırasıyla %7, %15 ve %22.5 oranında artış meydana geldiği gözlemlenmektedir. Ağırlıkça %0.5 GNL takviyesi ile birlikte yine sırasıyla alaşımın sertlik, akma ve çekme mukavemetinde yaklaşık olarak sırasıyla %12, %25 ve %32 oranında artış olmuştur. Bununla birlikte, GNL miktarı arttıkça alaşımın sünekliği azalmıştır. GNL’ların mukavemetin geliştirilmesindeki rolü, matris içinde yük taşıma kapasiteleri ve gerilim yoğunluğu oluşturarak dislokasyonların ilerlemesine iki boyutlu engel teşkil etmeleri ile açıklanabilir. Zira, alüminyum gibi yüzey merkezli kübik yapıya sahip metallere tane küçültmenin, mukavemet artışında sınırlı etkisi olduğu bilinmektedir (Lloyd, 1994). Matrise nispeten düşük konsantrasyonlarda (ağırlıkça maksimum %0.5) GNL ilavesi yapıldığı için yük taşıma etkisinin de sınırlı olacağı değerlendirilmektedir. Ayrıca, primer α -Al matris ($23.6 \times 10^{-6} (\text{°C})^{-1}$, Rashad vd., 2014) ile GNL ($-8 \times 10^{-6} (\text{°C})^{-1}$, Yoon vd., 2011) arasındaki büyük ısıl genleşme katsayısı farkı, oluşturduğu çok yönlü termal gerilmeler nedeniyle katılma sonunda plastik deformasyona sebebiyet verebilir. Bunun sonucunda, dislokasyon yoğunluğu artarak mukavemetin gelişmesine neden olabilir. Dolayısıyla temel mukavemetlendirme mekanizmasının, GNL’ların ısıl genleşme farkından dolayı gerilme yoğunluğu oluşturması ve dislokasyon ilerlemesine engel teşkil etmiş olabileceği değerlendirilmektedir. Bununla birlikte, alüminyum ile GNL’lar arası elde edilen iyi tutunmanın (Şekil 4.10) da mukavemet artışında önemli bir yeri vardır. Süneklikteki kayıp ise artan sert takviye malzemesine bağlı olarak matris içinde kısmi olarak aglomere olup kümeleşen GNL’lara dayandırılabilir. Çünkü, takviye elemanının yoğun olduğu ve kümeleştiği bölgeler genellikle çatlak oluşum ve ilerlemesine en yatkın bölgelerdir.

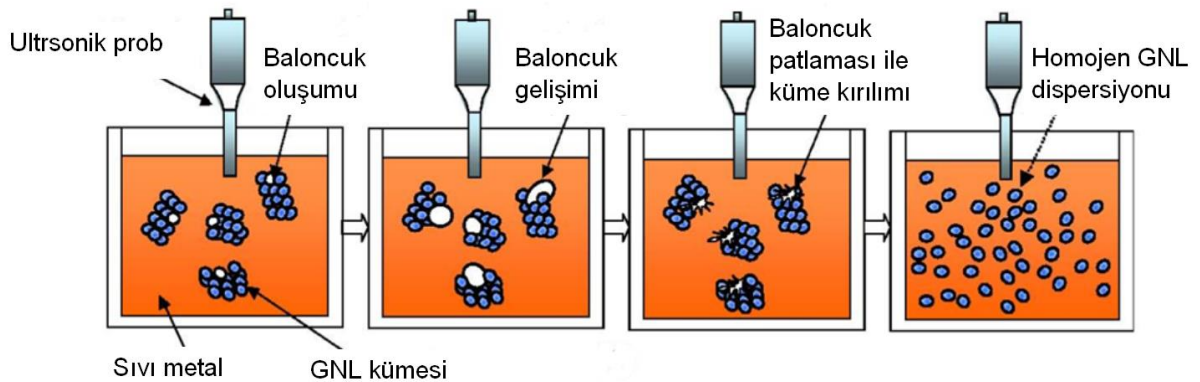
Tablo 4.1. A360 alaşımı ve GNL takviyeli kompozitlerinin sertlik ve çekme testi sonuçları

Örnek	Sertlik (HV)	%0.2 akma mukavemeti (MPa)	Çekme mukavemeti (MPa)	Kopma anındaki uzama (%)
A360 referans alaşımı	58 ± 5	123 ± 4	186 ± 5.5	3.6 ± 0.7
A360/%0.25 GNL kompoziti	62 ± 5	142 ± 7.5	228 ± 10	3.3 ± 0.9
A360/%0.5 GNL kompoziti	65 ± 4.5	154 ± 10.5	245 ± 13	2.8 ± 1.2

Literatürde sıfır boyutlu nanopartiküllerin ve tek boyutlu nanotellerin metal matrislerdeki mukavemetlendirme etkisini ortaya koyan birçok sayısal model geliştirilmiştir. Ancak, matrisde rastgele dağıtılan nano ölçekteki iki boyutlu ince levhaların mukavemetlendirmedeki etkisini hesaplayacak model geliştirmek zordur. Bu nedenle, MMNK'lerde rastgele dağıtılan iki boyutlu ince levhaların mukavemetlendirme mekanizmaları tam olarak ortaya konulamamıştır (Chen vd., 2012). Bu çalışmada bilgimiz dahilinde literatürde ilk defa GNL'lar, alüminyum alaşımı esaslı matrise yarı-katı karıştırma mekanizması ile beslenmiş, magnezyum ilavesi ile alüminyum esaslı matrisin GNL'ları islatabilirliği artırılarak ultrasonik proses ile de GNL'ların görece etkin ve homojen olarak dağıtıldıkları Şekil 4.17'de verilen A360/%0.5 GNL kompoziti için sinkatron analiz görüntüsünde ortaya konulmuştur.



Şekil 4.17. A360/%0.5 GNL kompoziti için sinkatron analiz sonuçları



Şekil 4.18. Ultrasonik prosesin sıvı metal içinde görece homojen GNL dağılımı üzerine etki modeli

Sinkatron analizi yaklaşık 1 cm³ hacmindeki numune üzerinde uygulanmıştır. Küp içindeki noktalar GNL'in numunedeki lokasyonlarına işaret etmektedir ve farklı renkler farklı boyut ve oryantasyondaki grafenleri göstermektedir. Yöntem bölümünde de belirtildiği üzere analizi yapılan merkezdeki çalışma ziyaret süresi kısıtı nedeniyle detaylı analiz yapılamamıştır. Bu öncül sonuçlar üretilen tüm kompozitlerin sinkatron analizinin yapılmasını teşvik etmektedir. Ultrasonik prosesin matriste elde edilen görece homojen GNL dağılımı üzerine etkisi literatürde belirtildiği üzere Şekil 4.18'de resmedilen model ile açıklanabilir. Ayrıca, ultrasonik proses sırasında açığa çıkan mikro-sıcak noktaların da GNL'lar ile alüminyum arasında potansiyel reaksiyon oluşumunu önleyerek yüksek mekanik özelliklerin elde edilmesi bakımından temiz bir arayüzey elde edildiği TEM analizleri ile gösterilmiştir. Alüminyum esaslı matriste görece homojen olarak dağılmış GNL'ları içeren böyle bir kompozit malzemenin sıvı fazda üretilmiş olması, iki boyutlu ince levhaların mukavemetlendirme mekanizmalarının anlaşılması ve bunların modellenmesine katkı sunabilir.

4.2.2. Magnezyum Matrisli Nanokompozitlerin Mekanik Testleri

Tablo 4.2'de AZ91 referans alaşımı ile GNL takviyeli kompozitlerinin sertlik ve çekme testlerinden elde edilen değerler karşılaştırılmaktadır. Ağırlıkça %0.25 GNL takviyesi ile birlikte alaşımın sertlik, akma ve çekme mukavemetinde yaklaşık olarak sırasıyla %8, %22 ve 19 oranında artış meydana geldiği gözlemlenmektedir. Ağırlıkça %0.5 GNL takviyesi ile birlikte yine sırasıyla alaşımın sertlik, akma ve çekme mukavemetinde yaklaşık olarak sırasıyla %15, %34 ve %32 oranında artış olmuştur. Sertlikteki artış, görece homojen GNL dispersiyonun indantasyon sırasında plastik deformasyona direnç göstermesi ve GNL nedeniyle tane incilmesi ile açıklanabilir.

Tablo 4.2. AZ91 alaşımı ve GNL takviyeli kompozitlerinin sertlik ve çekme testi sonuçları

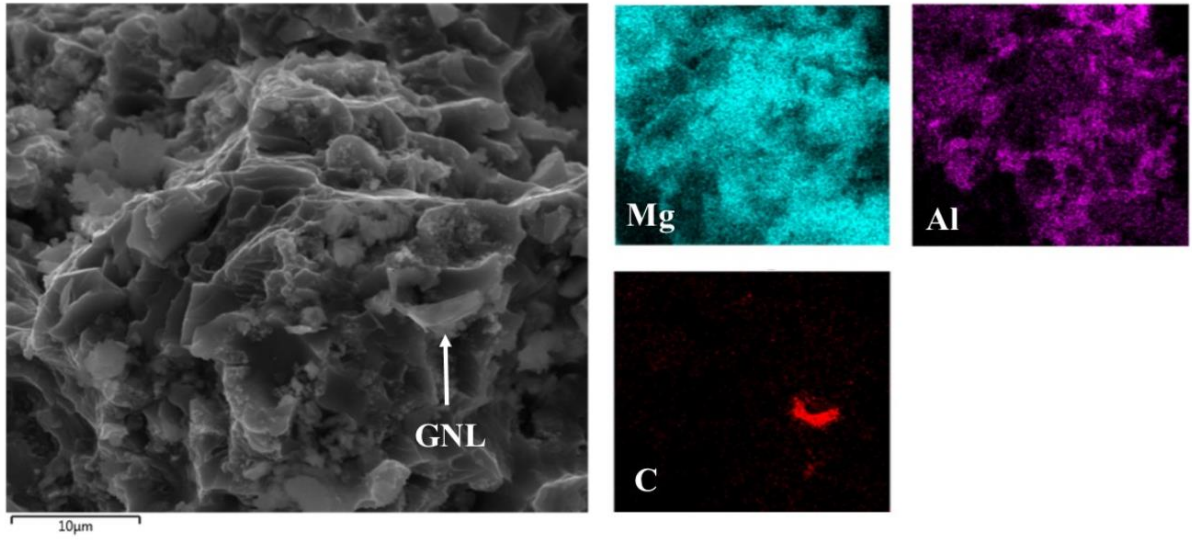
Örnek	Sertlik (HV)	%0.2 akma mukavemeti (MPa)	Çekme mukavemeti (MPa)	Kopma anındaki uzama (%)
AZ91 referans alaşımı	60 ± 0.5	95 ± 6	144 ± 8	2 ± 0.5
AZ91/%0.25 GNL kompoziti	65 ± 1.5	116 ± 9	172 ± 10	3.4 ± 0.7
AZ91/%0.5 GNL kompoziti	69 ± 2.5	128 ± 13	190 ± 14	2.8 ± 0.9

Mukavemet artışına etki eden mekanizmalar bir önceki bölümde alüminyum matrisli GNL takviyeli kompozitler için ifade edilmişti. Aynı mekanizmaların magnezyum matrisi için de etki etmesi beklenmektedir. Matris-GNL arasında elde edilen temiz ve iyi yapışmanın mekanik

özellikleri arttırdığı da bir gerçektir (Şekil 4.16b ve 4.16c). Bununla birlikte, GNL'lar geniş spesifik yüzey alanı ve kırışık yüzey yapıları (Şekil 4.16a) nedeniyle mekanik kilitlemeye katkıda bulunarak küresel ve fiber takviye elemanlarına kıyasla efektif yük transferine sebebiyet verebilir (Xiang vd., 2017). Ancak, matrise takviye edilen GNL miktarı düşük olduğu için yük transfer mekanizmasının mukavemet artışında kritik rol alması beklenmeyebilir. Nanopartiküllere kıyasla GNL'lar 1-2 μm gibi büyük boyuta sahiptir (Şekil 4.14). Bu nedenle, GNL arası geniş mesafeler dislokasyon kaymasına engel olmak için daha az ve daha zayıf bariyer oluşturur. Dolayısıyla, Orowan mukavemetlendirme mekanizmasının da görece zayıf etkiye sahip olabileceği değerlendirilmektedir (Xiang vd., 2016). Ayrıca, magnezyum alaşımı ($26 \times 10^{-6} (\text{°C})^{-1}$, Taylor, 1998) ile GNL ($-8 \times 10^{-6} (\text{°C})^{-1}$, Yoon vd., 2011) arasındaki ısıl genleşme katsayısı farkı çok yönlü termal gerilmeler nedeniyle plastik birim uzamaları meydana getirebilir. Böylece dislokasyon yoğunluğu artarak mukavemet gelişir. Özetle, tane incilmesi ile ısıl genleşme katsayısı farkının meydana getirdiği dislokasyon yoğunluğunun AZ91/GNL kompozitlerindeki mukavemet artışını domine eden mekanizmalar olduğu ileri sürülebilir.

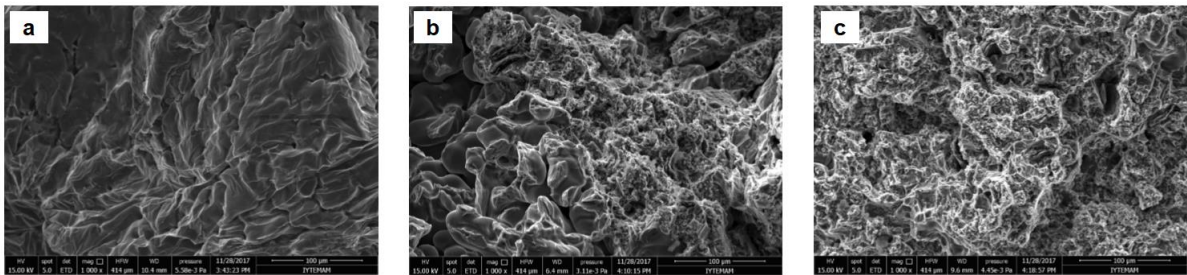
Tablo 4.2'den AZ91/GNL kompozitlerinin referans alaşıma kıyasla daha yüksek süneklik değerlerine sahip olduğu görülmektedir. Bu durum, GNL takviyesi ile lamel yapıları ötektik fazın ayrık ötektik faza transformasyonu ile açıklanabilir. Çünkü, ayrık β ötektik fazına göre lamel β ötektik çatlak oluşumuna karşı daha yatkın geniş yüzey alanlı gevrek intermetalik faz içermektedir (Turen, 2013). Ayrıca, ağırlıkça %0.5 GNL içeren kompozitin %0.25 GNL içeren kompozite göre yaklaşık %10 fazla mukavemet değerlerine ancak daha düşük süneklik değerine sahip olduğu dikkat çekmektedir. Süneklikteki bu azalma ve sınırlı mukavemet artışı artan GNL miktarına bağlı olarak saptanan görece yüksek porozite oranı (Şekil 4.12) ve GNL'ların kümeleşme eğilimine (Şekil 4.14) yorulabilir. Zira, gözenekler ve GNL kümeleri prematüre hasar oluşumuna en yatkın bölgelerdir.

GNL'ların iki boyutlu plaka morfolojileri nedeniyle matristeki grafen oryantasyonu; ıslatma, takviye elemanı miktarı ve dağılımının yanında mukavemetlendirmede önemli bir rol oynayabilir (Rashad vd., 2015b). GNL'ların çekme yönünde dizilmesi durumunda mukavemette daha fazla artış, aksi halde mukavemet artışında bir azalış beklenebilir. Bu durumu analiz etmek için çekme testi yapılan bir AZ91/%0.5 GNL kompozit numunesinin kırılma yüzeyi SEM altında incelenmiştir (Şekil 4.19). Bu şekilde çekme yönüne dik doğrultuda matrise gömülen potansiyel bir GNL'nın EDX analizine de yer verilmiştir (EDX sisteminin çözünürlük limiti ve kırık yüzey topolojisinden dolayı çekme yönü boyunca matrise gömülü GNL'ların gösterilemediği not edilmelidir). Bu nedenle, %0.5 GNL içeren kompozitteki sınırlı mukavemet artışı artan GNL miktarı ile birlikte çekme yönüne dik yerleşen ve mukavemetlendirme verimliliğini azaltan bu tür matrise gömülü grafenler ile açıklanabilir.



Şekil 4.19. Çekme testinden sonra AZ91/%0.5 GNL kompozitinden alınan kırılma yüzeyinin SEM analizi

AZ91 referans alaşımı ve kompozitlerinin çekme testi sonrası kırılma yüzeyleri Şekil 4.20'de görüldüğü gibi SEM altında incelenmiştir. Referans alaşımın kırılma yüzeyi klivaj (çatlama) adımlarının varlığını sergilemektedir (Şekil 4.20a). Diğer yandan, Şekil 4.20b ve 4.20c'de gösterildiği gibi kompozitlerin kırılma yüzeyleri çukur ve yırtık çıkıntılarını gözler önüne sermektedir. Bu yapıların, GNL katkısı ile alaşımın sünekliğindeki gelişimin göstergeleri olduğu düşünülmektedir. Ayrıca, Şekil 4.20a ve 4.20b'de mikro-gözenekler gibi döküm kusurları göze çarpmaktadır.



Şekil 4.20. Çekme testinden sonra (a) AZ91 referans alaşım, (b) AZ91/%0.25 GNL ve (c) AZ91/%0.5 GNL kompozit numunelerinden alınan kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri

5. SONUÇ

Bu proje kapsamında yapılan deneysel çalışmalardan aşağıdaki sonuçlar çıkarılabilir.

- İki farklı boyutta temin edilen GNL'ların (50-100 nm kalınlık ve 5 µm ortalama çap, 10-20 nm kalınlık ve 14 µm ortalama çap) sıvı A360 alüminyum ve AZ91 magnezyum alaşımlarına takviyesi gerçekleştirilmiştir. Mikroyapı analizlerinde daha ince olan GNL'ların (10-20 nm kalınlık ve 14 µm ortalama çap) sıvı metal içinde aglomerasyon eğilimlerinden dolayı homojen olarak dağıtılamadığı görülmüştür. Ancak, gelecek araştırma konusu olarak daha güçlü ve yüksek kapasiteli ultrasonik sistem kullanarak GNL'ların sıvı metallerde homojen dağılımı sağlanabilir. Bununla birlikte, ağırlıkça %0.25 ve %0.5 oranlarında 50-100 nm kalınlığa ve x,y ekseninde ortalama 5 µm uzunluğa sahip GNL'ların, kısmi toz metalurjisini içeren tablet besleme mekanizması ile mekanik karıştırma ve ultrasonik proses altında eriyik alüminyum A360 ve magnezyum AZ91 alaşımlarına başarılı bir şekilde takviyesi sağlanmıştır. Bu da kullanılan kombine nanokompozit üretim yönteminin gelecek vaad ettiğine işaret etmektedir.
- Mikroyapı analizleri genel olarak, GNL takviyesinin her iki alaşımın da tane boyutunu küçülttüğünü ve yüksek yoğunluktaki ultrasonik dalgalar ile GNL'ların aglomerasyonlarının önlenerek matris içinde görece homojen olarak dağıtıldığını göstermiştir. Magnezyum alaşımında GNL katkısının lamel ötektik yapıyı ayırık ötektige dönüştürerek β ötektikinin rafinasyonunu sağladığı gözlemlenmiştir. Bu morfolojik başkalaşım, GNL'ların katılma sırasında alaşım elementlerinin difüzyonunu baskılaması ile difüzyon bariyeri görevi görmesine atfedilmiştir.
- TEM çalışmaları, GNL'ların matrislerde hem yatay hem de düşey olarak konumlandığını ve ara yüzeyde herhangi bir boşluk veya kimyasal reaksiyon oluşturmadan alüminyum ve magnezyum matrise iyi tutunduğunu ortaya koymuştur. Ultrasonik proses sırasında açığa çıkan mikro-sıcak noktaların GNL'lar ile alüminyum arasında muhtemel kimyasal reaksiyonu, dolayısıyla Al₄C₃ oluşumunu önlemiş olabileceği değerlendirilmiştir. Yine de oluşmuş muhtemel reaksiyon ürünlerinin tespitine yönelik çok sayıda örnekte arayüzeyin daha ayrıntılı analizi, gelecek araştırma konusu olarak yüksek çözünürlüklü TEM (HRTEM) vasıtasıyla gerçekleştirilebilir.
- Genel olarak GNL takviyesi alaşımların %0.2 akma ile çekme mukavemetini önemli oranda arttırmıştır. Mukavemetteki iyileşmeler daha ziyade, GNL'ların matris ile ısı

genleşme katsayısı farkından dolayı gerilim yoğunluğu oluşturması ve dislokasyonların ilerlemesine engel teşkil etmesine dayandırılmıştır. Bununla birlikte, mukavemetlendirme üzerinde tane inceltme mekanizmasının alüminyuma kıyasla magnezyum alaşımında daha etkin olduğu değerlendirilmiştir. Monolitik alaşıma göre A360/GNL kompozitlerinde tespit edilen süneklikteki azalma, matriste gözlemlenen ve çatlak oluşumuna yatkın kısmi GNL kümelenmelerine dayandırılmıştır. Monolitik alaşıma göre AZ91/GNL kompozitlerinde tespit edilen süneklikteki gelişme ise, grafen etkisiyle ötektik yapıdaki morfolojik değişim ile açıklanmıştır. Aynı zamanda, AZ91/0.25 GNL kompozitinin süneklik ve mukavemetlendirme verimliliğinin AZ91/0.5 GNL kompozitinkilere kıyasla daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Kompozitte artan GNL oranına bağlı olarak saptanan yüksek porozite oranı ve GNL'ların kümeleşme eğilimlerinin, söz konusu düşük süneklik ve mukavemetlendirme verimliliğine neden olduğu ileri sürülmüştür.

- Bu proje, GNL'ların sıvı fazda alüminyum ve magnezyum alaşımlarına takviyesinde ekstrüzyon ve haddeleme gibi ikincil bir prosese gerek duyulmadan yeni nesil nanokompozitlerin seri imalata uygun döküm yöntemi ile üretilebilirliklerini ortaya koymuştur.

Kaynaklar

- Bakshi, S., Lahiri, D., Agarwal, A. 2010. "Carbon Nanotube Reinforced Metal Matrix Composites – A Review", *International Materials Reviews*, 55, 41-64.
- Balandin, A. A., Ghosh, S., Bao, W., Calizo, I., Teweldebrhan, F., Miao, F., Lau, C. N. 2008. "Superior Thermal Conductivity of Single-layer Graphene", *Nano Letters*, 8 (3), 902-7.
- Bartolucci, S. F., Paras, J., Rafiee, M. A., Rafiee, J., Lee, S., Kapoor, D., Koratkar, N. 2011. "Graphene-aluminum Nanocomposites", *Materials Science and Engineering A*, 528, 7933-7.
- Bastwros, M., Kim, G. Y., Zhang, C. Z. K., Wang, S., Tang, X. 2014. "Effect of Ball Milling on Graphene Reinforced Al6061 Composite Fabricated by Semi-Solid Sintering", *Composites: Part B*, 60, 111-8.
- Buzolin, R. H., Mendis, C. L., Tolnai, D., Stark, A., Schell, N., Pinto, H., Kainer, K. U., Hort, N. 2016. "In Situ Synchrotron Radiation Diffraction Investigation of the Compression Behaviour at 350 °C of ZK40 Alloys with Addition of CaO and Y", *Materials Science and Engineering A*, 664, 2-9.
- Candan, S., Unal, M., Koc, E., Turen, Y., Candan, E. 2011. "Effects of Titanium Addition on Mechanical and Corrosion Behaviours of AZ91 Magnesium Alloy", *Journal of Alloys and Compounds*, 509, 1958-63.
- Casati, R., Vedani, M. 2014. "Metal Matrix Composites Reinforced by Nano-Particles – A Review", *Metals*, 4, 65-83.
- Chawla, N., Chawla, K. K. 2006. "Metal-Matrix Composites in Ground Transportation", *Journal of the Minerals, Metals & Materials Society*, 58, 67-70.
- Chen, L., Konishi, H., Fehrenbacher, A., Ma, C., Xu, J., Choi, H., Xu, H., Pfefferkorn, F. E., Li, X. 2012. "Novel Nanoprocessing Route for Bulk Graphene Nanoplatelets Reinforced Metal Matrix Nanocomposites", *Scripta Materialia*, 67, 29-32.
- Chen, L., Peng, J., Xu, J., Choi, H., Li, X. 2013. "Achieving Uniform Distribution and Dispersion of a High Percentage of Nanoparticles in Metal Matrix Nanocomposites by Solidification Processing", *Scripta Materialia*, 69, 634-7.
- Chen, F., Gupta N., Behera, R. K., Rohatgi, P. K. 2018. "Graphene-Reinforced Aluminum Matrix Composites: A Review of Synthesis Methods and Properties", *JOM (The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society, TMS)*, 70 (6), 837-45.
- Chu, K., Jia, C. 2014. "Enhanced Strength in Bulk Graphene-copper Composites", *Physica Status Solidi A*, 211 (1), 184-190.
- Ci, L., Ryu, Z., Jin-Phillipp, N. Y., Rühle, M. 2006. "Investigation of the Interfacial Reaction between Multi-walled Carbon Nanotubes and Aluminum", *Acta Materialia*, 54 (20), 5367-75.
- Dahle, A. K., Lee, Y. C., Nave, M. D., Schaffer, P. L., John, D. H. 2001. "Development of the As-Cast Microstructure in Magnesium-Aluminium Alloys", *Journal of Light Metals*, 1 (1), 61-72.
- Dahlem, O., Reisse, J., Halluin, V. 1999. "The Radially Vibrating Horn: A Scaling-up Possibility for Sonochemical Reactions", *Chemical Engineering Science*, 54 (13-14), 2829-38.

- De Cicco, M., Konishi, H., Cao, G., Choi, H. S., Turng, L., Perepezko, J. H., Kou, S., Lakes, R., Li, X. 2009. "Strong, Ductile Magnesium-Zinc Nanocomposites", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40 (12), 3038-45.
- De Cicco, M. P., Li, X., Turng, L. 2009. "Semi-solid Casting (SSC) of Zinc Alloy Nanocomposites", *Journal of Materials Processing Technology*, 209 (18-19), 5881-5.
- De Cicco, M. P., Turng, L., Li, X., Perepezko, J. H. 2011. "Nucleation Catalysis in Aluminum Alloy A356 Using Nanoscale Inoculants", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42A (8), 2323-30.
- Dieringa, H., Katsarou, L., Buzolin, R., Szakács, G., Horstmann, M., Wolff M., Mendis, C., Vorozhtsov, S., St John, D. 2017. "Ultrasound Assisted Casting of an AM60 Based Metal Matrix Nanocomposite, its Properties, and Recyclability", *Metals*, 7, 388-400.
- El-Eskandarany, M. S. 1998. "Mechanical Solid State Mixing for Synthesizing of SiC_p/Al Nanocomposites", *Journal of Alloys and Compounds*, 279 (2), 263-271.
- El-Kady, E., Mahmoud, T., Ali, A. 2011. "On the Electrical and Thermal Conductivities of Cast A356/Al₂O₃ Metal Matrix Nanocomposites", *Materials Sciences and Applications*, 22, 1180-7.
- Eskin, G. 1998. *Ultrasonic Treatment of Light Alloy Melts*. Amsterdam: Gordon and Breach.
- Eskin, G. 2001. "Broad Prospects for Commercial Application of the Ultrasonic (Cavitation) Melt Treatment of Light Alloys", *Ultrasonic Sonochemistry*, 8 (3), 319-25.
- Eustathopoulos, N., Joud, J. C., Desre, P., Hicter, J. M. 1974. "The Wetting of Carbon by Aluminium and Aluminium Alloys", *Journal of Materials Science*, 9 (8), 1233-42.
- Geim, A. K., Novoselov, K. S. 2007. "The Rise of Graphene", *Nature Materials*, 6, 183-191.
- Guan, R. G., Lian, C., Zhao, Z. Y., Chao, R. Z., Liu, C. M. 2012. "Study on Preparation of Graphene and Al-graphene Composite", *Rare Metal Materials and Engineering*, 41 (Supplement 2), 607-11.
- Hassan, S. F., Gupta, M. 2004. "Development of High Performance Magnesium Nanocomposites Using Solidification Processing Route", *Materials Science and Technology*, 20 (11), 1383-8.
- Hassan, S. F., Gupta, M. 2007. "Effect of Nano-ZrO₂ Particulates Reinforcement on Microstructure and Mechanical Behavior of Solidification Processed Elemental Mg", *Journal of Composite Materials*, 41 (21), 2533-43.
- Hu, Z., Tong, G., Lin, D., Chen, C., Guo, H., Xu, J., Zhou, L. 2016. "Graphene-reinforced Metal Matrix Nanocomposites – A Review", *Materials Science and Technology*, 32 (9), 930-53.
- Hwang, J., Yoon, T., Jin, S. H., Lee, J., Kim, T. S., Hong, S. H., Jeon, S. 2013. "Enhanced Mechanical Properties of Graphene/copper Nanocomposites Using a Molecular-level Mixing Process", *Advanced Materials*, 25 (46), 6724-9.
- Kandemir, S. 2013. "Semi-solid Processing of Metal Matrix Nanocomposites", *Doktora Tezi, Leicester Üniversitesi, Leicester, Birleşik Krallık*.

- Kandemir, S., Weston, D. P., Atkinson, H. V. 2013. "Production of A356/TiB₂ Nanocomposite Feedstock for Thixoforming by an Ultrasonic Method", *Solid State Phenomena*, 192-193, 66-71.
- Kandemir, S., Atkinson, H. V., Weston, D. P., Hainsworth, S. V. 2014. "Thixoforming of A356/SiC and A356/TiB₂ Nanocomposites Fabricated by a Combination of Green Compact Nanoparticle Incorporation and Ultrasonic Treatment of the Melted Compact", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 45A, 5782-98.
- Kawabe, A., Oshida, A., Kobayashi, T., Toda, H. 1999. "Fabrication Process of Metal Matrix Composite with Nano-size SiC Particle Produced by Vortex Method", *Journal of Japan Institute of Light Metals*, 49, 149-154.
- Kuilla, T., Bhadra, S., Yao, D. H., Kim, N. H., Bose, S., Lee, J. H. 2010. "Recent Advances in Graphene Based Polymer Composites", *Progress in Polymer Science*, 35 (11), 1350-75.
- Kumar, A., Kumaresan, T., Pandit, A. B., Joshi, J. B. 2006. "Characterization of Flow Phenomena Induced by Ultrasonic Horn", *Chemical Engineering Science*, 61 (22), 7410-20.
- Kumar, H. G. P., Xavior, M. A. 2014. "Graphene Reinforced Metal Matrix Composite (GRMMC): A Review", *Procedia Engineering*, 97, 1033-40.
- Kwon, H., Estili, M., Takagi, K., Miyazaki, T., Kawasaki, A. 2009. "Combination of Hot Extrusion and Spark Plasma Sintering for Producing Carbon Nanotube Reinforced Aluminum Matrix Composites", *Carbon*, 47, 570-7.
- Lan, J., Yang, Y., Li, X. 2004. "Microstructure and Microhardness of SiC Nanoparticles Reinforced Magnesium Composites Fabricated by Ultrasonic Method", *Materials Science and Engineering A*, 386 (1-2), 284-90.
- Lee, J. C., Byun, J. Y., Park, S. B., Lee, H. I. 1998. "Prediction of Si Contents to Suppress the Formation of Al₄C₃ in the SiC_p/Al Composite", *Acta Materialia*, 46 (5), 1771-80.
- Lee, C., Wei, X., Kysar, J. W., Hone, J. 2008. "Measurement of the Elastic Properties and Intrinsic Strength of Monolayer Graphene", *Science*, 321, 385-8.
- Li, X., Yang, Y., Cheng, X. 2004. "Ultrasonic-assisted Fabrication of Metal Matrix Nanocomposites", *Journal of Materials Science*, 39 (9), 3211-2.
- Li, Y., Zhao, Y. H., Ortalan, V., Liu, W., Zhang, Z. H., Vogt, R. G., Browning, N. D., Lavernia, E. J., Schoenung, J. M. 2009. "Investigation of Aluminum-Based Nanocomposites with Ultra-High Strength", *Materials Science and Engineering A*, 527 (1-2), 305-16.
- Li, Y. L., Zhou, T. G. 2013. "Achieving Al Melt/carbon and Al-Ti Melts/carbon Interfaces Wetting via Ultrasonic Couple Processing", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 44 (7), 3337-43.
- Li, M., Che, H., Liu, X., Liang, S., Xie, H. 2014. "Highly Enhanced Mechanical Properties in Cu Matrix Composites Reinforced with Graphene Decorated Metallic Nanoparticles", *Journal of Materials Science*, 49, 3725-31.
- Li, C. D., Wang X. J., Liu, W. Q., Shi, H. L., Ding, C., Hu, X. S., Zheng, M. Y., Wu, K. 2014. "Effect of Solidification on Microstructures and Mechanical Properties of Carbon Nanotubes Reinforced Magnesium Matrix Composite", *Materials and Design*, 58, 204-8.

- Li, J. L., Xiong, Y. C., Wang, X. D., Yan, S. J., Yang, C., He, W. W., Chen, J. Z., Wang, S. Q., Zhang, X. Y., Dai, S. L. 2015. "Microstructure and Tensile Properties of Bulk Nanostructured Aluminum/Graphene Composites Prepared via Cryomilling", *Materials Science and Engineering A*, 626, 400-5.
- Lloyd, D. J. 1994. "Particle Reinforced Aluminium and Magnesium Matrix Composites", *International Materials Reviews*, 39 (1), 1-23.
- Mazahery, A., Abdizadeh, H., Baharvandi, H. R. 2009. "Development of High-performance A356/nano- Al_2O_3 Composites", *Materials Science and Engineering A*, 518 (1-2), 61-4.
- McWilliams, B., Sano, T., Yu, J., Gordon, A., Yen, C. 2013. "Influence of Hot Rolling on the Deformation Behavior of Particle Reinforced Aluminum Metal Matrix Composite", *Materials Science and Engineering A*, 577, 54-63.
- Neubauer, E., Kitzmantel, M., Hulman, M., Angerer, P. 2010. "Potential and Challenges of Metal-matrix-composites Reinforced with Carbon Nanofibers and Carbon Nanotubes", *Composites Science and Technology*, 70, 2228-36.
- Nie, K. B., Wang, X. J., Wu, K., Xu, L., Zheng, M. Y., Hu, X. S. 2011. "Processing, Microstructure and Mechanical Properties of Magnesium Matrix Nanocomposites Fabricated by Semisolid Stirring Assisted Ultrasonic Vibration", *Journal of Alloys and Compounds*, 509, 8664-9.
- Nie, K. B., Wang, X. J., Xu, L., Wu, K., Hu, X. S., Zheng, M. Y. 2012. "Influence of Extrusion Temperature and Process Parameter on Microstructures and Tensile Properties of a Particulate Reinforced Magnesium Matrix Nanocomposites", *Materials and Design*, 36, 199-205.
- Pérez-Bustamante, R., Bolaños-Morales, D., Bonilla-Martínez, J., Estrada-Guel, I., Martínez-Sánchez, R. 2014. "Microstructural and Hardness Behavior of Graphene-Nanoplatelets/Aluminum Composites Synthesized by Mechanical Alloying", *Journal of Alloys and Compounds*, 615, S578-82.
- Potts, J. R., Dreyer, D. R., Bielawski, C. W., Ruoff, R. S. 2011. "Graphene-based polymer nanocomposites", *Polymer*, 52 (1), 5-25.
- Rajan, T. P. D., Pillai, R. M., Pai, B. C. 1998. "Review Reinforcement Coatings and Interfaces in Aluminium Metal Matrix Composites", *Journal of Materials Science*, 33, 3491-503.
- Randviir, E. P., Brownson, D. A. C., Banks, C. E. 2014. "A Decade of Graphene Research: Production, Applications and Outlook", *Materials Today*, 17 (9), 426-32.
- Rashad, M., Pan, F., Tang, A., Lu, Y., Asif, M., Hussain, S., She, J., Guo, J., Mao, J. 2013. "Effect of Graphene Nanoplatelets (GNPs) Addition on Strength and Ductility of Magnesium-Titanium Alloys", *Journal of Magnesium and Alloys*, 1 (3), 242-8.
- Rashad, M., Pan, F., Tang, A., Asif, M. 2014. "Effect of Graphene Nanoplatelets Addition on Mechanical Properties of Pure Aluminum Using a Semi-powder Method", *Progress in Natural Science: Materials International*, 24 (2), 101-8.
- Rashad, M., Pan, F., Tang, A., Asif, M., She, J., Guo, J., Mao, J., Hu, H. 2015. "Development of Magnesium-Graphene Nanoplatelets Composite", *Journal of Composite Materials*, 49 (3), 285-93.

Rashad, M., Pan, F., Hu, H., Asif, M., Hussain, S., She, J. 2015. "Enhanced Tensile Properties of Magnesium Composites Reinforced with Graphene Nanoplatelets", *Materials Science and Engineering A*, 630, 36-44.

Rashad, M., Pan, F., Asif, M. 2016. "Exploring Mechanical Behavior of Mg-6Zn Alloy Reinforced with Graphene Nanoplatelets", *Materials Science and Engineering A*, 649, 263-9.

Rashad, M., Pan, F., Liu, Y., Chen X., Lin, H., Pan, R., Asif, M., She, J. 2016. "High Temperature Formability of Graphene Nanoplatelets-AZ31 Composites Fabricated by Stir-Casting Method", *Journal of Magnesium and Alloys*, 4 (4), 270-7.

Sakarya Üniversitesi. "Çökeltme ve Çökeltme Sertleşmesi".
[http://content.lms.sabis.sakarya.edu.tr/Uploads/70485/39555/fiziksel_metalurji-çökeltme_\(1\).pdf](http://content.lms.sabis.sakarya.edu.tr/Uploads/70485/39555/fiziksel_metalurji-çökeltme_(1).pdf),
Son erişim tarihi: 08 Temmuz 2018.

Soboyejo, W. 2003. *Mechanical Properties of Engineered Materials*. New York: Marcel Dekker.

Srinivasan, A., Swaminathan, J., Gunjan, M. K., Pillai, U. T. S., Pai, B. C. 2010. "Effect of Intermetallic Phases on the Creep Behavior of AZ91 Magnesium Alloy", *Materials Science and Engineering A*, 527, 1395-403.

Sukumaran, K., Pillai, S. G. K., Pillai, R. M., Kelukutty, V. S., Pai, B. C., Satyanarayana, K. G., Ravikumar, K. K. 1995. "The Effects of Magnesium Additions on the Structure and Properties of Al-7Si-10 SiC_p Composites" *Journal of Materials Science*, 30 (6), 1469-72.

Suslick, K. S., Didenko, Y., Fang, M. M., Hyeon, T., Kolbeck, K. J., McNamara, W. B., Mdleleni, M. M., Wong, M. 1999. "Acoustic Cavitation and its Chemical Consequences", *Philosophical Transactions of the Royal Society A*, 357 (1751), 335-53.

Suslick, K. S. 2001. "Sonoluminescence and Sonochemistry". *Encyclopedia of Physical Science and Technology*. Editör: Meyers, R. A. San Diego, CA: Academic Press Inc.

Şenel, M. C., Gürbüz, M., Koç, E. 2015. "Grafen Takviyeli Alüminyum Matrisli Yeni Nesil Kompozitler", *Mühendis ve Makina*, 56 (669), 36-47.

Taylor, R. E. 1998. "Thermal Expansion of Solids in CINDAS Data Series on Materials Properties", Ohio, Materials Park: ASTM International.

Tjong, S.C. 2007. "Novel Nanoparticle-Reinforced Metal Matrix Composites with Enhanced Mechanical Properties", *Advanced Engineering Materials*, 9 (8), 639-52.

Turen, Y. 2013. "Effect of Sn Addition on Microstructure, Mechanical and Casting Properties of AZ91 Alloy", *Materials and Design*, 49, 1009-15.

Wang, Z., Wang, X., Zhao, Y., Du, W. 2010. "SiC Nanoparticles Reinforced Magnesium Matrix Composites Fabricated by Ultrasonic Method", *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 20 (S3), 1029-32.

Wang, J., Li, Z., Fan, G., Pan, H., Chen, Z., Zhang, D. 2012. "Reinforcement with Graphene Nanosheets in Aluminum Matrix Composites", *Scripta Materialia*, 66, 594-7.



Xiang, S. L., Wang, X. J., Gupta M., Wu, K., Hu, X. S., Zheng, M. Y. 2016. "Graphene Nanoplatelets Induced Heterogeneous Bimodal Structural Magnesium Matrix Composites with Enhanced Mechanical Properties", *Scientific Report*, 6, 38824.

Xiang, X. Y., Gupta, M., Wang, X. J., Wang, L. D., Hu, X. S., Wu, K. 2017. "Enhanced Overall Strength and Ductility of Magnesium Matrix Composites by Low Content of Graphene Nanoplatelets", *Composites: Part A*, 100, 183-93.

Xu, J. Q., Chen, L. Y., Choi, H., Li, X. C. 2012. "Theoretical Study and Pathways for Nanoparticle Capture During Solidification of Metal Melt", *Journal of Physics: Condensed Matter*, 24 (25), 255304-14.

Yan, S. J., Dai, S. L., Zhang, X. Y., Yang, C., Hong, Q. H., Chen, J. Z., Lin, Z. M. 2014. "Investigating Aluminum Alloy Reinforced by Graphene Nanoflakes", *Materials Science and Engineering A*, 612 (1), 440-4.

Yan, H., Huang, Z., Qui, H. 2017. "Microstructure and Mechanical Properties of CNTs/A356 Nanocomposites Fabricated by High-intensity Ultrasonic Processing", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 48 (2), 910-8.

Yang, Y., Lan, J., Li, X. 2004. "Study on Bulk Aluminum Matrix Nano-composite Fabricated by Ultrasonic Dispersion of Nano-sized SiC particles in Molten Aluminum Alloy", *Materials Science and Engineering A*, 380 (1-2), 378-83.

Yang, Y. 2005. "Ultrasonic Cavitation Based Solidification Processing of Aluminum Matrix Nanocomposite", *Doktora Tezi, Wisconsin Üniversitesi, Madison, A.B.D.*

Yoon, D., Son, Y. W., Cheong, H. 2011. "Negative Thermal Expansion Coefficient of Graphene Measured by Raman Spectroscopy", *Nano Letter*, 11 (8), 3227-31.

Zhang, Z., Chen, D. L. 2006. "Consideration of Orowan Strengthening Effect in Particulate-Reinforced Metal Matrix Nanocomposites: A Model for Predicting their Yield Strength", *Scripta Materialia*, 54 (7), 1321-6.

TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU

Proje Yürütücüsü:	Dr. SİNAN KANDEMİR
Proje No:	214M091
Proje Başlığı:	Grafen Nanolevha Takviyeli Metal Matrisli Nanokompozitlerin Geliştirilmesi
Proje Türü:	3501 - Kariyer
Proje Süresi:	30
Araştırmacılar:	
Danışmanlar:	
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi:	İZMİR YÜKSEK TEKNOLOJİ ENS. MÜHENDİSLİK F. MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ B.
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri:	15/04/2015 - 15/07/2018
Onaylanan Bütçe:	276168.0
Harcanan Bütçe:	256629.22
Öz:	<p>Bu projenin amacı; hafif ve yüksek mekanik özelliklere sahip grafen nanolevha takviyeli alüminyum ve magnezyum esaslı nanokompozitlerin üretilebilirliğinin ortaya konulmasıdır. Bu amaç doğrultusunda mekanik özelliklerin en üst düzeye çıkarılması için grafen nanolevhaların, seri imalata uygun olarak sıvı fazdaki matris içinde homojen ve etkin dağılımı hedeflenmiştir. Bu kapsamda, iki farklı boyuttaki grafen nanolevhalar (50-100 nm kalınlık ve 5 µm ortalama çap, 10-20 nm kalınlık ve 14 µm ortalama çap) endüstride sıkça kullanılan A360 alüminyum ve AZ91 magnezyum alaşımlarına takviye edilmiştir. Büyük yüzey alanı ve sahip oldukları yüksek yüzey enerjileri nedeniyle nano boyutlu takviye elemanlarının sıvı metaller içinde homojen olarak dağıtılması güçtür. Olağanüstü mekanik özelliklere sahip grafen nanolevhaların sıvı metallere geçişi, kısmi toz metalurjisini içeren tablet besleme mekanizması ile mekanik karıştırma ve ultrasonik proses altında gerçekleştirilmiştir. Ağırlıkça %0.25 ve %0.5 grafen takviyesiyle dökülen kompozitlerin iletken mikroskopları ile yapılan mikroyapı analizleri sonucunda, yüksek yoğunluktaki ultrasonik dalgalar ile nispeten daha kalın olan nanolevhaların (50-100 nm kalınlık ve 5 µm ortalama çap) aglomerasyonlarının önlenerek matris içinde göreceli olarak homojen dağıldığı ve matris-nanolevhalar arasında iyi bir tutunma yüzeyinin elde edildiği gösterilmiştir. Üretilen kompozit numunelerin çekme testlerinde, grafen nanolevha takviyesinin alaşımların mukavemetini önemli oranda arttırdığı belirlenmiş ve bu gelişmenin ağırlıklı olarak nanolevhaların dislokasyonların ilerlemesinde bariyer vazifesi görmesine dayandırılmıştır. Monolitik alaşıma göre magnezyum matrisli kompozitlerinde görülen süneklikteki şaşırtıcı artış ise, grafen etkisiyle ötektik yapıdaki morfolojik değişim ile açıklanmıştır. Sonuçlar, grafen takviyeli yüksek performanslı metal matrisli nanokompozitlerin seri imalata uygun olarak sıvı fazda üretilme potansiyelini göstermesi açısından umut vericidir.</p>
Anahtar Kelimeler:	Grafen nanolevhalar, Metal matrisli kompozitler, Nanokompozitler, Alüminyum ve magnezyum alaşımları
Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu Mu?:	Hayır

Proje Yapılan Yayınlar:	<p>1- Grafen Nanolevha Takviyesinin AlSi10Mg Alaşımının Mikroyapı ve Mekanik Özellikleri Üzerine Etkisi (Makale - Diğer Hakemli Makale),</p> <p>2- Development of Graphene Nanoplatelet-Reinforced AZ91 Magnesium Alloy by Solidification Processing (Makale - İndeksli Makale),</p> <p>3- Development of Graphene Nanoplatelets Reinforced Aluminium Matrix Nanocomposites by a Combination of Semi-solid Stirring and Ultrasonic Treatment (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Sözlü Sunum),</p> <p>4- DEVELOPMENT OF GRAPHENE NANOPATELETS REINFORCED MAGNESIUM MATRIX NANOCOMPOSITES BY ULTRASONIC PROCESSING (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Sözlü Sunum),</p> <p>5- Investigation of Mechanical and Tribological Properties of Graphene Nanoplatelets Reinforced Aluminum Matrix Composites Fabricated by Solidification Processing (Bildiri - Uluslararası Bildiri - Sözlü Sunum),</p> <p>6- Grafen nanolevha takviyeli alüminyum ve magnezyum matrisli kompozitlerin döküm yöntemi ile üretimi ve karakterizasyonu (Bildiri - Ulusal Bildiri - Sözlü Sunum),</p>
-------------------------	--

TÜBİTAK