



Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi

<https://dergipark.org.tr/tr/pub/yyufbed>



Araştırma Makalesi

SiO₂/ZrO₂ Nano Partikül Katkılı Alüminyum Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özelliklerinin ve Mikroyapılarının Karşılaştırılması

Mahmut Can ŞENEL*, Muzaffer ÜSTÜN

Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 55129, Samsun, Türkiye

Mahmut Can ŞENEL, ORCID No: 0000-0001-7897-1366, Muzaffer ÜSTÜN, ORCID No:

0000-0003-3419-2816

*Sorumlu yazar e-posta: mahmutcan.senel@omu.edu.tr

Makale Bilgileri

Geliş: 22.02.2022

Kabul: 10.05.2022

Online Ağustos 2022

DOI: 10.53433/yyufbed.1077471

Anahtar Kelimeler

Alüminyum,
Kompozit,
Mikroyapı,
Silisyum dioksit,
Zirkonyum dioksit

Öz: Bu çalışmada, toz metalürjisi yöntemiyle ağırlıkça farklı katkı oranlarında (SiO₂: %1-9, ZrO₂: %1-12) nano zirkonyum dioksit (ZrO₂) veya silisyum dioksit (SiO₂) katkılı alüminyum esaslı kompozitler üretilmiştir. Üretilen numunelerin faz yapısı, basma dayanımı, sertliği, yoğunluğu ve mikroyapısı sırasıyla; X-ışını kırınımı cihazıyla, basma test makinasıyla, mikro Vickers sertlik ölçüm cihazıyla, Arşimet yoğunluk ölçüm kitiyle ve taramalı elektron mikroskopuyla incelenmiştir. Yürütülen testler neticesinde; en yoğun mikroyapı ve en üstün mekanik özellikler Al-%9ZrO₂ (basma dayanımı: 288 MPa, sertlik: 69 HV) ve Al-%6SiO₂ (basma dayanımı: 267 MPa, sertlik: 50 HV) kompozit yapıda elde edilmiştir. Saf alüminyuma kıyasla Al-%6SiO₂ kompozitin basma dayanımı ve sertliği %44.3, %66.7 oranlarında artarken; Al-%9ZrO₂ kompozitin basma dayanımının ve sertliğinin %55.7, %130 oranlarında arttığı belirlenmiştir. Sonuç olarak aynı katkı oranında kullanılan ZrO₂ partiküllerinin, SiO₂ partiküllerine kıyasla alüminyum matrisin mekanik özelliklerini iyileştirmede daha etkili olduğu tespit edilmiştir.

Comparison of Mechanical Properties and Microstructures of SiO₂/ZrO₂ Nano Particle Reinforced Aluminum Matrix Composites

Article Info

Received: 22.02.2022

Accepted: 10.05.2022

Online August 2022

DOI: 10.53433/yyufbed.1077471

Keywords

Aluminum,
Composite,
Microstructure,
Silicon dioxide,
Zirconium dioxide

Abstract: In this study, nano zirconium dioxide (ZrO₂) or silicon dioxide (SiO₂) reinforced aluminum based composites with various contribution ratios (SiO₂: 1-9wt.%, ZrO₂: 1-12wt.%) were produced via the powder metallurgy method. The phase structure, compressive strength, hardness, density, and microstructure of the prepared specimens are examined by X-ray diffraction device, compression testing machine, micro Vickers hardness test device, Archimedes' density measurement kit, and scanning electron microscope, respectively. As a result of the tests performed, the densest microstructure and the superior mechanical properties were obtained at the Al-9%ZrO₂ (compressive strength: 288 MPa, hardness: 69 HV) and Al-6%SiO₂ (compressive strength: 267 MPa, hardness: 50 HV) composites. Compared to pure aluminum, the compressive strength and hardness of Al-6%SiO₂ composite were improved by 44.3%, 66.7%. On the other hand, the compressive strength and hardness of Al-9%ZrO₂ composite were enhanced by 55.7%, 130%. Consequently, it was detected that ZrO₂ particles are more effective compared to SiO₂ particles for the same reinforcement ratio in improving the mechanical properties of the aluminum matrix.

1. Giriş

Metaller ve alaşımları, endüstride geçen yüzyılın başına kadar ihtiyaçları karşılayabilecek niteliğe sahipken, günümüzde bu ihtiyaçları karşılamak için yeni ve özel malzemelerin geliştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır. Hızla gelişen teknoloji ve bunun paralelinde daha iyi performansa sahip malzeme gereksinimi, geleneksel malzemelerin dışında, bu malzemelerin geliştirilmesini veya alternatif yeni malzemelerin üretimini zaruri kılmaktadır. Her iki durumda da mühendisliğin temel amacı olan ihtiyaçların ekonomik yollarla karşılanması ilkesi de rekabet açısından dikkate alınması gereken bir diğer önemli husustur. Geleneksel malzemelerin daha iyi performans ile kullanılmaları, yeni geliştirilen bazı metotlar ile mümkün olabilmektedir. Örneğin geleneksel usuller ile uygulanan bir ısıtma işleminin daha kontrollü ve istenilen hassasiyette yapılabilmesi aynı malzemenin kullanım performansının gelişmesine yardımcı olabilmektedir. Bunun yanı sıra temel mühendislik malzemeleri sınıflandırmasında yeni bir grup olan kompozit malzemeler günümüzde değişik teknolojik uygulamalarda geleneksel malzemelerin yerini almaktadır (Becker, 2002).

Kompozit malzemeler, günümüzde çok yaygın ve geniş endüstriyel alanlarda yer bulmaktadır. Basit bir tanımla; iki ya da daha çok sayıda malzemenin birleştirilmesiyle elde edilen üstün özelliklere sahip malzemeler kompozit malzeme olarak adlandırılmaktadır. Kompozit malzemelerin oluşmasını sağlayan matris ve takviye elemanları iki ayrı kısımdan oluşmaktadır. Kompozit yapıyı oluşturan malzemeler kendi içlerinde birbirlerinden ayrılmayı sağlayan ara yüzlerle kendilerine has özellikleri muhafaza etmektedirler. Kompozitler; seramik, metal, polimer gibi matrislere takviye elemanı olarak fiber, partikül veya kısa fiber gibi takviye elemanlarının eklenmesiyle meydana gelen malzemelerdir. Bu çalışmada, metal matrisli kompozitler kullanılmıştır. Metal matrisli kompozitler (MMK), son dönemde üretim endüstrisi için birçok mühendislik uygulamasında kullanılmaya başlanmıştır. Geleneksel malzemelere göre daha yüksek mukavemet değerlerine sahip olması, düşük yoğunluk, yüksek tokluk, iyi darbe dayanımı ve ısıtma şoklarına karşı direncinin iyi olması nedeniyle MMK'lar birçok endüstriyel alanda kullanılmaktadır. MMK'larda alüminyum, bakır, çinko, magnezyum, titanyum ve nikel gibi metaller ve alaşımları matris malzeme olarak kullanılmaktadır (Şenel & Gürbüz, 2020; Gireesh ve ark., 2018). Metal matrisli kompozit malzemeler arasında alüminyum, düşük yoğunluğa sahip olması sebebiyle matris malzeme olarak dikkat çekmektedir. Alüminyum matrisli kompozitlerde genellikle SiC, Al₂O₃, ZrO₂, SiO₂, B₄C, MgO ve TiC gibi takviye malzemeleri yoğun olarak kullanılmaktadır (Öztop & Gürbüz, 2021). Bu çalışmada takviye elemanı olarak; silisyum dioksit (SiO₂) ve zirkonyum dioksit (ZrO₂) kullanılmıştır.

Günümüzde Al-SiO₂ veya Al-ZrO₂ kompozitlerin özelliklerinin incelenmesine yönelik literatürde birtakım çalışmalar mevcuttur. Boppana ve ark. (2020) çalışmalarında, karıştırmalı döküm yöntemiyle üretilen nano grafen (ağırlıkça %1) ve ZrO₂ (ağırlıkça %0.5 ve 0.75) takviyeli alüminyum esaslı kompozitlerin mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Yürütülen testler neticesinde; takviye oranının artmasıyla çekme dayanımının arttığı belirlenmiştir. Alüminyumun çekme dayanımı 180 MPa iken; %0.75 ZrO₂ ve %0.75 grafen takviyeli alüminyum esaslı kompozitin çekme dayanımının 250 MPa'a yükseldiği tespit edilmiştir. Pandiyarajan ve ark. (2017) yürüttükleri çalışmada, karıştırmalı döküm yöntemiyle ağırlıkça farklı katkı oranlarında (ZrO₂: %2, 6 ve grafit %2, 6) üretilen Al6061-ZrO₂-grafit kompozitlerin tribolojik ve mekanik özelliklerini araştırmışlardır. ZrO₂ katkı oranındaki artışın, kompozitin aşınma direncini, sertliğini ve çekme dayanımını iyileştirdiği tespit edilmiştir. Grafit katkı oranının ağırlıkça %2'den %6'ya yükselmesi kompozitin mekanik dayanımını ve aşınma direncini önemli oranda düşürdüğü belirlenmiştir. Khan ve ark. (2020) çalışmalarında SiC (ağırlıkça %5) ve nano ZrO₂ (ağırlıkça %3-9) partikül katkı oranının Al-ZrO₂-SiC kompozitlerin mekanik özelliklerine olan etkisini araştırmışlardır. En yüksek sertlik (67 HV), basma dayanımı (355 MPa) ve akma dayanımı (103 MPa) Al-%5SiC-%9ZrO₂ kompozit yapıda elde edilmiştir. Veeresh Kumar ve ark. (2019) çalışmalarında, ağırlıkça %0, 2, 4, 6 nano zirkonyum dioksit katkılı Al6061 esaslı kompozitin fiziksel, mekanik ve tribolojik özelliklerini araştırmışlardır. Testler neticesinde; ZrO₂ katkı oranı %0'dan %6'ya yükseldiğinde kompozitin sertliğinin %39.9 ve çekme dayanımının %47.13 oranında arttığı tespit edilmiştir. Cavaliere ve ark. (2018) yürüttükleri çalışmada, kıvılcım plazma sinterlemesiyle üretilen Al-SiO₂ nanokompozitlerin mikroyapısını ve mekanik özelliklerini araştırmışlardır. Ağırlıkça %3SiO₂ nanopartikül ilavesiyle nanokompozitin çekme dayanımının %25'ten daha fazla arttığı tespit edilmiştir. Ağırlıkça %3'ten daha fazla nano SiO₂ katkısında, kompozitlerin gözenekliliğinin arttığı, yoğunluğunun ve sertliğinin azaldığı belirlenmiştir. Mokhnache ve ark. (2016) yaptıkları çalışmada, SiO₂ ve karbon

katkı oranının alüminyum esaslı kompozitlerin tribolojik özelliklerine olan etkisini incelemişlerdir. Test sonuçlarına göre; SiO₂ ve karbon katkı oranının artmasıyla alüminyum esaslı kompozitin aşınma direncinin de arttığını gözlemlemişlerdir. Gül & Şenel (2010) yaptıkları çalışmada, vakum infiltrasyon yöntemiyle Al₁₀Si alaşımına 120 ve 80 µm boyutlarında SiO₂ partikülleri takviye ederek kompozit malzemeler üretmişlerdir. Islatılabilirliği desteklemek adına Al₁₀Si alaşımına %5 Mg ilave edilmiştir. Yapılan deneyler sonucunda; takviye parçacık boyutunun artmasıyla kompozitlerin aşınma dayanımının arttığını tespit etmişlerdir. Singh ve ark. (2020) yürüttükleri çalışmada ağırlıkça farklı oranlarda (%2 ve 3) nano SiO₂ katkısının Al₂₀₂₄-SiO₂ kompozitlerin mekanik özelliklere olan etkisini araştırmışlardır. En yüksek çekme dayanımı (~510 MPa) ve sertlik değeri (~128 HV) AA2024-%3SiO₂ kompozitte elde edilmiştir.

Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde; çalışmaların ağırlıklı olarak Al-SiO₂ ve Al-ZrO₂ nanokompozitlerin tribolojik, fiziksel ve termal özelliklerinin incelenmesine yönelik olduğu görülmüştür. Toz metalürjisi yöntemiyle üretilen Al-SiO₂ ve Al-ZrO₂ nanokompozitlerin özellikle basma dayanımının belirlenmesine yönelik literatürde bir çalışmaya rastlanmamıştır. Ayrıca nano ZrO₂ veya SiO₂ takviyeli alüminyum esaslı kompozitlerin basma dayanımlarının, sertliklerinin, gözeneklilik oranlarının ve mikroyapılarının karşılaştırmalı olarak incelendiği herhangi bir çalışmaya da literatürde rastlanmamıştır.

Bu çalışmada, toz metalürjisi yöntemiyle ağırlıkça farklı katkı oranlarında (SiO₂: %1-9, ZrO₂: %1-12) Al-SiO₂ ve Al-ZrO₂ kompozitler üretilmiştir. Üretilen numunelerin gözeneklilik oranı, yoğunluğu, sertliği, basma dayanımı, faz yapısı ve mikroyapısı karşılaştırmalı olarak incelenmiştir.

2. Materyal ve Yöntem

2.1. Materyal

Bu çalışmada, matris elemanı olarak alüminyum tozu, takviye elemanı olarak silisyum dioksit veya zirkonyum dioksit tozları kullanılmıştır. Saf Al tozu, Alfa Aesar (ABD) firmasından temin edilmiş olup 8-15 µm boyut aralığında ve %99 saflıktadır. Takviye elemanı olarak kullanılan SiO₂ tozu Sigma-Aldrich (ABD) firmasından temin edilmiş olup %98 saflıkta ve ortalama 400 nm tanecik boyutuna sahiptir. ZrO₂ tozu ise Merck (ABD) firmasından temin edilmiş olup %98 saflıkta ve ortalama 70 nm partikül boyutuna sahiptir. Saf alüminyum, SiO₂ ve ZrO₂'nin bazı özellikleri Çizelge 1'de verilmiştir.

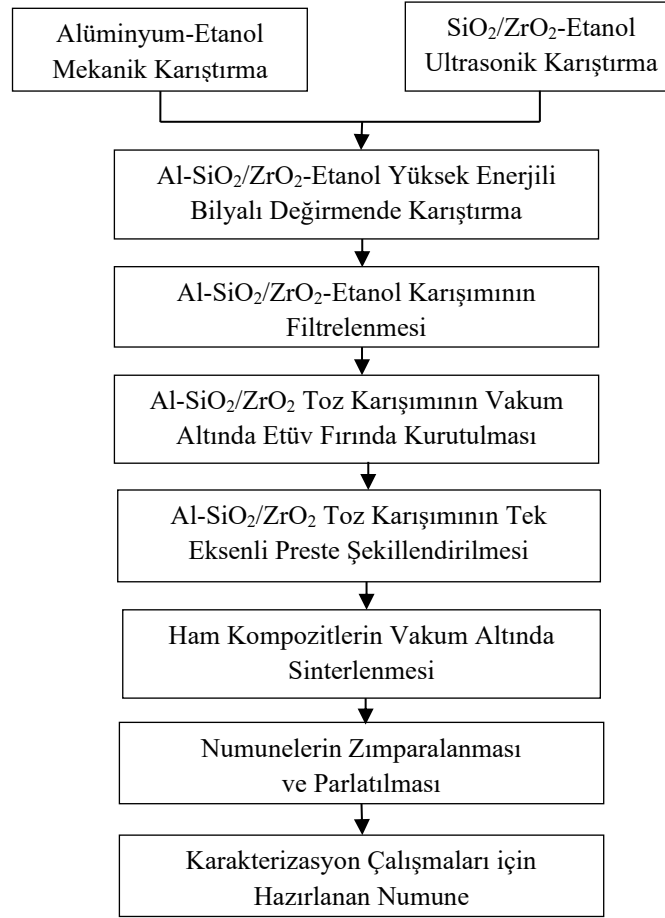
Çizelge 1. Saf alüminyum, SiO₂ ve ZrO₂'nin bazı özellikleri (Kanbur, 2008; Şahin, 2006; Garvie ve ark., 1975)

	Teorik yoğunluk (g/cm ³)	Ergime sıcaklığı (°C)	Elastisite modülü (GPa)	Isıl iletkenliği (W/(mK))	Termal genleşme katsayısı (1/°K)
Saf alüminyum	2.70	660	68	237	23.8×10 ⁻⁶
Silisyum dioksit	2.65	1 710	73	1.4	5.6×10 ⁻⁷
Zirkonyum dioksit	5.67	2 710	132	2.5	1.1×10 ⁻⁵

2.2. Yöntem

Bu çalışmada, toz metalürjisi yönteminden ve vakum altında sinterleme işleminden faydalanılarak nano ZrO₂ veya SiO₂ katkılı alüminyum matrisli kompozitler üretilmiştir (Şekil 1). İlk olarak, nano ZrO₂/SiO₂ tozları etanol içerisinde 3 saat süresince ultrasonik karıştırıcıyla dağıtılmıştır. Eş zamanlı olarak alüminyum tozları etanol içerisinde mekanik karıştırıcıyla karıştırılmıştır. Daha sonra SiO₂-etanol veya ZrO₂-etanol çözeltisi Al-etanol çözeltisine eklenip yüksek enerjili bilyalı değirmende 3 saat süresince karıştırılmıştır. Karışım içerisindeki etanolü uzaklaştırmak için karışım filtrelenip 50°C sıcaklıkta 16 saat süresince vakuma alınabilen bir etüv fırında kurutulmuştur. Toz karışımı etüvden çıkartıldıktan sonra 700 MPa basınç altında tek eksenli preste şekillendirilmiştir. Presleme sonrasında 10×10×5 mm boyutlarında ham numuneler üretilmiştir. Ham numuneler, tüp fırın içerisinde vakum altında 5×10⁻² Pa vakum basıncında, 630°C sıcaklıkta ve 3 saat süresince sinterlenmiştir. Sinterlenen numunelerin sertliğini ve yoğunluğunu ölçmek amacıyla numunelere zımparalama ve parlatma işlemi uygulanmıştır. Numuneler sırasıyla 400, 1200, 2500 gritlik zımpara kağıtlarıyla toplam 90 dk

zımparalanmıştır. Parlatma işlemi ise; elmas çuha ve elmas solüsyon kullanılarak 30 dk süresince gerçekleştirilmiştir (Şenel, 2020).



Şekil 1. Al-SiO₂ ve Al-ZrO₂ nanokompozitlerin toz metalürjisi yöntemiyle üretimine yönelik akış diyagramı.

Üretilen numunelerin faz analizi ve mikroyapı analizi; Ondokuz Mayıs Üniversitesi (OMÜ) Karadeniz İleri Teknoloji Araştırma Merkezi (KİTAM)'nde yer alan Rigaku Smartlab model X-ışını kırınımı (XRD) cihazıyla ve Jeol JSM7001F model taramalı elektron mikroskopuyla (SEM) gerçekleştirilmiştir. Ayrıca numunelerdeki element dağılımını görmek amacıyla taramalı elektron mikroskobu (SEM)-enerji dağıtıcı X-ışını (EDX) spektroskobu kullanılmıştır. Aynı merkezde yer alan Malvern Mastersizer3000 tane boyut ölçüm cihazı kullanılarak saf Al, SiO₂ ve ZrO₂ tozlarının tane boyut dağılımı tespit edilmiştir.

Numunelerin deneysel yoğunluk ölçümü, Arşimet yoğunluk ölçüm kitiyle gerçekleştirilmiştir. Bunun için numunelerin cam beher içerisindeki suda asılı kütlesi (m_A), suya doymuş kütlesi (m_D) ve kuru kütlesi (m_K) ölçülerek numunenin deneysel yoğunluğu (ρ_D) (Denklem (1)) belirlenmiştir (Şenel & Gürbüz, 2021).

$$\rho_D = \left[m_K / (m_D - m_A) \right] \rho_s \quad (1)$$

Burada, ρ_s suyun yoğunluğunu (g/cm^3) ifade etmektedir.

Numunelerin teorik yoğunluğu (ρ_T) ise aşağıdaki denklemden faydalanılarak hesaplanmıştır.

$$\rho_T = \left[(\%m_{Al} \times \rho_{Al}) + (\%m_{SiO_2/ZrO_2} \times \rho_{SiO_2/ZrO_2}) \right] \quad (2)$$

Bu eşitlikte, %m_{Al} ve %m_{SiO₂/ZrO₂}; alüminyumun, SiO₂ veya ZrO₂'nin ağırlıkça katkı oranlarını ifade etmekte olup saf alüminyumun teorik yoğunluğu (ρ_{Al}) 2.7 g/cm³, silisyum dioksitin teorik yoğunluğu (ρ_{SiO_2}) 2.65 g/cm³ ve zirkonyum dioksitin teorik yoğunluğu (ρ_{ZrO_2}) 5.67 g/cm³ olarak alınmaktadır.

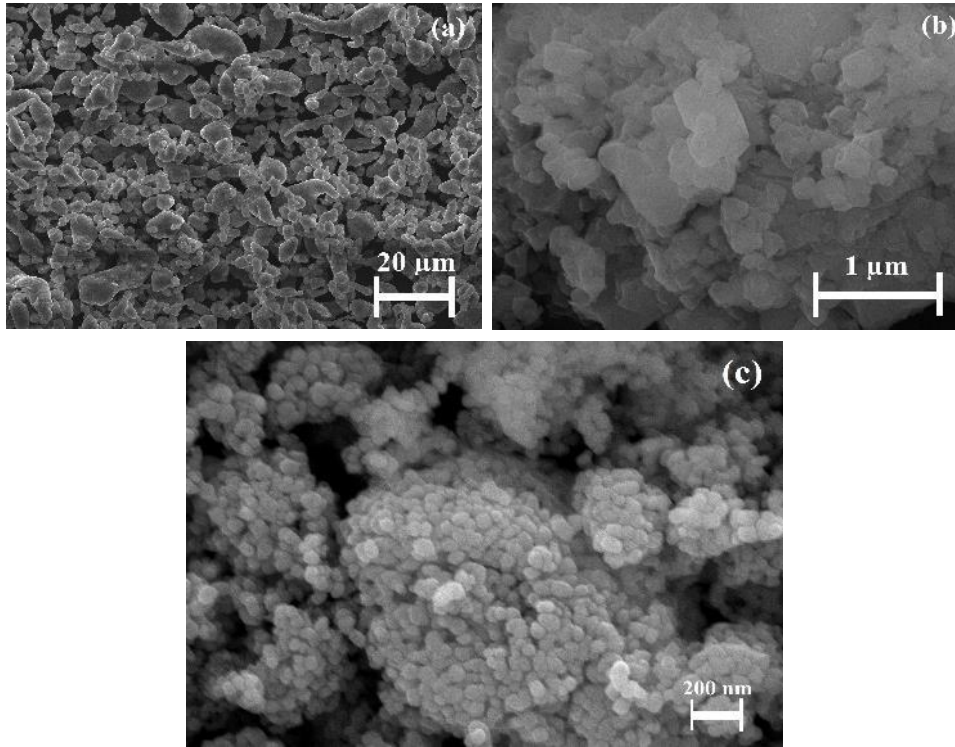
Üretilen numunelerin gözeneklilik oranı (%G_s) Denklem (3)'den faydalanılarak tespit edilmiştir (Şenel & Gürbüz, 2021).

$$\%G_s = [1 - (\rho_D / \rho_T)] \times 100 \quad (3)$$

Numunelerin yüzey sertliklerinin tespiti amacıyla OMÜ Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölüm laboratuvarında yer alan Tmteck marka mikro Vickers sertlik ölçme cihazı kullanılmıştır. Sertlik ölçümü 0.2 kgf yükte ve 15 s süresince gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümü için numune yüzeyinin rastgele 7 (yedi) noktasından ölçüm alınıp bu değerlerin ortalaması alınarak ortalama Vickers sertlik değeri belirlenmiştir. Kompozitlerin basma dayanımı, Mares tst-10t basma test cihazıyla belirlenmiş olup basma testlerinde ön yükleme 5 MPa, ön yük hızı 1 mm/dk ve basma hızı 3 mm/dk olarak alınmıştır.

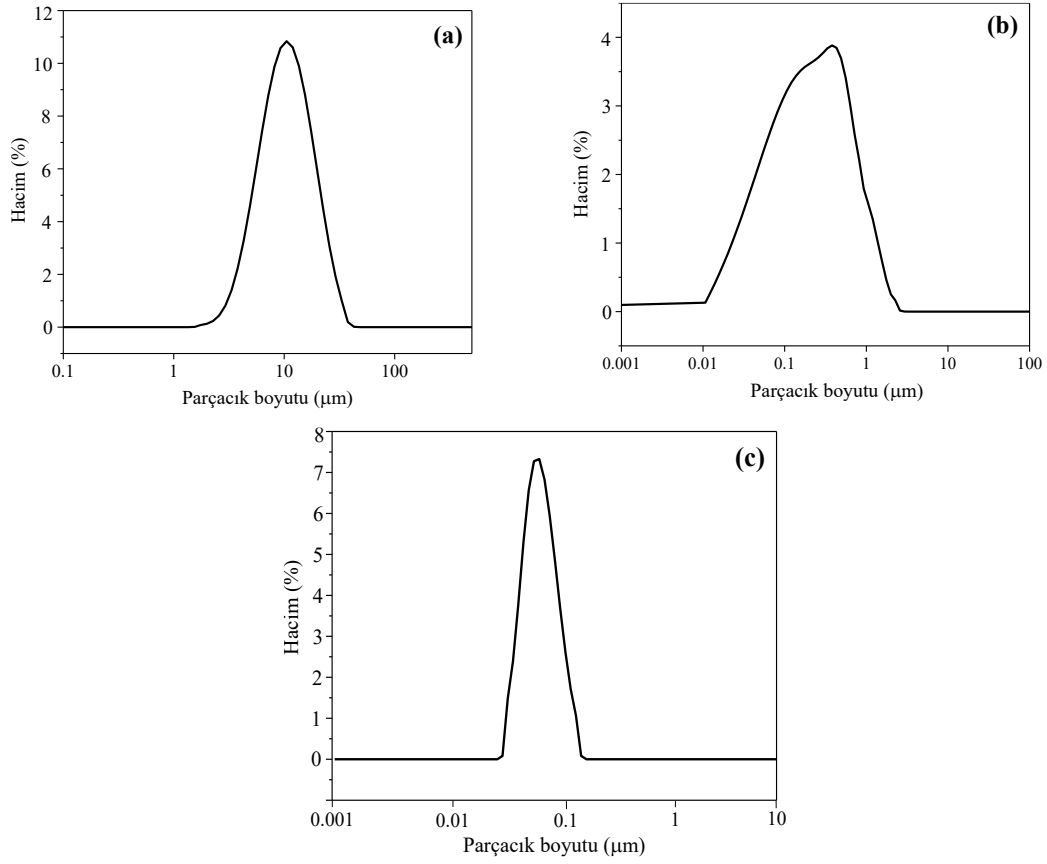
3. Bulgular

Tozların morfolojisini ve boyutunu incelemek amacıyla öncelikle SEM analizi gerçekleştirilmiştir. SEM analizine göre; saf alüminyum tozları düzensiz bir morfolojide olup parçacık boyutu 20 µm'den küçüktür (Şekil 2a). Silisyum dioksit (SiO₂) tozlarının ise plakamsı bir morfolojide ve 1 µm'den daha küçük bir boyutta olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 2b). Zirkonyum dioksit (ZrO₂) tozlarının ise 100 nm'den daha küçük bir boyutta ve küresel bir morfolojiye sahip olduğu görülebilmektedir (Şekil 2c).



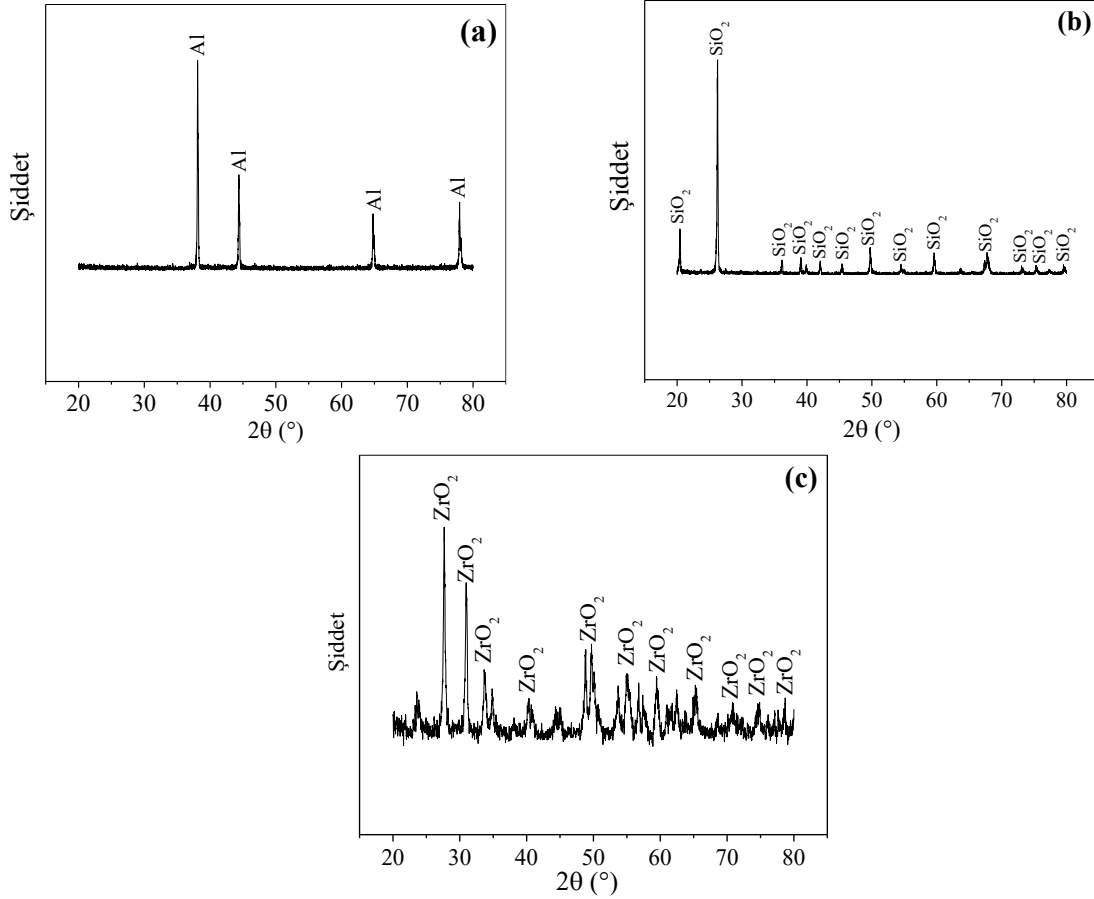
Şekil 2. (a) Saf alüminyum, (b) SiO₂ ve (c) ZrO₂ tozlarına ait SEM görüntüsü.

Ticari olarak temin edilen tozların boyutunu doğrulamak amacıyla Malvern Mastersizer3000 tane boyut ölçüm cihazıyla tozların tane boyut dağılımları elde edilmiştir. Tane boyut dağılımından da görülebileceği üzere saf alüminyumun ortalama parçacık boyutunun 10 µm, SiO₂'nin ve ZrO₂'nin ortalama partikül boyutunun 400 nm ve 70 nm olduğu tespit edilmiştir (Şekil 3). Tane boyut analizlerinin tozların SEM görüntüleriyle tutarlı olduğu görülmüştür.



Şekil 3. (a) Saf alüminyum, (b) SiO₂ ve (c) ZrO₂ tozlarının tane boyut dağılımı.

Saf alüminyum, SiO₂ ve ZrO₂ tozlarına ait XRD faz analizi sonuçları Şekil 4'te verilmiştir. Kırınım eğrileri incelendiğinde; saf alüminyumun, ZrO₂'nin ve SiO₂'nin kırınım açılarının sırasıyla; $2\theta \sim 38.8^\circ, 45.2^\circ, 65.3^\circ, 77.8^\circ$; $2\theta \sim 20.2^\circ, 27.1^\circ, 36.5^\circ, 39^\circ, 49.6^\circ, 54.2^\circ, 59.3^\circ, 67.8^\circ, 73.4^\circ, 75^\circ, 79.1^\circ$; $2\theta \sim 28.2^\circ, 31.5^\circ, 33.8^\circ, 38.5^\circ, 41.2^\circ, 45.4^\circ, 50.1^\circ, 56.3^\circ, 59.8^\circ, 62.7^\circ, 65.4^\circ, 71.2^\circ, 74.8^\circ, 78.3^\circ$ olduğu tespit edilmiştir. Tozların XRD analizi, sinterleme sonrası numunelerin faz yapılarını ve ikincil faz oluşumunu tespit etmek açısından oldukça önem arz etmektedir.



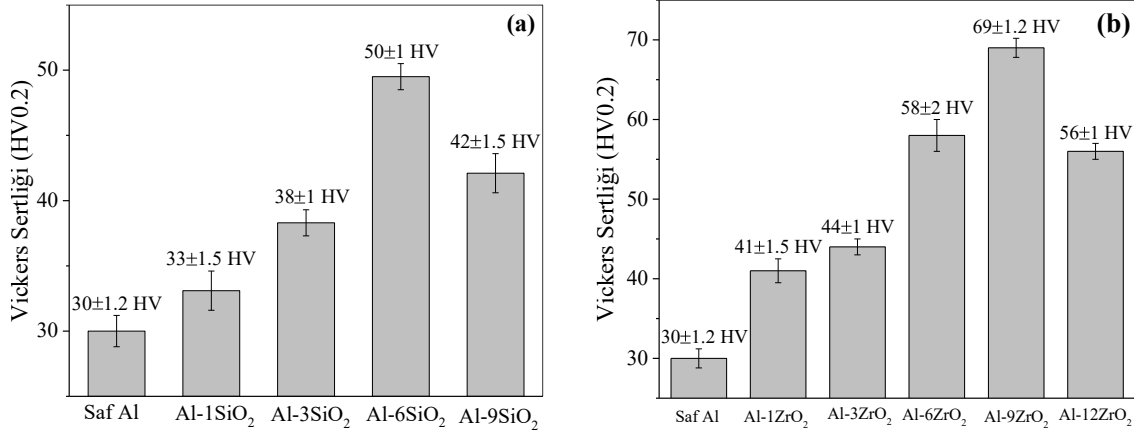
Şekil 4. (a) Saf alüminyum, (b) SiO₂ ve (c) ZrO₂ tozlarına ait XRD faz analizi.

Çizelge 2’de saf alüminyum, Al-SiO₂ ve Al-ZrO₂ kompozitlere ait sinterleme öncesi (ham) deneysel yoğunluk (ρ_D) ve sinterleme sonrası deneysel yoğunluk (ρ_{DS}), gözeneklilik oranı (%G_S) değerleri verilmiştir. Yürütülen testler neticesinde; en yüksek yoğunluk ve en düşük gözeneklilik oranı Al-%6SiO₂ (2.65 g/cm³, %1.7) ve Al-%9ZrO₂ (2.84 g/cm³, %4.3) kompozitte elde edilmiştir. Tüm numunelerde sinterlemenin etkisiyle yoğunluğun arttığı ve gözenekliliğin azaldığı tespit edilmiştir. Aynı katkı oranında Al-ZrO₂ kompozitlerin deneysel yoğunluğunun Al-SiO₂ kompozitlerin deneysel yoğunluğundan daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Bu durum, ZrO₂’nin (5.67 g/cm³) SiO₂’ye kıyasla (2.65 g/cm³) yüksek teorik yoğunluğundan kaynaklanmaktadır. Ayrıca Al-SiO₂ ve Al-ZrO₂ kompozit yapılarda belli bir katkı oranından (%9ZrO₂ ve %6SiO₂) sonra deneysel yoğunluğun düştüğü ve gözeneklilik oranının arttığı tespit edilmiştir. Bu duruma, matris yapı içerisindeki nano ZrO₂ veya SiO₂ partiküllerin yeterince iyi dağıtılamaması ve bu sebeple de ZrO₂/SiO₂ partiküllerin topaklanmaları sebep olmuştur.

Çizelge 2. Saf Al, Al-SiO₂ ve Al-ZrO₂ kompozitlerin gözeneklilik oranı ve deneysel yoğunluğu

Malzeme	ρ_D (g/cm ³)	ρ_{DS} (g/cm ³)	%G _S
Saf Al	2.50	2.51	%7
Al-%1SiO ₂	2.60	2.62	%3
Al-%3SiO ₂	2.61	2.63	%2.5
Al-%6SiO ₂	2.63	2.65	%1.7
Al-%9SiO ₂	2.61	2.62	%2.8
Al-%1ZrO ₂	2.52	2.55	%6.6
Al-%3ZrO ₂	2.62	2.63	%5.7
Al-%6ZrO ₂	2.70	2.72	%5.5
Al-%9ZrO ₂	2.76	2.84	%4.3
Al-%12ZrO ₂	2.64	2.66	%13

Saf alüminyum, Al-SiO₂ ve Al-ZrO₂ kompozitlerin Vickers sertliği Şekil 5'te verilmiştir. Al-SiO₂ kompozitlerin sertlikleri incelendiğinde; en yüksek sertlik değeri (50 HV) ağırlıkça %6 SiO₂ takviyeli Al matrisli kompozitte elde edilmiştir (Şekil 5a). Al-ZrO₂ kompozitler içerisinde ise maksimum sertlik değeri (69 HV) ağırlıkça %9 ZrO₂ katkı Al matrisli kompozitte tespit edilmiştir (Şekil 5b). Ağırlıkça %6SiO₂ ve %9ZrO₂ katkı oranından sonra ise sertlik değerlerinin hızla düştüğü belirlenmiştir. Bu durum, nano ZrO₂/SiO₂ partiküllerin topaklanmasından ve kompozitin gözenekliliğinin artmasından kaynaklanmaktadır. Ağırlıkça aynı katkı oranında Al-ZrO₂ kompozitlerin Vickers sertliğinin Al-SiO₂ kompozitlerin Vickers sertliğinden daha yüksek olduğu görülmüştür. Bu durum, ZrO₂ partiküllerinin SiO₂ partiküllerine kıyasla daha yüksek sertliğe sahip olmasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 5. (a) Saf Al, Al-SiO₂ ve (b) Al-ZrO₂ kompozitlerin Vickers sertlik değerleri.

Zirkonyum dioksit veya silisyum dioksit takviyesiyle alüminyum esaslı kompozitlerin sertliği iyileşebilmektedir. Denklem (4)'de karışım kuralına göre kompozitin sertliğindeki artış ifade edilmiştir (Callister & Rethwisch, 2014).

$$H_k = H_m f_m + H_t f_t \quad (4)$$

Bu eşitlikte, H_t ve H_m takviye elemanı ve matris malzemenin sertliğini, f_t ve f_m ise takviye elemanı ve matris malzemenin hacimsel katkı oranını ifade etmektedir.

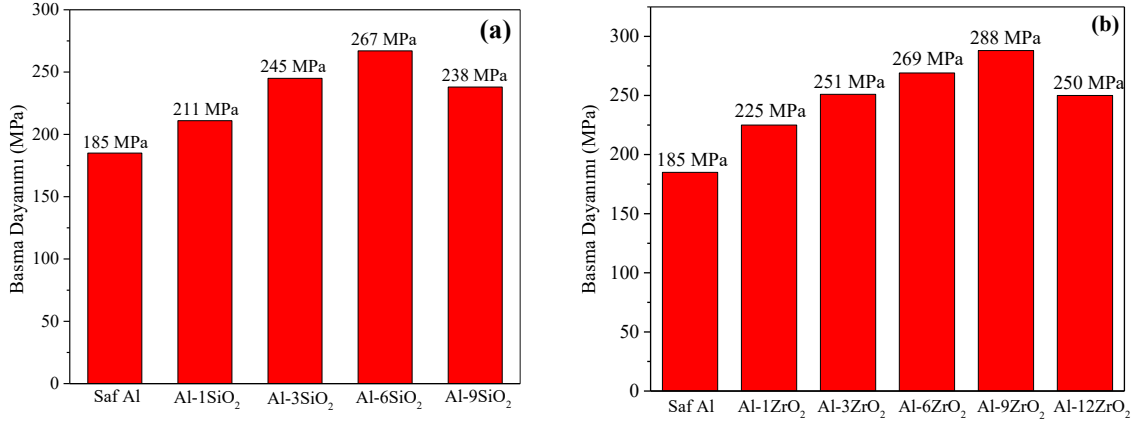
Sertlikteki artış, dislokasyon yoğunluğu mekanizmasıyla açıklanabilmektedir. Bu mekanizma, kompozitlerin sertliğini kontrol etmektedir. Alüminyum matrise nanopartikül katkısıyla birlikte dislokasyonların hareketi zorlaşır. Matris içerisindeki her bir nanopartikül bir engel görevi göreceğinden birim hacimdeki dislokasyonların sayısının artmasına dolayısıyla dislokasyon yoğunluğunun (ρ) artmasına neden olacaktır. Dislokasyon yoğunluğundaki bu artış, Al esaslı kompozitin sertliğinde de artışa neden olacaktır. Denklem (5)'de dislokasyon yoğunluğuyla (ρ) kompozitin sertliği (H_k) arasındaki ilişki verilmiştir (Callister & Rethwisch, 2014; Şenel ve ark., 2018).

$$H_k = Gb\alpha\sqrt{\rho} + H^* \quad (5)$$

Burada, ρ dislokasyon yoğunluğunu, G kayma modülünü, b Burgers vektörünü, H* ve α malzeme sabitlerini ifade etmektedir.

Şekil 6'da saf alüminyum, Al-SiO₂ ve Al-ZrO₂ kompozitlere ait basma dayanımı değerleri verilmiştir. Maksimum basma dayanımı; Al-%6SiO₂ (267 MPa) ve Al-%9ZrO₂ (288 MPa) kompozitte elde edilmiştir. Aynı katkı oranında Al-ZrO₂ kompozitlerin basma dayanımının Al-SiO₂ kompozitlere kıyasla daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu durum, takviye elemanı olarak kullanılan ZrO₂ partiküllerinin dayanımının SiO₂ partiküllerine göre daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. Ağırlıkça %6 SiO₂ veya %9 ZrO₂ katkı oranından sonra nanopartiküllerin topaklanması sebebiyle kompozitlerin gözeneklilik oranı artmış, bu durum da basma dayanımında düşüşe neden olmuştur.

Benzer durum, Cavaliere ve ark. (2018) tarafından yürütülen çalışmada da tespit edilmiş olup ağırlıkça %3 SiO₂ nanopartikül katkısından sonra SiO₂ nanopartiküllerin topaklandığı ve Al-SiO₂ nanokompozitlerin mekanik özelliklerinin bozulduğu yazarlar tarafından belirlenmiştir. Kompozit yapılarıdaki topaklanma oluşumlarını tespit etmek amacıyla bu çalışmada, Al-%12ZrO₂ ve Al-%9SiO₂ kompozitlerin kırık yüzey SEM analizleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6. (a) Saf Al, Al-SiO₂ ve (b) Al-ZrO₂ kompozitlere ait basma dayanımı değerleri.

Kompozitlerin dayanımındaki artış, Denklem (6)'dan faydalanılarak ifade edilebilmektedir (Callister & Rethwisch, 2014; AbuShanab ve ark., 2020).

$$\sigma_k = f_t \sigma_t + f_m \sigma_m \quad (6)$$

Burada, f_m , f_t matris ve takviye malzemenin hacimsel katkı oranını, σ_m , σ_t , σ_k ise matrisin, takviye malzemenin ve kompozitin mekanik dayanımını ifade etmektedir. Kompozit yapılarda nanopartikül takviyesiyle birlikte partiküller arasındaki mesafe (λ) azalmakta olup bu durum Denklem (7)'de verilmiştir (Callister & Rethwisch, 2014; AbuShanab ve ark., 2020).

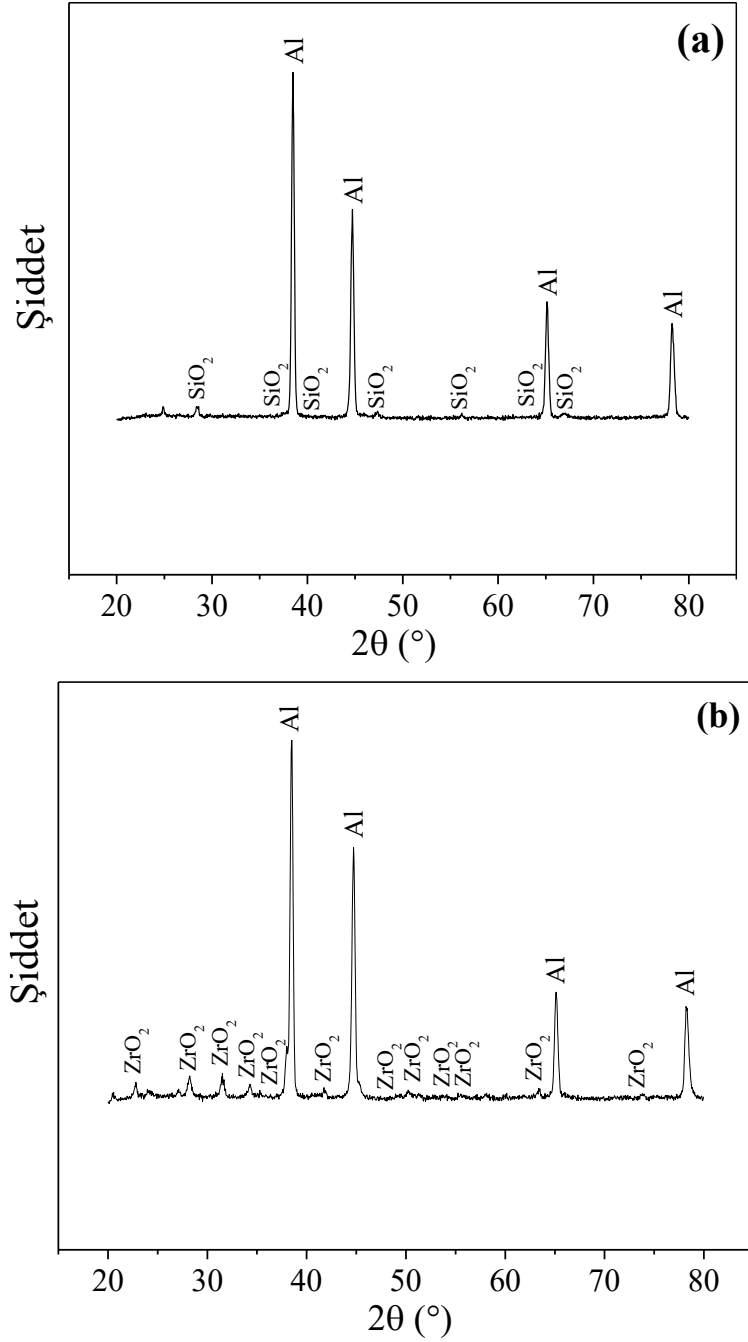
$$\lambda = [4r(1-f)] / (3f) \quad (7)$$

Bu eşitlikte, r nanopartikülün yarıçapı ve f ise nanopartikülün hacimsel katkı oranıdır. Deformasyon esnasında oluşan kayma gerilmesi (τ_0) ile partiküller arasındaki mesafe (λ) Denklem (8)'deki gibi ifade edilebilmektedir (Callister & Rethwisch, 2014; AbuShanab ve ark., 2020):

$$\tau = bG / \lambda \quad (8)$$

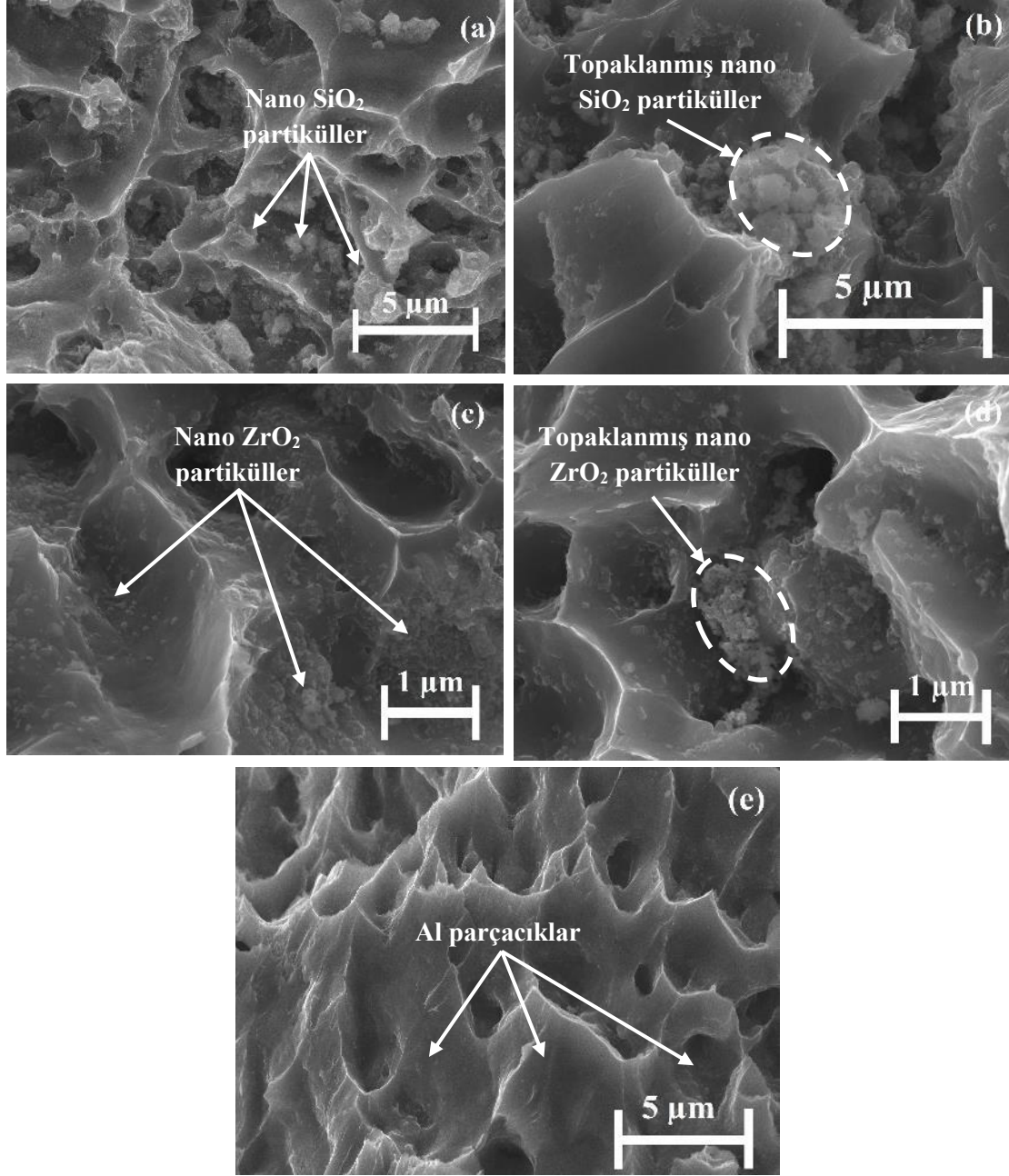
Burada, G kayma modülünü ifade etmektedir. Eşitlikten de anlaşılacağı üzere matris yapıya nanopartikül takviyesiyle nanopartiküller arasındaki mesafe (λ) azalmakta, dislokasyonların hareketi zorlaşmakta ve bu durum kayma gerilmesinde (τ) dolayısıyla da kompozitin dayanımında artışa yol açmaktadır.

Al-%6SiO₂ ve Al-%9ZrO₂ kompozitlere ait X-ışını kırınımı (XRD) faz analizi sonuçları Şekil 7'de sunulmuştur. Şekil 7a'dan görülebileceği üzere Al-%6SiO₂ kompozit yapıdaki tüm fazların Al ve SiO₂'ye ait olduğu tespit edilmiştir. Benzer şekilde Al-%9ZrO₂ kompozit yapıdaki tüm fazların da Al ve ZrO₂'ye ait olduğu belirlenmiştir (Şekil 7b). Her iki faz analizinde de sinterlemenin etkisiyle oluşabilecek ikincil fazlara rastlanmamıştır. Bu faz analizleri kompozit yapılarda takviye elemanı olarak kullanılan SiO₂ ve ZrO₂ nanopartiküllerin varlığını da doğrulamaktadır.



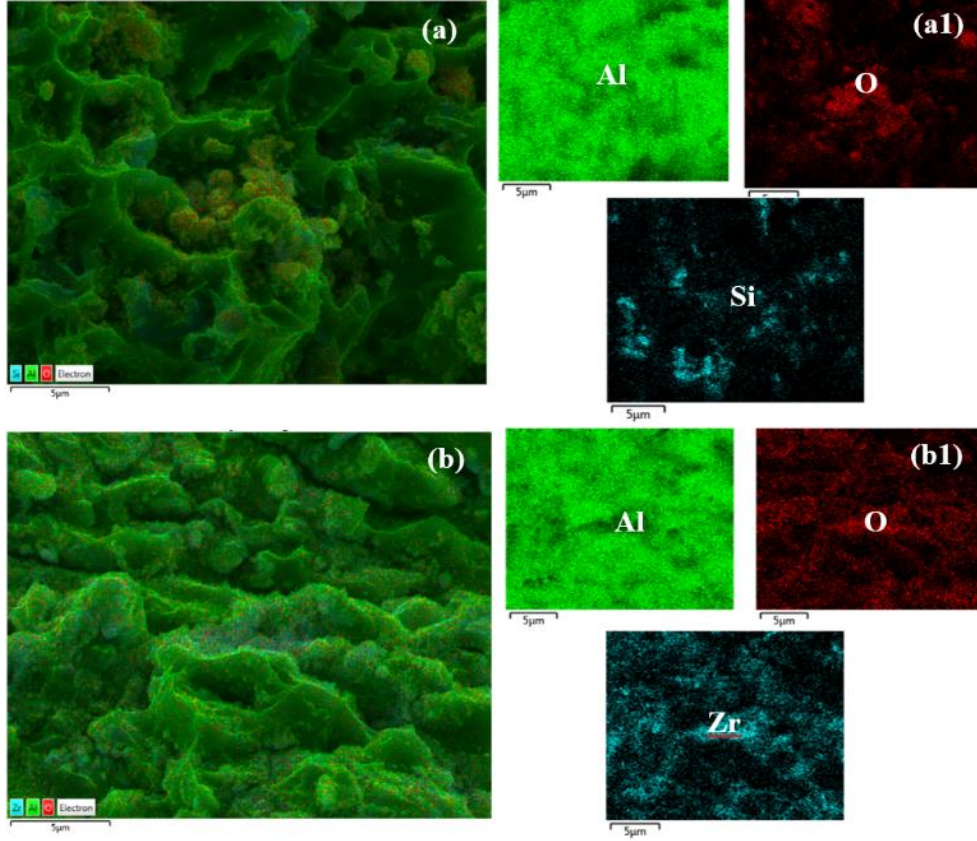
Şekil 7. (a) Al-%6SiO₂ ve (b) Al-%9ZrO₂ kompozitlere ait XRD faz analizleri.

Şekil 8'de Al-%6SiO₂, Al-%9SiO₂, Al-%9ZrO₂ ve Al-%12ZrO₂ kompozitlere ve saf alüminyuma ait kırık yüzey SEM görüntüleri verilmiştir. Numunelerin kırık yüzeyi, numunelerin dış yüzeyine belli büyüklükte bir çentik açılıp çok sert bir çekiç darbesi sonrasında elde edilmiştir. ZrO₂ partiküllerini ve topaklanmalarını gözlemleyebilmek için x20000 büyütmede; SiO₂ partiküllerini ve topaklanmalarını görüntüleyebilmek için x10000 büyütmede SEM görüntüleri alınmıştır. SEM görüntülerinden tüm numunelerin boyun vererek iyi bir şekilde sinterlendiği tespit edilmiştir. Al-%9SiO₂ ve Al-%12ZrO₂ kompozit yapılarında takviye elemanı olarak kullanılan nano ZrO₂ ve SiO₂ partiküllerin topaklandığı görülmektedir. Özellikle %9SiO₂ ve %12ZrO₂ katkı oranında kompozitin sertliğindeki ve basma dayanımındaki düşüşün nano partiküllerin topaklanmasından kaynaklandığı belirlenmiştir.



Şekil 8. (a) Al-%6SiO₂, (b) Al-%9SiO₂, (c) Al-%9ZrO₂, (d) Al-%12ZrO₂ kompozitlere ve (e) saf alüminyuma ait kırık yüzey SEM görüntüleri.

Al-%9SiO₂ ve Al-%12ZrO₂ kompozit yapılarında nano partiküllerin (SiO₂/ZrO₂) topaklanmasını doğrulamak amacıyla SEM-EDX analizi gerçekleştirilmiştir. Bu kompozit yapılara ait SEM-EDX haritalama görüntüleri ve element dağılım haritaları Şekil 9'da verilmiştir. Şekilden görüldüğü üzere yeşil renk alüminyum, kırmızı renk oksijen ve turkuaz renk silisyum/zirkonyum dağılımını ifade etmektedir. Al-%9SiO₂ ve Al-%12ZrO₂ kompozit yapılarında bölgesel topaklanmış nano ZrO₂/SiO₂ partiküller bu analizlerle net bir şekilde gözlemlenmiştir. Bu topaklanma etkisiyle de Al-%9SiO₂ ve Al-%12ZrO₂ kompozitlerin basma dayanımı düşmüştür.



Şekil 9. Kompozitlerin SEM-EDX haritalama görüntüleri ve element dağılım haritaları: (a, a1) Al-%9SiO₂ ve (b, b1) Al-%12ZrO₂ kompozit.

4. Tartışma ve Sonuç

Bu çalışmada, toz metalürjisi metodu ve vakum altında sinterleme işlemiyle ağırlıkça farklı katkı oranlarında (SiO₂: %1-9, ZrO₂: %1-12) nano zirkonyum dioksit veya silisyum dioksit takviyeli alüminyum matrisli kompozitler üretilmiştir. Üretilen numunelerin gözeneklilik oranı, yoğunluğu, sertliği, basma dayanımı, faz yapısı ve mikroyapısı incelenip elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir.

- Üretilen Al-SiO₂ kompozitler içerisinde; en düşük gözeneklilik oranı (%1.7), en yüksek yoğunluk (2.65 g/cm³), maksimum Vickers sertliği (50 HV) ve basma dayanımı (267 MPa) Al-%6SiO₂ kompozitte tespit edilmiştir. Al-%6SiO₂ kompozitin sertliğinin saf alüminyuma kıyasla %66.7 ve basma dayanımının ise %44.3 oranında arttığı belirlenmiştir.
- Saf Al ve Al-ZrO₂ kompozitlerin test sonuçları incelendiğinde; en yüksek yoğunluğa (2.84 g/cm³), maksimum Vickers sertliğine (69 HV), basma dayanımına (288 MPa) ve en düşük gözeneklilik oranına (%4.3), Al-%9ZrO₂ kompozitte ulaşılmıştır. Saf alüminyuma kıyasla Al-%9ZrO₂ kompozitin sertliğinin %130 ve basma dayanımının %55.7 oranında arttığı belirlenmiştir. Bu artışın, nanopartikül takviyesiyle taneler arası mesafenin azalmasından ve dolayısıyla dislokasyon hareketinin zorlaşmasından kaynaklandığı öngörülmektedir.
- Al-ZrO₂ ve Al-SiO₂ kompozitlere ait XRD faz analizlerinden; tüm fazların Al, SiO₂ ve ZrO₂'ye ait olduğu görülmüştür. Sinterleme etkisiyle oluşabilecek ikincil faz oluşumlarına rastlanmamıştır.
- Alüminyum kompozit yapılarda ağırlıkça %6SiO₂ veya %9ZrO₂ katkı oranından sonra kompozitin sertliğinin ve basma dayanımının düştüğü tespit edilmiştir. SEM ve SEM-EDX mikroyapı incelemelerinden bu düşüşün nano ZrO₂ veya SiO₂ partiküllerin topaklanmasından kaynaklandığı belirlenmiştir.
- Aynı takviye oranına sahip Al-SiO₂ ve Al-ZrO₂ kompozitler incelendiğinde; ZrO₂ takviyeli Al esaslı kompozitlerin sertliğinin ve basma dayanımının, Al-SiO₂ kompozitlere kıyasla daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu durum, zirkonyum dioksitin alüminyum matrisli

kompozitlerin mekanik özelliklerini iyileştirmede daha etkili bir takviye elemanı olduğunu göstermektedir.

- Üretilen malzemeler; havacılık ve otomotiv endüstrisi başta olmak üzere; motor gömleği, silindir başı, baskı plakaları, fren rotoru ve pistonlarda kullanım potansiyeline sahiptir.

Teşekkür

Bu çalışmada, yazarlar SEM ve XRD analizleri konusunda destekleri sebebiyle Ondokuz Mayıs Üniversitesi (OMÜ) Karadeniz İleri ve Teknoloji Araştırma Merkezi'ne teşekkür etmektedir. Bu çalışma, OMÜ Proje Yönetim Ofisi tarafından PYO.MUH.1901.20.001 kodlu proje ile desteklenmektedir.

Kaynakça

- AbuShanab, W. S., Moustafa, E. B., Ghandourah, E., & Taha, M. A. (2020). Effect of graphene nanoparticles on the physical and mechanical properties of the Al₂₀₂₄-graphene nanocomposites fabricated by powder metallurgy. *Results in Physics*, 19, 1-12. doi:10.1016/j.rinp.2020.103343
- Becker, W. (2002). *Failure Analysis and Prevention*. USA: ASM International.
- Boppanaa, S. B., Samuel, D., Anil Kumar, M. R., Vijee, K., & Aravinda, T. (2020). Synthesis and characterization of nano graphene and ZrO₂ reinforced Al6061 metal matrix composites. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(4), 7354-7362. doi:10.1016/j.jmrt.2020.05.013
- Callister, W. D., & Rethwisch, D. G. (2014). *Materials Science and Engineering*. UK: John Wiley&Sons.
- Cavaliere, P., Jahantigh, F., Shabani, A., & Sadeghi, B. (2018). Influence of SiO₂ nanoparticles on the microstructure and mechanical properties of Al matrix nanocomposites fabricated by spark plasma sintering. *Composites Part B: Engineering*, 146, 60-68. doi:10.1016/j.compositesb.2018.03.045
- Garvie, R. C., Hannink R., & Pascoe, R. T. (1975). Ceramic steel. *Nature*, 258, 703-704.
- Gireesh, C. H., Prasad, K. D., Ramji, K., & Vinay, P. (2018). Mechanical characterization of aluminium metal matrix composite reinforced with aloe vera powder. *Materials Today: Proceedings*, 5(2), 3289-3297. doi:10.1016/j.matpr.2017.11.571
- Gül, F., & Şenel, L. (2010). Takviye parçacık boyutunun SiO₂ takviyeli Al-Si kompozitlerin abrasiv aşınma davranışı üzerinde etkisi. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 24(2), 194-199.
- Kanbur, H. (2008). *Yalıtkan tabakalı Al/p-Si Schottky diyotlarda elektriksel karakteristiklerin sıcaklığa bağlı incelemesi*. (PhD), Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, Türkiye.
- Khan, A., Abdelrazeq, M. W., Mattli, M. R., Yusuf, M. M. Alashraf, A., Matli, P. R., & Shakoore, R. A. (2020). Structural and mechanical properties of Al-SiC-ZrO₂ nanocomposites fabricated by microwave sintering technique. *Crystals*, 10(10), 1-12. doi: 10.3390/cryst10100904
- Mokhnache, E. Q., Wang, G., & Geng, L. (2016). Wearing resistance of in-situ Al-based composites with different SiO₂/C/Al molar ratios fabricated by reaction hot pressing. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 26, 917-923. doi: 10.1016/S1003-6326(16)64187-0
- Öztop, B., & Gürbüz, M. (2021). Investigation of mechanical properties of Si₃N₄ reinforced composites produced from aluminum waste. *European Journal of Science and Technology*, 28, 758-765. doi:10.31590/ejosat.1010738
- Pandiyarajan, R., Maran, P., Marimuthu, S., & Ganesh, K. C. (2017). Mechanical and tribological behavior of the metal matrix composite AA6061/ZrO₂/C. *Journal of Mechanical Science and Technology*, 31(10), 4711-4717. doi: 10.1007/s12206-017-0917-3
- Singh, B., Chandel, S., & Singhal, P. (2020). Investigation of mechanical properties of synthesized AA2024-T351/SiO₂ metal matrix nano-composite. *Materials Today: Proceedings*, 26, 1082-1086.
- Şahin, Y. (2006). *Kompozit Malzemelere Giriş*. Ankara: Seçkin Yayınevi.

- Şenel, M. C., Gürbüz, M., & Koç, E. (2018). Mechanical and tribological behaviors of aluminum matrix composites reinforced by graphene nanoplatelets. *Journal of Materials Science and Technology*, 34(16), 1980-1989. doi: 10.1080/02670836.2018.1501839
- Şenel, M. C. (2020). Toz metalürjisi yöntemiyle üretilen saf Al ve Al-B₄C, Al-Al₂O₃ kompozitlerin mekanik ve mikroyapı özelliklerinin karşılaştırılması. *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 10(3), 783-795. doi:10.17714/gumusfenbil.689359
- Şenel, M. C., & Gürbüz, M. (2020). Mikron altı boyutlu alümina katkısının ve soğuk deformasyon işleminin üretilen alüminyum kompozit yapının mekanik özellikleri ve mikroyapısına etkisi. *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 10(1), 76-85. doi:10.17714/gumusfenbil.528780
- Şenel, M. C., & Gürbüz, M. (2021). Investigation on mechanical properties and microstructure of B₄C/graphene binary particles reinforced aluminum hybrid composites. *Metals and Materials International*, 27, 2438-2449. doi: 10.1007/s12540-019-00592-w
- Veeresh Kumar, G. B., Pramod, R., Guna Sekhar, C., Pradeep Kumar, G., & Bhanumurthy, T. (2019). Investigation of physical, mechanical and tribological properties of Al6061-ZrO₂ nano-composites. *Heliyon*, 5(11), 1-8. doi:10.1016/j.heliyon.2019.e02858