

Titanyum Takviye Miktarının Alümina Esaslı Kompozitlerin Mekanik ve Mikroyapı Özelliklerine Etkisi

Samet Yavuz¹ , Mevlüt Gürbüz¹ 

¹Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Samsun

Geliş Tarihi / Received Date: 20.05.2024

Kabul Tarihi / Accepted Date: 09.12.2024

Öz

Yapılan bu çalışmada endüstride yaygın olarak kullanılan Al₂O₃'ün gevrek ve kırılğan olan yapısının iyileştirilmesi adına ikinci faz takviyesi olarak Ti tozu kullanılmıştır. Matris fazı olarak belirlenen alüminaya artan oranlarda %0,5, %1, %3, %5 ve %10 Ti takviyeleri yapılmıştır. Toz metalurjisi yöntemiyle üretilen saf alümina ve alümina-titanyum kompozitleri 1550 °C sinterleme sıcaklığı ve 120 dk. bekleme süresinde sinterlenmiştir. Üretilen kompozitlerin sinterleme öncesi ve sonrası yoğunlukları ölçülmüştür. Sinterleme sonrası sertlik deneyleri, kırılma tokluğu ölçümü, basma deneyleri gerçekleştirilmiş ve SEM görüntüleri alınarak mikro yapı analizleri yapılmıştır. Yapılan incelemeler sonucunda alümina matrise %0,5 Ti takviyesi ile elde edilen AT05 kompozitinin en uygun takviye oranı olduğu belirlenmiştir. %0,5 Ti takviyeli kompozitte %94 yoğunluk, 14,84 GPa sertlik, 7,37 MPa.m^{1/2} kırılma tokluğu, 1207 MPa basma dayanımı değerleri elde edilmiştir. Titanyum ilave oranının artırılmasının mekanik deneyler ve mikro yapı analiz sonuçlarını olumsuz etkilediği ve %10 Ti takviyeli kompozitte hem monolitik alümina hem de AT05 kompozitine kıyasla daha düşük mekanik özellikler elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Al₂O₃, Ti, sinterleme, kompozit

Effect of Titanium Reinforcement Amount on Mechanical and Microstructural Properties of Alumina Based Composites

Abstract

In this study, Ti powder was used as the second phase reinforcement to improve the brittle and brittle structure of Al₂O₃, which is widely used in industry. Increasing amounts of 0.5%, 1%, 3%, 5% and 10% Ti were added to the alumina determined as the matrix phase. Pure alumina and alumina-titanium composites produced by powder metallurgy method were sintered at a sintering temperature of 1550 °C and a dwell time of 120 minutes. The densities of the produced composites were measured before and after sintering. After sintering, hardness tests, fracture toughness measurement, compression tests were carried out and microstructure analyzes were performed by taking SEM images. As a result of the examinations, it was determined that the AT05 composite obtained with 0.5% Ti reinforcement in the alumina matrix was the most appropriate reinforcement ratio. In the 0.5% Ti reinforced composite, 94% density, 14.84 GPa hardness, 7.37 MPa.m^{1/2} fracture toughness, 1207 MPa compressive strength values were obtained. Increasing the titanium addition rate negatively affected the results of mechanical experiments and microstructure analysis, and lower mechanical properties were obtained in the 10% Ti reinforced composite compared to both monolithic alumina and AT05 composite.

Keywords: Al₂O₃, Ti, sintering, composite

Giriş

Seramik malzemeler yüksek mekanik ve fiziksel özelliklere sahip olmalarının yanı sıra kırılğan yapıları ve düşük kırılma toklukları nedeniyle uygulama alanları oldukça kısıtlıdır. Alümina (Al_2O_3) mükemmel termal iletkenliği, yüksek sertliği, düşük özgül ağırlık ve yüksek aşınma dayanımı gibi özellikleri nedeniyle endüstride yaygın olarak kullanılan bir seramik malzemedir. Ancak dezavantajı olan kırılğan yapısı Al_2O_3 'ün mühendislik çalışmalarında büyük boyutlu ve karmaşık geometrilerde tek fazlı yapıların oluşturulması açısından kullanım alanını kısıtlamaktadır (Esparza-Vázquez vd., 2014; Lu vd., 2020; Shi, Sekino, vd., 2020; Yavuz ve Gürbüz, 2023a; Zygmuntowicz vd., 2022).

Alüminanın kırılğan yapısının iyileştirilmesi amacıyla daha sünek yapıları metal takviyeler ile çok fazlı kompozitlerin oluşturulduğu çalışmalar geçmişten günümüze sürmektedir. Alüminanın kırılğanlığını azaltmak amacıyla yapılan çalışmalarda da alümina matrisine metal takviyeleri ile kompozitler hazırlanmış ve ilave malzemelerin tane boyutu ve homojen dağılımının sağlanması ile iyi mekanik özelliklerin ve artan kırılma tokluğunun elde edilmesine katkı sağladıkları görülmüştür. Al_2O_3 'ün kırılma tokluğunun artırılması amacıyla önceki çalışmalarda incelenen takviyelerden bazıları Al, Cr, Cu, Ni, Ti, ZrO, TiC şeklinde sıralanabilir (Esparza-Vázquez vd., 2014; Lu vd., 2020; Meir vd., 2015; Shi, Cho, vd., 2020a; Yavuz ve Gürbüz, 2023b, 2023a).

Kompozit malzeme üretiminde takviye malzemesi seçim kriterlerinde elde edilecek kompozitten istenilen özelliklere bağlı olarak üretim yöntemleri ve üretim maliyetleri de oldukça etkilidir. Titanyum esaslı alaşımlar ve paslanmaz çelikler düşük özgül ağırlık, korozyon direnci ve metal matrislere göre dayanımının yüksek olması nedeniyle mühendislik uygulamalarında alüminyum alaşımlarının yerine geçmektedir. Ancak yüksek maliyet, kendisi ve diğer metaller ile temas halinde yüksek aşınmaya maruz kalması dezavantajı olarak öne çıkmaktadır. Bununla birlikte alümina matrisli kompozit malzeme üretiminde alüminanın kırılma tokluğunun Ti takviyeleri ile iyileştirilmesi çalışmaları da artış göstermektedir. Yapılan çalışmalarda Al_2O_3 -Ti kompozitleri umut vaat eden yapılar olarak adlandırılmakta ve seramik yapıya metal ilaveleri ile mekanik özelliklerin yanı sıra kırılğanlığın giderildiği bildirilmektedir. Yapılan çalışmalarda Al_2O_3 matrisine Ti takviyelerinin yoğunluk başta olmak üzere kırılma tokluğu ve sertliği olumlu yönde etkilediği belirtilmekte ancak takviye oranına bağlı olarak yüksek oranlı Ti takviyelerinde mekanik ve fiziksel özelliklerde monolitik alüminaya karşın azalma olduğu belirtilmektedir (Bahraminasab vd., 2017; Meir vd., 2015; Shi, Cho, vd., 2020b; Shi, Sekino, vd., 2020; Yavuz ve Gürbüz, 2023a).

Alümina matrisli kompozitlerin toz metalurjisi yöntemiyle üretilmesi işleminde sinterleme prosesi başta olmak üzere proses parametrelerinin de üretilen kompozitin mekanik ve fiziksel özellikleri üzerinde oldukça önemli etkisi bulunmaktadır (Esparza-Vázquez vd., 2014; Yavuz ve Gürbüz, 2023a; Yin vd., 2013, 2016). Al_2O_3 matrisine TiC ilaveli kompozit üretiminde proses parametrelerinin etkilerini belirlemek için yapılan çalışmada, HP sinterleme yöntemi ile 1650 °C sabit sıcaklık ve 32 MPa uygulama basıncı altında 10, 15, 20, 25, 30 dk. bekleme sürelerinde sinterleme gerçekleştirilmiş ve en yüksek mekanik özelliklerin 20 dk. süresinde elde edildiği, 20 dk. sabit bekleme süresi ve 32 MPa uygulama basıncı altında 1600, 1650, 1700 °C sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemlerinde en yüksek mekanik özelliklerin 1650 °C sıcaklığında elde edildiği belirtilmiştir. 1650 °C sıcaklık, 20 dk. süre, 32 MPa basınç parametrelerinde gerçekleştirilen sinterleme ile 916 MPa eğilme dayanımı, 18 GPa sertlik, 8,3 MPa.m^{1/2} kırılma tokluğunun elde edildiği belirtilmiştir (Yin vd., 2013).

Önceki çalışmalar incelendiğinde alümina matrisine Ti ilavesinin değerlendirildiği çalışma sayısı oldukça kısıtlıdır. Bu amaçla yapılan bu çalışmada Al_2O_3 matrisine farklı oranlarında Ti takviyelerinin mekanik özellikler ve mikroyapı üzerindeki etkileri karşılaştırmalı incelenerek, en yüksek özelliklerin elde edildiği Ti takviye oranının belirlenmesi hedeflenmektedir. Bununla birlikte Ti takviyeli kompozitlerin monolitik alümina ile karşılaştırılması yapılarak, Ti takviye oranındaki değişimin mekanik ve fiziksel özelliklere olan etkileri belirlenmiş olacaktır. Sinterleme işlemi sonrası numunelerin yoğunlukları, sertlik değerleri, kırılma tokluğu, basma dayanımları ve mikroyapı incelemeleri gerçekleştirilerek elde edilen sonuçlar karşılaştırılmalı incelenecektir. Yapılan bu çalışma ile Al_2O_3 -Ti yapıları kompozitler konusunda

literatürde az sayıda bulunan çalışmaya katkı sağlanmış olacak ve aynı zamanda alüminanın üstün özelliklerinden endüstrinin faydalanması konusunda Ti takviyesi ile kırılma tokluğunun iyileştirilmesi sağlanmış olacaktır.

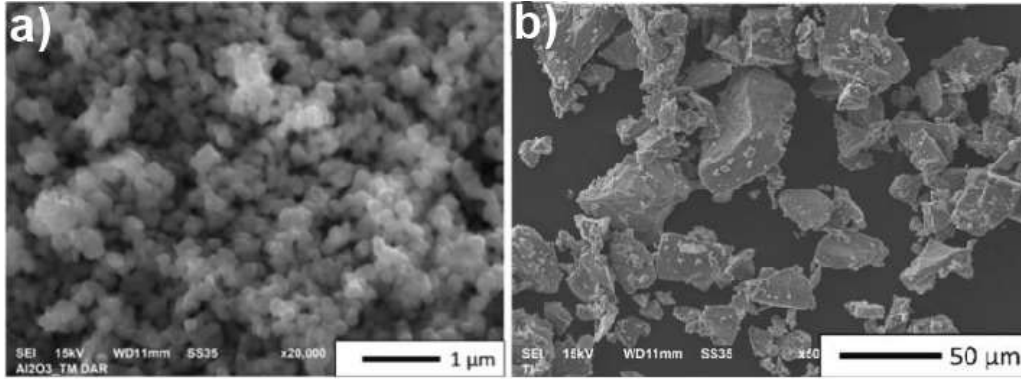
Materyal ve Yöntem

Bu çalışmada üretilen sermet yapıları kompozit malzemelerde matris malzemesi olarak Al_2O_3 , takviye fazı olarak Ti kullanılmıştır. Bu malzemeler ile monolitik (saf) alümina ve Al_2O_3 -Ti kompozitleri üretilmiştir. Matris fazı olarak %99 saflıkta ve 0,07 μm (Panadiye MR70 Kalsine Al_2O_3 Batch No:1270:83) tane boyutunda alümina tozu, takviye fazı olarak %99,95 saflıkta ve 30 μm (Nanografi Nano Technology) boyutlarında Ti tozu kullanılmıştır. Tüm numunelerin üretiminde toz metalurjisi yöntemi kullanılmıştır. Al_2O_3 ve Ti' ye ait fiziksel ve kimyasal özellikler Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Al_2O_3 ve Titanyuma ait Özellikler (İnan, 2005; Mutuk, 2019)

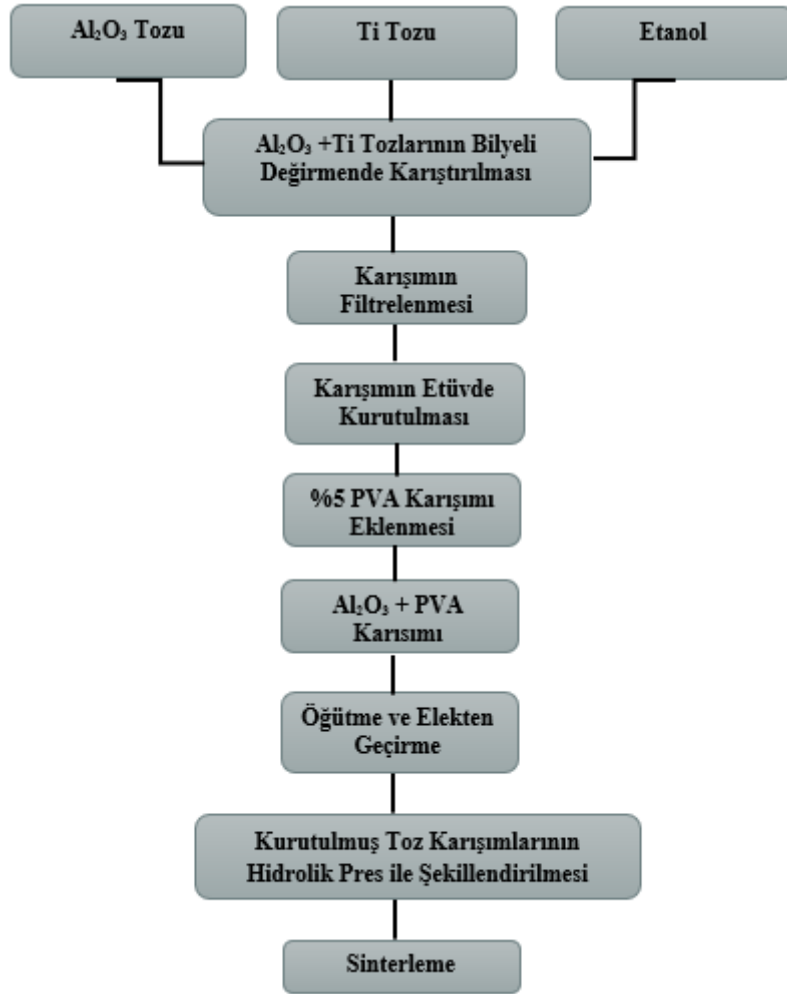
| Özellikler | Al_2O_3 | Titanyum |
|---------------------------------------|---------------------|------------------------|
| %-Ağ. | >99,5 | >99,9 |
| Elastisite modülü(GPa) | 400 | 110 |
| Vickers sertliği (N/mm ²) | 2,3x10 ⁴ | 160 |
| Yoğunluk (g/cm ³) | 3,95 | 4,506 |
| Kafes yapısı | Hegzagonal | Sıkı Parket Hegzagonal |

Al_2O_3 matrise Ti/Ni takviyeleri ile kompozit üretiminin incelendiği bir çalışmada, matris fazı olarak kullanılan %99,99 saflıkta, 100 nm tane boyutlu Al_2O_3 ve takviye fazı olarak kullanılan %99,9 saflıkta, 12 μm tane boyutlu Ti tozuna ait SEM görüntüleri Şekil 1'de verilmiştir. Tozların SEM görüntüleri incelemesinde Al_2O_3 tozlarının küresel şekilli oldukları ve topaklanma eğilimi gösterdikleri belirtilmektedir. Ti tozunun ise çok düzensiz ve keskin köşeli şekle sahip olduğu bildirilmiştir (Zygmuntowicz vd., 2022). Yapılan bu çalışmada kullanılan matris ve takviye fazlarının da önceki çalışmalarda belirtilen saflık ve tane boyutlarına yakın olması benzer şekilde tane yapısının olduğunu göstermekte ve bu sebeple homojen karışımın sağlanması, uygun karıştırma süresinin belirlenmesi ile topaklanmaların giderilmesi oldukça önemlidir.



Şekil 1. Al_2O_3 Tozu (a), Ti Tozu (b) SEM Görüntüleri (Zygmuntowicz vd., 2022)

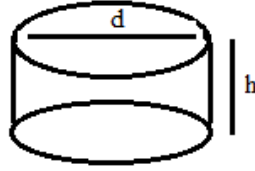
Al_2O_3 -Ti kompozitlerinin üretilmesinde alümina matrise %0,5, %1, %3, %5 ve %10 Ti takviyeleri yapılmıştır. Saf alümina ve kompozit tozları sinterleme öncesi hidrolik preste 1000 MPa basınçta şekillendirilmiş ve Argon gaz atmosferinde 1550 °C, 120 dk. ve 10 °C/dk. proses parametrelerinde basınçsız sinterleme yöntemi ile sinterlenmiştir. Saf alümina ve alümina-titanyum kompozitlerinin üretim basamaklarının şematik görünümü Şekil 2'de verilmiştir.



Şekil 2. Numunelerin Hazırlanması ve Sinterleme Süreci

Numunelerin hazırlanması işleminde tozlar önce hassas terazide tartılmış ve alüminaya ağırlıkça %0,5, %1, %3, %5 ve %10 Ti ilaveleri yapılmıştır. Elde edilen karışıma etanol ilavesi yapılarak bilyalı değirmende karışımların homojen dağılımı sağlanmıştır. Karıştırma haznesinin hacimce 1/3'ü etanol, 1/3'ü bilya ilave edilmiş ve kalan kısmı boş bırakılmıştır. Karıştırma işleminde 1000 dev/dk., 10 dk. karıştırma süresi ve 60 g çelik bilya kullanılmıştır. Karıştırma işleminde toz / bilya kütle oranı 1:8 olarak hazırlanmıştır. Bilyalı değirmende öğütme sonrası toz karışımının bilyalardan ayrılması için elekten geçirilmiştir. Etanol ilaveli karışımlar etüvde 70 oC sıcaklıkta bir gün boyunca bekletilerek etanolün uzaklaştırılması sağlanmıştır. Kurutma işlemi ardından numuneler agat havanda öğütülmüş ve içerisine önceden hazırlanmış olan %5 PVA (polivinil alkol) eklenmiştir. Ağırlıkça %5 PVA çözeltisi ısıtma-karıştırma cihazında 30 ml. saf su içerisinde PVA'nın tamamen çözündürülmesi ile hazırlanmış ve şekillendirme işleminde tozların birbiri ile daha iyi bağlanmasını sağlamak için eklenmiştir. Bu işlemlerin ardından toz karışımları inceltmek amacıyla 180 mesh elekten geçirilmiştir. Elde edilen inceltmiş ve topaklanmaları giderilmiş tozlar hidrolik preste 1000 MPa basınçta şekillendirilmiştir. Şekillendirme işleminde 10 mm delik çapı, deliğe uygun çaplarda işlenmiş alt ve üst aparatları olan paslanmaz çelik kalıp kullanılmıştır. Şekillendirme sonrası numunelerin yoğunlukları ölçülmüş ve sinterlemeye hazır hale getirilmiştir. Son işlem basamağı olan sinterleme işlemi Argon gaz atmosferinde 1550 oC sinterleme sıcaklığı, 120 dk. süre ve 10 oC/dk. ısıtma oranında gerçekleştirilmiştir.

Sinterleme öncesi ve sonrası numunelerin yoğunlukları ölçülmüş elde edilen yoğunluklar karşılaştırmalı olarak incelenmiştir. Şekil 3'te numuneye ait şematik görünüm verilmiştir.



Şekil 3. Numunelerin Şematik Gösterimi

Numunelerin yoğunluklarının hesaplanmasında formül 1 ve formül 2 de verilen eşitlik kullanılmıştır. Numunelerin ağırlıkları hassas terazide, çap ve yükseklik ölçüleri ise mikrometre ile ölçülmüştür. Formül 1 de (teorik yoğunluk) verilen m numunenin ağırlığı, $V = \pi \times r^2 \times h$ denkleminden yararlanılarak hesaplanır. Kompozit numunelerin % teorik bağıl (kısımlı) yoğunluğu (ρ_T) ise formül 2 den hesaplanmakta ve ρ_K toz karışımının yoğunluğu olup karıştırılan tozların ağırlıkça karışım oranlarına bağlı olarak değişmektedir.

$$\rho_T = \frac{m}{V} \quad (1)$$

$$\rho_T(\%) = \frac{\rho_T}{\rho_K} \times 100 \quad (2)$$

Sertlik deneyleri microvickers sertlik ölçüm yönteminde 5000 g (HV_5) yük altında 15 sn bekleme ile oluşan izlerin köşegen uzunluklarının ölçümleri ile gerçekleştirilmiştir. Her bir numune için en az üç ölçüm yapılmış ve bunların ortalaması alınmıştır. Kırılma tokluğu, sertlik ölçüm izlerinin uçlarında oluşan çatlak boylarının optik mikroskopta ölçülmesi ve formül 3 te verilen eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır. Formülde verilen H vickers sertliğini, a vickers izinin yarısını, E Young modülünü, l çatlak uzunluğunu göstermektedir (Meir vd., 2014; Sousa vd., 2021).

$$K_{Ic} = 0,0264(Hxa) \left(\frac{E}{H}\right)^{0.4} \times (l^{-0.5}) \quad (2)$$

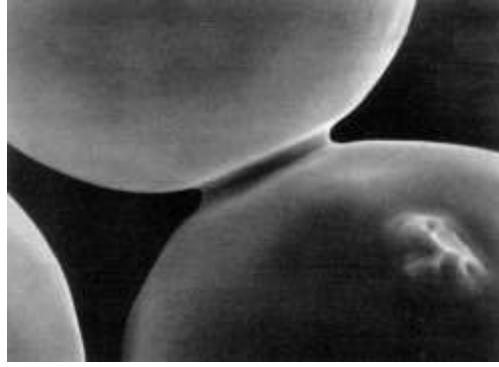
Basma deneyleri Ondokuz Mayıs Üniversitesi Karadeniz İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (OMÜ KİTAM) altyapısındaki 100 kN yük kapasiteli test cihazıyla gerçekleştirilmiştir. Tüm numunelerin maksimum basma dayanımları bulunarak karşılaştırmalı incelenmiştir.

Sinterleme sonrası numunelerin kırık yüzeylerinin incelenmesi OMÜ KİTAM altyapısındaki taramalı elektron mikroskopunda gerçekleştirilmiş ve monolitik alümina ile Ti takviyeleri içerisinde en iyi mekanik özellikler ve en düşük mekanik özellikleri sergileyen numunelerin SEM görüntüleri alınmıştır. Elde edilen SEM görüntüleri ile numunelerin mikroyapı analizleri gerçekleştirilmiştir. Numunelerin XRD analizleri yapılarak alümina ve Ti fazlarının sinterleme sonrası faz dağılımları ve kimyasal reaksiyon oluşumu değerlendirilmiştir.

Bulgular ve Tartışma

Bu çalışmada Al_2O_3 matrise ağırlıkça %0,5, 1, 3, 5, 10 Ti ilave edilerek üretilen kompozitler 1550 °C ve 120 dk. proses parametreleri ile Ar gaz atmosferinde sinterlenmiştir. Numunelerin sinterleme öncesi ve sonrası yoğunlukları hesaplanmış ve elde edilen yoğunluk verileri Tablo 1’de verilmiştir. Sinterleme sonrası yoğunlukların karşılaştırmalı incelendiği grafik Şekil 4’te verilmiştir. Numunelerin yoğunlukları değerlendirildiğinde sinterleme öncesi %56-62 olan yoğunlukların sinterleme sonrası %93-94 değerlerine ulaştığı görülmektedir. Bu durum numunelerin sinterleme prosesinde boyun verme işlemi ile istenilen yoğunluklara ulaşıldığı ve Ti fazının arayüzey bağlantılarının güçlü yapılar oluşturarak mekanik özellikleri olumsuz etkileyen porozite oluşumunu engellediğini göstermektedir.

Şekil 4’te numunelerin sinterleme işleminde boyun oluşumu verilmiştir. Sinterleme öncesi taneler arası boşluklar sebebiyle düşük olan yoğunluk, sinterleme prosesinde boyun verme işlemi sonucunda porozitenin azalması ve tozların birbirine bağlanması ile hem mukavemetin hem de yoğunluğun artmasını sağlamaktadır (Şenel, 2018).



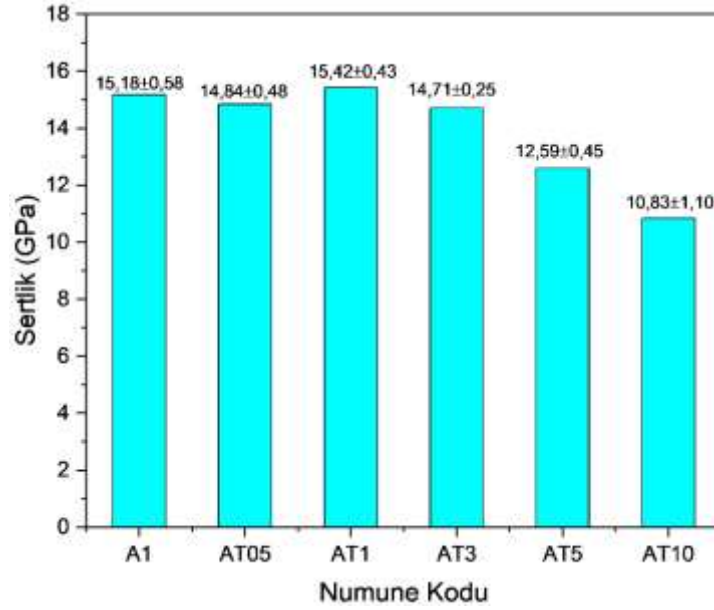
Şekil 4. Sinterleme Prosesinde Taneler Arası Boyun Verme İşlemi (Şenel, 2018).

Tablo 2. Numunelerin Sinterleme Öncesi ve Sonrası Yoğunlukları

| Numune Kodu | Yoğunluk | 1 Nolu | 2 Nolu | 3 Nolu | 4 Nolu | 5 Nolu | 6 Nolu |
|-------------------------------------|--------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| A1 | Sinterleme Öncesi | 56 | 62 | 62 | 2 | 56 | 56 |
| %100 Al ₂ O ₃ | Sinterleme Sonrası | 92 | 92 | 92 | 87 | 92 | 93 |
| AT05 | Sinterleme Öncesi | 55 | 62 | 55 | 55 | 55 | 62 |
| %0,5 Ti | Sinterleme Sonrası | 94 | 93 | 94 | 92 | 92 | 94 |
| AT1 | Sinterleme Öncesi | 55 | 61 | 62 | 61 | 62 | 61 |
| %1 Ti | Sinterleme Sonrası | 90 | 91 | 89 | 89 | 89 | 92 |
| AT3 | Sinterleme Öncesi | 55 | 61 | 61 | 61 | 62 | 61 |
| %3 Ti | Sinterleme Sonrası | 86 | 84 | 86 | 86 | 86 | 85 |
| AT5 | Sinterleme Öncesi | 55 | 55 | 55 | 55 | 55 | 55 |
| %5 Ti | Sinterleme Sonrası | 83 | 87 | 84 | 84 | 84 | 86 |
| AT10 | Sinterleme Öncesi | 55 | 55 | 55 | 55 | 55 | 55 |
| %10 Ti | Sinterleme Sonrası | 78 | 78 | 76 | 79 | 76 | 79 |

Tablo 2’de elde edilen verilen analizi sonucunda monolitik alüminanın yoğunluğunun sinterleme sonrası %93, fakat bununla birlikte yapılan %0,5 Ti takviyesi ile AT05 kompozitinde en yüksek yoğunluk değeri olan %94 yoğunluk değeri ölçülmüştür. Artan Ti takviye oranları ile yoğunluğun azaldığı ve monolitik alüminanın yoğunluğundan da düşük yoğunluklar elde edilmiştir. Yapılan yoğunluk ölçümleri analizlerinde en iyi sonucun %0,5 Ti takviyesi ile elde edildiği tespit edilmiştir. Al₂O₃ matrise Ti takviyesinin etkilerinin incelendiği çalışmada monolitik alümina ile %0,5, 1, 1,5, 2, 2,5, 3 oranlarında Ti takviyeleri ile üretilen kompozitlerin sinterleme sonrası yoğunlukları değerlendirilmiş, en yüksek yoğunluklarının %0,5 ve %1 Ti takviyelerinde %99 olarak ölçüldüğü, monolitik alüminanın yoğunluğunun %97 ölçüldüğü ve artan Ti takviye oranıyla yoğunluğun azalarak monolitik durumdan daha düşük sonuçların elde edildiği bildirilmiştir. Bu durum diğerlerine kıyasla düşük oranlarda (%0,5 ve %1) Ti takviyelerinde ince taneli yapının korunarak sinterleme esnasında homojen tane büyümesinin sağlanması, daha yüksek oranlarda Ti takviyelerinde ise bu durumun aksinin olduğu bildirilmiştir (Esparza-Vázquez vd., 2014). Farklı bir çalışmada Ti/Al₂O₃ kompozitine Y₂O₃ ilavesinin incelendiği çalışmada seramik malzemelerin mukavemetinde porozitenin önemli bir rol aldığı ve homojen dağılım sağlanması ile yoğunluk ve mekanik özelliklerin olumlu yönde eğilim gösterdikleri belirtilmiştir (Liu vd., 2015).

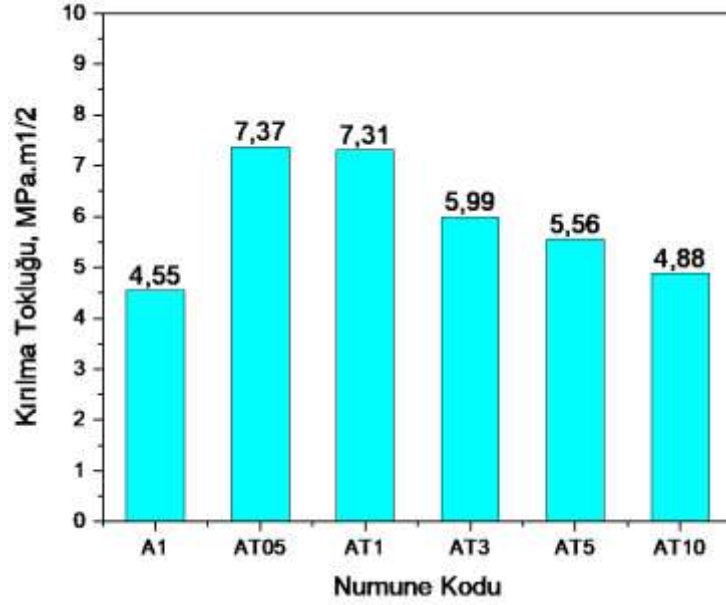
Yoğunluk ölçümü ardından numunelerin sertlik deneyleri gerçekleştirilmiş ve numunelerin mikrovickers (HV₅) ölçümleri yapılarak monolitik alümina ve Al₂O₃-Ti kompozitleri için karşılaştırmalı değerlendirilmiştir. Sertlik deneyi sonrası numunelere ait sertlik ölçüm sonuçları Şekil 5’te verilmiştir.



Şekil 5. Tüm Numunelerin Sertlik Değerleri

Şekil 5'te elde edilen bulgular değerlendirildiğinde monolitik alüminanın sertliğinin $15,18 \pm 0,58$ GPa olarak ölçüldüğü, $\text{Al}_2\text{O}_3/\%1$ Ti takviyeli AT1 kodlu kompozitte en yüksek sertlik değeri olan $15,42 \pm 0,43$ GPa sertlik değerinin elde edildiği görülmektedir. Yoğunluk ile kıyaslandığında en yüksek yoğunluğun elde edildiği AT05 kodlu kompozitte ise $14,84 \pm 0,48$ GPa sertlik elde edildiği ve monolitik duruma göre düşük olduğu görülmektedir. Artan Ti takviye oranları ile sertlikte önemli ölçüde düşüş olduğu belirlenmiş ve en düşük sertlik değeri %10 Ti takviyeli AT10 kompozitinde $10,83 \pm 1,1$ GPa ölçülmüştür. Sertlik verilerinin karşılaştırmalı değerlendirilmesi sonucunda monolitik duruma göre %0,5, %1 ve %3 Ti takviyeleri ile sertlikte önemli değişim olmamakla birlikte en iyi sonucun %1 Ti takviyeli AT1 kompozitinde elde edildiği, %5 ve %10 Ti takviyelerinde ise sertlikte önemli ölçüde düşüş olduğu tespit edilmiştir. Al_2O_3 matrise %20, 40, 60, 80 oranlarında Ti takviyesinin mekanik özelliklere etkisinin incelendiği çalışmada, %20 Ti takviyesi ile üretilen kompozitte en yüksek sertlik değeri olan 19,7 GPa değerinin elde edildiği fakat bunun monolitik alüminadan düşük olduğu ve artan Ti takviye oranı ile doğrusal orantılı olarak sertlikte büyük ölçüde düşüş olduğu belirtilmiştir. Artan Ti takviyeleri ile sertlikte görülen düşüş $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}$ arayüzlerinde oluşan TiO ve Ti-Al-O katı çözeltilerinin tane sınırlarında birikmesi ve zayıflatması ile açıklanmaktadır. Buna ek olarak çatlak ilerlemesinin titanyum fazı içerisinde ve alümina taneleri etrafından ilerlediği, bu sebeple seramik metal arayüzünün alümina parçacıklarından daha zayıf olduğunu bildirilmiştir (Meir vd., 2015). Farklı bir çalışmada Al_2O_3 matrise %25, 50, 75 Ti takviyelerinin etkilerinin incelendiği çalışmada SPS sinterleme yöntemi ile 1350 °C sıcaklık 30 dk. bekleme süresinde gerçekleştirilen sinterleme sonrası monolitik alüminanın sertlik değerinin 19,76 GPa olarak ölçüldüğü ve artan Ti takviye oranı ile sertlik değerlerinin azaldığı ve en düşük sertlik değerinin 10,12 GPa ölçüldüğü belirtilmiştir (Bahraminasab vd., 2017). Yapılan literatür değerlendirmelerinde yüksek oranda Ti takviyelerinin çalışıldığı ve sonuçların yapılan bu çalışma ile paralel sonuçların elde edildiği görülmekte, yapılan bu çalışmada ilave edilen Ti fazı miktarının düşük seçilmesi de çalışmanın özgünlüğünü ortaya koymaktadır.

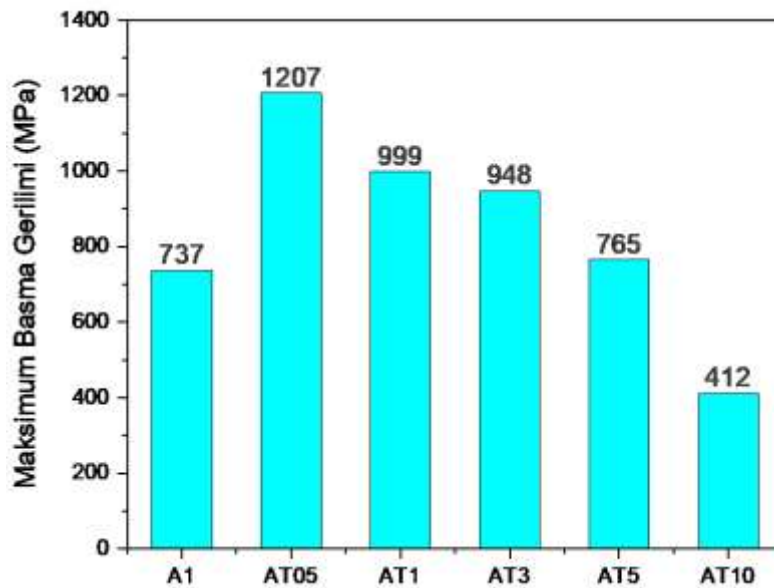
Numunelerin mikrovickers sertlik izlerinin optik mikroskopta incelenmesi ile oluşan çatlak boylarının formül 2'de yerine yazılması ile elde edilen kırılma tokluğu değerleri belirlenmiştir. Elde edilen kırılma tokluğu değerlerinin karşılaştırmalı değerlendirilmesi için oluşturulan grafik olarak Şekil 6'da verilmiştir.



Şekil 6. Tüm Numunelerin Kırılma Tokluğu Değerleri

Şekil 6'da verilen kırılma tokluğu ölçüm sonuçları incelendiğinde monolitik alüminanın kırılma tokluğunun $4,55 \text{ MPa.m}^{1/2}$, bununla birlikte Al_2O_3 -%0,5 Ti takviyeli AT05 kodlu kompozitte ise en yüksek kırılma tokluğu değeri olan $7,37 \text{ MPa.m}^{1/2}$ değeri elde edilmiştir. Ti ilave miktarının artırılması ile kırılma tokluğunda azalma olduğu ve Al_2O_3 -%10 Ti takviyeli kompozitte en düşük kırılma tokluğu değerinin elde edildiği görülmüştür. Elde edilen veriler sonucunda %0,5 Ti takviyeli AT05 kodlu numunede en yüksek kırılma tokluğu değerinin elde edildiği ve monolitik duruma kıyasla kırılma tokluğunun %62 iyileştirildiği tespit edilmiştir. Al_2O_3 matrise Ti takviyesinin mekanik özelliklere etkilerinin incelendiği çalışmada, %0,5 ve %1 Ti takviyeleri ile üretilen kompozitler ile en yüksek kırılma tokluğu değerlerinin elde edildiği ve monolitik alüminanın kırılma tokluğunun %200 oranında iyileştirildiği belirtilmiştir. Bu durumunun Ti fazının uygun sinterleme parametreleri kullanılarak, alümina matris içerisinde homojen dağılımın sağlanması ile elde edildiği bildirilmiştir (Esparza-Vázquez vd., 2014).

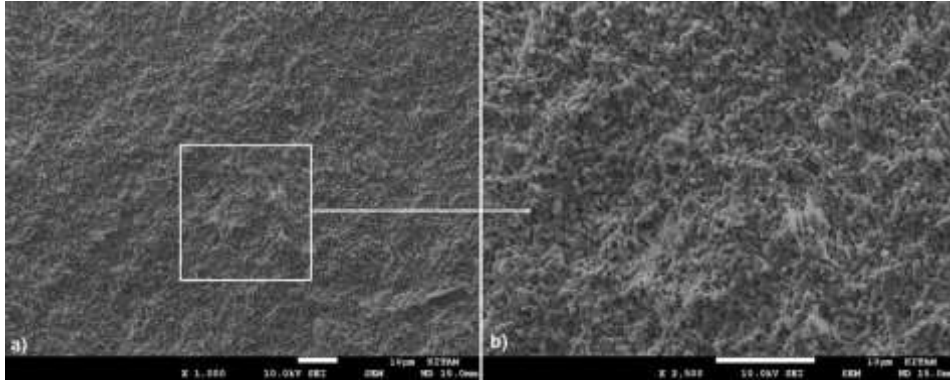
Monolitik alümina ve Al_2O_3 -Ti kompozitlerinin basma deneyleri gerçekleştirilmiş ve elde edilen maksimum basma gerilimi belirlenerek numuneler karşılıklı değerlendirilmiştir. Basma deneyleri sonrası elde edilen maksimum basma gerilimlerine ait grafik Şekil 7'de verilmiştir.



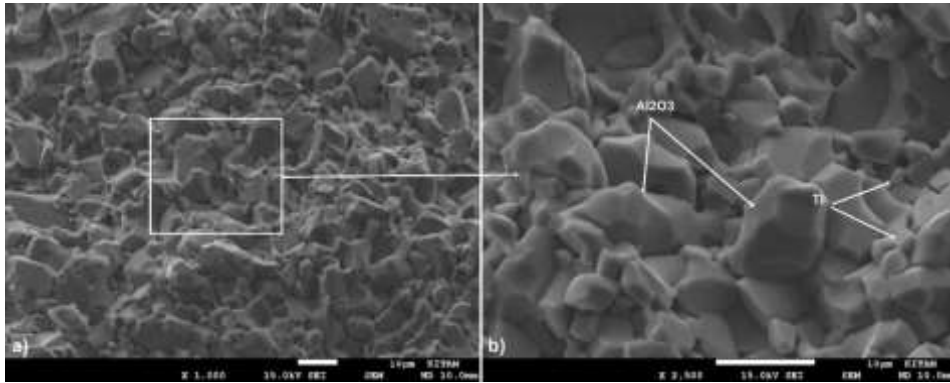
Şekil 7. Tüm Numunelerin Basma Dayanımları

Şekil 7’de elde edilen veriler incelendiğinde monolitik alüminanın basma dayanımının 737 MPa olarak ölçüldüğü bununla birlikte en yüksek basma dayanımının Al_2O_3 -%0,5 Ti takviyeli AT05 kompozitinde 1207 MPa olarak ölçüldüğü görülmektedir. Ti ilave miktarının artırılması ile basma dayanımında düşüş olduğu belirlenmiş ve basma dayanımı en düşük Al_2O_3 -%10 Ti kompozitinde ölçülmüştür. Elde edilen veriler sonucunda %0,5 Ti takviyesi ile monolitik alüminanın basma dayanımının %60 oranında iyileştirilebileceği görülmüştür. Benzer şekilde kırılma tokluğunda da aynı takviye oranında en yüksek değer elde edilmiştir. Bu açıdan değerlendirildiğinde alüminanın dezavantajı olan kırılma yapısı %0,5 Ti takviyesi ile iyileştirilebilmekte, Ti takviye oranı arttıkça bu durum olumsuz olarak etkilenip monolitik durumdan daha düşük sonuçlar elde edilmektedir. Ti/ Al_2O_3 kompozitine Ta_2O_5 ilavesinin etkilerinin incelendiği çalışmada düşük yoğunluk değeri ölçülen kompozitlerin eğilme dayanımlarının da düşük olduğu ve sinterleme sonrası kompozit yapısında oluşan büyük miktardaki porozitenin eğilme dayanımını olumsuz etkilediği bildirilmiştir (Xu vd., 2017).

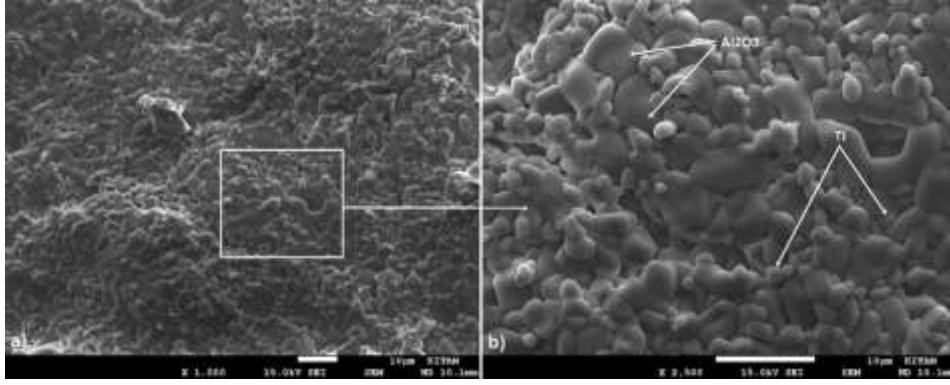
Mekanik deneylerin sonucunda %0,5 Ti takviyeli AT05 kompozitinin en uygun takviye oranı olarak ve %10 Ti takviyeli AT10 kompozitinde ise en düşük değerlerin elde edildiği takviye oranı olarak belirlenmiştir. Monolitik alümina, AT05 ve AT10 kompozitlerinin mikroyapı analizleri için kırık yüzeylerden SEM görüntüleri alınmıştır. SEM görüntüleri her bir numune için 1000X ve 2500X büyütmede alınmış, Şekil 8’de monolitik alümina, Şekil 9’da AT05 ve Şekil 10’da AT10 kompozitinin SEM görüntüleri verilmiştir. SEM görüntülerinde sinterleme sonrası Al_2O_3 -Ti arayüzleri incelenmiştir. Monolitik alümina ve Al_2O_3 -Ti kompozitlerinde fazların homojen dağılım sağlandığı tespit edilmiştir.



Şekil 8. Monolitik Alümina SEM Görüntüleri 1000X (a), 2500X (b)



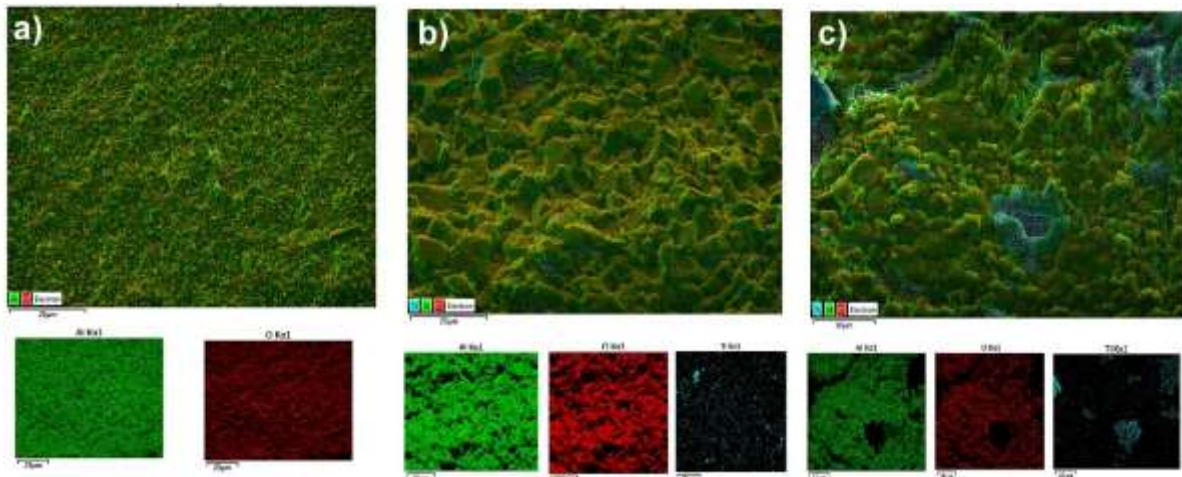
Şekil 9. AT05 SEM Görüntüleri 1000X (a), 2500X (b)



Şekil 10. AT10 SEM Görüntüleri 1000X (a), 2500X (b)

Şekil 8, Şekil 9, Şekil 10'da verilen SEM görüntüleri incelendiğinde mekanik özelliklerin hem monolitik alümina hem de diğer Ti takviyelerine kıyasla en yüksek değerlerin elde edildiği AT05 kompozitine ait mikroyapının matris fazı ile ilave faz arasında sinterleme prosesinde oluşan boyun verme işleminde bağlanmanın daha iyi olduğu bu sebeple de porozitenin daha düşük olduğu sonucuna ulaşılmıştır. AT05 ve AT10 kompozitlerinde kırık yüzeyler incelendiğinde kırılmaların alümina fazında taneler arası, Ti fazında tane içi şeklinde olduğu ve bununla önceki çalışmalarda da Al_2O_3 -Ti kompozitlerinin oluşturulduğu çalışmalarda da benzer şekilde olduğu bildirilmiştir (Boatema vd., 2018; Meir vd., 2015). Yapılan Ti takviyelerinin monolitik duruma göre tane büyümesine sebep olduğu AT05 ve AT10 kompozitlerine ait SEM görüntülerinde görülmektedir. Ek olarak AT10 kompozitinde porozitenin AT05 kompozitine kıyasla oldukça yüksek olduğu bu durumda mekanik özellikleri olumsuz yönde etkileyen faktörlerin başında gelmektedir. Yapılan mikroyapı analizleri sonucunda %0,5 Ti takviyeli AT05 kompozitinin sinterleme prosesi ile diğerlerine kıyasla daha yoğun ve güçlü bir kompozit yapısının elde edildiği ve yapılan incelemeler içerisinde en uygun mikro yapının elde edildiği tespit edilmiştir. Al_2O_3 /Ti kompozitlerinin SPS yöntemiyle sinterlenmesinin mekanik özelliklerine etkilerinin incelendiği çalışmada, %60 Ti takviyesi ile üretilen kompozitin çatlak oluşumu incelendiğinde, çatlakın Ti fazında tane içi kırılma şeklinde, kolayca ilerlediği, alümina fazda ise tanelerin etrafından yayıldığını, bu sebeple Al_2O_3 -Ti arayüzeyinin zayıf olduğu sonucunun elde edildiğini belirtmişlerdir (Meir vd., 2015).

Şekil 11'de SEM görüntüleri verilen monolitik alümina, AT05 ve AT10 kompozitlerinin EDS analizlerine ait görüntüler verilmiştir. Yeşil renk Al fazını, kırmızı renk O fazını, mavi renk Ti fazını göstermektedir.

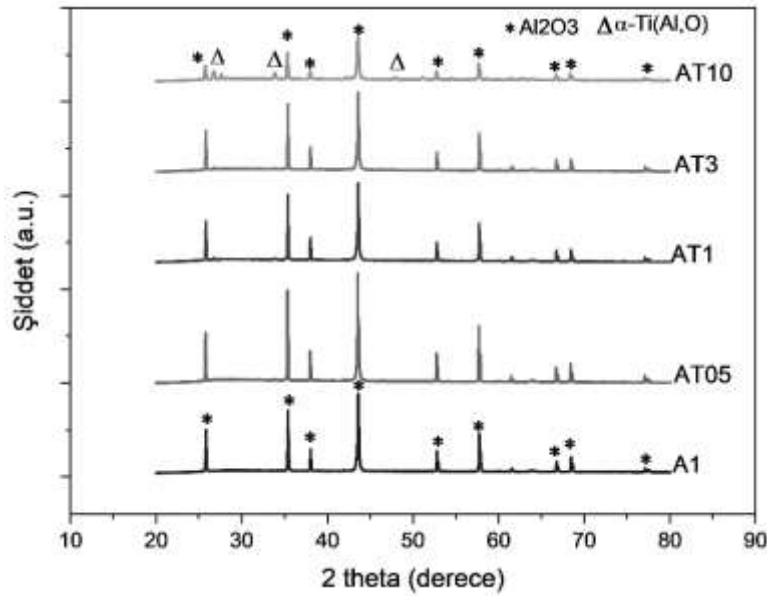


Şekil 11. EDS Analizi Monolitik Alümina (a), AT05 (b), AT10 (c)

Şekil 11'de verilen EDS analizlerinde monolitik alümina ile Ti takviyeli kompozitler karşılaştırıldığında AT05 kompozitinde Ti fazının Al_2O_3 matris içerisinde homojen dağılım sergilediği ancak en yüksek Ti takviyeli AT10 kompozitinde bölgesel topaklanmaların olduğu görülmektedir. Bu durum uygun karıştırma işlemi neticesinde istenilen mikroyapı ve arayüzlerin elde edilmesi açısından oldukça

önemlidir. Al_2O_3 -Ti kompozitlerinin SPS yöntemiyle sinterlenmesi konusunda yapılan çalışmada, %90Ti-%10 Al_2O_3 kompozitinin EDS analizi element haritalamasında Ti, Al, O fazlarının dağılımının incelendiği bildirilmiştir. Topaklanmaların görüldüğü bölgelerde oksijen açısından düşük intermetalik fazların oluşunu belirtmişlerdir (Hayun vd., 2016).

Sinterlenen monolitik alümina ve kompozitlerin XRD analizlerine ait grafik Şekil 12’de verilmiştir. Yapılan analizde monolitik alümina numunesinde ki piklerin Ti takviyeli kompozitlerde de görüldüğü, yeni oluşan fazlara ait piklerin görülmediği, bu durumun sinterleme işleminde fazlar arası herhangi bir kimyasal reaksiyonun olmadığını göstermektedir. Ancak AT10 kompozitinde 20° - 35° ve 45° - 50° arasında görülen ekstra piklerin α -Ti(Al,O) yapısına ait olduğu görülmüştür. Bu durum önceki çalışmalarda da matris fazı Al_2O_3 ün çözünmesi sonucunda, Ti fazının çözünen Al ve O ile katı çözültisi sonucu α -Ti(Al,O) yapısının oluştuğu şeklinde belirtilmiştir (Meir vd., 2015). Al_2O_3 -TiC kompozitlerinin düşük sıcaklıkta SPS ile sinterlenmesi konusunda yapılan çalışmada, matris fazı ve ilave fazın XRD desenlerinin, sinterleme sonrası kompozitlerin desenleri ile karşılaştırdıklarını, fazlara ait piklerin sinterleme sonucu kompozitlerle örtüştüğü, yeni oluşan herhangi bir faza ait pik görülmediği belirtilmiştir (Meir vd., 2014).



Şekil 12. Monolitik Alümina ve Al_2O_3 -Ti Kompozitlerinin XRD Analizi

Sonuç ve Öneriler

Bu çalışmada monolitik alümina ve Al_2O_3 -Ti kompozitleri toz metalurjisi yöntemiyle üretilmiştir. Kompozitlerin üretiminde alümina matrise %0,5, %1, %3, %5, %10 oranlarında Ti ilaveleri yapılmıştır. Şekillendirme işlemi sonrası numuneler $1550^\circ C$, 120 dk. ve $10^\circ C/dk$. proses parametreleri kullanılarak sinterlenmiştir. Sinterleme işlemi sonrası numunelerin mekanik deneyleri ve mikroyapı analizleri gerçekleştirilmiştir. Yapılan deneyler neticesinde monolitik alüminanın %0,5 Ti takviyesi ile mekanik ve mikroyapı özelliklerinin optimum seviyede iyileştirilebileceği tespit edilmiştir. En uygun takviye oranı %0,5 Ti takviye oranı ile %94 yoğunluk, 14,84 GPa sertlik, $7,37 MPa \cdot m^{1/2}$ kırılma tokluğu, 1207 MPa basma dayanımı değerleri elde edilmiştir. Yapılan mikro yapı analizlerinde homojen dağılımın sağlandığı, en düşük porozite ve fazlar arası arayüzey bağlanmasının en güçlü olduğu kompozitin %0,5 Ti takviyeli kompozit olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışma ile, Al_2O_3 ün literatürde belirtilen üstün özelliklerinden yararlanılması ve az sayıda çalışma olan Ti takviyesinin etkilerinin incelenmesi ile yenilikçi bir bakış açısı sağlanmıştır.

Yazar Katkısı

Samet Yavuz, deneysel ortamını hazırladı, verilerin toplanması ve istatistiksel analizlileri gerçekleştirdi. *Mevlüt Gürbüz*, verilerin toplanması ve deneysel süreci deneysel süreci takip etti. Yazarlar makaleyi birlikte yazdı, okudu ve onayladı.

Etik

Bu makalenin yayınlanmasıyla ilgili herhangi bir etik sorun bulunmamaktadır.

Çıkar Çatışması

Yazarlar herhangi bir çıkar çatışması olmadığını belirtmektedir.

ORCID

Samet Yavuz  <http://orcid.org/0000-0002-6912-279X>

Mevlüt Gürbüz  <http://orcid.org/0000-0003-2365-5918>

Kaynaklar

- Bahraminasab, M., Ghaffari, S. ve Eslami-Shahed, H. (2017). Al₂O₃-Ti functionally graded material prepared by spark plasma sintering for orthopaedic applications. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 72(February), 82–89. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2017.04.024>
- Boatema, L., Zwaag van der, S., ve Sloof, W. G. (2018). Self-healing of Al₂O₃ containing Ti microparticles. *Ceramics International*, 44(10), 11116–11126. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.03.119>
- Esparza-Vázquez, S. J., Rocha-Rangel, E., Rodríguez-García, J. A. ve Hernández-Bocanegra, C. A. (2014). Strengthening of alumina-based ceramics with titanium nanoparticles. *Materials Sciences and Applications*, 05(07), 467–474. <https://doi.org/10.4236/msa.2014.57050>
- Hayun, S., Meir, S., Kalabukhov, S., Frage, N. ve Zaretsky, E. (2016). Phase constitution and dynamic properties of spark plasma-sintered alumina-titanium composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 99(2), 573–580. <https://doi.org/10.1111/jace.13992>
- İnan, U. (2005). *Farklı sinterleme sıcaklıklarının Ağırlıkça %2 MnO ve %2 TiO₂ katkılı alümina seramiğin mikroyapısal ve fiziksel özelliklerine olan etkileri*. İstanbul Teknik Üniversitesi.
- Liu, M., Wang, Z., Li, Q., Shi, G., Wu, C. ve Li, Y. (2015). Effects of Y₂O₃ on the mechanical properties of Ti/Al₂O₃ composites of hot pressing sintering. *Materials Science and Engineering: A*, 624(1), 181–185. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.11.058>
- Lu, Y., Zhu, M., Zhang, Q., Hu, T., Wang, J. ve Zheng, K. (2020). Microstructure evolution and bonding strength of the Al₂O₃/Al₂O₃ interface brazed via Ni-Ti intermetallic phases. *Journal of the European Ceramic Society*, 40(4), 1496–1504. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2019.11.066>
- Meir, S., Kalabukhov, S., Frage, N. ve Hayun, S. (2015). Mechanical properties of Al₂O₃/Ti composites fabricated by spark plasma sintering. *Ceramics International*, 41(3), 4637–4643. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.12.008>
- Meir, S., Kalabukhov, S. ve Hayun, S. (2014). Low temperature spark plasma sintering of Al₂O₃-TiC composites. *Ceramics International*, 40, 12187–12192. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.04.059>
- Mutuk, T. (2019). *Grafen-Si₃N₄ takviyeli titanyum hibrit kompozit ile prototip implant üretimi*. Ondokuz

Mayıs Üniversitesi.

- Şenel, M. C. (2018). Grafen-seramik tanecik takviyeli alüminyum matrisli hibrit kompozitlerin toz metalurjisi metoduyla üretimi, mekanik ve mikroyapı özelliklerinin incelenmesi [Yayımlanmamış doktora tezi]. Ondokuz Mayıs Üniversitesi.
- Shi, S., Cho, S., Goto, T. ve Sekino, T. (2020a). CNT-induced TiC toughened Al₂O₃/Ti composites: Mechanical, electrical, and room-temperature crack-healing behaviors. *Journal of the American Ceramic Society*, 103(8), 4573–4585. <https://doi.org/10.1111/jace.17152>
- Shi, S., Cho, S., Goto, T. ve Sekino, T. (2020b). Role of CeAl₁₁O₁₈ in reinforcing Al₂O₃/Ti composites by adding CeO₂. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 18(1), 170–181. <https://doi.org/10.1111/ijac.13629>
- Shi, S., Sekino, T., Cho, S. ve Goto, T. (2020). Ti and TiC co-toughened Al₂O₃ composites by in-situ synthesis from reaction of Ti and MWCNT. *Materials Science and Engineering A*, 777(January), 139066. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139066>
- Sousa, L., Basilio, L., Alves, A. C. ve Toptan, F. (2021). Tribocorrosion-resistant biofunctionalized Ti-Al₂O₃ composites. *Surface and Coatings Technology*, 420(April), 127329. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127329>
- Xu, H., Zhang, L., Wang, Z., Wu, J. ve Yang, F. (2017). Effects of Ta₂O₅ on mechanical properties and elements diffusion of Ti/Al₂O₃ composites prepared via hot pressing sintering. *Ceramics International*, 43(10), 7935–7941. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.03.003>
- Yavuz, S. ve Gürbüz, M. (2023a). Al₂O₃ matrisli Ti takviyesinin mekanik özelliklere etkisinin incelenmesi. *12. Uluslararası Bilimsel Çalışmalar Kongresi (UBCAK)*, 325–334.
- Yavuz, S. ve Gürbüz, M. (2023b). Farklı sinterleme parametrelerinin monolitik alüminanın yoğunluğuna etkisinin incelenmesi. *Global Conference on Engineering Research (GLOBECER'23)*, 196–207.
- Yin, Z., Huang, C., Zou, B., Liu, H., Zhu, H. ve Wang, J. (2013). Preparation and characterization of Al₂O₃/TiC micro-nano-composite ceramic tool materials. *Ceramics International*, 39(4), 4253–4262. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.10.277>
- Yin, Z., Yuan, J., Wang, Z., Hu, H., Cheng, Y. ve Hu, X. (2016). Preparation and properties of an Al₂O₃/Ti(C,N) micro-nano-composite ceramic tool material by microwave sintering. *Ceramics International*, 42(3), 4099–4106. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.11.082>
- Zygmuntowicz, J., Tomaszewska, J., Wiecek, M., Żurowski, R., Piotrkiewicz, P., Wachowski, M. ve Wiciński, P. (2022). Properties of Al₂O₃/Ti/Ni composites fabricated via centrifugal slip casting under environmentally assessed conditions as a step toward climate-neutral society. *Ceramics International*, 48(15), 21920–21933. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.04.174>